

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY

fermet.misis.ru

2024 Том 67 № 2
Vol. No.

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Оценка гомогенности рафинировочного шлака АКП
расчетным и экспериментальными методами

Исследование изменения температуры прессового инструмента
при обработке лазером

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Эволюция дислокационной структуры и фазового состава в процессе
нагрева деформированного высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$

ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМ ПРОМЫШЛЕННОМ И ЛАБОРАТОРНОМ ОБОРУДОВАНИИ, ТЕХНОЛОГИЯХ И МАТЕРИАЛАХ

Напряженно-деформированное состояние керамической оболочковой
формы при формировании в ней стальной шарообразной отливки

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

Научно-технический журнал

Издается с января 1958 г. Выпускается 6 раз в год

2024 Том 67 № 2
Vol. No.

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:



Редакционная коллегия:

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. Горбатов, 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. Гролов, 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., академик РАЕН, ОАО «Электростальский завод тяжелого машиностроения», г. Москва
Ю. А. Курганова, д.т.н., профессор, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва
Х. Линн, ООО «Линн Хай Терм», Германия
В. И. Лысак, академик РАН, д.т.н., профессор, ВолгГТУ, г. Волгоград
В. П. Мешалкин, академик РАН, д.т.н., профессор, РХТУ им. Д.И. Менделеева, г. Москва

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.

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@isis.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

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. Пышминцев, д.т.н., РосНИТИ, г. Челябинск
А. И. Рудской, академик РАН, д.т.н., профессор, СПбПУ Петра Великого, г. Санкт-Петербург
Б. А. Сивак, к.т.н., профессор, АО АХК «ВНИИМЕТМАШ», г. Москва
Л. М. Симонян, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва
Л. А. Смирнов, академик РАН, д.т.н., профессор, ОАО «Уральский институт металлов», г. Екатеринбург
С. В. Солодов, к.т.н., НИТУ МИСИС, г. Москва
Н. А. Спирин, д.т.н., профессор, УрФУ, г. Екатеринбург
Г. Танг, Институт перспективных материалов университета Циньхуа, г. Шеньжень, Китай
М. В. Темлянец, 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:



Editorial Board:

Sailaubai O. Baisanov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Abishev Chemical-Metallurgical Institute, Karaganda, Republic of Kazakhstan
Vladimir D. Belov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow
Anatolii A. Brodov, Cand. Sci. (Econ.), Bardin Central Research Institute for Ferrous Metallurgy, Moscow
Il'ya V. Chumanov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., South Ural State Research University, Chelyabinsk
Andrei N. Dmitriev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Academician, RANS, A.M. Prokhorov Academy of Engineering Sciences, Institute of Metallurgy, Ural Branch of RAS, Ural Federal University, Yekaterinburg
Aleksei V. Dub, Dr. Sci. (Eng.), Prof., JSC "Science and Innovations", Moscow
Mikhail R. Filonov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow
Sergei M. Gorbatyuk, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow
Konstantin V. Grigorovich, Academician of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow
Victor E. Gromov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Siberian State Industrial University, Novokuznetsk
Aleksei G. Kolmakov, Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of RAS, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow
Valerii M. Kolokol'tsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk
Mariya V. Kostina, Dr. Sci. (Eng.), Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow
Konstantin L. Kosyrev, Dr. Sci. (Eng.), Academician of RANS, Electrosteel Heavy Engineering Works JSC, 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

Editor-in-Chief:

Leopol'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@sisis.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

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, Chelyabinsk
Andrei I. Rudskoi, Academician of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Rector, Peter the Great Saint-Petersburg Polytechnic University, Saint-Petersburg
Oleg Yu. Sheshukov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Ural Federal University, Yekaterinburg
Laura M. Simonyan, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow
Robert F. Singer, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Friedrich-Alexander University, Germany
Boris A. Sivak, Cand. Sci. (Eng.), Prof., VNIIMETMASH Holding Company, Moscow
Leonid A. Smirnov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Academician of RAS, OJSC "Ural Institute of Metals", Yekaterinburg
Sergei V. Solodov, Cand. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow
Speidel Marcus, Dr. Natur. Sci., Prof., Swiss Academy of Materials, Switzerland
Nikolai A. Spirin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Ural Federal University, Yekaterinburg
Tang Guoi, Institute of Advanced Materials of Tsinghua University, Shenzhen, China
Mikhail V. Temlyantsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Siberian State Industrial University, Novokuznetsk
Ekaterina P. Volynkina, Dr. Sci. (Eng.), Advisor, ALE "Kuzbass Association of Waste Processors", Novokuznetsk
Aleksei B. Yur'ev, Dr. Sci. (Eng.), Rector, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk
Vladimir S. Yusupov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow
Vladimir I. Zhuchkov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Institute of Metallurgy, Ural Branch of RAS, Ural Federal University, Yekaterinburg
Michael Zinigrad, Dr. Sci. (Physical Chemistry), Prof., Rector, Ariel University, Israel
Vladimir I. Zolotukhin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Tula State University, Tula

In accordance with paragraph 5 of the Rules for the formation of the Higher Attestation Commission 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 international data bases.

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

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



Articles are available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

СОДЕРЖАНИЕ

CONTENTS

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

- Мурысёв В.А., Шешуков О.Ю., Сафонов В.М., Со-
мов С.А., Метелкин А.А., Егiazар'ян Д.К. Оцен-
ка гомогенности рафинировочного шлака
АКП расчетным и экспериментальным методами 140
- Стук Т.С., Потоцкий Е.П. Оценка аварийности домен-
ных фурм 148
- Чиченев Н.А., Горбатюк С.М., Соломонов К.Н.,
Снитко С.А., Чиченева О.Н. Исследование изме-
нения температуры прессового инструмента при
обработке лазером 155

РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ
В ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

- Акуов А.М., Келаманов Б.С., Заякин О.В., Самура-
тов Е.К., Есенгалиев Д.А. Изучение влияния флю-
сующих добавок на свойства шлака высокоуглеро-
дистого феррохрома 161

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

- Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Порфирьев М.А., Крю-
ков Р.Е. Внутренние напряжения и их источники в
сталях с ОЦК кристаллической решеткой 167
- Иванов И.В., Аккузин С.А., Сафарова Д.Э., Литов-
ченко И.Ю., Батаев И.А. Эволюция дислока-
ционной структуры и фазового состава в процессе
нагрева деформированного высокоэнтропийного
сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ 176
- Невский С.А., Башенко Л.П., Громов В.Е., Перегу-
дов О.А., Гостевская А.Н., Володин Т.В. Форми-
рование градиента структурно-фазовых состояний
быстрорежущей стали при наплавке. Часть 2. Роль
неустойчивости Маллинза-Секерки в образовании
структур кристаллизации 185
- Гордиенко А.И., Абдульменова Е.В., Козлова Т.В.,
Гоморова Ю.Ф., Власов И.В., Фотин И.А., Каю-
ров К.Н., Буякова С.П. Влияние режимов терми-
ческой обработки на структуру и свойства стали
 $08X18H6AG10C$ 195

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

- Уполовникова А.Г., Шартдинов Р.Р., Сметанни-
ков А.Н. Влияние основности на физические свойст-
ва ковшевых шлаков системы $CaO - SiO_2 - Ce_2O_3 -$
 $- Al_2O_3 - MgO$ 205

METALLURGICAL TECHNOLOGIES

- Murysev V.A., Sheshukov O.Yu., Safonov V.M., So-
mov S.A., Metelkin A.A., Egiazar'yan D.K. Assess-
ment of homogeneity of ladle-furnace refining slag
by calculation and experimental methods 140
- Stuk T.S., Pototskii E.P. Estimation of accident rate of blast
furnace tuyeres 148
- Chichenev N.A., Gorbatyuk S.M., Solomonov K.N.,
Snitko S.A., Chicheneva O.N. Investigation of
changes in temperature of pressing tool during laser
processing 155

RESOURCE SAVING
IN FERROUS METALLURGY

- Akuov A.M., Kelamanov B.S., Zayakin O.V., Samura-
tov E.K., Yessengaliyev D.A. Influence of additives on
properties of high-carbon ferrochrome slag 161

MATERIALS SCIENCE

- Popova N.A., Nikonenko E.L., Porfir'ev M.A., Kryu-
kov R.E. Internal stresses and their sources in steels
with BCC lattice 167
- Ivanov I.V., Akkuzin S.A., Safarova D.E., Litovchen-
ko I.Yu., Bataev I.A. Evolution of dislocation struc-
ture and phase composition of deformed $Al_{0.3}CoCrFeNi$
high-entropy alloy during heating 176
- Nevskii S.A., Bashchenko L.P., Gromov V.E., Peregu-
dov O.A., Gostevskaya A.N., Volodin T.V. Formation
of the gradient of structural-phase states of high-speed
steel during surfacing. Part 2. The role of the Mullins-
Sekerka instability in formation of crystallization struc-
tures 185
- Gordienko A.I., Abdulmenova E.V., Kozlova T.V., Go-
morova Yu.F., Vlasov I.V., Fotin I.A., Kayurov K.N.,
Buyakova S.P. Effect of heat treatment modes on
structure and properties of $08Kh18N6AG10S$ steel 195

PHYSICO-CHEMICAL BASICS
OF METALLURGICAL PROCESSES

- Upolovnikova A.G., Shartdinov R.R., Smetannikov A.N.
Effect of basicity on physical properties of ladle slags of
 $CaO - SiO_2 - Ce_2O_3 - Al_2O_3 - MgO$ system 205

СОДЕРЖАНИЕ (продолжение)

CONTENTS (Continuation)

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

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

Одинокое В.И., Евстигнеев А.И., Дмитриев Э.А., На-
моконов А.Н., Евстигнеева А.А., Чернышова Д.В. Напряженно-деформированное состояние кера-
мической оболочковой формы при формировании
в ней стальной шарообразной отливки. Часть 1 211

Odinokov V.I., Evstigneev A.I., Dmitriev E.A., Namoko-
nov A.N., Evstigneeva A.A., Chernyshova D.V. Stress-
strain state of ceramic shell mold during formation of
spherical steel casting in it. Part 1 211

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

**BASED ON THE MATERIALS
OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE
“SCIENTIFIC AND PRACTICAL SCHOOL FOR
YOUNG METALLURGISTS”**

Карасев В.С., Коджаспиров Г.Е., Федоров А.С., Аль-
хименко А.А., Житенев А.И. Повышение корро-
зионных свойств дуплексной стали с помощью мо-
дифицирования РЗМ 219

Karasev V.S., Kodzhaspurov G.E., Fedorov A.S., Al'khi-
menko A.A., Zhitenov A.I. Increasing the corrosion
properties of duplex steel with REM modification 219

Ровбо А.С., Голубев И.А., Шапошников Н.О., Пени-
гин А.В., Федоров А.С. Подходы к выбору мате-
риального исполнения инфраструктурных объек-
тов транспорта и заправки CO₂ 229

Rovbo A.S., Golubov I.A., Shaposhnikov N.O., Peni-
gin A.V., Fedorov A.S. Approaches to the selection of
material design of infrastructure facilities for transport
and injection of CO₂ 229

**ЭКОЛОГИЯ И РАЦИОНАЛЬНОЕ
ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ**

**ECOLOGY AND RATIONAL USE
OF NATURAL RESOURCES**

Рыбенко И.А., Рожихина И.Д., Нохрина О.И., Голо-
дова М.А. Рациональные варианты применения
высококачественного марганцевого концентрата 237

Rybenko I.A., Rozhikhina I.D., Nokhrina O.I., Golo-
dova M.A. Rational application of high quality manga-
nese concentrate 237

**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ
И АВТОМАТИЗАЦИЯ
В ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ**

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

Спирин Н.А., Гуринов И.А., Лавров В.В., Зайнул-
лин Л.А. Информационно-моделирующая система
движения слоев шихты и накопления расплава
в горне доменной печи 245

Spirin N.A., Gurin I.A., Lavrov V.V., Zainullin L.A. In-
formation modeling system for movement of charge
layers and melt accumulation in a blast furnace well 245



УДК 669.046.58

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-140-147



Оригинальная статья

Original article

ОЦЕНКА ГОМОГЕННОСТИ РАФИНИРОВОЧНОГО ШЛАКА АКП РАСЧЕТНЫМ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫМ МЕТОДАМИ

В. А. Мурысёв¹, О. Ю. Шешуков^{2,3}, В. М. Сафонов⁴,
С. А. Сомов¹, А. А. Метелкин², Д. К. Егиязарьян^{2,3}

¹ АО «Выксунский металлургический завод» (Россия, 607060, Нижегородская обл., Выкса, ул. Братьев Баташевых, 45)

² Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина (620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19)

³ Институт металлургии Уральского отделения РАН (Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 101)

⁴ Выксунский филиал НИТУ «МИСИС» (Россия, 607036, Нижегородская обл., Выкса, п.г.т. Шиморское, ул. Калинина, 206)

✉ murysev_va@vsw.ru

Аннотация. В работе рассмотрены вопросы по определению нерастворенных частиц СаО и MgO в шлаках, формируемых в агрегате ковш–печь. Оценка шлаков по наличию и количеству нерастворенных оксидов СаО и MgO в зависимости от химического состава проводили с помощью полимерной модели, разработанной в УрФУ и усовершенствованной в ИМЕТ УрО РАН. Для определения насыщения многокомпонентного расплава по оксидам СаО и MgO необходимо сравнить два параметра: термодинамическую активность оксида в расплаве, которая зависит от химического состава, и активность насыщения, которая зависит от температуры. Предлагается методика оценки содержания нерастворенных частиц в шлаках, формируемых на участке ковшевой обработки стали АО «ВМЗ». Большинство шлаков содержит нерастворенную известь в количестве не более 10 %, что достаточно для успешной десульфурации стали. Теоретические расчеты по определению нерастворенных частиц были подтверждены в лабораторных условиях при исследованиях производственных шлаков на установке вискозиметра конструкции Штенгельмейера. Лабораторные опыты показали точность расчетного метода определения твердой фазы в шлаках, формируемых в агрегате ковш–печь, путем сравнения изменения вязкости при снижении температуры шлаков. Температура застывания гетерогенного шлака на 200 °С выше, чем гомогенного. При снижении температуры гетерогенного шлака образовывались укрупненные агломераты твердых оксидов, которые контактировали с измерительным зондом, повышая регистрируемую вязкость оксидной системы в интервале температур 1570 – 1590 °С. Результаты лабораторных опытов подтверждают методику определения твердой фазы в шлаке.

Ключевые слова: шлаки, агрегат ковш–печь, нерастворенные частицы, гомогенный шлак, гетерогенный шлак, вискозиметр, растворение извести

Благодарности: Статья выполнена в рамках государственной работы № FEUZ-2023-0015.

Для цитирования: Мурысёв В.А., Шешуков О.Ю., Сафонов В.М., Сомов С.А., Метелкин А.А., Егиязарьян Д.К. Оценка гомогенности рафинировочного шлака АКП расчетным и экспериментальными методами. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):140–147.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-140-147>

ASSESSMENT OF HOMOGENEITY OF LADLE-FURNACE REFINING SLAG BY CALCULATION AND EXPERIMENTAL METHODS

V. A. Murysev¹, O. Yu. Sheshukov^{2,3}, V. M. Safonov⁴,
S. A. Somov¹, A. A. Metelkin², D. K. Egiazar'yan^{2,3}

¹JSC “Vyksa Metallurgical Plant” (45 Br. Batashevskiy Str., Vyksa, Nizhny Novgorod Region 607060, Russian Federation)

²Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin (19 Mira Str., Yekaterinburg 620002, Russian Federation)

³Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (101 Amundsena Str., Yekaterinburg 620016, Russian Federation)

⁴Vyksa Branch of the National University of Science and Technology “MISIS” (206 Kalinina Str., Shimorskoe, Vyksa District, Nizhny Novgorod Region 607036, Russian Federation)

✉ murysev_va@vsw.ru

Abstract. The paper considers the issues of determining undissolved CaO and MgO particles in slags formed in a ladle-furnace unit. The assessment of slags by the presence and quantity of undissolved oxides CaO and MgO, depending on chemical composition, was carried out using a polymer model developed at UrFU and improved at IMeT UrB RAS. To determine the saturation of a multicomponent melt by CaO and MgO oxides, it is necessary to compare two parameters: thermodynamic activity of oxide in the melt, which depends on chemical composition, and saturation activity, which depends on temperature. The authors propose a method for estimating the content of undissolved particles in the slags formed at the steel ladle treatment at JSC VMZ. Most slags contain undissolved lime in an amount less than 10 %, which is sufficient for successful steel desulfurization. Theoretical calculations for determination of undissolved particles were confirmed in laboratory conditions during studies of industrial slags with a Stengelmeyer viscometer. Laboratory experiments showed the accuracy of the calculated method for determining the solid phase in the slags formed in ladle-furnace unit by comparing the viscosity changes with a decrease in the slags temperature. Solidification temperature of heterogeneous slag is 200 °C higher than that of homogeneous one. When temperature of heterogeneous slag decreased, enlarged agglomerates of solid oxides were formed, which fell under the measuring device, respectively, it showed an increased viscosity of the oxide system in the temperature range of 1570 – 590 °C. Laboratory experiments confirm the methodology for determining the solid phase in the slag.

Keywords: slag, ladle-furnace unit, undissolved particles, homogeneous slag, heterogeneous slag, viscometer, lime dissolution

Acknowledgements: The work was performed within the framework of the state task No. FEUZ-2023-0015.

For citation: Murysev V.A., Sheshukov O.Yu., Safonov V.M., Somov S.A., Metelkin A.A., Egiazar'yan D.K. Assessment of homogeneity of ladle-furnace refining slag by calculation and experimental methods. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):140–147.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-140-147>

ВВЕДЕНИЕ

Ковшовая металлургия является качественной стадией обработки металла перед разливкой на УНРС, основной задачей которой является доводка жидкого металла до заданного и однородного химического состава, необходимой температуры, высокой степени чистоты по неметаллическим включениям и вредным примесям [1 – 3].

В агрегате ковш–печь (АКП) в условиях электрошлакового цеха АО «Выксунский металлургический завод» (АО «ВМЗ») формируют высокоосновные, жидкоподвижные шлаки с основной целью – удаление из металла серы, которая снижает служебные свойства стали [1; 4 – 7]. Дополнительно шлак обеспечивает защиту металла от вторичного окисления, снижение теплотеря с поверхности расплава и поглощение неметаллических включений [1].

Основной задачей при формировании высокоосновного шлака в условиях ковшевой обработки стали (КОС) является обеспечение максимальных десульфуризирующих свойств, достигаемых при наличии «свобод-

ных» анионов кислорода, источниками которых являются основные оксиды CaO и MgO [1; 8 – 11].

Исходя из опыта рафинирования металла на участке КОС известно, что для успешного удаления серы необходимо формировать шлаки, насыщенные по CaO с незначительной долей пересыщения (не более 10 %). В случае полной растворимости извести будет существовать дефицит оксида CaO, что отрицательно отразится на рафинирующих свойствах шлака. Если количество нерастворенной извести будет превышать 10 %, то это также приведет к снижению рафинирующих свойств и к перерасходу шлакообразующих материалов [1; 12].

Для растворения CaO необходимо ввести добавки, которые снизят его температуру плавления и ускорят растворение, например, флюорит (CaF₂), ОКД (добавка кремнесодержащая) или алюмосодержащие материалы.

Как эффективный разжижитель шлака широко применяется в сталеплавильном производстве флюорит (плавиковый шпат). Однако его применение имеет ряд существенных недостатков [13]:

– фторид кальция способствует разъеданию футеровки сталеразливочных ковшей;

– в условиях высоких температур происходит частичное испарение CaF_2 , что приводит к ухудшению экологической обстановки.

На современных предприятиях стараются заменить фторид кальция другими разжижающими добавками.

Для растворения CaO в шлаке можно использовать материалы на основе кремнезема и глинозема, которые образуют легкоплавкие эвтектики с оксидом кальция и тем самым снижают его температуру плавления. Однако применение материала на основе SiO_2 для проведения рафинирующих процессов нецелесообразно, так как одним из важнейших условий достижения высокого коэффициента распределения серы в период рафинирования является снижение содержания SiO_2 в шлаке [1; 14]. Именно поэтому следует использовать разжижающие материалы на основе Al_2O_3 [15 – 17].

Дополнительно необходимо провести оценку шлаков по насыщению CaO и MgO в зависимости от их химического состава в условиях КОС АО «ВМЗ».

ОПИСАНИЕ МЕТОДА ИССЛЕДОВАНИЯ

Оценку шлаков по наличию и количеству нерастворенных в них оксидов CaO и MgO в зависимости от химического состава проводили с помощью полимерной модели (ПМ), разработанной в Уральском федеральном университете имени первого Президента России Б.Н. Ельцина (УрФУ) и усовершенствованной в работе [19].

Принцип определения насыщения многокомпонентного расплава по CaO и MgO заключается в сравнении двух параметров: термодинамической активности оксида CaO в расплаве ($a_{\text{CaO}}^{\text{тд}}$), которая зависит от химического состава, и активности насыщения CaO ($a_{\text{CaO}}^{\text{нас}}$), которая зависит от температуры.

Методика определения насыщения расплава по CaO и MgO заключается в следующем (рис. 1). В точке 1,

соответствующей температуре T_1 , справедливо неравенство $a_{\text{CaO}}^{\text{тд}} < a_{\text{CaO}}^{\text{нас}}$, то есть расплав не насыщен оксидом CaO .

От точки 1 до точки 2 (не включая саму точку 2) происходит снижение $a_{\text{CaO}}^{\text{нас}}$. В точке 2, определяемой температурой T_2 , расплав становится насыщенным по оксиду CaO и достигает термодинамической активности этого оксида в расплаве, то есть справедливо равенство $a_{\text{CaO}}^{\text{тд}} = a_{\text{CaO}}^{\text{нас}}$. Это условие соответствует определенному значению CaO^* в расплаве. При дальнейшем снижении температуры до T_3 и постоянном составе шлака избыток оксида CaO будет присутствовать в виде твердой фазы, так как $a_{\text{CaO}}^{\text{тд}} > a_{\text{CaO}}^{\text{нас}}$. Соответственно, можно определить состав шлака и температуру, при которых начинает выделяться твердая фаза CaO : это линия 4 – 2 – 5 (рис. 1).

Таким образом, методика определения количества нерастворенных частиц CaO и MgO и полного состава жидкой фазы гетерогенного шлака состоит в следующем:

1) определение минимальной температуры, при которой термодинамические активности оксидов CaO и MgO не превышают активностей насыщения;

2) при необходимости снижение расчетного количества оксидов CaO и MgO в шлаке для соблюдения условия $a_{\text{CaO}}^{\text{тд}} = a_{\text{CaO}}^{\text{нас}}$;

3) определение массовой доли нерастворенных частиц оксидов CaO и MgO по балансу компонентов исходной концентрации компонентов шлака при заданной температуре.

Для проверки этой методики были отобраны шлаки, формируемые в сталеразливочном ковше на участке КОС электросталеплавильного цеха АО «ВМЗ» с известным химическим составом (табл. 1).

С помощью представленной методики и ПМ был рассчитан состав гомогенной фазы каждого шлака и количество твердой фазы оксидов CaO и MgO (табл. 2).

Шлак 4 гомогенный, так как не содержит твердых фаз CaO и MgO ; шлак 5 является гетерогенным и содержит твердые фазы CaO и MgO ; шлаки 1 – 3, 6 гетерогенные и содержат только нерастворенный оксид CaO , количество которого не превышает 10 %.

Таблица 1. Химический состав исследуемых шлаков

Table 1. Chemical composition of the studied slags

Шлак	Содержание, мас. %				
	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	FeO + MnO
1	52,7	9,8	27,0	6,1	<1,5
2	50,7	9,9	28,8	6,7	
3	52,7	8,4	29,6	5,2	
4	47,3	9,6	31,1	6,9	
5	50,9	9,3	26,2	9,2	
6	52,5	8,9	26,6	6,6	

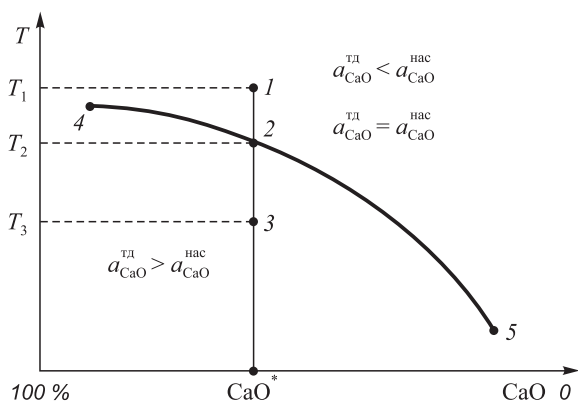


Рис. 1. Методика расчета количества твердых частиц оксида CaO в гетерогенном шлаке

Fig. 1. Method for calculating the amount of solid CaO particles in heterogeneous slag

Таблица 2. Химический состав гомогенной фазы и наличие твердой фазы в исследуемых шлаках

Table 2. Chemical composition of homogeneous phase and presence of solid phase in the studied slags

Шлак	Содержание, мас. %, в жидкой фазе					Количество выделившегося из исходной оксидной смеси (гетерогенного шлака), мас. %	
	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	FeO + MnO	MgO	CaO
1	52,52	10,66	29,36	6,63	<1,5	0	4,56
2	52,00	10,26	29,84	6,94		0	0,52
3	52,75	9,03	31,80	5,59		0	3,73
4	49,33	10,01	32,43	7,20		0	0
5	49,87	10,39	29,26	9,50		0,72	6,47
6	51,56	10,07	30,10	7,47		0	7,28

Определив тип шлаков, можно провести сравнение их физических свойств (вязкости и температуры плавления) на лабораторной установке.

В работе был использован вибрационный метод измерения вязкости. Вибрационный вискозиметр, работающий в режиме резонансных колебаний, позволяет измерять вязкость расплавов в пределах 0,1 – 15 Па·с. Высокая чувствительность вибрационного вискозиметра обусловлена тем, что он работает на резонансных колебаниях и вязкость шлака нарушает условия резонанса. Для получения резонанса необходимо, чтобы частота тока, питающего катушку вибратора, была равна собственной частоте механических колебаний подвижной системы вискозиметра. При наступлении резонанса амплитуда колебаний подвижной системы становится максимальной и в обмотке измерительной катушки индуцируется максимальная ЭДС. Конструкция использованного вибрационного вискозиметра была разработана Штенгельмейером [20] (рис. 2).

Принцип работы вискозиметра состоит в том, что при опускании зонда в расплав шлака резонанс колебаний нарушается: чем больше вязкость шлака, тем меньше становится амплитуда колебаний подвижной системы и тем меньше ЭДС в измерительной катушке. Настройка вискозиметра на резонанс проводится с помощью автогенератора. Так как измерительная катушка находится в магнитном поле кольцевого магнита, то в ней появляется ток, частота которого равна частоте колебаний подвижной системы вискозиметра, то есть в ней появляется ток резонансной частоты. С помощью усиленной схемы, питающейся от источника постоянного тока, повышается мощность колебаний этого тока. Усиленные колебания снова поступают в катушку вибратора, таким образом, автоматически поддерживаются резонансные колебания вискозиметра.

Для устранения передачи энергии колебаний от вискозиметра к опоре микровинтового подъемника вискозиметр устанавливали на амортизирующие пружины, состоящие из четырех пар спиральных пружин. Так как стабильность работы электродинамических датчиков зависит от постоянства температуры окру-

жающей среды, то вискозиметр экранировали от теплового излучения.

При измерении вязкости расплавов использовали зонд длиной 300 мм, изготовленный из вольфрамовой проволоки диаметром 1,5 мм. Зонд погружали в расплав флюса на глубину 10 мм. Погружение зонда в исследуемый расплав осуществляли при помощи микровинтового подъемника, на котором закреплен вискозиметр. Глубину погружения отсчитывали по шкале микровинтового подъемника, а начало отсчета (касание зондом расплава) фиксировали с помощью измерителя ТРМ-200 по падению сигнала относительно движения зонда на воздухе. Для измерения вязкости использовали цифровой мультиметр, включенный параллельно измерительной катушке: его показания пропорциональны амплитуде и частоте колебаний измерительной катушки. Регистрация сигналов температуры и выходного сигнала мультиметра происходила в автоматическом режиме при помощи измерителя двухканального ТРМ-200. Выходной сигнал измерителя имеет интерфейс RS-485. Через автоматический преобразователь интерфейсов USB/RS-485 ОБЕН AC-4 сигнал поступал на компьютер и записывался в виде таблиц Excel. Регистрацию сигналов вели непрерывно на протяжении всего эксперимента с интервалом 1 с.

Тарировку вискозиметра проводили по шлаку, содержащему 40 мас. % CaO, 40 мас. % SiO₂ и 20 мас. % Al₂O₃. Вязкость этого шлака при различных температурах известна [7]. Это позволило провести «горячую» тарировку на шлаках с заранее известной вязкостью. Полученные результаты нескольких тарировок были суммированы и наложены на один график зависимости вязкости от полученного с вискозиметра сигнала. Далее было подобрано уравнение, наиболее точно описывающее полученные результаты:

$$\eta = 2 \left(-6,263 + \frac{43,088}{\ln E} \right),$$

где η – динамическая вязкость, Па·с; E – ЭДС, регистрируемая измерителем, мВ.

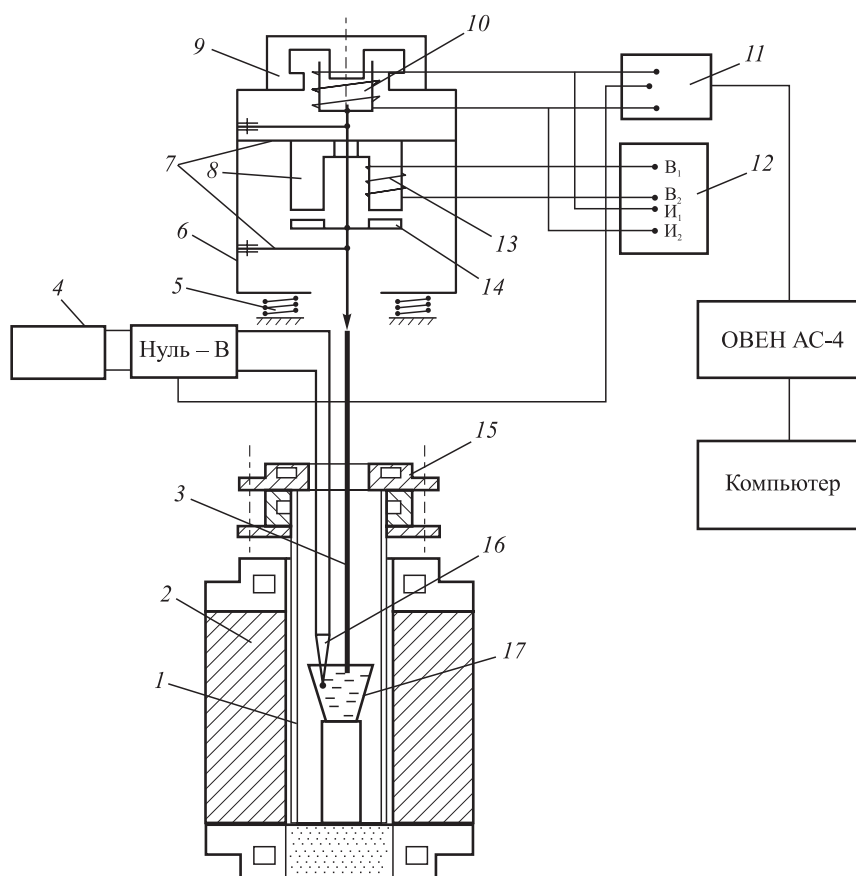


Рис. 2. Принципиальная схема вискозиметра конструкции Штенгельмейера:

1 – чехол из Al_2O_3 ; 2 – печь сопротивления; 3 – вибрирующий стержень, нижняя часть которого является зондом; 4 – мультиметр цифровой; 5 – амортизирующие пружины; 6 – корпус вискозиметра; 7 – плоские пружины; 8 – сердечник вибратора; 9 – кольцевой магнит; 10 – измерительная катушка; 11 – измеритель цифровой TRM-200; 12 – автогенератор; 13 – обмотка якоря; 14 – якорь вибратора; 15 – водоохлаждаемая крышка; 16 – W – WRe термопара; 17 – тигель с расплавом

Fig. 2. Schematic diagram of the Stengelmeyer viscometer:

1 – Al_2O_3 case; 2 – resistance furnace; 3 – vibrating rod, the lower part of which is a probe; 4 – digital multimeter; 5 – shock-absorbing springs; 6 – viscometer housing; 7 – flat springs; 8 – vibrator core; 9 – annular magnet; 10 – measuring coil; 11 – digital TRM-200 meter; 12 – auto generator; 13 – armature winding; 14 – vibrator anchor; 15 – water-cooled lid; 16 – W – WRe thermo-steam; 17 – crucible with melt

Коэффициенты уравнения были определены при анализе более чем 20 точек, полученных при тарировке вискозиметра. Каждая точка получена усреднением 100 – 150 значений вязкости при изотермической выдержке и одновременном замере вязкости тарировочного шлака. Относительная ошибка при измерении вязкости составляла $\pm 5\%$.

Методика проведения экспериментов включала в себя:

- подготовку шлаковой смеси, при этом объем подготовленной смеси должен был обеспечивать образование слоя жидкого шлака толщиной не менее 26 мм для тигля диаметром 10 мм и глубиной 30 – 40 мм;

- загрузку полученной смеси в молибденовый тигель, установку тигля в высокотемпературную нагревательную печь, нагрев до температуры порядка 1450°C , скорость нагрева около $9^\circ\text{C}/\text{мин}$, инертная атмосфера обеспечивалась подачей аргона в рабочий объем печи снизу;

- опускание вибрационной головки вискозиметра, касание вольфрамовым зондом поверхности шлака и заглубление с помощью микровинта на глубину 10 мм;

- выдержку с замером вязкости при заданной температуре в течение 5 мин, запись данных по вязкости и температуре шлака происходила в автоматическом режиме на компьютер с интервалом 1 с;

- постепенное охлаждение расплава со скоростью $5^\circ\text{C}/\text{мин}$; охлаждение продолжалось до затвердения расплава, в течение всего процесса шла непрерывная запись полученных данных;

- нагрев расплава до температуры расплавления для освобождения конца зонда из расплава.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПРОВЕДЕННЫХ ОПЫТОВ

Были проведены замеры вязкости гомогенного и гетерогенного шлаков 4 и 5 (табл. 2). Данные по замерам вязкости представлены на рис. 3 и 4.

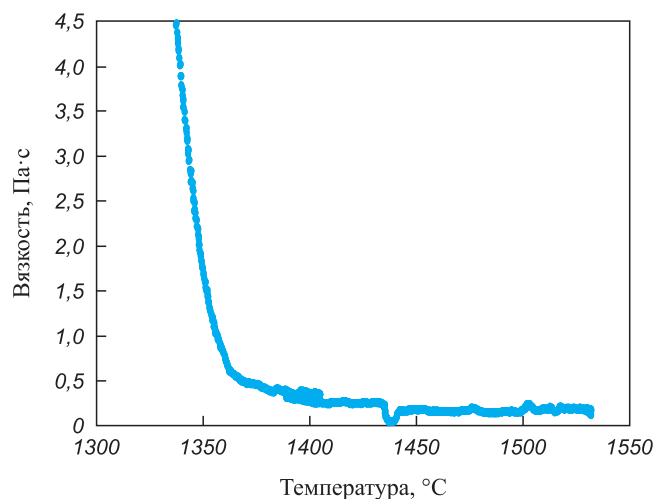


Рис. 3. Зависимость вязкости гомогенного шлака от температуры

Fig. 3. Dependence of viscosity of homogeneous slag on temperature

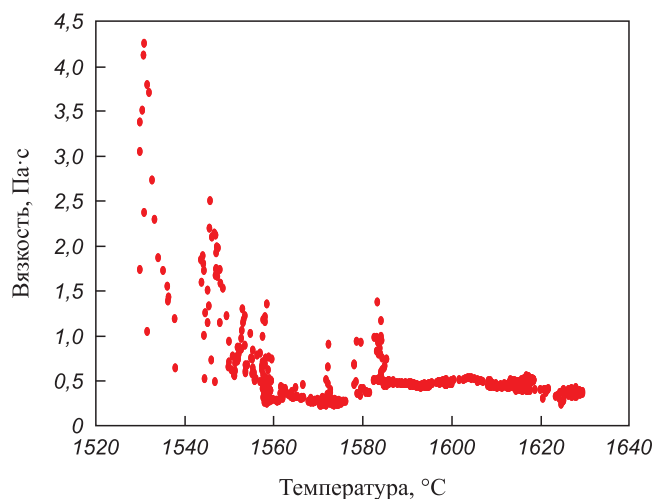


Рис. 4. Зависимость вязкости гетерогенного шлака от температуры

Fig. 4. Dependence of viscosity of heterogeneous slag on temperature

Представленные данные показывают следующее:

- непосредственный замер вязкости гетерогенных шлаков представляет некоторую проблему, так как в регистрируемый сигнал вносятся значительные помехи из-за взаимодействия зонда вискозиметра и твердых частиц шлака;

- при сравнительно близких параметрах химического состава гетерогенный шлак имеет повышенную вязкость за счет наличия твердых частиц в своем объеме;

- гетерогенный шлак имеет повышенную температуру кристаллизации, так как нерастворенные частицы могут выступать подложками в процессе кристаллизации жидкого шлака. Это выражается в более коротком интервале кристаллизации от начала заметного роста вязкости до затвердевания (порядка 20 – 30 °С для гетерогенного шлака и 60 °С для гомогенного).

Шлак, насыщенный оксидами MgO и CaO, обладает повышенной вязкостью. Температура затвердевания шлака на 200 °С выше, чем у гомогенного. Для проведения рафинировочных процессов необходимо наводить высокоосновной гомогенный шлак.

Из сопоставления данных, представленных на рис. 3 и 4, следует, что гетерогенный шлак обладает повышенной температурой плавления: для гомогенного шлака температура застывания составляет 1350 – 1370 °С, что соответствует теоретическим данным; температура плавления представленного гетерогенного шлака находится в интервале 1560 – 1590 °С. Дополнительно необходимо отметить, что при снижении температуры гетерогенного шлака образовывались укрупненные агломераты твердых оксидов, которые контактировали с измерительным зондом, при этом фиксировалась повышенная вязкость оксидной системы (интервал температур 1570 – 1590 °С).

АНАЛИЗ И ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

На участке КОС АО «ВМЗ» отобрано шесть проб шлаков; определено содержание твердой фазы оксидов CaO и MgO при температуре 1600 °С расчетным способом и по методике, представленной на рис. 1. Получены следующие результаты:

- шлак 4 не содержит твердой фазы, то есть он полностью гомогенный;

- шлак 5 содержит твердые фазы оксидов CaO и MgO;

- шлаки 1 – 3 и 6 содержат твердую фазу оксида CaO в количестве не более 10 %.

Лабораторные опыты подтвердили адекватность расчетного метода определения наличия твердой фазы в шлаках, формируемых в АКП, путем сравнения изменения вязкости при снижении температуры шлаков 4 и 5. Температура застывания гетерогенного шлака была на 200 °С выше при сравнительно схожем составе шлака. Отмечено, что при снижении температуры гетерогенного шлака образовывались укрупненные агломераты твердых оксидов, которые контактировали с измерительным зондом, повышая регистрируемую вязкость оксидной системы (интервал температур 1570 – 1590 °С).

Выводы

С недавнего времени с целью повышения эффективности и экологической безопасности производства стали произошел полный отказ от применения флюорита, добавка которого кардинально решала задачу быстрого растворения извести и формирования жидкоподвижного рафинирующего шлака. Именно поэтому обеспечение оптимальных свойств шлака, формируе-

мого в АКП, является весьма актуальной задачей. Разработанный метод определения предела растворимости оксида СаО в рафинирующем шлаке позволяет осуществлять мониторинг и корректировку как текущей технологии ковшевого рафинирования стали, так и проектирования ее новых вариантов.

Методика определения наличия твердой фазы в шлаке, формируемом в агрегате ковш-печь, была подтверждена при проведении лабораторных опытов путем сравнения показателей вязкости шлака при снижении температуры. Установлено, что температура затвердевания гетерогенного шлака на 200 °С выше, чем гомогенного.

Расчетная и экспериментальная методики показали хорошую сходимость результатов, отмечается только разница в вязкостных характеристиках шлаков из-за наличия в них нерастворенных частиц. Это позволяет проводить предварительную оценку свойств формируемых на АКП шлаков расчетным путем, применяя экспериментальное исследование только для подтверждения комплекса расчетов по набору шлаков.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Бигеев А.М., Бигеев В.А. Металлургия стали. Теория и технология плавки стали. Магнитогорск: МГТУ; 2000:544.
2. Fandrich R., Lungen H.-B., Wuppermann C.-D. Actual review on secondary metallurgy. *Revue de Metallurgie. Cahiers D'Informations Techniques*. 2008;105(7–8):364–374. <https://doi.org/10.1051/metal:2008053>
3. Fandrich R., Luengen H.-B., Wuppermann C.-D. Secondary metallurgy – State of the art and research trends in Germany. *Stahl und Eisen*. 2008;128(2):45–53.
4. Cao Q., Pitts A., Nastac L. Numerical modelling of fluid flow and desulphurisation kinetics in an argon-stirred ladle furnace. *Ironmaking and Steelmaking*. 2018;45(3):280–287. <http://doi.org/10.1080/03019233.2016.1262574>
5. Shen C., Liping W., Junbo G., Yuanwang P., Fei H. Industrial investigation of decarburization and desulphurization behaviour of 120 t new single snorkel degasser. *Ironmaking and Steelmaking*. 2020;47(7):713–721. <http://doi.org/10.1080/03019233.2019.1580029>
6. Agapitov E.B., Lemeshko M.A., Sokolova M.S. Prospects for the use of hollow electrodes for deep desulfurization of steel in the ladle-furnace unit. *Materials Science Forum*. 2020;989:474–479. <http://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.989.474>
7. Komolova O.A., Grigorovich K.V. Development of LF-software for modeling of refining processes in a ladle–furnace. *Journal of Physics: Conference Series*. 2019;1347:012066. <http://doi.org/10.1088/1742-6596/1347/1/012066>
8. Метелкин А.А., Шешуков О.Ю., Савельев М.В., Шевченко О.И., Егизарьян Д.К. К вопросу о десульфурации стали в агрегате «ковш-печь». В кн.: *Физико-химические основы металлургических процессов. Международная научная конференция имени академика А.М. Самарина*. Москва: ИМЕТ РАН; 2019:77.
9. Метелкин А.А., Шешуков О.Ю., Савельев М.В., Шевченко О.И., Егизарьян Д.К. Применение ионной теории для расчета сульфидной емкости шлаков. *Известия вузов. Черная Металлургия*. 2021;64(2):104–111. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-2-104-111>
10. Metelkin A.A., Sheshukov O.Yu., Savel'ev M.V., Shevchenko O.I., Egiazar'yan D.K. Application of ionic theory to calculate sulfide capacity of slags. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(2):104–111. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-2-104-111>
11. Savelyev M.V., Sheshukov O.Y., Egiazar'yan D.K., Metelkin A.A., Shevchenko O.I. Calculation of sulfur removal in ladle furnace unit by means of ionic theory of slags. In: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;966:012068. <http://dx.doi.org/10.1088/1757-899X/966/1/012068>
12. Соммервиль И.Д. Измерение, прогноз и применение емкостей металлургических шлаков / Пер. с англ. В кн.: *Инжекционная металлургия* 86. Москва: Металлургия; 1990:107–120.
13. Металлургия стали / В.И. Явойский, Ю.В. Кряковский, В.П. Григорьев, Ю.М. Нечкин, В.Ф. Кравченко, Д.И. Бородин. Москва: Металлургия; 1983:584.
14. Повышение стойкости футеровки агрегатов внепечной обработки стали / А.А. Метелкин, О.Ю. Шешуков, И.В. Некрасов, О.И. Шевченко. Нижний Тагил: НТИ (филиал) УрФУ; 2015:144.
15. Поволоцкий Д.Я. Физико-химические основы процессов производства стали. Челябинск: изд. ЮУрГУ; 2006:183.
16. Socha L., Hudzieczek Z., Michalek K., Pilka V., Piegza Z. Verification of physical modelling of steel desulphurization in the plant conditions of the homogenization station. In: *METAL 2014– 23rd Int. Conf. on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings*. 2014:64–71.
17. Socha L., Bažan J., Gryc K., Morávka J., Styrnal P., Pilka V., Piegza Z. Optimisation of the slag mode in the ladle during the steel processing of secondary metallurgy. *Materiali in Tehnologije*. 2013;47(5):673–678.
18. Современная сталь: теория и технология: учебное пособие / О.Ю. Шешуков, И.В. Некрасов, А.А. Метелкин, Е.Ю. Лозовая, О.И. Шевченко, М.В. Савельев. Нижний Тагил: НТИ (филиал) УрФУ; 2020:400.
19. Новиков В.К., Невидимов В.Н. Полимерная природа расплавленных шлаков. Екатеринбург: изд. ВПО УГТУ – УПИ; 2006:62.
20. Вопросы утилизации рафинировочных шлаков сталеплавильного производства / О.Ю. Шешуков, М.А. Михеенков, И.В. Некрасов и др. Нижний Тагил: НТИ (филиал) УрФУ; 2015:144.
21. Штенгельмейер С.В. Электромагнитный вибрационный вискозиметр. *Заводская лаборатория*. 1964;(2):238–239. Shtengel'meier S.V. Electromagnetic vibration viscometer. *Zavodskaya laboratoriya*. 1964;(2):238–239. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Владимир Александрович Мurysev, главный специалист Инженерно-технологического центра, АО «Выксунский металлургический завод»

E-mail: murysev_va@vsw.ru

Олег Юрьевич Шешуков, д.т.н., профессор, директор Института новых материалов и технологий, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, главный научный сотрудник лаборатории Проблем техногенных образований, Институт металлургии Уральского отделения РАН

E-mail: o.j.sheshukov@urfu.ru

Владимир Михайлович Сафонов, д.т.н., профессор кафедры электрометаллургии, Выксунский филиал НИТУ «МИСИС»

E-mail: wmsafonov@gmail.com

Сергей Александрович Сомов, начальник отдела Инженерно-технологического центра, АО «Выксунский металлургический завод»

E-mail: somov_sa@vsw.ru

Анатолий Алексеевич Метелкин, к.т.н., доцент кафедры металлургии железа и сплавов Института новых материалов и технологий, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина

E-mail: anatoliy82@list.ru

Денис Константинович Егiazарьян, к.т.н., доцент кафедры металлургии железа и сплавов Института новых материалов и технологий, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, заведующий лабораторией Проблем техногенных образований, старший научный сотрудник, Институт металлургии Уральского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-9833-7191

E-mail: avari@mail.ru

Vladimir A. Murysev, Chief Specialist of the Engineering and Technology Center, JSC "Vyksa Metallurgical Plant"

E-mail: murysev_va@vsw.ru

Oleg Yu. Sheshukov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Director of the Institute of New Materials and Technologies, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin; Chief Researcher of the Laboratory of Technogenic Formations Problems, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences

E-mail: o.j.sheshukov@urfu.ru

Vladimir M. Safonov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Electrometallurgy, Vyksa Branch of the National University of Science and Technology "MISIS"

E-mail: wmsafonov@gmail.com

Sergei A. Somov, Head of the Department of the Engineering and Technology Center, JSC "Vyksa Metallurgical Plant"

E-mail: somov_sa@vsw.ru

Anatolii A. Metelkin, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Metallurgy of Iron and Alloys of the Institute of New Materials and Technologies, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin

E-mail: anatoliy82@list.ru

Denis K. Egiazar'yan, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Metallurgy of Iron and Alloys of the Institute of New Materials and Technologies, Ural Federal University named after The First President of Russia B.N. Yeltsin; Senior Researcher, Head of the Laboratory of Technogenic Formations Problems, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-9833-7191

E-mail: avari@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

В. А. Мurysev – отбор промышленных шлаков, анализ лабораторных испытаний, написание статьи.

О. Ю. Шешуков – постановка задачи исследований, редактирование статьи.

В. М. Сафонов – постановка задачи исследований, редактирование статьи.

С. А. Сомов – отбор промышленных шлаков, анализ лабораторных испытаний.

А. А. Метелкин – обобщение результатов лабораторных и промышленных испытаний, написание статьи.

Д. К. Егiazарьян – проведение лабораторных испытаний, обсуждение полученных результатов, написание статьи.

V. A. Murysev – selection of industrial slags, analysis of laboratory tests, writing the text.

O. Yu. Sheshukov – formulation of the research problem, editing the text.

V. M. Safonov – formulation of the research problem, editing the text.

S. A. Somov – selection of industrial slags, analysis of laboratory tests.

A. A. Metelkin – summarising the results of laboratory and industrial tests, writing the text.

D. K. Egiazar'yan – carrying out laboratory tests, discussion of the results, writing the text.

Поступила в редакцию 08.11.2023

После доработки 19.02.2024

Принята в публикации 20.02.2024

Received 08.11.2023

Revised 19.02.2024

Accepted 20.02.2024



УДК 669.162.221.2

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-148-154



Оригинальная статья

Original article

ОЦЕНКА АВАРИЙНОСТИ ДОМЕННЫХ ФУРМ

Т. С. Стук[✉], Е. П. Потоцкий

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

✉ lazareva.ts@isis.ru

Аннотация. В современном доменном производстве даже кратковременное нарушение технологического процесса связано с большими потерями производительности. В практике ведения доменной плавки нередко встречаются значительные отклонения от оптимального режима. Они могут приводить не только к расстройкам хода доменной печи, но и к авариям. В работе доменной печи к типичным отклонениям от нормального распределения потока газа и шихтовых материалов относят: периферийный, осевой, канальный ходы; перекося уровня засыпи; различной степени и вида подвешивания шихты. Вследствие этого происходят похолодание или излишний перегрев печи, нарушение ровности хода. Тяжелым последствием длительного периферийного движения газов являются не только интенсивный износ кладки, слабое использование тепловой и химической энергии газов, но и стабильное загромождение горна с образованием тотермана. Тотерман – это рудно-коксовый спек, образующийся в фурменной зоне доменной печи в результате похолодания ее центра. Данная работа посвящена исследованию и анализу нарушений работы доменной печи, анализу причин возникновения тотермана, оценке аварийности фурм доменной печи. Нарушение газораспределения и загромождение горна приводят к образованию тотермана, который провоцирует массовое горение фурм и холодильников доменной печи. Разработанные методические основы (математическая модель) позволяют оценить максимальную температуру фурменной зоны и результирующий тепловой поток на носок фурмы при наличии тотермана. Показано, что в доменных печах большого объема преобладает пузырьковый поток истечения газо-угольного потока, способствующий росту тотермана доменной печи.

Ключевые слова: черная металлургия, доменное производство, доменная печь, фурма, тотерман, фурменная зона, повышение температуры, результирующий тепловой поток, прогар

Для цитирования: Стук Т.С., Потоцкий Е.П. Оценка аварийности доменных фурм. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2024;67(2): 148–154. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-148-154>

ESTIMATION OF ACCIDENT RATE OF BLAST FURNACE TUYERES

T. S. Stuk[✉], E. P. Pototskii

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

✉ lazareva.ts@isis.ru

Abstract. In modern blast furnace production, even a short-term disruption of the technological process is associated with large productivity losses. In the practice of conducting blast furnace melting, there are often significant deviations from the optimal mode. They can lead not only to disruptions of the blast furnace, but also to accidents. In the operation of a blast furnace, typical deviations from the normal distribution of gas flow and charge materials include: peripheral, axial, channel passages; skewing of the backfill level; varying degrees and types of charge suspension. As a result, there are a cooling or excessive overheating of the furnace and violation of the melting operation. A serious consequence of the prolonged peripheral movement of gases is not only intensive wear of the lining, poor use of thermal and chemical energy of gases, but also stable cluttering of the hearth with formation of a deadman. Deadman is an ore-coke sinter formed in the tuyere zone of a blast furnace, as a result of cooling of its center. The paper describes the study and analysis of violations of blast furnace operation, analysis of the deadman causes and assessment of the accident rate of blast furnace tuyeres. Violation of gas distribution and hearth cluttering lead to formation of a deadman, which provokes mass burning of tuyeres and blast furnace refrigerators. The developed methodological foundations (mathematical model) allow us to estimate the maximum temperature of the tuyere zone and the resulting heat flow to the tuyere toe in presence of a deadman. It is shown that in large-volume blast furnaces, bubble outflow of the gas-coal flow prevails, contributing to growth of a deadman in the blast furnace.

Keywords: ferrous metallurgy, blast furnace production, blast furnace, tuyere, deadman, tuyere zone, temperature increase, resulting heat flow, burnout

For citation: Stuk T.S., Pototskii E.P. Estimation of accident rate of blast furnace tuyeres. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy.* 2024;67(2):148–154. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-148-154>

ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день политика металлургических компаний в области промышленной безопасности сводится к утверждению, что аварии и чрезвычайные ситуации на производственных объектах могут быть предупреждены. Поэтому для предотвращения аварийных ситуаций на предприятиях активно внедряются и используются различные методики по проведению анализа опасностей и оценке риска аварий.

Несмотря на тенденцию уменьшения количества аварий, число инцидентов в металлургическом производстве остается на постоянно высоком уровне. Число аварий составляет от 4 до 9 в год, но распределение их по металлургическим производствам различно¹ (рис. 1). Наиболее опасными являются доменное, кислородно-конвертерное, электросталеплавильное и коксохимическое производства.

К наиболее опасным видам аварий доменного производства относят: уход чугуна и (или) шлака из металлургических агрегатов; прорывы горна, холодильников, воздухопроводов доменных печей, а также взрывы в металлургических агрегатах из-за подачи сырой шихты и прогара фурм [1; 2].

По данным отчета ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (НЛМК) за 2020 г. фурмы доменных печей выходили из строя более 200 раз (рис. 2). На рис. 3 представлена статистика отказов доменных фурм в процентном соотношении.

Типичными отклонениями от нормального распределения потока газа и шихтовых материалов бывают: периферийный, осевой, канальный ходы; перекок уровня засыпи; различной степени и вида подвисания шихты (в том числе так называемый «тугой» ход) [3; 4].

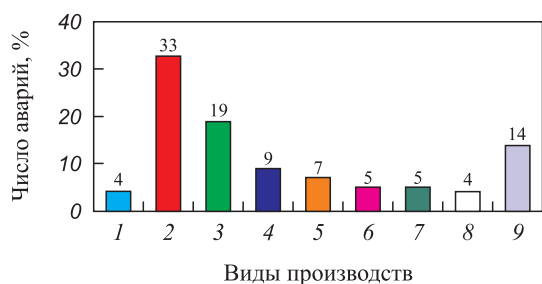


Рис. 1. Распределение аварий по видам производств:

1 – агломерационное; 2 – доменное; 3 – кислородно-конвертерное; 4 – коксохимическое; 5 – литейное; 6 – производство кислорода; 7 – прокатное; 8 – ферросплавное; 9 – электросталеплавильное

Fig. 1. Distribution of accidents by type of production:

1 – agglomeration; 2 – blast furnace; 3 – oxygen converter; 4 – coke-chemical; 5 – foundry; 6 – oxygen production; 7 – rolling; 8 – ferroalloy; 9 – electric furnace steelmaking

¹ Годовой отчет о деятельности Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору в период с 2010 по 2020 г. URL: https://www.gosnadzor.ru/public/annual_reports/ (дата обращения: 25.01.2024).

Вследствие этого происходит похолодание или излишний перегрев печи, перегруз ее осевой зоны минеральной шихтой, нарушение ровности хода. Возникают условия для загромождения горна с частым горением воздушных фурм. При длительных канальных ходах происходит неравномерный разгар профиля или застой шихтовых материалов с образованием настывлей [5].

Загромождение горна доменной печи плохо сказывается на тепловом режиме, требуя сокращения рудных нагрузок. В горне при снижении температуры в большом количестве образуется графит [6]. Нагрев горна ухудшается из-за образования в нем периферийного хода, так как при загрузке неподготовленного шихтового материала наблюдается снижение нагрева [4]. На фурмах образуется холодный железистый шлак.

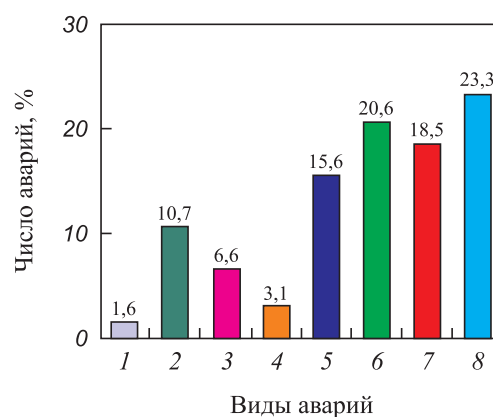


Рис. 2. Основные виды аварий:

1 – разрыв кожуха доменной печи; 2 – разрыв трубопроводов большого диаметра; 3 – взрыв в металлургических агрегатах; 4 – обрушение здания; 5 – пожар; 6 – уход чугуна и/или шлака из металлургических агрегатов; 7 – прорывы горна, холодильников, воздухопроводов доменной печи; 8 – взрывы в металлургических агрегатах из-за подачи сырой шихты и прогара фурм

Fig. 2. Main types of accidents:

1 – rupture of blast furnace jacket; 2 – rupture of large diameter pipelines; 3 – explosion in metallurgical units; 4 – building collapse; 5 – fire; 6 – removal of cast iron and/or slag from metallurgical units; 7 – breakthrough of the hearth, refrigerators, air ducts of blast furnace; 8 – explosion in metallurgical units due to supply of raw charge and tuyeres burnout

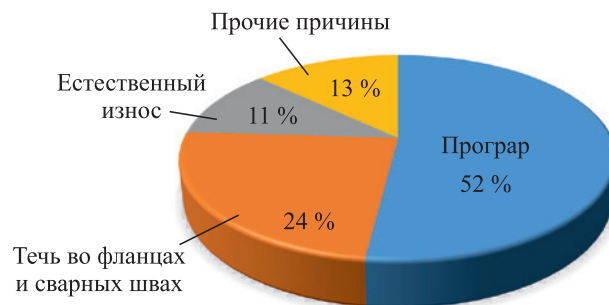


Рис. 3. Статистика отказов доменных фурм

Fig. 3. Failure statistics of blast furnace tuyeres

Попаданию водяного пара в горн посредством прогара холодильного оборудования также способствует перегрузка малоподвижной зоны при наличии малой кинетической энергии [7]. В результате этого отклонения возникает процесс загромождения в подфурменном поясе доменной печи. При расширении зоны загромождения активно начинается процесс горения фурменных приборов, как изображено на рис. 4.

Тяжелым расстройством технологического процесса плавки является загромождение горна [4; 8]. Оно способствует ухудшению газодинамики процесса и заметно сокращает рабочее пространство металлоприемника, способствует уменьшению перемещения жидкого чугуна в горне и загромождает пространство перед носком фурмы. При похолодании центра горна доменной печи кокс со шлаком начинают спрессовываться в монолит благодаря мелкой фракции шихтового материала [9; 10]. Это способствует плохой фильтрации горна, тем самым затрудняя стекание продуктов плавки в металлоприемник доменной печи.

Несмотря на большое количество разработанных и применяемых методик по оценке риска аварий в доменном производстве, необходима методика, которая смогла бы учесть специфику работы доменной печи с учетом образования в фурменной зоне тотермана и увеличения температуры в фурменной зоне с последующим прогаром фурм и пр. Поэтому совершенствование методики оценки аварийности доменных фурм с учетом образования тотермана в настоящее время является актуальной задачей.

ОПИСАНИЕ МЕТОДА ИССЛЕДОВАНИЯ

Большой вклад в исследование загромождения фурменной зоны внес НИТУ «МИСИС» в лице Жеребина Б.Н., Вегмана Е.Ф., Паренькова А.Е и др. [1; 11].

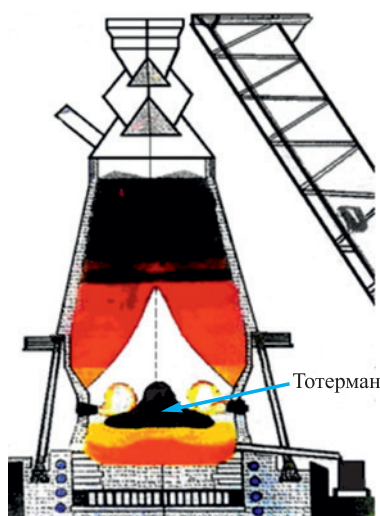


Рис. 4. Процесс загромождения горна рудно-коксом

Fig. 4. Hearth cluttering with ore-coke sinter

Известно, что доменные печи большого объема (доменная печь № 5 комбината «Криворожсталь») склонны к образованию крупных греналей в центральной части горна. Валунообразное образование (тотерман) с вершиной, которая достигает уровня заплечиков, состоит из тугоплавких карбидов и карбонитридов. Тотерман препятствует нормальному газораспределению и способствует образованию периферийного хода доменной печи [12; 13]. Дутье фурм отражается от поверхности тотермана на футеровку и гарнисаж доменной печи. Это приводит к ухудшению стойкости гарнисажа и способствует возникновению аварийной ситуации вследствие прорыва высокотемпературных продуктов плавки доменной печи.

В работе предложена методика оценки аварийности фурм доменной печи под влиянием тотермана.

В доменных печах реализуются два устойчивых гидродинамических режима продувки: струйный и пузырьковый [14; 15]. Струйный режим истечения характерен для нормального газораспределения доменной печи, а пузырьковый режим истечения потока способствует росту тотермана.

Значение критерия Глинкова G_n определяется по формуле

$$G_n = \frac{\rho_r w_r^2}{\rho_{ж} g h_{ж}}, \quad (1)$$

где ρ_r – эффективная плотность потока, кг/м³; w_r – скорость газов на выходе из фурмы, м/с; $\rho_{ж}$ – плотность расплава в фурменной зоне, кг/м³; g – ускорение свободного падения, м/с²; $h_{ж}$ – расстояние от оси фурмы до распара, м.

Эффективная плотность потока вычисляется по формуле

$$\rho_r = Q_v \rho_{гд} + Q_{пг} \rho_{пг} + Q_{уг} \rho_{уг}, \quad (2)$$

где Q_v , $Q_{пг}$, $Q_{уг}$ – объемные доли «воздух + кислород», природного газа и пылеугольного топлива; $\rho_{гд}$, $\rho_{пг}$, $\rho_{уг}$ – плотности горячего дутья, вдуваемого природного газа и пылеугольного топлива.

Плотность горячего дутья рассчитывается по формуле

$$\rho_{гд} = \rho_0 \frac{PT_0}{P_0 T_d}, \quad (3)$$

где $\rho_{гд}$ – плотность горячего дутья, кг/м³; ρ_0 – плотность воздуха при нормальных условиях, кг/м³; P – давление горячего дутья, атм; P_0 – атмосферное давление воздуха, атм; T_0 – температура окружающей среды, К; T_d – температура дутья, К.

Плотность вдуваемого природного газа определяется по формуле

$$\rho_{пг} = \rho_0^{\text{пг}} \frac{P}{P_0}, \quad (4)$$

где $\rho_0^{\text{пг}}$ – плотность природного газа, кг/м³.

Если критерий Глинкова меньше единицы, то имеет место пузырьковый режим; если критерий Глинкова более трех, то режим истечения струйный. При промежуточных значениях имеет место переходной режим истечения.

Теплоотдача тотермана главным образом происходит за счет излучения и конвекции. Для расчета результирующего теплового потока на носок фурмы необходимо определить температуру внутренней зоны продувки и гидродинамический режим продувки доменной печи. Температура зоны продувки соответствует температуре поверхности тотермана [1].

Из уравнения теплового баланса температуру поверхности тотермана T_t можно вычислить по формуле [16]

$$T_t = \frac{0,165T_f V_{\text{bost}}}{d_h^3} + 2,445(B - 483) + 2,91(T_{\text{ж}} - 107) - 11,2(\eta_{\text{CO}} - 27,2) + 28,9(d_{\text{проке}} - 25,8) + 326, \quad (5)$$

где T_f – теоретическая температура горения, °C; V_{bost} – объем газа в заплечиках, мм³/мин; d_h – диаметр горна, м; B – расход топлива, кг/т; $T_{\text{ж}}$ – индекс жидкотекучести шлака; η_{CO} – содержание CO в центре печи (из шахты); $d_{\text{проке}}$ – диаметр частиц кокса в тотермане, мм.

Индекс жидкотекучести шлака ($T_{\text{ж}}$) рассчитывается по формуле

$$T_{\text{ж}} = T_{\text{жч}} - \left\{ 342 \left(\frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2} \right) + 11,0[(\text{Al}_2\text{O}_3) + 1,4] + 819 \right\}, \quad (6)$$

где $T_{\text{жч}}$ – температура жидкого чугуна, °C; $\left(\frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2} \right)$ – основность шлака; (Al_2O_3) – концентрация Al_2O_3 в шлаке, %.

Размер зоны продувки, т. е. зоны, в которой располагается горизонтальный газожидкостный поток и реакционная зона, определяется по формуле

$$l_{\text{зп}} = 5,44d_0 \left(G_n \frac{H_0}{d_0} \right)^{0,24}, \quad (7)$$

где $l_{\text{зп}}$ – длина зоны продувки, м; H_0 – высота жидкой ванны, м; d_0 – внутренний диаметр носка фурмы, м.

Эффективная степень черноты среза фурмы вычисляется по формуле

$$\varepsilon_{\text{эф}} = \frac{1}{1 + \left(\frac{1}{\varepsilon_l} - 1 \right) \frac{S}{S_l}}, \quad (8)$$

где $\varepsilon_{\text{эф}}$ – эффективная степень черноты среза фурмы; ε_l – степень черноты среза фурмы (принимается равной 0,6); S_l – площадь внутренней поверхности зоны

продувки, м; S – площадь металлической обечайки носка фурмы, м².

Площадь металлической обечайки носка фурмы S определяется по формуле

$$S = 0,785(d_{\text{н}}^2 - d_0^2), \quad (9)$$

где $d_{\text{н}}$ – внешний диаметр носка фурмы, м; d_0 – внутренний диаметр носка фурмы, м.

Площадь внутренней поверхности зоны продувки S_l рассчитывается по формуле

$$S_l = \pi d_{\text{н}} l_{\text{зп}}, \quad (10)$$

где $l_{\text{зп}}$ – длина зоны продувки, м.

Результирующий тепловой поток q^p на срез фурмы [13] вычисляется по закону Стефана–Больцмана:

$$q^p = \varepsilon_{\text{эф}} \sigma (T_t^4 - T_1^4), \quad (11)$$

где $\varepsilon_{\text{эф}}$ – эффективная степень черноты среза фурмы; σ – постоянная Стефана–Больцмана, равная $5,67 \cdot 10^{-8}$ Вт/(м²·К⁴); T_t – температура поверхности тотермана, К; T_1 – температура многофазного потока в сечении фурмы, К.

ПРОВЕДЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ И АНАЛИЗ ЕГО РЕЗУЛЬТАТОВ

Предполагается, что от колошника до заплечиков имеет место плотный слой, сквозь который осуществляется фильтрация восходящих газов. Барботажный слой располагается в зоне, которая находится между заплечиками и горном [15; 17]. Шихта в барботажном слое присутствует в жидком состоянии. Потoki дутья, помимо воздуха, кислорода и природного газа, несут в себе частички пылеугля [18]. По данным табл. 1 определен критерий Глинкова.

Используя формулы (3) и (4), определены значения $\rho_{\text{гд}} = 0,61$ кг/м³, $\rho_{\text{пт}} = 2,08$ кг/м³. Эффективная плотность потока по формуле (2) равна 0,79 кг/м³, а значение критерия Глинкова по формуле (1) составляет 0,27, что указывает на пузырьковый режим истечения газозольного потока в доменной печи.

Далее определена средняя температура поверхности тотермана. Исходные данные для расчета приведены в табл. 2.

По формуле (6) рассчитан индекс жидкотекучести $T_{\text{ж}} = 837$ °C, а температура поверхности тотермана по формуле (5) $T_t = 2331$ °C, что на 231 °C превышает теоретическую температуру горения.

Для расчета результирующего теплового потока, который приходится на носок фурмы доменной печи, примем следующие допущения:

– зона продувки представляет собой цилиндрическую полость диаметром, равным внешнему диаметру фурмы;

Таблица 1. Исходные данные для расчета критерия Глинка

Table 1. Initial data for calculating the Glinkov criterion

Наименование	Обозначение	Числовое значение
Расстояние от оси фурмы до распара, м	$h_{\text{ж}}$	5,8
Рабочая скорость газов на выходе из фурмы, м/с	$w_{\text{г}}$	250
Температура дутья на выходе из фурмы, °С	$T_{\text{д}}$	1255
Плотность пылеугля, кг/м ³	$\rho_{\text{уг}}$	1400
Плотность воздуха, кг/м ³	ρ_0	1,3
Давление горячего дутья, атм	P	2,6
Температура окружающей среды, К	T_0	273
Плотность природного газа, кг/м ³	$\rho_0^{\text{пр}}$	0,8
Давление воздуха, атм	P_0	1
Плотность расплава в фурменной зоне, кг/м ³	$\rho_{\text{ж}}$	3200
Ускорение свободного падения, м/с ²	g	9,8

– температура поверхности тотермана $T_t = 2331$ °С;
– выходные параметры фурмы, включая многофазный поток в этом сечении, имеют температуру $T_1 = 800$ °С;
– газовый поток, находящийся в зоне продувки, заполнен частичками угля и каплями расплава [18]. Излучение в нем подчиняется законам излучения абсолютно черного тела.

Исходные данные для расчета теплового потока на носок фурмы приведены в табл. 3.

Длина зоны продувки определена по формуле (7), она составила 1,43 м. Эффективная степень черноты среза фурмы, рассчитанная по формуле (8), равна 0,953. Площадь металлической обечайки носка фурмы S определена по формуле (9): $S = 0,033$ м², площадь внутренней поверхности зоны продувки S_l по формуле (10)

Таблица 3. Исходные данные для расчета теплового потока на носок фурмы

Table 3. Initial data for calculating the heat flow on tuyere toe

Наименование	Обозначение	Числовое значение
Внутренний диаметр носка фурмы, м	d_0	0,15
Внешний диаметр носка фурмы, м	$d_{\text{н}}$	0,25
Высота жидкой ванны, м	H_0	5,8
Степень черноты среза фурмы	ε_l	0,6
Температура поверхности тотермана, К	T_t	2573
Температура многофазного потока в сечении фурмы, К	T_1	1073

Таблица 2. Исходные данные для расчета средней температуры тотермана

Table 2. Initial data for calculating the average deadman temperature

Наименование	Обозначение	Числовое значение
Теоретическая температура горения, °С	T_f	2100
Объем газа в заплечиках, мм ³ /мин	$V_{\text{бост}}$	3,7
Диаметр горна, м	d_h	10,85
Расход топлива, кг/т	B	500
Содержание СО в центре печи, %	$\eta_{\text{СО}}$	25 – 34
Диаметр кокса в тотермане, мм	$d_{\text{проке}}$	до 20
Температура жидкого чугуна, °С	$T_{\text{жч}}$	1250
Основность шлака	(CaO/SiO ₂)	2 – 3
Концентрация Al ₂ O ₃ в шлаке, %	(Al ₂ O ₃)	6 – 10

составила 1,123 м². Результирующий тепловой поток q^p на срез фурмы, определенный по формуле (12), равен 2,3 МВт/м².

При работе в стационарном режиме (нагрев фурмы) происходит локальный контакт рывальной части с чугуном. Допустимый результирующий поток на срез фурмы должен быть не более 2,1 МВт/м² [19], что свидетельствует о том, что дальнейшее понижение температуры воды для охлаждения фурмы нерационально и приводит к температурным напряжениям. Это способствует уменьшению срока службы фурменного прибора и может спровоцировать массовый прогар фурм.

Увеличение температуры фурменной зоны для разных по объему доменных печей свидетельствует о необходимости дополнительных мероприятий по предупреждению прогара фурм. На рис. 5 представлена данная зависимость.

Таким образом, температура поверхности тотермана зависит от объема доменной печи. Повышение температуры отрицательно влияет на безопасный ход доменных печей большого объема, увеличивается вероят-

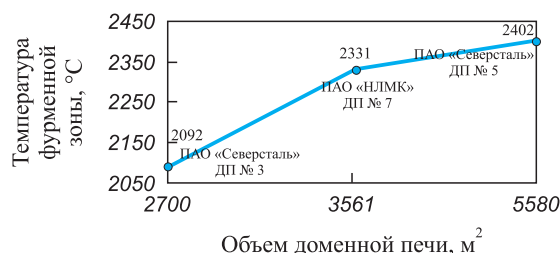


Рис. 5. Зависимость температуры фурменной зоны от объема доменной печи

Fig. 5. Dependence of tuyere zone temperature on blast furnace volume

ность взрыва газа и сокращается срок эксплуатации фурменных приборов.

Аварии при массовом прогаре фурм связаны с интенсивным парообразованием. Они сопровождаются попаданием в доменную печь большого количества воды [20]. Образующиеся прорывы водяного пара из-под слоя чугуна и шлака вызывают тепловой взрыв цепного характера.

РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ПРЕДУПРЕЖДЕНИЮ ПРОГАРА ФУРМ

В работе предложены мероприятия по предупреждению прогара фурм в зависимости от объема доменной печи и температуры фурменной зоны.

Для доменных печей объемом до 2700 м³ при температуре фурменной зоны до 2100 °С:

- автоматизированный анализ по ретроспективным данным статистических свойств перепада расхода охлаждающей воды;

- анализ содержания кремния в чугуне.

Для доменных печей объемом 2700 – 3500 м³ при температуре фурменной зоны 2100 – 2300 °С:

- автоматизированный анализ по ретроспективным данным статистических свойств перепада расхода охлаждающей воды;

- анализ содержания кремния в чугуне;

- рывковую часть воздушной фурмы (носок фурмы) необходимо защищать огнеупорными материалами, в том числе плазменным напылением;

- внутренний стакан фурмы необходимо изготавливать из стального листа вместо медного с дополнительной футеровкой огнеупорными материалами.

Для доменных печей объемом 3500 – 5560 м³ при температуре фурменной зоны 2300 – 2400 °С:

- автоматизированный анализ по ретроспективным данным статистических свойств перепада расхода охлаждающей воды;

- анализ содержания кремния в чугуне;

- рывковую часть воздушной фурмы (носок фурмы) необходимо защищать огнеупорными материалами, в том числе плазменным напылением;

- внутренний стакан фурмы необходимо изготавливать из стального листа вместо медного с дополнительной футеровкой огнеупорными материалами;

- режим подачи охлаждающей воды в фурму:

- а) скорость технической воды до 11,6 м/с (обычный расход воды 4 – 5 м/с);

- б) расход воды 30 м³/ч (обычный расход воды 12 – 16 м/ч);

- в) давление воды 15 атм (обычный расход воды 5 – 6 атм).

Такой режим требует установки насосов высокого давления и более прочной аппаратуры:

- толщина носка фурмы должна быть не менее 40 – 50 мм;

- вязкость шлаков не более 4 – 5 пз, исключать загрузку кислых окатышей.

Выводы

Определено, что нарушение нормального газораспределения и загромождение горна приводит к образованию тотермана доменной печи, который провоцирует массовое горение фурменных приборов и холодильников.

Показано, что в доменных печах большого объема преобладает пузырьковый поток истечения газовой угольного потока, способствующий росту тотермана, который может привести к повышению аварийности фурменных приборов.

Предложенная методика (математическая модель) позволяет оценить максимальную температуру фурменной зоны и результирующий тепловой поток на носок фурмы при наличии тотермана.

На основании проведенного расчета температуры фурменной зоны предложены мероприятия по предупреждению прогара фурм в зависимости от объема доменной печи.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Жеребин Б.Н., Пареньков А.Е. Неполадки и аварии в работе доменных печей. Новокузнецк; 2001:275.
2. Потоцкий Е.П., Лазарева Т.С. Анализ устойчивости и технологического процесса доменной печи. В кн.: *Труды IX Международной научно-практической конференции «Энергоэффективные и ресурсосберегающие технологии в промышленности. Печные агрегаты. Экология»*. Москва: МИСиС; 2018:169–173.
3. Тарасов В.П., Хайретдинова О.Т., Томаш А.А. О газопроницаемости зоны размягчения в условиях доменной плавки. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2002;45(4):64–66.
Tarasov V.P., Khairatdinova O.T., Tomash A.A. On gas permeability of softening zone in conditions of blast furnace melting. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2002;45(4):64–66. (In Russ.).
4. Дмитриев А.Н., Шумаков Н.С., Леонтьев Л.И., Онорин О.П. Основы теории и технологии доменной плавки. Екатеринбург: УрО РАН; 2005:547.
5. Тарасов В.П., Тарасов П.В., Быков Л.В. Газодинамические параметры и показатели работы доменных печей с загрузкой БЗУ к ТЗУ. *Сталь*. 2005;(1):6–9.
Tarasov V.P., Tarasov P.V., Bykov L.V. Gas-dynamic parameters and performance indicators of blast furnaces with loading of BLT to carrier-loader. *Stal'*. 2005;(1):6–9. (In Russ.).
6. Григорьев Б.А., Цветков Ф.Ф. Тепломассообмен. Москва: МЭИ; 2005:93.
7. Мاستрюков Б.С. Безопасность в чрезвычайных ситуациях в природно-техногенной сфере. Прогнозирование последствий. Москва: ИЦ Академия; 2015:368.
8. Natano M.I. Influence of the method of loading the furnace profile, surface of the liquid phase on the gas flow in the blast furnace. Moscow: From Science; 2004:168.

9. Power D.J. Web-based and model-driven decision support systems: concepts and issues. In: *AMCIS 2000, America's Conference on Information Systems*. California; 2000: 173–186.
10. Аносов В.Г., Фоменко А.П., Крутас Н.В., Цаплина Т.С. О технологии доменной плавки при использовании пылеугольного топлива. *Металургія. Наукові праці ЗДІА*. 2009;(20):37–43.
Anosov V.G., Fomenko A.P., Krutas N.V., Tsaplina T.S. On technology of blast furnace melting using pulverized coal fuel. *Metallurgiya. Naukovi pratsi ZDIA*. 2009;(20):37–43. (In Ukr.).
11. Берман Е.Ф., Жеребин Б.Н., Похвиснев А.Н., Юсфин Ю.С., Курунов И.Ф., Пареньков А.Е., Черноусов П.И. Металлургия чугуна. Москва: Академкнига; 2004:774.
12. Gorban A.N., Zinovyev A.Y. Principal graphs and manifolds. In: *Handbook of Research on Machine Learning Applications and Trends: Algorithms, Methods, and Techniques. Chapter 2*. Hershey, PA; 2009:28–59.
<https://doi.org/10.4018/978-1-60566-766-9.ch002>
13. Радюк А.Г., Титлянов А.Е., Сидорова Т.Ю. Моделирование теплового состояния воздушных фурм доменных печей. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2016;59(9):622–627.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-9-622-627>
Radyuk A.G., Titlyanov A.E., Sidorova T.Y. Modeling of the thermal state of air tuyeres of blast furnaces. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2016;59(9):622–627. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-9-622-627>
14. Долинский В.А., Никитин Л.Д., Коверзин А.М., Портнов Л.В., Бугаев С.Ф. Использование промывочных брикетов для улучшения работы горна доменной печи. *Известия вузов. Черная Металлургия*. 2013;56(2):33–36.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2013-2-33-36>
- Dolinskii V.A., Nikitin L.D., Koverzin A.M., Portnov L.V., Bugaev S.F. Use of washing briquettes for improvement of the blast-furnace hearth operation. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2013;56(2):33–36. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2013-2-33-36>
15. Dai B., Long H.M., Ji Y.L., Rao J.T., Liu Y.C. Theoretical and practical research on relationship between blast air condition and hearth activity in large blast furnace. *Metallurgical Research and Technology*. 2020;117(1):113–117.
<https://doi.org/10.1051/metall/2020007>
16. Pototskiy E. P., Lazareva T. S. Investigation of factors affecting the safety of a blast furnace operation. *CIS Iron and Steel Review*. 2022;(1):15–18.
<https://doi.org/10.17580/cisirs.2022.01.03>
17. Song L., Xiaojie L., Qing L., Xusheng Z., Yana Q. Study on the appropriate production parameters of a gas-injection blast furnace. *High Temperature Materials and Processes*. 2020;39(1):10–25.
<https://doi.org/10.1515/htmp-2020-0005>
18. Левицкий И.А., Радюк А.Г., Титлянов А.Е., Сидорова Т.Ю. Влияние способа подачи природного газа на газодинамику и теплообмен в воздушной фурме доменной печи. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2018;61(5):357–363.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2018-5-357-363>
Levitskii I.A., Radyuk A.G., Titlyanov A.E., Sidorova T.Yu. Influence of the method of natural gas supplying on gas dynamics and heat transfer in air tuyere of blast furnace. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2018;61(5):357–363. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2018-5-357-363>
19. Yasuo O. Blast Furnace Phenomena and Modelling. New York: Elsevier Applied Science; 1987:631.
20. Feng Q., Wang L. Blast furnace hoist charging control system based on ActiveX technology. *WIT Transactions on Information and Communication Technologies*. 2014;46:1853–858.

Сведения об авторах

Татьяна Сергеевна Стук, ведущий специалист по охране труда, аспирант кафедры техносферной безопасности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
E-mail: lazareva.ts@misis.ru

Евгений Павлович Потоцкий, к.т.н., Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
E-mail: pep@disto.misis.ru

Information about the Authors

Tat'yana S. Stuk, Leading Specialist on Occupational Safety, Postgraduate of the Chair of Technosphere Safety, National University of Science and Technology "MISIS"
E-mail: lazareva.ts@misis.ru

Evgenii P. Pototskii, Cand. Sci. (Eng.), National University of Science and Technology "MISIS"
E-mail: pep@disto.misis.ru

Поступила в редакцию 10.08.2023
После доработки 17.10.2023
Принята к публикации 11.12.2023

Received 10.08.2023
Revised 17.10.2023
Accepted 11.12.2023



УДК 621.785

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-155-160



Оригинальная статья

Original article

ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ПРЕССОВОГО ИНСТРУМЕНТА ПРИ ОБРАБОТКЕ ЛАЗЕРОМ

Н. А. Чиченев¹, С. М. Горбатюк¹, К. Н. Соломонов²,
С. А. Снитко³, О. Н. Чиченева¹

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

² Филиал Ростовского государственного университета путей сообщения в г. Воронеж (Россия, 394026, Воронеж, ул. Урицкого, 75а)

³ Донецкий национальный технический университет (Россия, Донецкая народная республика, 283001, Донецк, ул. Артема, 58)

✉ chich38@mail.ru

Аннотация. Работа посвящена повышению износостойкости кузнечно-прессового инструмента, в частности пуансонов для пробивки отверстий и вырубных штампов. Низкая стойкость инструмента приводит к повышению стоимости готовых изделий, увеличению трудовых и материальных затрат на замену изношенного инструмента и его наладку, снижению производительности прессового оборудования и повышению количества бракованной продукции. Представлена методика теоретического исследования для решения задачи по расчету температурного поля штампового инструмента при лазерной обработке. Составлено дифференциальное уравнение для численного решения поставленной задачи. Предложены режимы лазерной термообработки пуансона для пробивки отверстий и штампового инструмента из стали повышенной твердости. Натурные испытания, проведенные в промышленных условиях, показали, что рекомендованные режимы лазерной термообработки позволили повысить стойкость пуансона, предназначенного для пробивки отверстий, в 2 – 3 раза, а стойкость вырубных штампов в 2,2 – 2,8 раз.

Ключевые слова: кузнечно-прессовое производство, поле температур, пуансон, штамп, лазер

Для цитирования: Чиченев Н.А., Горбатюк С.М., Соломонов К.Н., Снитко С.А., Чиченева О.Н. Исследование изменения температуры прессового инструмента при обработке лазером. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):155–160.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-155-160>

INVESTIGATION OF CHANGES IN TEMPERATURE OF PRESSING TOOL DURING LASER PROCESSING

N. A. Chichenev¹, S. M. Gorbatyuk¹, K. N. Solomonov²,
S. A. Snitko³, O. N. Chicheneva¹

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

² Voronezh Branch of the Rostov State Transport University (75a Uritskogo Str., Voronezh 394026, Russian Federation)

³ Donetsk National Technical University (58 Artema Str., Donetsk, Donetsk People’s Republic 283001, Russian Federation)

✉ chich38@mail.ru

Abstract. The article is devoted to improving the wear resistance of forging tools, in particular punches for punching holes and cutting stamp dies. Low tool life leads to an increase in the cost of finished products, an increase in labor and material costs for replacing worn tools and adjusting them, a decrease in the productivity of pressing equipment and an increase in the number of defective products. A method is presented for theoretical research of solving the problem of calculating the temperature field of a stamp die tool during laser processing. A differential equation was compiled for a numerical solution of the problem. The authors proposed the modes of laser heat treatment of a punch for punching holes and a stamp die tool made of high-hardness steel. Field tests conducted in industrial conditions showed that the proposed laser heat treatment modes made it possible to increase resistance of the punch intended for punching holes by 2 – 3 times and the resistance of the stamp dies by 2.2 – 2.8 times.

Keywords: press forging, temperature field, punch, stamp die, laser

For citation: Chichenev N.A., Gorbatyuk S.M., Solomonov K.N., Snitko S.A., Chicheneva O.N. Investigation of changes in temperature of pressing tool during laser processing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):155–160. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-155-160>

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее широко распространенных способов холодной обработки металлов давлением (ОМД) является холодная штамповка [1 – 3], которая позволяет производить высокоточные детали широкого сортамента. В качестве инструмента для осуществления этого процесса используют штампы холодного деформирования [4 – 6]. В последние годы весьма актуальной является задача по разработке новых отечественных технологий [7; 8], направленных на повышение качества выпускаемой продукции и снижение ее себестоимости. Эта задача может быть эффективно решена путем совершенствования оборудования и инструмента, в том числе ОМД [9; 10].

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Одной из главных причин нарушения работоспособности штампового инструмента является износ его рабочих поверхностей. Для повышения стойкости технологического инструмента ОМД применяют термическую, термохимическую и термомеханическую обработку [11 – 13]. Эти способы существенно повышают твердость рабочих поверхностей инструмента и увеличивают прочность основного металла, из которого изготавливается инструмент. Эффективным методом повышения качества технологического инструмента ОМД является обработка его рабочих поверхностей с помощью лазерного излучения. Лазерная обработка характеризуется малым временем воздействия на обрабатываемые поверхности и полностью исключает их деформацию. При воздействии лазера нагреву подвергается только тонкий поверхностный слой обрабатываемой детали [14 – 16]. Как показали многочисленные исследования, тепловые процессы, протекающие при нагреве лазером, схожи с результатами теплового воздействия на металлы других способов их нагрева. Это позволяет, с учетом специфики лазерной термообработки, применять классические уравнения теории теплопроводности для решения теоретических задач лазерной обработки.

В данной работе приведено решение задачи по расчету температурного поля штампового инструмента при упрочнении его рабочей поверхности лазерным излучением.

МЕТОДИКА ТЕОРЕТИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ ЗАКАЛКЕ

Как известно, результат закалки инструментальных сталей [17; 18] существенно зависит от распределения температурного поля, образующегося при данном процессе [19; 20]. Для упрочнения поверхностных слоев необходимо нагреть рабочую поверхность штампа

выше температуры аустенитного превращения T_a , после чего быстро охладить до температуры ниже перлитного превращения T_p . Если для термообработки применять лазерный луч высокой плотности, то поверхностные слои инструмента будут нагреваться до температуры, зависящей от продолжительности лазерного излучения и его мощности. После лазерного нагрева поверхность штампа быстро остывает. Это происходит из-за передачи тепла от нагретой поверхности штампа остальным удаленным участкам инструмента. Причем температура нагрева участков зависит от их удаленности от поверхности штампа. Глубину закаленного слоя можно оценить, изучив характеристики образовавшегося температурного поля [21; 22].

Приведем математическое описание температурного поля для цилиндрического пуансона вырубki (рис. 1).

Изменение температуры T во времени t можно рассчитать путем численного решения двухмерного дифференциального уравнения, которое в цилиндрической системе координат имеет вид [23 – 25]

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right).$$

Здесь $T(r, z, t)$ – температура в произвольный момент времени t в любой точке пуансона, характеризуемой цилиндрическими координатами r и z ; a – коэффициент температуропроводности материала пуансона; q – плотность мощности внешнего источника тепла (лазерного излучения) [26 – 28].

Зададим начальные и граничные условия:

– в начальный момент деформации заготовки температура пуансона принимается одинаковой во всем объеме, т. е.

$$T_0 = T(z, r, 0) = \text{const};$$

– на свободных поверхностях пуансона происходит теплообмен конвективного и лучистого типов с окружающей средой

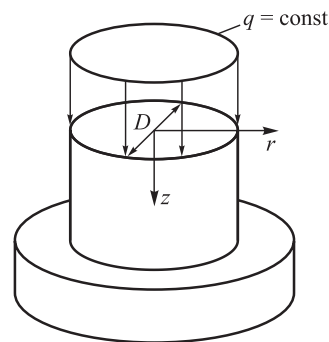


Рис. 1. Схема к расчету температурного поля цилиндрического пуансона диаметром D

Fig. 1. Calculation scheme for temperature field of a cylindrical punch of diameter D

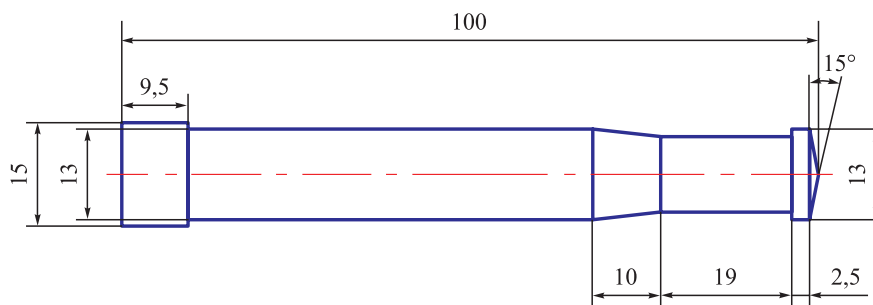


Рис. 2. Пуансон для пробивки отверстий

Fig. 2. Hole punch

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha (T_{\text{пов}} - T_{\text{ср}}) + \varepsilon \sigma \left[(T_{\text{пов}} - 273)^4 - (T_{\text{ср}} - 273)^4 \right];$$

– на торцевой (облучаемой) поверхности пуансона происходит теплообмен лучистого типа

$$\frac{\partial T}{\partial t} = q + \varepsilon \sigma \left[(T_{\text{пов}} - 273)^4 - (T_{\text{ср}} - 273)^4 \right],$$

где α – коэффициент конвективной теплопередачи; $T_{\text{пов}}$ и $T_{\text{ср}}$ – температуры поверхности пуансона и окружающей среды соответственно; ε – степень черноты поверхности пуансона; σ – коэффициент излучения абсолютно твердого тела.

ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

По приведенной выше методике были проведены теоретические и экспериментальные исследования для пуансона (рис. 2), изготовленного из хромистой инструментальной стали повышенной твердости X12M¹ [29; 30] диаметром рабочей поверхности $D = 13$ мм.

На основе анализа результатов предварительного эксперимента с образцами из стали X12M, которые хорошо согласуются с известными из научно-технической литературы данными [31; 32], в дальнейших исследованиях использовали следующие значения теплофизических параметров:

- коэффициент теплопроводности $\lambda = 0,028$ Вт/(мм·°C);
- коэффициент температуропроводности $a = 7,78$ мм²/с;
- температура закалки $T_{\text{зак}} = 1000$ °C;
- температура плавления $T_{\text{пл}} = 1280$ °C.

На рис. 3 приведены результаты расчета температурного поля в осевом и радиальном направлениях при $\lambda = \text{const}$ (сплошные линии) и $\lambda = f(T)$ (штриховые) при мощности лазерного излучения $P = 0,97$ кВт, скорости перемещения лазерного луча $v = 12$ мм/с и диаметре лазерного пятна $d_{\text{л}} = 4$ мм. Анализ полученных гра-

фиков показывает, что разница между температурой пуансона, полученной при постоянном и переменном значении λ , незначительная. Поэтому при проведении инженерных расчетов можно принимать среднее значение коэффициента теплопроводности.

АНАЛИЗ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ полученных результатов исследования послужил основанием для проведения натурного эксперимента. Из стали X12M были изготовлены две опытные партии пуансонов и матриц, предназначенных для выполнения различных операций штамповки. Первая партия проходила традиционную объемную термическую обработку. Вторая – дополнительную упрочняющую обработку с помощью CO₂-лазера. На основе полученных данных были рекомендованы следующие параметры лазерного излучения для эффективного упрочнения рабочей поверхности штампового инструмента: при диаметре лазерного пятна $d_{\text{л}} = 4$ мм мощность лазерного излучения $P = 0,95 - 0,99$ кВт, скорость перемещения лазерного луча $v = 11 - 13$ мм/с.

Опытно-промышленные испытания показали, что после лазерной термообработки стойкость штампового

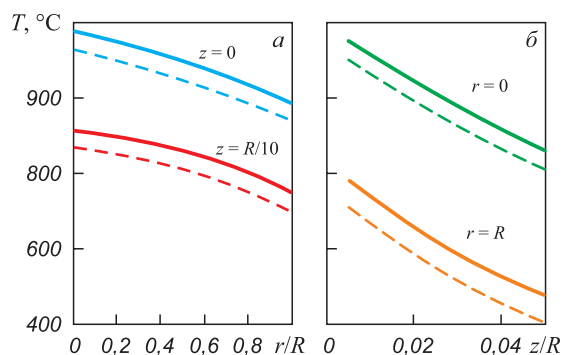

 Рис. 3. Графики изменения температуры пуансона в осевом (а) и радиальном (б) направлении при $\lambda = \text{const}$ (сплошные линии) и $\lambda = f(T)$ (штриховые линии)

 Fig. 3. Graphs of the punch temperature change in axial (a) and radial (b) directions at $\lambda = \text{const}$ (solid lines) and $\lambda = f(T)$ (dashed lines)

¹ Характеристика материала X12M / Марочник стали и сплавов. URL: <http://www.splav-kharkov.com> (дата обращения 23.08.2023).

инструмента существенно возрастает. Так, у пуансонов для пробивки отверстий после традиционной термической обработки ресурс работы составляет 10 – 12 ч, а после дополнительной упрочняющей лазерной обработки стойкость повысилась до 20 – 36 ч, т. е. возросла в 2 – 3 раза. Опытные-промышленные испытания опытной партии вырубных штампов в количестве 20 шт. показали, что применение дополнительной упрочняющей обработки с помощью CO₂-лазера позволяет повысить их эксплуатационную стойкость в 2,2 – 2,8 раз. Технично-экономическая эффективность от применения лазерного упрочнения определяется не только экономией дорогостоящей инструментальной стали, но и снижением трудовых затрат за счет того, что удалось совместить периодичность замены штампового инструмента с графиком профилактических и ремонтных работ.

Выводы

Предложена методика теоретического исследования температурного поля цилиндрического пуансона, образующегося при лазерной обработке. Методика основана на базе численного решения двухмерного дифференциального уравнения в цилиндрической системе координат. В результате теоретического исследования предложены режимы лазерной термообработки штампового инструмента различного назначения, изготовленного из инструментальной стали X12M. Исследования, проведенные в промышленных условиях, показали, что лазерная термообработка, выполненная по предложенным режимам, позволила повысить эксплуатационную стойкость пуансонов для вырубки отверстий в 2 – 3 раза, а вырубных штампов в 2,2 – 2,8 раз.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Рогов В.А., Позняк Г.Г. Технология машиностроения. Штамповочное и литейное производство: Учебник. Москва: Издательство Юрайт; 2022:319.
2. Константинов И.Л., Сидельников С.Б. Кузнечно-штамповочное производство: Учебник. Москва: НИЦ ИНФРА-М; 2021:464.
3. Семенов Е.И. Ковка и горячая штамповка: Учебник. Москва: МГИУ; 2011:414.
4. Бочаров Ю.А. Кузнечно-штамповочное оборудование: Учебник. Москва: Академия; 2008:479.
5. Живов Л.И., Овчинников А.Г., Складчиков Е.Н. Кузнечно-штамповочное оборудование: Учебник / Под ред. Л.И. Живова. Москва: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана; 2006:560.
6. Ефремов Д.Б., Степанов В.М., Чиченева О.Н. Модернизация механизма быстрого отжима валков прокатной клетки ДУО стана 2800 АО «Уральская Сталь». *Сталь*. 2020;(8):44–47.
Efremov D.B., Stepanov V.M., Chicheneva O.N. Upgrading of the roll emergency lifting mechanism of the mill 2800 rolling stand of the JSC “Ural Steel”. *Stal’*. 2020;(8):44–47. (In Russ.).
7. Nefedov A.V., Svichkar V.V., Chicheneva O.N. Re-engineering of equipment to feed the melting furnace with aluminum charge. *Lecture Notes in Mechanical Engineering*. 2021: 1198–1204. https://doi.org/10.1007/978-3-030-54817-9_139
8. Нефедов А.В., Китанов А.А., Чиченев Н.А. Реинжиниринг роликовой закалочной машины листопрокатного цеха АО «Уральская Сталь». *Черные металлы*. 2022;(3):22–26.
Nefedov A.V., Kitanov A.A., Chichenev N.A. Reengineering of the roller hardening machine of the sheet-rolling shop of JSC Ural Steel. *Chernye metally*. 2022;(3):22–26. (In Russ.).
9. Нефедов А.В., Танчук А.В., Чиченев Н.А. Модернизация привода опрокидывателя рудных вагонеток Донского ГОК АО «ТНК Казхром». *Горный журнал*. 2022;(8): 52–56. <https://doi.org/10.17580/gzh.2022.08.07>
Nefedov A.V., Tanchuk A.V., Chichenev N.A. Modernization of the tipper drive for ore trolleys at the Donskoy Mining and Processing Plant of TNK Kazchrome JSC. *Gornyi zhurnal*. 2022;(8):52–56. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17580/gzh.2022.08.07>
10. Самусев С.В., Фадеев В.А., Сидорова Т.Ю. Разработка эффективных калибровок формовки листовой заготовки для производства прямошовных электросварных труб малого и среднего диаметров. *Металлург*. 2020;(7):55–59.
Samusev S.V., Fadeev V.A., Sidorova T.Yu. Development of effective calibrations for forming blank for production of longitudinal welded pipes of small and medium diameters. *Metallurgist*. 2020;64(7–8):658–664.
<https://doi.org/10.1007/s11015-020-01042-4>
11. 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. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-5-410-415>
12. Металловедение и термическая обработка стали и чугуна: справочник. В 3-х т. Т. 3. Термическая и термомеханическая обработка стали и чугуна / Под ред. Рахштадта А.Г., Капуткиной Л.М., Прокошкина С.Д., Супова А.В. Москва: Интермет Инжиниринг; 2007:919.
13. Стенико А., Тами В. Совершенствование процесса прямой закалки на заводе компании Nucor Tuscaloosa. *Черные металлы*. 2018;(12):41–43.
Steniko A., Tami V. Improvement of direct hardening process at the Nucor Tuscaloosa plant. *Chernye metally*. 2018;(12):41–43. (In Russ.).
14. Chichenev N.A., Gorbatyuk S.M., Naumova M.G., Morozova I.G. Using the similarity theory to describe laser hardening processes. *CIS Iron and Steel Review*. 2020;19:44–47
15. Григорьянц А.Г., Шиганов И.Н., Мисюрлов А.И. Технологические процессы лазерной обработки: Учебное пособие. Москва: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана; 2006:663.
16. Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок / Под ред. В.Я. Панченко. Москва: ФИЗМАТЛИТ; 2009:664.

17. Milenin A., Petrov P., Petrov M., Krutina E. Numerical model of fracture in magnesium alloys during forming processes. *Steel Research International*. 2012;(SPL. ISSUE):847–850.
18. Максимов Е.А., Шаталов Р.Л., Крутина Е.В. Методика расчета деформационных и энергосиловых параметров при совмещенной ротационной вытяжке и попеременной прокатке дисков колес. *Производство проката*. 2019;(10):9–14.
Maksimov E.A., Shatalov R.L., Krutina E.V. Procedures for calculation of deformation and energy-power parameters for combined rotary drawing and cross rolling of wheel disks. *Proizvodstvo prokata*. 2019;(10):9–14. (In Russ.).
19. Kiani-Rashid A.R., Rounaghi S.A. The new methods of graphite nodules detection in ductile cast iron. *Materials and Manufacturing Processing*. 2011;26(2):242–248.
<https://doi.org/10.1080/10426914.2010.520788>
20. Di Cocco V., Iacoviello F., Cavallini M. Damaging micro-mechanisms characterization of a ferritic ductile cast iron. *Engineering Fracture Mechanics*. 2010;77(11):2016–2023.
<https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2010.03.037>
21. Chaus A.S., Sojka J., Pokrovskii A.I. Effect of hot plastic deformation on microstructural changes in cast iron with globular graphite. *The Physics of Metals and Metallography*. 2013; 114(1):84–95. <https://doi.org/10.1134/S0031918X13010031>
22. Zhao X., Jing T.F., Gao Y.W., Qiao G.Y., Zhou J.F., Wang W. Morphology of graphite in hot compressed nodular iron. *Journal of Materials Science*. 2004;39(19):6093–6096.
<https://doi.org/10.1023/B:JMSE.0000041709.60100.56>
23. Карслоу Г., Егер Д. Теплопроводность твердых тел. Москва: Наука; 1964:487.
Carslaw H.S., Jaeger J.C. Conduction of Heat in Solids. London: Oxford University Press; 1947.
24. Тихонов А.Н., Самарский А.А. Уравнения математической физики: учебник. Москва: МГУ им. М.В. Ломоносова; 2004:800.
25. Thambynayagam R. K. M. The Diffusion Handbook: Applied Solutions for Engineers. McGraw-Hill Professional; 2011:2048.
26. Ткаченко Л.А., Репина А.В. Теория теплообмена: Учебное пособие. Казань: Изд-во Казанского университета; 2017:151.
27. Ushakov I.V. Method of mechanical testing of laser treated metallic glass by indenters with different geometry. *Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering*. 2007;6597:659714. <https://doi.org/10.1117/12.726773>
28. Shinkaryov A.S., Ozherelkov D.Yu., Pelevin I.A., Eremin S.A., Anikin V.N., Burmistrov M.A., Chernyshikhin S.V., Gromov A.A., Nalivaiko A.Yu. Laser fusion of aluminum powder coated with diamond particles via selective laser melting: powder preparation and synthesis description. *Coatings*. 2021;11(10):1219.
<https://doi.org/10.3390/coatings11101219>
29. Ganzulenko O.Y., Petkova A.P. Simulation and approbation of the marking laser process on metal materials. *Journal of Physics: Conference Series*. 2021;1753(1):012016.
<https://doi.org/10.1088/1742-6596/1753/1/012016>
30. Пичуев А.В., Петров В.Л. Обоснование схемы замещения шахтной подземной электрической сети для анализа режимов утечки тока через изоляцию. *Горные науки и технологии*. 2023;8(1):78–86.
<https://doi.org/10.17073/2500-0632-2023-01-72>
Pichuev A.V., Petrov V.L. Equivalent circuit for mine power distribution systems for the analysis of insulation leakage current. *Mining Science and Technology (Russia)*. 2023;8(1):78–86. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/2500-0632-2023-01-72>
31. Zhang Y.Q., Jiang S.Y., Zhao Y.N., Shan D.B. Isothermal precision forging of complex-shape rotating disk of aluminum alloy based on processing map and digitized technology. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;580:294–304.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.05.059>
32. Zheng J.H., Lin J.G., Lee J., Pan R., Li C., Davies C.M. A novel constitutive model for multi-step stress relaxation ageing of a pre-strained 7xxx series alloy. *International Journal of Plasticity*. 2018;106:31–47.
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2018.02.008>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Николай Алексеевич Чиченев, д.т.н., профессор кафедры инжиниринга технологического оборудования, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

ORCID: 0000-0002-9019-4675

E-mail: chich38@mail.ru

Сергей Михайлович Горбатюк, д.т.н., профессор кафедры «Инжиниринг технологического оборудования», Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

ORCID: 0000-0002-4368-5965

E-mail: sgor02@mail.ru

Константин Николаевич Соломонов, д.т.н., профессор кафедры социально-гуманитарных, естественно-научных и общепрофессиональных дисциплин, Филиал Ростовского государственного университета путей сообщения в г. Воронеж

E-mail: konssol@list.ru

Сергей Александрович Снитко, д.т.н., доцент, заведующий кафедрой «Обработка металлов давлением», Донецкий национальный технический университет

ORCID: 0000-0002-1099-5801

E-mail: snitko_sa@mail.ru

Nikolai A. Chichenev, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair “Engineering of Technological Equipment”, National University of Science and Technology “MISIS”

ORCID: 0000-0002-9019-4675

E-mail: chich38@mail.ru

Sergei M. Gorbatyuk, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair “Engineering of Technological Equipment”, National University of Science and Technology “MISIS”

ORCID: 0000-0002-4368-5965

E-mail: sgor02@mail.ru

Konstantin N. Solomonov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Social, Humanitarian, Natural Sciences and General Professional Discipline, Voronezh Branch of the Rostov State Transport University

E-mail: konssol@list.ru

Sergei A. Snitko, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Head of the Chair “Metal Forming”, Donetsk National Technical University

ORCID: 0000-0002-1099-5801

E-mail: snitko_sa@mail.ru

Ольга Николаевна Чиченева, к.т.н., доцент, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
E-mail: chich38@mail.ru

Ol'ga N. Chicheneva, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof., National University of Science and Technology "MISIS"
E-mail: chich38@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Н. А. Чиченев – разработка методики расчета температурного поля цилиндрического тела.

С. М. Горбатюк – анализ и обобщение полученных результатов моделирования.

К. Н. Соломонов – формирование концепции статьи, определение цели и задачи исследования, подготовка текста.

С. А. Снитко – техническое обоснование задач исследования, обоснование параметров процесса.

О. Н. Чиченева – графическое оформление полученных результатов.

N. A. Chichenev – development of method for calculating the temperature field of a cylindrical body.

S. M. Gorbatyuk – analysis and generalization of the obtained modeling results.

K. N. Solomonov – formation of the article concept, setting the research goals and objectives, writing the text.

S. A. Snitko – technical justification of research tasks, justification of process parameters.

O. N. Chicheneva – graphic design of the obtained results.

Поступила в редакцию 17.09.2023
 После доработки 07.01.2024
 Принята к публикации 23.03.2024

Received 17.09.2023
 Revised 07.01.2024
 Accepted 23.03.2024



УДК 669.15–198

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-161-166



Оригинальная статья

Original article

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ФЛЮСУЮЩИХ ДОБАВОК НА СВОЙСТВА ШЛАКА ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОГО ФЕРРОХРОМА

А. М. Акуов¹, Б. С. Келаманов², О. В. Заякин³,
Е. К. Самуратов¹, Д. А. Есенгалиев²

¹ ТОО Казфосфат (Казахстан, 080000, Жамбылская обл., Тараз, ул. Абая, 126)

² Актюбинский региональный университет им. К. Жубанова (Казахстан, 030000, Актюбинская обл., Актобе, пр. А. Молдагуловой, 34)

³ Институт металлургии Уральского отделения РАН (Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 101)

✉ akuov.am@mail.ru

Аннотация. Промышленные шлаки высокоуглеродистого феррохрома имеют сложный состав. Они состоят из оксидной части (Cr_2O_3 , CaO , MgO , FeO , SiO_2 , Al_2O_3), а также «запутавшихся» металлических королек ($\text{Cr}_{\text{мет}}$). С целью увеличения степени полезного использования хрома и снижения потерь в виде металлических королек проведены эксперименты в лабораторных условиях по изучению изменения свойств шлака высокоуглеродистого феррохрома путем применения эффективных и доступных флюсующих материалов (керамзита, бората кальция и шлака рафинированного феррохрома). Изучено влияние флюсующих добавок в виде керамзита, бората кальция и шлака от производства низкоуглеродистого феррохрома на свойства шлака высокоуглеродистого феррохрома. Присадки до 8 % керамзита и шлака низкоуглеродистого феррохрома приводят к стабильному снижению температур размягчения конечных шлаков. При вводе 6 – 10 % бората кальция происходит интенсивное снижение температур начала размягчения. Наибольшее влияние на снижение температур размягчения оказывает добавка 10 % бората кальция при вводе в шлак высокоуглеродистого феррохрома, при этом наблюдается снижение температуры начала размягчения на 262 °С, конца размягчения – на 135 °С. Все исследованные флюсующие добавки оказывают положительное влияние на степень снижения остаточной концентрации металлического хрома в шлаке. При вводе 2 % флюсующих материалов наблюдается наиболее интенсивное снижение содержания $\text{Cr}_{\text{мет}}$ в шлаке. Наилучшие значения по остаточному содержанию 0,7 – 0,8 % $\text{Cr}_{\text{мет}}$ достигнуты при использовании 4 % шлака низкоуглеродистого феррохрома и бората кальция. При использовании керамзита для достижения таких показателей $\text{Cr}_{\text{мет}}$ необходима добавка в количестве 10 %. Показана эффективность использования исследованных флюсующих материалов при производстве высокоуглеродистого феррохрома для повышения степени извлечения хрома, содержание которого в шлаке снижается примерно на 84 %.

Ключевые слова: металлургия, феррохром, шлак, корольки металла, флюсующие материалы, керамзит, борат кальция

Для цитирования: Акуов А.М., Келаманов Б.С., Заякин О.В., Самуратов Е.К., Есенгалиев Д.А. Изучение влияния флюсующих добавок на свойства шлака высокоуглеродистого феррохрома. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):161–166.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-161-166>

INFLUENCE OF ADDITIVES ON PROPERTIES OF HIGH-CARBON FERROCHROME SLAG

A. M. Akuov¹, B. S. Kelamanov², O. V. Zayakin³,
E. K. Samuratov¹, D. A. Yessengaliyev²

¹ Kazphosphate LLP (126 Abaya Str., Taraz, Zhambyl Region 080000, Republic of Kazakhstan)

² K. Zhubanov Aktobe Regional University (34 A. Moldagulova Ave., Aktobe 030000, Republic of Kazakhstan)

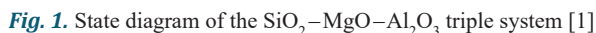
³ Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (101 Amundsen Str., Yekaterinburg 620016, Russian Federation)

✉ akuov.am@mail.ru

Abstract. Industrial slags produced by high-carbon ferrochrome are a material of complex composition consisting of an oxide part (Cr_2O_3 , CaO , MgO , FeO , SiO_2 , Al_2O_3) and “entangled” metal prills ($\text{Cr}_{\text{мет}}$). In order to increase the degree of chromium utilization and reduce losses in the form of metal prills, we conducted the laboratory experiments to study changes in properties of the slag produced by high-carbon ferrochrome through the use of effective and affordable fluxing materials: expanded clay, calcium borate and refined ferrochrome slag. The effect

For citation: Akuov A.M., Kelamanov B.S., Zayakin O.V., Samuratov E.K., Yessengaliyev D.A. Influence of additives on properties of high-carbon ferrochrome slag. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):161–166. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-161-166>

Температурный режим металла и шлака при выплавке высокоуглеродистого феррохрома определяется в первую очередь температурами размягчения оксидного материала (концентрацией SiO_2 и отношением $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$), а также соотношением между содержанием хрома и углерода в сплаве. Температуры плавления шлака выбранного состава должна быть выше температуры плавления металла на 100 – 150 °С, так как нагрев металла при выплавке высокоуглеродистого феррохрома идет через шлак, печь работает в режиме сопротивления. Шлак, получаемый при переработке хромовых руд Кемпирсайского массива, имеет высокие температуру плавления и вязкость. Такой шлак плохо выходит из ванны печи и способствует излишнему перегреву металла. Для снижения температуры плавления и вязкости шлака в шихту добавляют кремний-



содержащие флюсующие материалы в виде отсеков кварцита или высокозольных восстановителей.

За долгие годы эксплуатации Кемпирсайского месторождения по мере заглубления карьеров и шахт в добычу начали вовлекаться руды из нижних горизонтов, которые были в меньшей степени подвержены процессам выветривания, что оказало сильное влияние на состав вмещающей породы, произошло увеличение содержания оксида магния и уменьшение оксида алюминия. В связи с этим, значительно изменился и состав хромовых руд, получаемых в последние годы ферросплавными предприятиями. Состав шлаков определяется составом хромовых руд, следовательно, претерпели изменения и их составы в сторону увеличения содержания оксида магния (с 28 – 32 до 45 – 48 %) и уменьшения оксида алюминия (с 28 – 29 до 14 – 15 %), в то время как содержание оксида кремния SiO_2 осталось на уровне 29 – 34 %. Это подтверждается динамикой изменения состава конечных шлаков высокоуглеродистого феррохрома, из которой видим, что отношение $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ за последние десятилетия увеличилось с 1,8 до 3,0 и выше [4 – 6].

В соответствии с химическим составом значительные изменения претерпел и фазовый состав шлаков высокоуглеродистого феррохрома, который был смещен из поля магнезиальной шпинели ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) в поле форстерита ($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$). Количество последнего в шлаках с момента пуска Кемпирсайского рудника и по настоящее время возросло с 35 до 70 %. Повышение содержания магнезии в шлаках в основном произошло за счет поставки более бедных хромовых руд и начала эксплуатации новых месторождений с повышенным содержанием магнезии.

Таким образом, дальнейшее наращивание объема производства хромосодержащих ферросплавов обуславливает необходимость широкого вовлечения наиболее распространенных высокомагнезиальных хромовых руд с содержанием 18 – 22 % MgO при концентрации 7 – 9 % Al_2O_3 .

Увеличение концентрации магнезии в шлаках приводит к увеличению потерь хрома. Значительное количество хрома теряется в виде металлической фазы, что связано с ухудшением физико-химических свойств образующихся высокомагнезиальных шлаков.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В работах [7 – 9] показано, что введение в шихту высокоуглеродистого феррохрома различных флюсующих и углеродсодержащих материалов способствует снижению тугоплавкости образующихся оксидных материалов, что позволяет сократить потери хрома со шлаком в виде запутавшихся королек металла [10 – 12].

Проведены лабораторные опыты по снижению температур размягчения шлаков при выплавке высокоуглеродистого феррохрома путем присадки различных флюсующих материалов для осаждения и коагуляции запутавшихся королек металла. В качестве флюсующих материалов использовали борат кальция [13 – 15], керамзит и стабилизированный шлак низкоуглеродистого (рафинированного) феррохрома (РФХ). В виду различного фракционного состава используемых материалов все образцы подвергали дроблению и фракционированию с получением материалов крупностью 1 – 3 мм. Химические составы рассматриваемых флюсующих материалов и исходного шлака ВУФХ представлены в таблице.

Экспериментальные плавки проводили в высокотемпературной печи сопротивления Таммана. Технические характеристики печи: потребляемая мощность – 40 кВт; напряжение сети – 380 В; максимальное напряжение на шинах печи – 15 В; максимально допустимая температура – 1800 °С; время разогрева до максимальной температуры – 30 мин.

Навеска исходного шлака ВУФХ для каждого эксперимента составляла 300 г. Флюсующие добавки задавали в количестве 2 – 10 % от массы исходного шлака с шагом 2 %. По каждому варианту шихтовки проведено не менее двух плавов. Температуры начала $T_{\text{нр}}$ и конца $T_{\text{кр}}$ размягчения определяли в соответствии с ГОСТ 26517 – 85. Предварительно дозированную смесь шлака и флюса засыпали в тигель, затем его помещали в печь и нагревали со скоростью 10 – 15 °С/мин. Замер температур осуществляли вольфрам-рениевой термопарой ВР 5/20.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Ввод флюсующих добавок разносторонне влияет на химический состав и основность обработанных шла-

Химические составы флюсующих материалов

Chemical compositions of the fluxing materials

Материал	Содержание, мас. %, элементов							
	$\text{Cr}_{\text{мет}}$	Cr_2O_3	CaO	MgO	Al_2O_3	FeO	SiO_2	B_2O_3
Керамзит	–	0,10	3,01	2,59	15,27	7,38	62,30	–
Борат кальция	–	–	37,20	0,50	0,05	–	–	43,80
Шлак РФХ	1,3	8,60	46,80	12,80	5,80	1,90	22,90	0,30
Шлак ВУФХ	4,9	9,40	1,70	42,00	16,80	2,30	26,00	–

ков [16 – 18]. По данным химического анализа конечных шлаков при вводе керамзита до 10 % с основностью 0,09 происходит увеличение концентрации оксида SiO_2 с 26,0 до 32,1 %, что сопровождается снижением основности конечного шлака на 0,28.

Добавка высокоосновного шлака РФХ до 10 % приводит к увеличению основности конечного шлака на 0,12. В шлаке появляется оксид B_2O_3 с незначительной концентрацией 0,01 %. Необходимо отметить попутное положительное влияние присадки шлака РФХ, так как используются отходы собственного производства и дополнительно вводится 0,13 % $\text{Cr}_{\text{мет}}$. Вместе с тем, высокая температура плавления шлака РФХ при рассмотрении варианта ввода флюсующих материалов в ковш вызывает необходимость выполнения расчета теплового баланса для определения допустимого количества присадки. В случае присадок флюсующих материалов непосредственно в печь необходимо считаться с ростом основности конечного шлака, что может отразиться как на работе футеровки печи, так и на самом технологическом процессе выплавки высокоуглеродистого феррохрома [19 – 21].

Добавление бората кальция приводит к повышению до 5 % CaO и до 2,6 % B_2O_3 в конечном шлаке. Учиты-

вая, что оксид B_2O_3 относится к «кислым» материалам, можно сказать, что основность шлака изменяется не существенно (увеличивается на 0,02).

При выборе флюсующих материалов необходимо учитывать их стоимость. Перспективной является возможность использования отходов собственного производства (шлаков РФХ).

Результаты измерения температур начала размягчения представлены на рис. 2, а, конца размягчения – на рис. 2, б.

Для всех исследуемых образцов увеличение до 8 % флюсующих добавок от массы шлака ВУФХ приводит к снижению температуры начала размягчения. Увеличение до 10 % добавки флюса противоречиво отражается на изменении значений $T_{\text{нр}}$ (рис. 2, а): для керамзита и шлака РФХ – повышает, а для бората кальция, наоборот, резко снижает.

При добавке до 8 % шлака РФХ наблюдается плавное снижение температур начала размягчения (на 35 °С). Дальнейшее увеличение добавки РФХ приводит к резкому росту величины $T_{\text{нр}}$. При вводе 10 % шлака РФХ температура начала размягчения превышает значение $T_{\text{нр}}$ исходного шлака ВУФХ.

Для сравнения проплавили шлак высокоуглеродистого феррохрома без добавок флюсов. До температуры 1650 °С изменений в состоянии шлака не наблюдается, начиная с 1660 °С шлак переходит в тестообразное состояние. При температуре 1677 °С шлак представляет из себя густую вязкую массу, при достижении 1705 °С шлак полностью расплавился. Шлак менее жидкотекучий, чем при обработке флюсами.

При использовании бората кальция в количестве до 10 % от массы шлака температуры начала и конца размягчения шлака снижаются на 265 и 135 °С. В случае использования керамзита эти показатели составляют 39 и 80 °С. При добавках до 10 % стабилизированного шлака РФХ температура размягчения шлака увеличивается на 2 °С выше температуры размягчения исходного шлака ВУФХ.

На рис. 3 представлены данные по остаточному содержанию металлического хрома в шлаке после обработки флюсами.

Наилучшие результаты по осаждению корочек получены при расходе 4 % бората кальция от массы шлака. Содержание $\text{Cr}_{\text{мет}}$ в шлаке снизилось на 83,7 %. Для шлаков, обработанных керамзитом, эта величина составляет 81,7 % при его расходе 10 % от массы шлака. В шлаках, обработанных стабилизированным шлаком РФХ в количестве 4 % от массы шлака, содержание $\text{Cr}_{\text{мет}}$ снизилось на 85,7 %.

Интенсивное снижение содержания металлического хрома в шлаке наблюдается при вводе 2 – 4 % исследуемых флюсующих материалов.

По снижению содержания $\text{Cr}_{\text{мет}}$ в шлаке можно прийти к выводу, что предпочтительнее использовать керамзит и стабилизированный бором шлак РФХ.

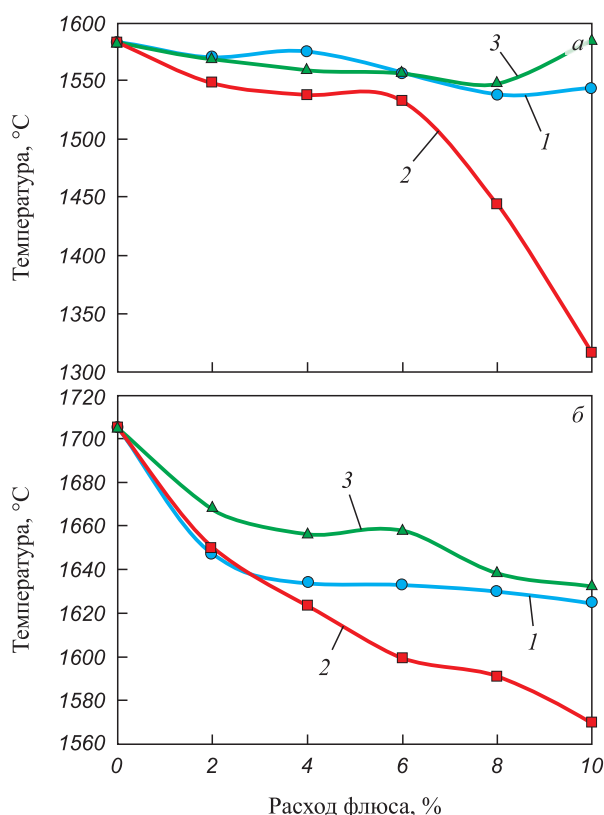


Рис. 2. Зависимость температуры начала (а) и конца (б) размягчения шлака от расхода флюса: 1 – керамзит; 2 – борат кальция; 3 – шлак РФХ

Fig. 2. Dependence of the temperature of beginning (а) and end (б) of slag softening on the flux flow rate: 1 – expanded clay; 2 – calcium borate; 3 – refined ferrochrome slag

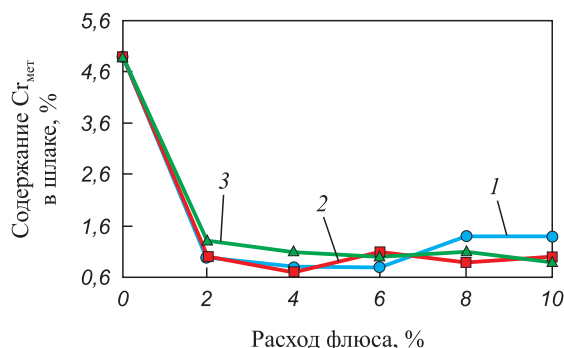


Рис. 3. Зависимость содержания $Cr_{мет}$ в шлаке от расхода флюса: 1 – борат кальция; 2 – шлак РФХ; 3 – керамзит

Fig. 3. Dependence of $Cr_{мет}$ content in the slag on the flux flow rate: 1 – calcium borate; 2 – refined ferrochrome slag; 3 – expanded clay

В промышленных условиях необходимо учитывать стоимость каждого вида флюсующих добавок.

ВЫВОДЫ

Изучено влияние флюсующих добавок в виде керамзита, бората кальция и шлака от производства РФХ на свойства шлака высокоуглеродистого феррохрома. Показано, что присадка до 8 % керамзита и шлака низкоуглеродистого феррохрома приводят к стабильному снижению температур размягчения конечных шлаков. Наибольшая интенсивность снижения температуры начала размягчения наблюдается при вводе 6–10 % бората кальция. Наибольшее влияние на снижение температур размягчения оказывает добавка бората кальция; при вводе в шлак ВУФХ 10 % бората кальция наблюдается снижение температуры начала размягчения на 262 °С, конца размягчения – на 135 °С.

Все исследованные флюсующие добавки оказывают положительное влияние на степень снижения остаточной концентрации металлического хрома в шлаке. Наиболее интенсивное снижение содержания $Cr_{мет}$ в шлаке наблюдается при вводе 2 % флюсующих материалов. Наилучшие значения по остаточному содержанию 0,7–0,8 % $Cr_{мет}$ достигнуты при использовании 4 % шлака РФХ и бората кальция. При использовании керамзита для достижения таких показателей содержания $Cr_{мет}$ необходима добавка в количестве 10 %.

Показана эффективность использования исследованных флюсующих материалов для повышения степени извлечения хрома при производстве высокоуглеродистого феррохрома, содержание остаточного в шлаке снижается примерно на 84 %.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Рысс М.А. Производство ферросплавов. Москва: Металлургия; 1985:344.
2. Бережной А.С. Многокомпонентные системы окислов. Киев: Наукова думка; 1970:544.
3. Akberdin A., Konurov U., Kim A., Sultangaziyev R., Issagulov A. Viscosity and electric conductivity of melt system of $CaO-Al_2O_3-B_2O_3$. *Metalurgija*. 2016;55(3):313–316.
4. Kim A.S., Akberdin A.A., Sultangaziyev R.B. Using basalt rocks for agglomeration of refractory chromite ores of Kazakhstan. *Metallurgist*. 2020;63(9–10):1005–1012. <https://doi.org/10.1007/s11015-020-00919-8>
5. Абдуллабеков Е.Э., Каскин К.К., Нурумгалиев А.Х. Теория и технология производства хромистых сплавов. Алматы: Республиканский издательский кабинет по учебной и методической литературе; 2010:280.
6. Sariev O., Kelamaov B., Zhumagaliyev Ye., Kim S., Abdirashit A., Almagambetov M. Remelting the high-carbon ferrochrome dust in a direct current arc furnace. *Metalurgija*. 2020;59(4):533–536.
7. Kuatbay Ye., Nurumgaliyev A., Zhuniskaliyev T., Smailov S., Yerzhanov A., Bulekova G. Development of carbon ferrochrome smelting technology using high-ash coal. *Metalurgija*. 2022;61(3-4):764–766.
8. Жило Н.Л., Острцова И.С., Мизин В.Г. и др. Физико-химические свойства шлаков углеродистого феррохрома. *Сталь*. 1983;(3):35–39.
Zhilo N.L., Ostretsova I.S., Mizin V.G., etc. Physico-chemical properties of carbon ferrochrome slags. *Stal'*. 1983;(3): 35–39. (In Russ.).
9. Kelamanov B., Samuratov Ye., Akuov A., etc. Thermodynamic-diagram analysis of Fe–Ni–C–O system. *Metalurgija*. 2022;61(1):261–264.
10. Yessengaliyev D., Kelamanov B., Zayakin O. Thermodynamic modeling of the recovery process of manganese by metallothermic method. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 2022;57(6):1230–1234.
11. Akberdin A., Kim A., Sultangaziyev R., Karbayev M. Thermodynamic modeling of the borbarium ferroalloy smelting technological process. *Metalurgija*. 2020;59(3):333–336.
12. Гриненко В.И., Толымбеков М.Ж., Байсанов С.О., Мусина И.Б. Опыт использования в производстве высокоуглеродистого феррохрома низкофосфористых фракционированных углей. *Сталь*. 1999;(6):34–35.
Grinenko V.I., Tolymbekov M.Zh., Baisanov S.O., Musina I.B. Experience of using low-phosphorous fractionated coals in the production of high-carbon ferrochrome. *Stal'*. 1999;(6):34–35. (In Russ.).
13. Akuov A., Samuratov Y., Kelamanov B., Zhumagaliyev Y., Taizhigitova M. Development of an alternative technology for the production of refined ferrochrome. *Metalurgija (Zagreb, Croatia)*. 2020;59(4):529–532.
14. Shabanov E.Zh., Baisanov A.S., Toleukadyr R.T., Inkarekova I.S. Study of phase transformations during heating of briquetted mono-charge from chromium-containing materials and carbon reducing agents. *CIS Iron and Steel Review*. 2023;25(1):26–30. <https://doi.org/10.17580/cisr.2023.01.05>
15. Kim A.S., Akberdin A.A., Sultangaziyev R.B., Orlov A.S., Adamova G.H. Features of the slag regime of smelting boron containing silicochrome. *Metalurgija*. 2023;62(2):194–196.
16. Li J.–L., Xu A.–J., He D.–F., Yang Q.–X., Tian N.–Y. Effect of FeO on the formation of spinel phases and chromium distribution in the $CaO-SiO_2-MgO-Al_2O_3-Cr_2O_3$ system. *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*.

2013;20(3):253–258.

<http://dx.doi.org/10.1007/s12613-013-0720-9>

17. Ma J., Li W., Fu G., Zhu M. Effect of B_2O_3 on the melting temperature and viscosity of $CaO-SiO_2-MgO-Al_2O_3-TiO_2-Cr_2O_3$ slag. *Journal of Sustainable Metallurgy*. 2021;7(3):1190–1199.

<https://doi.org/10.1007/s40831-021-00413-8>

18. Жданов А.В., Нурмаганбетова Б.Н., Павлов В.А. Изучение влияния добавок алюмосиликатных и силикатных материалов на температуры размягчения хромитовой руды. *Металлы*. 2015;(4):3–8.

Zhdanov A.V., Nurmaganbetova B.N., Pavlov V.A. Effect of additives of aluminosilicate and silicate materials on softening temperatures of chromite ore. *Metals*. 2015;(4):3–8. (In Russ.).

19. Shabanov Y., Makhambetov Y., Saulebek Z., Toleukadyr R., Baisanov S., Nurgali N., Shotanov A., Dossekenov M.,

Zhumagaliyev Y. Pilot tests of pre-reduction in chromium raw materials from Donskoy ore mining and processing plant and melting of high-carbon ferrochromium. *Metals*. 2024;14(202):1–15. <https://doi.org/10.3390/met14020202>

20. Panda C.R., Mishra K.K., Nayak B.D., Rao D.S., Nayak B.B. Release behaviour of chromium from ferrochrome slag. *International Journal of Environmental Technology and Management*. 2012;15(3-6):261–274.

<https://doi.org/10.1504/IJETM.2012.049227>

21. Есенжулов А.Б., Островский Я.И., Афанасьев В.И., Заякин О.В., Жучков В.И. Использование российского хромородного сырья при выплавке высокоуглеродистого феррохрома в ОАО «СЗФ». *Сталь*. 2008;(4):32–36.

Esenzhulov A.B., Ostrovskii Ya.I., Afanas'ev V.I., Zayakin O.V., Zhuchkov V.I. Russian chromium ore in smelting high-carbon ferrochrome at OAO SZF. *Steel in Translation*. 2008;38(4): 315–317. <https://doi.org/10.3103/S096709120804013X>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Асхат Максотович Акуов, к.т.н., инженер-технолог, ТОО Казфосфат

ORCID: 0000-0002-5163-5378

E-mail: akuov.am@mail.ru

Бауыржан Сатыбалдылы Келаманов, к.т.н., ассоц. профессор, автор-корреспондент, профессор кафедры «Металлургия и горное дело», Актобинский региональный университет им. К. Жубанова

ORCID: 0000-0001-7646-9153

E-mail: kelamanov-b@mail.ru

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

Ерулан Каиржанович Самуратов, к.т.н., инженер-технолог, ТОО Казфосфат

ORCID: 0000-0001-8591-8547

E-mail: Samuratov.ek@mail.ru

Даурен Амангельдиевич Есенгалиев, к.т.н., доцент кафедры «Металлургия и горное дело», Актобинский региональный университет им. К. Жубанова

ORCID: 0000-0003-0792-0822

E-mail: dauralga@mail.ru

Askhat M. Akuov, Cand. Sci. (Eng.), Process Engineer, Kazphosphate LLP

ORCID: 0000-0002-5163-5378

E-mail: akuov.am@mail.ru

Bauyrzhan S. Kelamanov, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Prof. of the Chair of Metallurgy and Mining, K. Zhubanov Aktobe Regional University

ORCID: 0000-0001-7646-9153

E-mail: kelamanov-b@mail.ru

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

Yerulan K. Samuratov, Cand. Sci. (Eng.), Process Engineer, Kazphosphate LLP

ORCID: 0000-0001-8591-8547

E-mail: Samuratov.ek@mail.ru

Dauren A. Yessengaliyev, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Metallurgy and Mining, K. Zhubanov Aktobe Regional University

ORCID: 0000-0003-0792-0822

E-mail: dauralga@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. М. Акуов – проведение лабораторных исследований, обработка данных.

Б. С. Келаманов – обзор литературных данных, проведение расчетов.

О. В. Заякин – анализ результатов исследований, формирование выводов.

Е. К. Самуратов – изучение остаточного содержания хрома в шлаках после лабораторных экспериментов.

Д. А. Есенгалиев – формирование целей и задач исследования, подготовка текста.

A. M. Akuov – conducting laboratory tests, data processing.

B. S. Kelamanov – review of the literary data, conducting calculations.

O. V. Zayakin – analysis of the research results, formulation of conclusions.

Ye. K. Samuratov – studying the residual chromium content in slags after laboratory experiments.

D. A. Yessengaliyev – formation of research goals and objectives, writing the text.

Поступила в редакцию 11.12.2023

После доработки 12.02.2024

Принята к публикации 19.02.2024

Received 11.12.2023

Revised 12.02.2024

Accepted 19.02.2024



УДК 669:539.375.5

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-167-175



Оригинальная статья
Original article

ВНУТРЕННИЕ НАПРЯЖЕНИЯ И ИХ ИСТОЧНИКИ В СТАЛЯХ С ОЦК-КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКОЙ

Н. А. Попова¹, Е. Л. Никоненко^{1,2}, М. А. Порфирьев³, Р. Е. Крюков³

¹ Томский государственный архитектурно-строительный университет (Россия, 634003, Томск, пл. Соляная, 2)

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет (Россия, 634050, Томск, пр. Ленина, 30)

³ Сибирский государственный индустриальный университет (Россия, 654007, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

✉ natalya-popova-44@mail.ru

Аннотация. Методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии выполнены исследования тонкой структуры сталей промышленного назначения, которые обладают ОЦК-кристаллической решеткой (перлитные, феррито-перлитные и мартенситные). Проанализирована внутренняя структура зерен, определены скалярная плотность дислокаций в различных участках материала, источники внутренних напряжений и их амплитуда. Использование метода, основанного на анализе изгибных экстинкционных контуров, позволяет изучать внутренние напряжения. Изучение внутренних напряжений и их источников проведено на примере рельсовой стали Э76ХФ со структурой пластинчатого перлита после сверхдлительной эксплуатации (пропущенный тоннаж – 1770 млн т брутто). Места проведения исследования металла рельсов: вдоль центральной оси симметрии (поверхность катания) и вдоль радиуса скругления (рабочая выкружка) головки рельса на расстояниях 0, 2 и 10 мм от поверхности. По мере приближения к поверхности головки, независимо от направления исследований (вдоль радиуса скругления выкружки или вдоль оси симметрии) пластинчатый перлит постепенно заменяется на разрушенный с образованием феррито-карбидной смеси и формированием фрагментированной структуры, причем эти процессы более интенсивно протекают в рабочей выкружке. Вдоль всей центральной оси симметрии головки рельса (поверхность катания) имеет место пластический изгиб-кручение кристаллической решетки, вдоль радиуса скругления головки рельса (рабочая выкружка) на расстоянии 10 мм от поверхности – также пластический, а на расстоянии от 0 до 2 мм – упругопластический. Основным источником внутренних моментных (дальнодействующих) напряжений в рельсовой стали является избыточная плотность дислокаций. На примере стали мартенситного класса 34ХНЗМФА с использованием матричных уравнений определен тип изгибного экстинкционного контура. При малых степенях пластической деформации экстинкционные контуры являются контурами изгиба или кручения, при больших степенях – контурами смешанного типа.

Ключевые слова: электронная микроскопия, ОЦК-кристаллическая решетка, изгибной экстинкционный контур, кривизна-кручение, скалярная плотность дислокаций, избыточная плотность дислокаций, внутренние напряжения, источники

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № FEMN-2023-0003).

Для цитирования: Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Порфирьев М.А., Крюков Р.Е. Внутренние напряжения и их источники в сталях с ОЦК-кристаллической решеткой. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):167–175. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-167-175>

INTERNAL STRESSES AND THEIR SOURCES IN STEELS WITH BCC LATTICE

N. A. Popova¹, E. L. Nikonenko^{1,2}, M. A. Porfir'ev³, R. E. Kryukov³

¹ Tomsk State University of Architecture and Building (2 Solyanaya Sqr., Tomsk 634003, Russian Federation)

² National Research Tomsk Polytechnic University (30 Lenina Ave., Tomsk, 634050, Russian Federation)

³ Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

✉ natalya-popova-44@mail.ru

Abstract. The paper studies fine structure of industrial steels with BCC lattice (pearlite, ferrite-pearlite and martensite) using transmission diffraction electron microscopy. The internal structure of the grains was analyzed; the scalar density of dislocations in various parts of the material, the sources of internal stresses and their amplitude were determined. The use of a method based on the analysis of bending extinction contours allowed us to study internal stresses. We analyzed the internal stresses and their sources using the example of 0.76C–Cr–V–Fe rail steel with a lamellar pearlite structure after ultra long-term operation with the tonnage of 1770 million gross tons. The metal of the rails was examined

along the central axis of symmetry (rolling surface) and the rounding radius (working fillet) of the railhead at distances of 0, 2 and 10 mm from the surface. As one approaches the head surface, regardless of the research direction (along the fillet rounding radius or along the axis of symmetry), the lamellar pearlite is gradually replaced by destroyed pearlite with formation of a ferrite-carbide mixture and formation of a fragmented structure. These processes occur more intensively in the working fillet. Along the entire central axis of symmetry of the rail head (rolling surface), there is a plastic bending-torsion of the crystal lattice, along the rounding radius of the rail head (working fillet) at a distance of 10 mm from the surface – also plastic, and at a distance from 0 to 2 mm – elastic-plastic. The main source of internal torque (long-acting) stresses in rail steel is the excessive density of dislocations. Using the example of 34CrNi3MoVN steel of the martensitic class, the type of bending extinction contour was determined using mathematical equations. At low degrees of plastic deformation, extinction contours are contours of bending or torsion, at high degrees they are of a mixed type.

Keywords: electron microscopy, BCC lattice, bending extinction contour, curvature-torsion, scalar dislocation density, excess dislocation density, internal stresses, sources

Acknowledgements: The work was carried out within the framework of the state task of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (subject No. FEMN-2023-0003).

For citation: Popova N.A., Nikonenko E.L., Porfir'ev M.A., Kryukov R.E. Internal stresses and their sources in steels with BCC lattice. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):167–175. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-167-175>

ВВЕДЕНИЕ

Проблема внутренних напряжений в металлах и сплавах находится в центре внимания исследователей уже много лет [1 – 3]. Это объясняется тем, что внутренние напряжения играют важную роль в формировании предела текучести [4 – 6], деформационном упрочнении [7 – 9] и особенно в разрушении кристаллических материалов [10 – 12], а именно, в зарождении [13 – 15] и раскрытии микротрещин [16 – 18]. Велика роль внутренних напряжений в эволюции дефектной структуры при различных видах термической обработки металлов, сплавов и сталей [15; 19; 20]. Кроме того, внутренние напряжения играют значимую роль при фазовых и структурных превращениях [5; 6; 15; 20 – 22]. И, наконец, нельзя не учитывать действие внутренних напряжений при получении объемных наноструктурных материалов [23] методом интенсивной пластической деформации [4; 24 – 26].

Внутренние напряжения классифицируются, прежде всего, по области их локализации. Выделяют макро-, мезо- и микронапряжения. Макронапряжения локализованы во всем образце или в значительной части его объема. Мезоскопические внутренние напряжения локализованы в объемах протяженностью от десятков до сотен микрометров. В поликристаллах мезонапряжения локализованы в объемах одного или нескольких зерен или в части объема зерна. Микроскопические поля напряжений локализованы в участках в несколько микрометров и меньше.

Существующие методы оценки внутренних напряжений можно разделить на две группы: разрушающие и неразрушающие. Разрушающие методы условно могут быть разделены на химические, термические, металлохимические и механические [27]. Применение разрушающих методов для оценки внутренних напряжений приводит к частичному или полному разрушению изделия. Все разрушающие методы обнаружения и измерения внутренних напряжений в изделиях касаются

напряжений I рода, которые, в основном, определяют эксплуатационные свойства продукции.

К неразрушающим методам относятся магнитные, оптические и поляризационно-оптические [28]. Эти методы дают возможность измерять упругие деформации внутри детали без изменения ее геометрии.

И неразрушающие, и разрушающие методы являются интегральными. Область усреднения напряжений (I рода) с использованием этих методов составляет сантиметры.

Внутренние напряжения можно определять с помощью рентгеноструктурного анализа (измерение напряжений I и II рода) [29 – 31], который также относится к неразрушающим методам [32 – 34]. Область усреднения напряжений в этом случае значительно уменьшается и составляет миллиметры, но остается по-прежнему большой. Использование рентгеноструктурного анализа позволяет проводить оценку амплитуды мезоскопических внутренних напряжений [35 – 38].

Наиболее информативным методом изучения мезо- и микроскопических полей внутренних напряжений к настоящему моменту является дифракционная электронная микроскопия, которая позволяет регулировать локальность измерения внутренних напряжений в широких пределах (от сотен нанометров до сотен микрометров) [39]. В настоящей работе использован именно метод просвечивающей дифракционной электронной микроскопии.

Величины мезо- и микроскопических внутренних напряжений определяются по картине структуры материала несколькими способами: по радиусу изгиба дислокаций в плоскости скольжения [23]; по расстоянию между дислокациями и параметрам дислокационных скоплений [40]; по расстоянию между активными плоскостями скольжения [40]; по параметрам изгибных экстинкционных контуров [19; 39].

Целью настоящей работы является изучение внутренних напряжений и их источников в ОЦК-сталях методом, основанном на анализе изгибных экстинкционных контуров.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Проведено изучение образцов сталей промышленного назначения с ОЦК-кристаллической решеткой (перлитные, феррито-перлитные и мартенситные), прошедших термическую обработку и подвергнутых различной пластической деформации (растяжением, сжатием, прокаткой). Исследования выполнены методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) на тонких фольгах на электронных микроскопах ЭМ-125К с использованием гониометрической приставки и ЭМ-125, обладающем более высокой разрешающей способностью. Фольги готовили методом электрополировки с использованием специальных режимов, позволяющих получить большие площади при просмотре в электронном микроскопе. Рабочее увеличение в колонне микроскопа составляло 25 000 крат. В результате проведенных исследований проанализирована внутренняя структура зерен и определена скалярная плотность дислокаций в различных участках материала, выявлены источники внутренних напряжений и определена их амплитуда. Величину скалярной плотности дислокаций определяли методом секущих [39].

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ МЕТОДОМ ПЭМ

Незаряженный дислокационный ансамбль (то есть ансамбль без избыточных дислокаций) дает внутреннее напряжение сдвига (полей напряжений, создаваемых дислокационной структурой), определяемое по формуле [2; 6; 13 – 15; 20]

$$\sigma = m\alpha Gb\sqrt{\rho}, \quad (1)$$

где m – ориентационный множитель или фактор Шмида [20]; α – параметр, зависящий от типа дислокационного ансамбля (для незаряженного дислокационного ансамбля $\alpha = 0,05 \div 1,00$ [2; 6; 19]); G – модуль сдвига; b – вектор Бюргерса; ρ – скалярная плотность дислокаций.

В случае заряженного дислокационного ансамбля, когда присутствует избыточная плотность дислокаций $\rho_{\pm} = \rho_+ - \rho_- \neq 0$, создаются внутренние моментные (или дальнodelствующие) напряжения. Наличие избыточной плотности дислокаций и, соответственно, внутренние моментные напряжения идентифицируются по наличию в материале изгибных экстинкционных контуров. Эти контуры являются результатом дифракционного контраста, наблюдаемого на электронномикроскопическом изображении структуры сильно деформированного кристалла.

Изгиб кристаллической решетки может быть [6; 12 – 15; 20; 23]: чисто упругим, создаваемым полями напряжений, накопленными из-за несовместности

деформации (например, зерен поликристалла, матрицы материала и недеформируемыми частицами); пластическим, если изгиб создается дислокационными зарядами (то есть избыточной плотностью дислокаций, локализованной в некотором объеме материала); упругопластическим, когда в материале присутствуют оба источника полей.

По наличию в материале изгибных экстинкционных контуров методом ПЭМ можно измерить внутренние (моментные или дальнodelствующие) напряжения. Именно их присутствие приводит к изгибу фольги (что соответствует кривизне-кручению кристаллической решетки), если фольга сохраняет форму пластины [39]. Процедура измерения величины внутренних моментных (дальнodelствующих) напряжений сводится к определению градиента кривизны фольги (кристаллической решетки):

$$\chi = \frac{\partial\varphi}{\partial l}, \quad (2)$$

где $\partial\varphi = \Delta\varphi$ – изменение ориентировки отражающей плоскости фольги; $\partial l = \Delta l$ – перемещения изгибного экстинкционного контура.

Величина χ определяется путем смещения экстинкционного контура на Δl при контролируемом угле наклона фольги $\Delta\varphi$ в колонне микроскопа с помощью гониометра. Специальными опытами установлено, что ширина контура в величинах разориентировок для ОЦК-сталей составляет $\sim 1^\circ$ [6; 20]. Это означает, что при повороте гониометра на величину $\Delta\varphi \approx 1^\circ$ изгибный экстинкционный контур смещается на расстояние, равное своей ширине, то есть $\Delta l \approx l$.

Для разделения случаев пластического, упругого и упругопластического изгибов необходимо сравнить скалярную плотность дислокаций (ρ), измеренную в локальном участке вблизи изгибного экстинкционного контура, с избыточной плотностью дислокаций ($\rho_{\pm}$), измеренную локально по градиенту разориентировки [20; 23]:

$$\rho_{\pm} = \frac{1}{b} \frac{\partial\varphi}{\partial l} = \frac{\chi}{b}. \quad (3)$$

В случае, если в исследуемом участке фольги оказывается $\rho \geq \rho_{\pm}$, то изгиб кристаллической решетки можно считать пластическим. Определенная по формуле (2) амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки $\chi = \chi_{пл}$, а амплитуда внутренних моментных напряжений, созданных пластическим изгибом,

$$\sigma_d^{пл} = m\alpha Gb\sqrt{\rho_{\pm}} = m\alpha G\sqrt{b\chi_{пл}}, \quad (4)$$

где $\alpha = 0,05 \div 0,60$ – параметр, зависящий от типа дислокационного ансамбля [23].

Необходимо отметить, что величина α в формуле (4) практически не зависит от исследуемого материала

(металл, сплав или сталь) и определяется лишь типом сформировавшейся субструктуры [23].

В случае, если в исследуемом участке фольги вблизи изгибного экстинкционного контура оказывается $\rho = 0$, то изгиб кристаллической решетки чисто упругий. Амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки, определенная по формуле (2), $\chi = \chi_{\text{упр}}$, а амплитуда внутренних моментных напряжений, созданных упругим изгибом, должна быть определена по формуле [20; 23]

$$\sigma_d^y = m\alpha_c Gt \frac{\partial \phi}{\partial \ell} = m\alpha_c Gt \chi_{\text{упр}}, \quad (5)$$

где $\alpha_c = 1,0 \div 1,5$ – коэффициент Струнина [20], рассчитанный для дислокационного ансамбля, составленного из дислокаций одного знака; t – толщина фольги.

Если вблизи изгибного экстинкционного контура оказывается $\rho < \rho_{\pm}$, то изгиб кристаллической решетки упругопластический и тогда величина $\rho_{\pm}$ является условной. В этом случае проводится разделение изгиба кристаллической решетки на пластическую компоненту, для которой $\rho = \rho'_{\pm}$, и упругую компоненту, для которой $\rho''_{\pm} = \rho_{\pm} - \rho'_{\pm}$. Амплитуда кривизны кручения кристаллической решетки

$$\chi = \chi_{\text{пл}} + \chi_{\text{упр}}, \quad (6)$$

где χ рассчитывается по формуле (2), $\chi_{\text{пл}} = b\rho'_{\pm} = b\rho$ и поэтому

$$\chi_{\text{упр}} = \chi - \chi_{\text{пл}}. \quad (7)$$

В результате амплитуда внутренних моментных (дальнодействующих) напряжений определяется как

$$\sigma_d = \sigma_d^{\text{пл}} + \sigma_d^y, \quad (8)$$

где $\sigma_d^{\text{пл}}$ определяется по формуле (4), а σ_d^y – по формуле (5):

$$\sigma = m\alpha G \sqrt{b\chi_{\text{пл}}} + m\alpha_c Gt \chi_{\text{упр}}. \quad (9)$$

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Источники внутренних напряжений в ОЦК-сталях

Единичная дислокация уже является источником внутренних напряжений. Поля от отдельных дислокаций простираются на небольшие расстояния, много меньшие, чем расстояния между ближайшими дислокациями [39]. Более эффективными источниками внутренних напряжений являются группы дислокаций: они охватывают весь микроуровень и создают поля значительно большей амплитуды [40]. К таким дислокационным группам относятся, прежде всего, распределенные дислокационные заряды (избыточные дислокации

одного знака) [41]. Однако большие группы дислокаций одного знака встречаются редко. Чаще в материале присутствуют неоднородно распределенные дислокации разных знаков с избыточной плотностью дислокаций. Такие образования, несмотря на внутреннее экранирование, создают поля внутренних напряжений [41].

Другой тип дислокационных образований, создающий более значительные внутренние напряжения, это различные дислокационные границы. Как правило, они содержат неравное количество дислокаций разных знаков и могут вводить разориентировку. Их основное отличие заключается в том, что дислокации в границах принадлежат разным плоскостям скольжения, в то время как в дислокационных зарядах дислокации находятся на одной или на близких плоскостях скольжения.

К другим источникам внутренних напряжений относятся границы зерен, стыки зерен, уступы на межзеренных границах [41; 42]. Причиной возникновения этих внутренних напряжений является, прежде всего, несовместность деформации соседних зерен. Такая несовместность присутствует всегда, несмотря на действие аккомодационных систем скольжения. Вторая причина – наличие решеточных дислокаций, вошедших в границы зерен, и зернограницных источников дислокаций. Мощным источником внутренних напряжений являются частичные дисклинации в стыках зерен и в уступах на межфазных границах, то есть стыковые дисклинации [43].

Все перечисленные источники – это источники внутренних напряжений пластического происхождения.

Источниками внутренних напряжений упругого происхождения, которые возникают, в основном, при неоднородной деформации материала, являются, прежде всего, микротрещины [6; 12 – 15; 41]. Еще одним источником внутренних напряжений является бейновская деформация [20], которая возникает в результате искривления кристаллической решетки при фазовом $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении в сталях. Такие напряжения возникают и в материалах, упрочненных дисперсными недеформируемыми частицами [23]. В случае частичной релаксации этих полей путем размножения и скольжения дислокаций они приобретают упругопластический характер [12 – 15; 41]. В зависимости от степени их взаимодействия с окружающими дислокационными структурами формирующиеся внутренние напряжения могут быть всех трех типов. В реальных материалах, особенно после значительных деформаций, поля от различных источников суммируются. В результате образуется сложное трехмерное поле внутренних напряжений.

Внутренние напряжения и их источники в рельсовой стали

Изучение внутренних напряжений и их источников после сверхдлительной эксплуатации (пропущенный тоннаж – 1770 млн т брутто) проведено на рельсах из

стали Э76ХФ со структурой пластинчатого перлита. Были выполнены исследования металла рельсов вдоль центральной оси симметрии (поверхность катания) и вдоль радиуса скругления (рабочая выкружка) головки рельса на расстояниях 0, 2 и 10 мм от поверхности.

Проведенные исследования показали, что эксплуатация рельсов привела к существенному преобразованию и усложнению структуры, причем более интенсивно вдоль радиуса скругления выкружки. Так, если на расстоянии 10 мм от поверхности катания вдоль оси симметрии объемная доля пластинчатого перлита составляет 95 % и феррито-карбидной смеси (разрушенного перлита) – 5 %, то в поверхностном слое доля пластинчатого перлита – только 45 %, доля феррито-карбидной смеси – 50 %, а также присутствует фрагментированная структура (5 %). Что касается рабочей выкружки, то на расстоянии 10 мм от поверхности вдоль радиуса скругления объемная доля пластинчатого перлита составляет также 95 %, однако в поверхностном слое она уменьшается до 25 %, а доля фрагментированной структуры увеличивается до 25 %. Таким образом, по

мере приближения к поверхности головки, независимо от направления исследований (вдоль радиуса скругления выкружки или вдоль оси симметрии), пластинчатый перлит постепенно заменяется на разрушенный с образованием феррито-карбидной смеси и формированием фрагментированной структуры, причем эти процессы более интенсивно протекают в рабочей выкружке.

На рис. 1 показаны изменения средних по материалу количественных параметров тонкой структуры по мере приближения к поверхности головки.

Все характеристики увеличиваются при приближении к поверхности головки рельса. Несколько более интенсивно происходит увеличение скалярной (ρ) и особенно избыточной ($\rho_{\pm}$) плотности дислокаций. Однако их поведение внутри различных структурных составляющих различно. Скалярная плотность дислокаций во всем материале независимо от направления исследований (вдоль радиуса скругления выкружки или вдоль оси симметрии) по мере приближения к поверхности увеличивается практически с одинаковой скоростью. Избыточная плотность дислокаций,

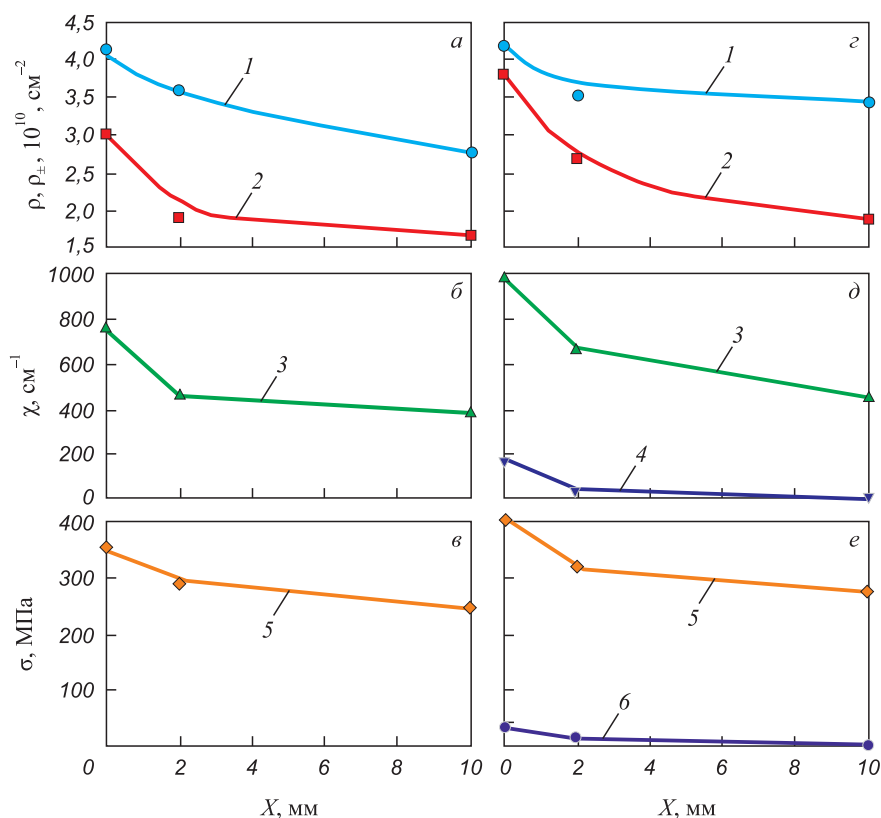


Рис. 1. Изменение средних количественных параметров тонкой структуры рельсовой стали Э76ХФ после сверхдлительной эксплуатации по мере удаления от поверхности:

a – в – поверхность катания; *з – е* – рабочая выкружка; *1* и *2* – скалярная ρ и избыточная $\rho_{\pm}$ плотность дислокаций; *3* и *4* – амплитуда пластической $\chi_{пл}$ и упругой $\chi_{упр}$ кривизны-кручения кристаллической решетки; *5* и *6* – амплитуда внутренних моментных пластических $\sigma_{пл}$ и упругих $\sigma_{упр}$ напряжений

Fig. 1. Changes in the average quantitative parameters of fine structure of the 0.76C–Cr–V–Fe rail steel after ultra-long operation as it moves away from the surface:

a – в – rolling surface; *з – е* – working fillet; *1* and *2* – scalar and excessive dislocation density; *3* and *4* – amplitude of plastic $\chi_{пл}$ and elastic $\chi_{упр}$ curvature-torsion of crystal lattice; *5* and *6* – amplitude of internal momentous $\sigma_{пл}$ plastic and elastic $\sigma_{упр}$ stresses

определяемая из ширины изгибных экстинкционных контуров, вдоль центральной оси симметрии (поверхность катания) во всем материале остается меньше скалярной ($\rho > \rho_{\pm}$), то есть имеет место пластический изгиб-кручение кристаллической решетки: $\chi = \chi_{\text{пл}}$ и $\sigma_d = \sigma_d^{\text{пл}}$ (рис. 1, а – в). Вдоль радиуса скругления выкружки в пластинчатом перлите также сохраняется выполнение условия $\rho > \rho_{\pm}$, однако в феррито-карбидной смеси и фрагментированной структуре оказывается $\rho = \rho_{\pm}$. Это означает, что здесь дислокационная структура полностью поляризована и в этих местах материала имеет место упругопластический изгиб кристаллической решетки: $\chi = \chi_{\text{пл}} + \chi_{\text{упр}}$ и $\sigma_d = \sigma_d^{\text{пл}} + \sigma_d^{\text{у}}$. Несмотря на то, что величина упругой составляющей небольшая (рис. 1, д, е), не считаться с такими участками в структуре материала нельзя, так как именно в таких местах наиболее вероятно зарождение разрушения. Таким образом, основным источником внутренних моментных

(дальнодействующих) напряжений в рельсовой стали является избыточная плотность дислокаций. Однако присутствуют и другие источники внутренних напряжений, а именно: границы раздела феррита и цемента; границы фрагментов и частицы цементита, расположенные на границах и внутри фрагментов (рис. 2).

Влияние пластической деформации на кривизну-кручение кристаллической решетки в ОЦК-стали

Известно [6; 23], что с развитием деформации нарастает градиент кривизны-кручения по материалу. Это проявляется как в изменении ширины экстинкционных контуров вдоль их длины, так и в их искривлении. Изменяется и тип контуров. В общем случае величина кривизны-кручения кристаллической решетки χ является тензором 2-го ранга [6; 44; 45]. Тензор содержит

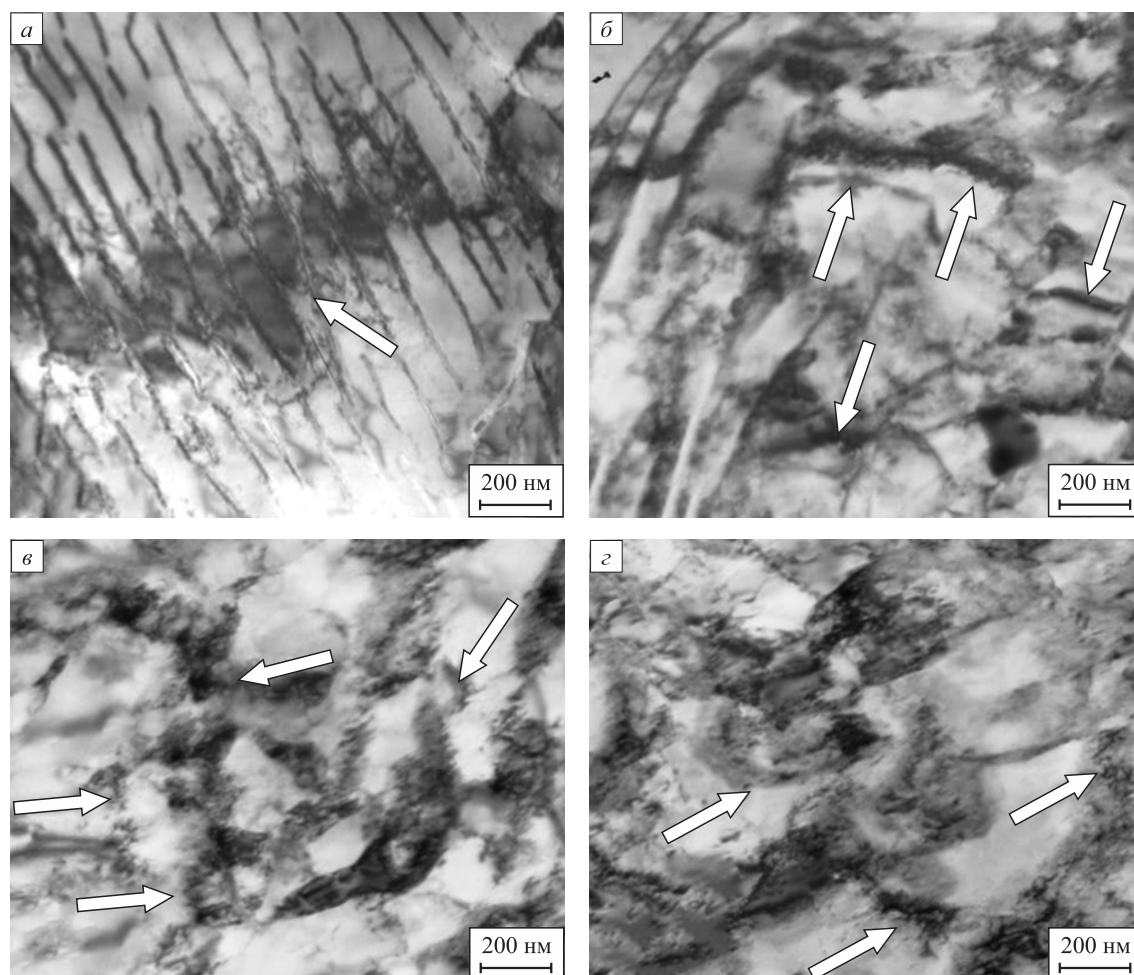


Рис. 2. ПЭМ-изображения изгибных экстинкционных контуров (указаны стрелками)

в различных участках материала от различных источников:

а – границы раздела феррита и цементита; б – границы раздела фрагментов;

в – частицы глобулярной формы на границах фрагментов; г – частицы глобулярной формы в объеме фрагментов

Fig. 2. TEM images of bending extinction contours (indicated by arrows) in different parts of the material from different sources:

а – boundaries between ferrite and cementite; б – boundaries between fragments;

в – globular particles at fragment boundaries; г – globular particles in the volume of fragments

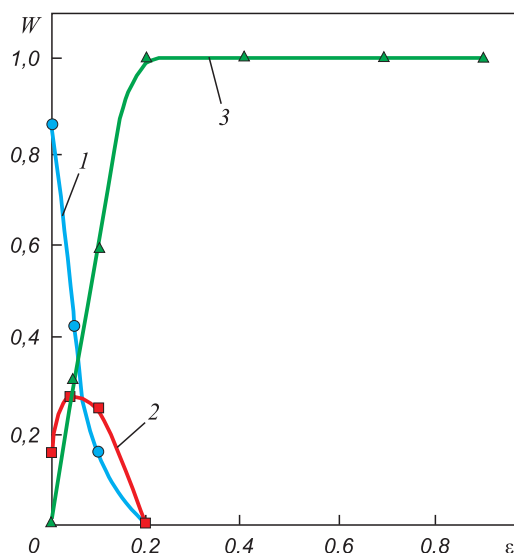


Рис. 3. Изменение объемной доли изгибных экстинкционных контуров кривизны (1), кручения (2) и смешанного типа (3) от степени пластической деформации в катаной отпущенной стали 34ХНЗМФА

Fig. 3. Change in the volume fraction of bending extinction contours of curvature (1), torsion (2), and mixed type (3) on degree of plastic deformation in rolled tempered steel 34CrNi3MoVN

компоненты кривизны и кручения кристаллической решетки χ . Поэтому, используя матричные уравнения [6], можно определить тип контура. Это было сделано в стали мартенситного класса 34ХНЗМФА. Перед деформацией экстинкционные контуры были либо контурами кривизны (изгиба/наклона) (рис. 3, кривая 1), либо кручения (рис. 3, кривая 2). Причем доля контуров кривизны была преобладающей (до 0,85). Увеличение степени пластической деформации привело к усложнению картины контуров: появляются контуры смешанного типа, доля которых нарастает; при $\epsilon \geq 0,2$ все изгибные контуры являются контурами смешанного типа (рис. 3, кривая 3).

Выводы

Проведен анализ источников внутренних напряжений, имеющих место в ОЦК-сталях. Показано, что вся совокупность источников может быть условно разделена на источники внутренних напряжений пластического, упругого и упругопластического происхождения.

Проведенный ПЭМ-анализ в рельсах из стали Э76ХФ после пропущенного тоннажа 1770 млн т брутто показал: по мере приближения к поверхности головки рельса пластинчатый перлит постепенно заменяется на разрушенный с образованием феррито-карбидной смеси и фрагментированной структуры, причем этот процесс более интенсивно протекает в рабочей выкружке; вдоль всей центральной оси симметрии головки рельса имеет место пластический изгиб-кручение кристаллической решетки, вдоль радиуса скругления головки рельса на

расстоянии до 2 мм – упругопластический; основным источником внутренних моментных напряжений является избыточная плотность дислокаций.

В стали мартенситного класса 34ХНЗМФА показано, что при малых степенях деформации экстинкционные контуры являются контурами изгиба или кручения, при больших – все контуры смешанного типа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Koneva N.A., Kozlov E.V., Trishkina L.I. Internal field sources, their screening and the flow stress. *Materials Science and Engineering: A*. 2001;319-321:156–159. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)00945-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)00945-5)
2. Конева Н.А., Козлов Э.В. Дислокационная структура и физические механизмы упрочнения металлических материалов. В кн.: *Перспективные материалы. Структура и методы исследования (учебное пособие)* / Под ред. Д.Л. Мерсона. Тула: ТГУ; Москва: МИСиС; 2006:267–320.
3. Ovid'ko I.A., Valiev R.Z., Zhu Y.T. Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials. *Progress in Materials Science*. 2018;94:462–540. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.02.002>
4. Закономерности пластической деформации в высокопрочных и нанокристаллических металлических материалах / А.Н. Тюменцев, А.Д. Коротаев, И.А. Дитенберг, Ю.П. Пинжин, В.М. Чернов. Новосибирск: СО РАН Наука; 2018:256.
5. Yang M., Pan Yu., Yuan F., Zhu Yu., Wu X. Back stress strengthening and strain hardening in gradient structure. *Materials Research Letters*. 2016;4(3):145–151. <https://doi.org/10.1080/21663831.2016.1153004>
6. Конева Н., Киселева С., Попова Н. Эволюция структуры и внутренние поля напряжений. Аустенитная сталь. Германия: LAP LAMBER Academic Publishing; 2017:156.
7. Kundu A., Field D.P. Geometrically necessary dislocation density evolution in interstitial free steel at small plastic strains. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2018;49:3274–3282. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4693-1>
8. Kundu A., Field D.P., Chakraborti P.C. Effect of strain and strain rate on the development of deformation heterogeneity during tensile deformation of a solution annealed 304 LN austenitic stainless steel: An EBSD study. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;773:138854. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138854>
9. Muñoz J.A., Komissarov A. Back stress and strength contributions evolution of a heterogeneous austenitic stainless steel obtained after one pass by equal channel angular sheet extrusion (ECASE). *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2020;109:607–617. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05630-1>
10. Ivanov Yu.F., Gromov V.E., Yuriev A.A., Kormyshev V.E., Rubannikova Yu.A., Semin A.P. Deformation strengthening mechanisms of rails in extremely long-term operation. *Journal of Materials Research and Technology*. 2021;11: 710–718. <https://doi.org/10.1016/J.JMRT.2020.12.107>
11. Yuriev A.A., Ivanov Yu.F., Gromov V.E., Rubannikova Yu.A., Starostenkov M.D., Tabakov P.Y. Structure and properties of lengthy rails after extreme long-term operation.

- Materials Research Foundations*. MRF; 2021;106:193.
<https://doi.org/10.21741/9781644901472>
12. Ivanov Yu.F., Gleser A.M., Kuznetsov R.V., Gromov V.E., Shliarova Yu.A., Semin A.P., Sundeev R.V. Fine structure formation in rails under ultra long-term operation. *Materials Letters*. 2022;309(4):131378.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.131378>
 13. Смирнов А.Н., Козлов Э.В. Субструктура, внутренние поля напряжений и проблема разрушения паропроводов из стали 12Х1МФ. Кемерово: Кузбассвуиздат; 2004:163.
 14. Сварка модулированным током. Структурно-фазовое состояние и поля внутренних напряжений в сварных соединениях конструкционных сталей / А.Н. Смирнов, А.Ф. Князьков, В.Л. Князьков и др. Москва: Инновационное машиностроение; Кемерово: Сибирская издательская группа; 2017:328.
 15. Смирнов А.Н., Князьков А.Ф., Князьков В.Л. и др. Структурно-фазовое состояние, контроль и испытания сварных соединений аустенитных нержавеющей сталей. Кемерово: Сибирская издательская группа; 2021:248.
 16. Panin V.E., Egorushkin V.E. Fundamental role of local curvature of crystal structure in plastic deformation and fracture of solids. *Physical Mesomechanics of Multilevel Systems 2014: AIP Conference Proceedings*. 2014;1623(1):475–478.
<https://doi.org/10.1063/1.4898985>
 17. Панин В.Е., Панин А.В., Елсукова Т.Ф., Попкова Ю.Ф. Фундаментальная роль кривизны кристаллической структуры в пластичности и прочности твердых тел. *Физическая мезомеханика*. 2014;17(6):7–18.
Panin V.E., Panin A.V., Elsuikova T.F., Popkova Yu.F. The fundamental role of the curvature of the crystal structure in the plasticity and strength of solids. *Fizicheskaya mezomekhanika*. 2014;17(6):7–18. (In Russ.).
 18. Cattivelli A., Roy M.J., Burke M.G., Dhers J., Lee T.L., Francis J.A. Internal stresses in a clad pressure vessel steel during post weld heat treatment and their relevance to underclad cracking. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2021;193:104448.
<https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2021.104448>
 19. Fang X.-Y., Zhang H.-N., Ma D.-W., Wu Z.-J., Huang W. Influence of welding residual stress on subsurface fatigue crack propagation of rail. *Engineering Fracture Mechanics*. 2022;271:108642.
<https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2022.108642>
 20. Эволюция фазового состава, дефектной структуры, внутренних напряжений и перераспределение углерода при отпуске литой конструкционной стали / Э.В. Козлов, Н.А. Попова, О.В. Кабанина, С.И. Климашин, В.Е. Громов. Новокузнецк: изд. СибГИУ; 2007:177.
 21. Kassner M.E., Geantil P., Levine L.E. Long range internal stresses in single-phase crystalline materials. *International Journal of Plasticity*. 2013;45:44–60.
<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2012.10.003>
 22. Zhang Y., Yu T., Xu R., Thorborg J., Liu W., Tischler J., Godfrey A., Jensen D.J. Local residual stresses and microstructure within recrystallizing grains in iron. *Materials Characterization*. 2022;191:112113.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112113>
 23. Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. Plastic Deformation of Nanostructured Materials. Boca Raton, London, New York: CRC Press, Taylor & Francis Group; 2017:334.
<http://dx.doi.org/10.1201/9781315111964>
 24. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. Hoboken: Wiley/TMS; 2014:440. <https://doi.org/10.1002/9781118742679>
 25. Vinogradov A., Estrin Y. Analytical and numerical approaches to modelling severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*. 2018;95:172–242.
<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.02.001>
 26. Wilde G., Divinski S. Grain boundaries and diffusion phenomena in severely deformed materials. *Materials Transactions*. 2019;60(7):1302–1315.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201934>
 27. Буркин С.П., Шимов Г.В., Андрюкова Е.А. Остаточные напряжения в металлопродукции. Екатеринбург: изд. Уральского университета; 2015:248.
 28. Экспериментальная механика. В 2-х книгах / Пер. с англ.; под ред. А. Кобаяси. Москва: Мир; 1990.
Handbook on Experimental Mechanics. 2nd ed. Kobayashi A. ed. VCH; 1993:1074.
 29. Reynolds A.P., Tang W., Gnaupel-Herold T., Prask H. Structure, properties, and residual stress of 304L stainless steel friction stir welds. *Scripta Materialia*. 2003;48(9):1289–1294.
[https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(03\)00024-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(03)00024-1)
 30. Cihak U., Staron P., Clemens H., Homeyer J., Stockinger M., Tockner J. Characterization of residual stresses in turbine discs by neutron and high-energy X-ray diffraction and comparison to finite element modeling. *Materials Science and Engineering: A*. 2006;437(1):75–82.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.049>
 31. Withers P.J. Mapping residual and internal stress in materials by neutron diffraction. *Comptes Rendus Physique*. 2007; 8(7-8):806–820. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2007.09.015>
 32. Withers P.J., Turski M., Edwards L., Bouchard P.J., Buttle D.J. Recent advances in residual stress measurement. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2008; 85(3):118–127. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2007.10.007>
 33. Sekimoto K. Internal stress as a link between macroscale and mesoscale mechanics. In: *Chemomechanical Instabilities in Responsive Materials*. 2009:241–250.
https://doi.org/10.1007/978-90-481-2993-5_10
 34. Wong S.L., Dawson P.R. Evolution of the crystal stress distributions in face-centered polycrystals subjected to cyclic loading. *Acta Materialia*. 2011;59(18):6901–6916.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.07.042>
 35. McNelis K.P., Dawson P.R., Miller M.P. A two-scale methodology for determining the residual stresses in polycrystalline solids using high energy X-ray diffraction data. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2013;61(2):428–449.
<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2012.09.015>
 36. Demir E., Park J.-S., Miller M.P., Dawson P.R. A computational framework for evaluating residual stress distributions from diffraction-based lattice strain data. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 2013;265:120–135.
<https://doi.org/10.1016/j.cma.2013.06.002>
 37. Skrotzki W. Deformation heterogeneities in equal channel angular pressing. *Materials Transactions*. 2019;60(7): 1331–1343. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201926>
 38. Yildirim C., Jessop C., Ahlström J., Detlefs C., Zhang Y. 3D mapping of orientation variation and local residual stress within individual grains of pearlitic steel using syn-

- chrotron dark field X-ray microscopy. *Scripta Materialia*. 2021;197:113783.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.113783>
39. Hirsch P.B., Howrie A., Nicholson R.B., Pashley D.W., Whelan M.J. *Electron Microscopy of Thin Crystals*. London: Butterworths; 1965:549.
 40. Мадер С., Зеерер А., Лейтц К. Деформационное упрочнение и распределение дислокаций в ГЦК металлах. В кн.: *Материалы конференции «Структура и механические свойства металлов», Теддингтон, Мидлсекс, 7–9 января 1963 г.* Москва: Металлургия; 1967:384.
 41. Конева Н.А., Тришкина Л.И., Жданов А.Н., Перевалова О.Б., Попова Н.А., Козлова Э.В. Источники полей напряжений в деформированных поликристаллах. *Физическая мезомеханика*. 2006;9(3):93–102.
 Koneva N.A., Trishkina L.I., Zhdanov A.N., Perevalova O.B., Popova N.A., Kozlova E.V. Sources of stress fields in deformed polycrystals. *Fizicheskaya mezomekhanika*. 2006;9(3):93–102. (In Russ.).
 42. Громова А.В., Юрьев А.Б., Иванов Ю.Ф., Чинокалов В.Я. Формирование дальнодействующих полей напряжений при волочении проволоки. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2006;49(2):27–31.
 Gromova A.V., Yur'ev A.B., Ivanov Yu.F., Chinokalov V.Ya. Formation of long-range stress fields during wire drawing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2006;49(2):27–31. (In Russ.).
 43. Рыбин В.В. Закономерности формирования мезоструктур в ходе развития пластической деформации. *Вопросы материаловедения*. 2002;29(1):11–33.
 Rybin V.V. Patterns of mesostructure formation during development of plastic deformation. *Voprosy materialovedeniya*. 2002;29(1):11–33. (In Russ.).
 44. Calcaynotto M., Ponge D., Demir E., Raabe D. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultra-fine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD. *Materials Science and Engineering: A*. 2010;527(10–11):2738–2746. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.004>
 45. Kundu A., Field D.P. Influence of plastic deformation heterogeneity on development of geometrically necessary dislocation density in dual phase steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2016;667:435–443.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.022>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Наталья Анатольевна Попова, к.т.н., научный сотрудник научно-учебной лаборатории «Наноматериалы и нанотехнологии», Томский государственный архитектурно-строительный университет
ORCID: 0000-0001-8823-4562
E-mail: natalya-popova-44@mail.ru

Елена Леонидовна Никоненко, к.ф.-м.н., доцент кафедры физики, химии, теоретической механики, Томский государственный архитектурно-строительный университет; старший преподаватель, Национальный исследовательский Томский политехнический университет
ORCID: 0000-0002-0396-9541
E-mail: vilatomsk@mail.ru

Михаил Анатольевич Порфирьев, научный сотрудник управления научных исследований, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0003-3602-5739
E-mail: mporf372@gmail.com

Роман Евгеньевич Крюков, д.т.н., доцент кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0002-3394-7941
E-mail: rek_nzrmk@mail.ru

Natal'ya A. Popova, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Scientific and Educational Laboratory "Nanomaterials and Nanotechnologies", Tomsk State University of Architecture and Building
ORCID: 0000-0001-8823-4562
E-mail: natalya-popova-44@mail.ru

Elena L. Nikonenko, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Assist. Prof. of the Chair of Physics, Chemistry, Theoretical Mechanics, Tomsk State University of Architecture and Building; Senior Lecturer, National Research Tomsk Polytechnic University
ORCID: 0000-0002-0396-9541
E-mail: vilatomsk@mail.ru

Mikhail A. Porfir'ev, Research Associate of Department of Scientific Researches, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0003-3602-5739
E-mail: mporf372@gmail.com

Roman E. Kryukov, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0002-3394-7941
E-mail: rek_nzrmk@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Н. А. Попова – формирование общей концепции статьи, проведение ПЭМ исследований в рельсовой и мартенситной стали.
Е. Л. Никоненко – обзор литературы, написание чернового варианта статьи.
М. А. Порфирьев – оценка количественных параметров внутренних напряжений для рельсовой стали.
Р. Е. Крюков – оценка количественных параметров внутренних напряжений для мартенситной стали.

N. A. Popova – formation of the article main concept, conducting TEM studies in rail and martensitic steel.
E. L. Nikonenko – literature review, writing the draft.

M. A. Porfir'ev – estimation of quantitative parameters of internal stresses for rail steel.
R. E. Kryukov – estimation of quantitative parameters of internal stresses for martensitic steel.

Поступила в редакцию 14.02.2023
 После доработки 01.09.2023
 Принята к публикации 10.01.2024

Received 14.02.2023
 Revised 01.09.2023
 Accepted 10.01.2024



УДК 669.017.15

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-176-184



Оригинальная статья

Original article

ЭВОЛЮЦИЯ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА В ПРОЦЕССЕ НАГРЕВА ДЕФОРМИРОВАННОГО ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$

И. В. Иванов¹, С. А. Аккузин², Д. Э. Сафарова¹,И. Ю. Литовченко², И. А. Батаев¹¹ Новосибирский государственный технический университет (Россия, 630073, Новосибирск, пр. Карла Маркса, 20)² Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/4)

✉ i.ivanov@corp.nstu.ru

Аннотация. При выборе составов высокоэнтروпийных сплавов одним из учитываемых параметров является термическая стабильность. В работе рассматриваются структурные преобразования деформированного высокоэнтропийного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$, происходящие в процессе его отжига. Материал получен методом аргонодуговой плавки смеси чистых одноэлементных компонентов. С целью гомогенизации структуры полученный слиток подвергался термомеханической обработке по схеме, сочетающей холодную прокатку со степенью обжатия 50 % и низкотемпературный отжиг (400 °C в течение 100 ч). В дальнейшем гомогенизированная заготовка прокатывалась в холодном состоянии со степенью обжатия 80 %. Структуру материалов исследовали непосредственно в процессе нагрева (в режиме *in-situ*) с использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения. Скорость нагрева образцов составляла 20 °C/мин, максимальная температура нагрева – 1000 °C. Параметры дислокационной структуры сплава (плотность винтовых дислокаций, пространственное распределение дислокаций) в процессе нагрева определяли с использованием модифицированных методов Вильямсона–Холла и Уоррена–Авербаха. Согласно полученным данным, температура начала формирования высокоэнтропийной фазы, обладающей примитивной кубической решеткой, составляет 560 °C. В процессе нагрева материала вплоть до температуры начала формирования этой фазы наблюдаются увеличение плотности винтовых дислокаций и формирование разупорядоченной дислокационной структуры. Характер изменения плотности дислокаций хорошо коррелирует с ростом микротвердости сплава. При начальном значении в $406 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$ (для деформированного материала) микротвердость в процессе термической обработки повышается до $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$.

Ключевые слова: высокоэнтропийные сплавы, сплав $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$, пластическая деформация, термическая обработка, дислокационная структура, просвечивающая электронная микроскопия, дифракция синхротронного рентгеновского излучения

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского Научного Фонда в рамках проекта № 20-73-10215 «*In-situ* исследование эволюции дислокационной структуры пластически деформированных высокоэнтропийных сплавов в условиях действия высоких давлений и температур с применением синхротронного излучения».

Для цитирования: Иванов И.В., Аккузин С.А., Сафарова Д.Э., Литовченко И.Ю., Батаев И.А. Эволюция дислокационной структуры и фазового состава в процессе нагрева деформированного высокоэнтропийного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):176–184. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-176-184>

EVOLUTION OF DISLOCATION STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF DEFORMED $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ HIGH-ENTROPY ALLOY DURING HEATING

I. V. Ivanov¹, S. A. Akkuzin², D. E. Safarova¹,I. Yu. Litovchenko², I. A. Bataev¹¹ Novosibirsk State Technical University (20 K. Marksa Ave., Novosibirsk 630073, Russian Federation)² Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

✉ i.ivanov@corp.nstu.ru

Abstract. When choosing compositions of high-entropy alloys, one of the parameters taken into account is thermal stability. The paper considers the structural transformations of the deformed $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy occurring during its annealing. The material was obtained by argon-arc

melting with a mixture of pure single-element components. In order to homogenize the structure, the resulting ingot was subjected to thermomechanical processing according to a scheme combining cold rolling with a compression ratio of 50 % and low-temperature annealing (400 °C for 100 h). In the future, the homogenized billet was rolled in a cold state with a compression ratio of 80 %. The structure of the materials was studied directly during heating (*in-situ* mode) using the method of synchrotron X-ray diffraction. The heating rate of the samples was 20 °C/min, the maximum heating temperature was 1000 °C. The parameters of the alloy dislocation structure (density of screw dislocations, spatial distribution of dislocations) during heating were determined using the modified Williamson–Hall and Warren–Averbach methods. According to the data obtained, the temperature of beginning of formation of a high-entropy phase with a primitive cubic lattice is 560 °C. In the process of heating the material up to this temperature, an increase in density of screw dislocations and formation of a disordered dislocation structure are observed. The nature of change in dislocation density correlates well with the increase in the alloy microhardness. At an initial value of $406 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$ (for the deformed material), the microhardness during heat treatment increases up to $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$.

Keywords: high-entropy alloy, $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$, plastic deformation, heat treatment, dislocation structure, transmission electron microscopy, synchrotron X-ray diffraction

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation, research project No. 20-73-10215 “*In-situ* study of evolution of dislocation structure of plastically deformed high-entropy alloys under high-pressures and temperatures using synchrotron radiation”.

For citation: Ivanov I.V., Akkuzin S.A., Safarova D.E., Litovchenko I.Yu., Bataev I.A. Evolution of dislocation structure and phase composition of deformed $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy during heating. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):176–184.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-176-184>

ВВЕДЕНИЕ

Термическая стабильность является одним из параметров, которые часто учитываются при выборе составов высокоэнтروпийных сплавов (ВЭС) [1–4]. Для ВЭС, относящихся к многокомпонентным системам, характерно формирование как упорядоченных, так и разупорядоченных кристаллических фаз. К разупорядоченным относятся фазы, для которых характерно случайное распределение атомов по позициям в ячейке. Как правило, эти фазы обладают гранецентрированной (ГЦК) или объемно-центрированной (ОЦК) кубической решеткой и занимают наибольшую долю в объеме сплава [5]. В то же время при выплавке, а также при последующей термической обработке ВЭС возможно формирование упорядоченных фаз с примитивной кубической решеткой [6]. Безусловно, образование таких фаз приводит к изменению свойств сплавов.

Из множества известных составов ВЭС часто выделяют систему $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ [7–11]. Особенность сплавов этой системы заключается в том, что, изменяя содержание алюминия, можно управлять фазовым составом сплава. Так, при $x = 0,3$ структура сплавов представлена только ОЦК фазой. При значении x в диапазоне от 0,3 до 0,6 наряду с ОЦК фазой в структуре сплавов формируется вторая фаза с ГЦК решеткой. Увеличение параметра x до значений 0,6 – 2,0 сопровождается формированием однофазной ГЦК структуры.

Соответствие структурно-фазового состояния отмеченным диапазонам составов высокоэнтропийных сплавов подтверждается экспериментальными исследованиями, а также проводимыми термодинамическими расчетами [12]. В то же время известно, что на формирование дополнительных фаз в сплавах системы $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ существенное влияние может оказывать предварительная термомеханическая обработка. Экспериментально показано, например, что пластическая деформация сплавов с x , равным 0,3, 0,6 и 0,9 при температуре 930 °C, сопровождается выделением по гра-

ницам зерен частиц соединения AlNi [13]. Согласно данным работы [14] образование интерметаллидной фазы в сплавах $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ может происходить в процессе сухого трения при температуре 900 °C. Одним из результатов воздействия процессов деформации и отжига является формирование упорядоченных высокоэнтропийных фаз. Согласно данным работы [15] пластическая деформация сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ со степенью обжатия 20 % и его последующий отжиг при 550 °C приводят к формированию фазы с L1_2 -структурой (характеризуется примитивной кубической решеткой). Повышение температуры отжига до 700 °C сопровождается образованием в сплаве интерметаллида AlNi и фазы В2, обладающей примитивной кубической решеткой. Согласно исследованию [16] В2-фаза наблюдается также после отжига заготовок, деформированных методом кручения под высоким давлением. В этой же работе зафиксирован эффект упрочнения сплавов при повышении температуры отжига деформированного материала. Формирование фазы с упорядоченной кубической решеткой в структуре сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ было зафиксировано также авторами работы [17]. Холодная прокатка данного сплава со степенью обжатия 50 % и последующий отжиг при 800 °C приводят к формированию В2-фазы. Отмечалось также существенное влияние температуры отжига на механические свойства заготовок из деформированных ВЭС [17].

Таким образом, на основании анализа имеющихся литературных данных можно сделать несколько выводов. Во-первых, для сплавов системы $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ характерно образование не только высокоэнтропийных разупорядоченных фаз, но также многокомпонентных фаз с упорядоченным строением. Во-вторых, фазовый состав этих материалов в значительной степени определяется схемой и режимами термомеханической обработки. Сочетание процессов пластической деформации и высокотемпературного отжига является фактором, способствующим формированию упорядоченных высокоэнтропийных фаз. Варьируя параметрами

температурно-силового воздействия, можно изменять температуру начала выделения упорядоченных фаз. И, наконец, ряд исследований указывает на возможность изменения механических свойств высокоэнтропийных сплавов в зависимости от температуры отжига.

Очевидно, что вопросы термической стабильности ВЭС, формирования в них упорядоченных фаз и изменения их механических свойств в зависимости от температурного воздействия являются важными не только с точки зрения управления структурой и свойствами конечного изделия, но и с позиции понимания условий, в которых это изделие может функционировать. Понимая актуальность отмеченной проблемы, следует, однако, отметить недостаток экспериментальных данных, раскрывающих особенности формирования в анализируемых ВЭС новых фаз в условиях деформационного и теплового воздействий. При выполнении настоящей работы для анализа изменения структуры деформированного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ в процессе его нагрева был использован метод дифракции синхротронного рентгеновского излучения в режиме *in-situ*. Использование этого метода в сочетании с профильным анализом зафиксированных дифрактограмм позволило рассчитать изменение параметра решетки, выявить температуру начала формирования упорядоченной высокоэнтропийной фазы, а также оценить изменение плотности дислокаций в процессе нагрева материала. В дополнение к дифракции синхротронного рентгеновского излучения структуру материалов исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии. Твердость образцов оценивали по методу Виккерса.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Слиток высокоэнтропийного сплава $Al_{0.3}CoCrFeNi$ был получен методом аргонодуговой плавки смеси чистых одноэлементных компонентов. Плавку ВЭС осуществляли в печи Bühler ArcMelter АМ при давлении аргона $2 \cdot 10^{-2}$ бар ($2 \cdot 10^3$ Па). Для получения однородного химического состава материал подвергали десятикратному переплаву. С этой же целью осуществлялась дополнительная термомеханическая обработка сплава. Полученный в печи слиток в холодном состоянии был прокатан со степенью обжатия 50 % и выдержан в течение 100 ч при 400 °С. Указанный режим термического воздействия позволил избежать образования в структуре сплава упорядоченных фаз [18].

Подготовленная таким образом заготовка была использована для проведения исследований, основной целью которых являлось изучение влияния температуры нагрева на структурно-фазовые преобразования сплава, деформированного методом холодной прокатки. Суммарная степень обжатия заготовки, составляющая 80 %, достигалась за несколько проходов. На каждом из проходов степень обжатия составляла 2 % относительно исходной толщины заготовки. Образцы,

вырезанные из холоднодеформированного листа, помещались в печь дилатометра Bähr DIL 805 A/D, в которой нагревались со скоростью 20 °С/мин. Максимальная температура нагрева составляла 1000 °С.

Анализ структуры материала в процессе нагрева осуществлялся с использованием метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения в режиме *in-situ*. Исследования были проведены на станции P07 («High Energy Materials Science») источника DESY: PETRA III (г. Гамбург). Длина волны используемого излучения составляла 0,014235 нм, что соответствует энергии фотонов 87,1 кэВ. Для записи дифракционных картин использовали 2D-сцинтилляционный детектор PerkinElmer XRD 1621 с разрешением 2048×2048 пикселей и площадью 409,6 мм². Расстояние от исследуемого объекта до детектора составляло 1,05 м. Съемку дифрактограмм осуществляли в направлении, поперечном прокатке (англ. «*transverse direction*»). Полученные дифракционные картины приводили к одномерному виду путем азимутального интегрирования с использованием библиотеки pyFAI [19].

Для проведения профильного анализа одномерные дифрактограммы описывались функцией вида:

$$I_{\text{pattern}}(2\theta) = \sum_{i=1}^{10} I_i(2\theta) + \sum_{j=0}^7 a_j(2\theta)^j. \quad (1)$$

Первая сумма в выражении (1) определяет вклад в интенсивность десяти дифракционных максимумов, а вторая представляет полином 7-го порядка, описывающий фон дифрактограммы. В свою очередь профиль каждого из дифракционных максимумов описывался функцией псевдо-Войта, имеющей вид:

$$I_i(2\theta) = I_0[\eta L(2\theta) + (1 - \eta)G(2\theta)], \quad (2)$$

где I_0 – значение максимальной интенсивности дифракционного максимума; η – вклад функции Лоренца; $L(2\theta)$ и $G(2\theta)$ – функции Лоренца и Гаусса, которые имеют вид:

$$L(2\theta) = \frac{[0,5\beta(1-A)]^2}{[0,5\beta(1-A)]^2 + (2\theta - 2\theta_0)^2}, \quad (3)$$

$$G(2\theta) = \exp\left\{\frac{-\pi(2\theta - 2\theta_0)^2}{\left[0,5\beta(1-A)\sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}}\right]^2}\right\}, \quad (4)$$

где $2\theta_0$ – угловая позиция, соответствующая максимальному значению интенсивности пика; β – ширина на половине высоты дифракционного максимума; A – параметр асимметрии дифракционного максимума ($-1 \leq A \leq 1$).

Параметры дислокационной структуры (плотность винтовых дислокаций, пространственное расположе-

ние дислокаций), соответствующей конкретной стадии нагрева сплава, определялись с использованием модифицированных методов Вильямсона–Холла и Уоррена–Авербаха. Детальное их описание представлено в работах [20 – 23].

Наряду с экспериментами по анализу структуры с использованием синхротронного рентгеновского излучения была подготовлена серия образцов для оценки микротвердости холоднодеформированного ВЭС после нагрева до температур 100 – 900 °С (с интервалом 50 °С), 875 и 900 °С. Анализ материалов проводили методом Виккерса на полуавтоматическом твердомере WolpertGroup 402MVD. Нагрузка на четырехгранный алмазный индентор составляла 0,98 Н, время выдержки под нагрузкой – 10 с. Тонкое строение образцов, термически обработанных при 550, 650 и 900 °С, исследовали с использованием просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В опубликованных ранее работах представлены различные данные об особенностях фазовых преобразований, развивающихся при нагреве образцов из сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$. Отмечается, что один из факторов, определяющих температуру начала выделения упорядоченных фаз, связан со степенью предварительной пластической деформации материала. Так, в работе [17] было показано, что температура начала формирования упорядоченной B_2 -фазы в сплаве $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$, прокатанном предварительно в холодном состоянии на 50 %, находится в диапазоне 600 – 800 °С. Точное значение этой температуры при проведении эксперимента по схеме *ex-situ* установить не удалось. Несомненным преимуществом *in-situ* подхода, реализованного в настоящей

работе, является возможность точного определения температур фазовых и структурных преобразований, происходящих при нагреве сплава. На рис. 1 представлена дифракционная карта, соответствующая процессу нагрева холоднокатанного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$. Во всем диапазоне температур наблюдаются дифракционные максимумы ГЦК фазы. Однако, начиная с температуры ~600 °С, появляются максимумы фазы, обладающей примитивной кубической решеткой. Для более точного определения температуры начала ее формирования был проведен анализ изменения интенсивности дифракционного максимума (310) (рис. 2).

Из представленных данных следует, что интенсивность максимума (310) фазы с примитивной кубической решеткой изменяется немонотонно (рис. 2, а). Особенностью, характерной для этого параметра, является его постепенное повышение с ростом температуры и последующее снижение. Анализируемая фаза начинает формироваться при температуре 560 °С (рис. 2, б).

На рис. 3 приведены результаты изменения параметра кристаллической решетки материала и линейного расширения образца. При нагреве примерно до 750 °С скорость изменения обоих параметров близка к линейной. Слабо выраженное изменение зависимости, связывающей величину ΔL с температурой нагрева, наблюдается в температурном интервале 450 – 600 °С (рис. 3, б). Объяснение наблюдаемого эффекта может быть связано с перестраиванием дислокационной структуры сплава. При нагреве сплава до температуры выше 850 °С скорость роста параметра решетки возрастает с $0,07 \cdot 10^{-4}$ до $0,125 \text{ \AA}/^\circ\text{C}$. В температурном диапазоне 750 – 900 °С скорость роста параметра ΔL постепенно снижается, а в температурном интервале 900 – 1000 °С проявляется эффект сжатия образца.

На рис. 4 представлены результаты профильного анализа зафиксированных экспериментально дифракто-

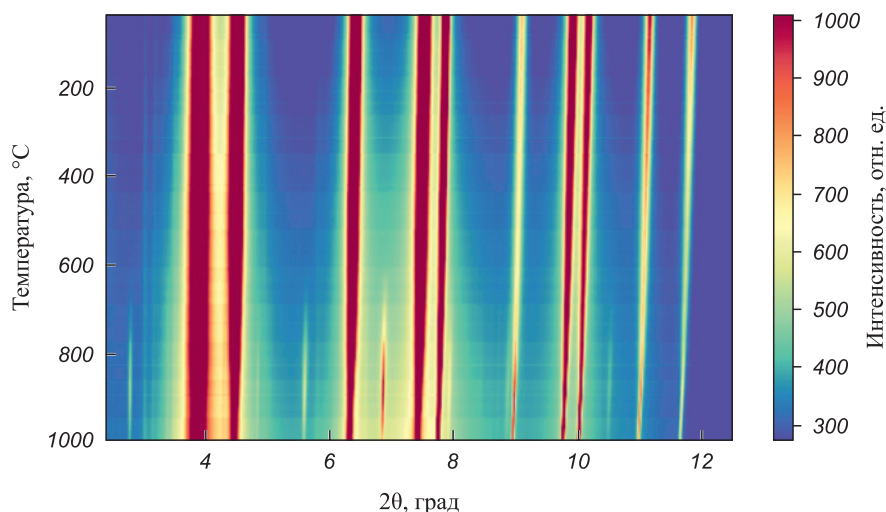


Рис. 1. Дифракционная карта процесса нагрева холоднокатанного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$

Fig. 1. X-ray diffraction pattern of heating of the cold rolled $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ alloy

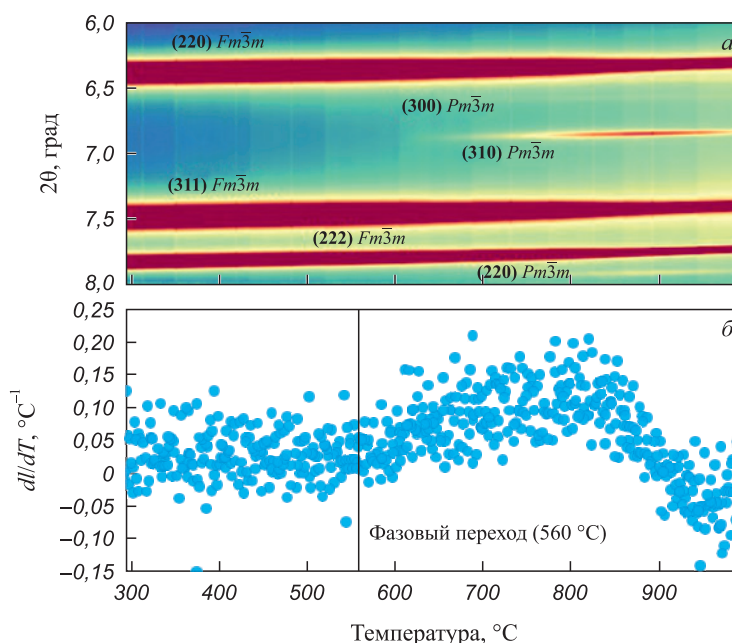


Рис. 2. Изменение интенсивности дифракционных максимумов разупорядоченной и упорядоченной фаз высокоэнтропийного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ (а) и изменение производной интенсивности по температуре дифракционного максимума (310) фазы с примитивной кубической решеткой (б)

Fig. 2. Change in intensity of diffraction maxima of the disordered and ordered phases in $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy (а) and change in intensity derivative according to temperature of diffraction maximum (310) of the phase with a primitive cubic lattice (б)

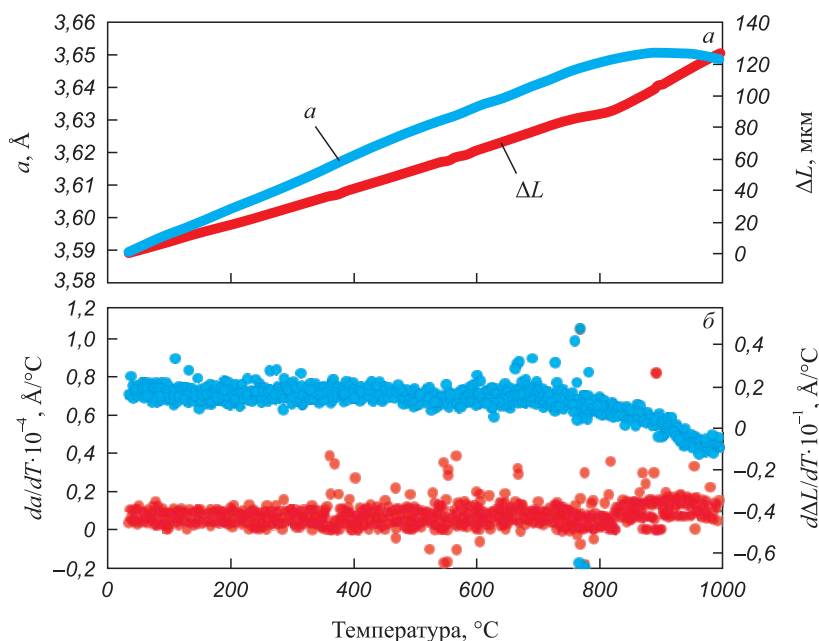


Рис. 3. Изменение параметра решетки a (●) и термическое расширение пластически деформированного образца ΔL (●) из сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ в процессе его нагрева (а) и изменение производных da/dT (●) и $d\Delta L/dT$ (●) (б)

Fig. 3. Change in the lattice parameter a (●) and thermal expansion of the plastically deformed sample ΔL (●) of $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ alloy during heating (а) and change in derivatives da/dT (●) and $d\Delta L/dT$ (●) (б)

грамм. С использованием модифицированных методов Вильямсона–Холла и Уоррена–Авербаха были рассчитаны значения плотности винтовых дислокаций ($\rho_{\text{винт}}$) и параметра Вилкенса (M). Параметр M характеризует особенности пространственной конфигурации дисло-

каций. Его снижение свидетельствует о формировании в сплаве дислокационных стенок, в то время как рост величины M является признаком формирования разупорядоченной дислокационной структуры. Согласно полученным данным, вплоть до начала выделения упо-

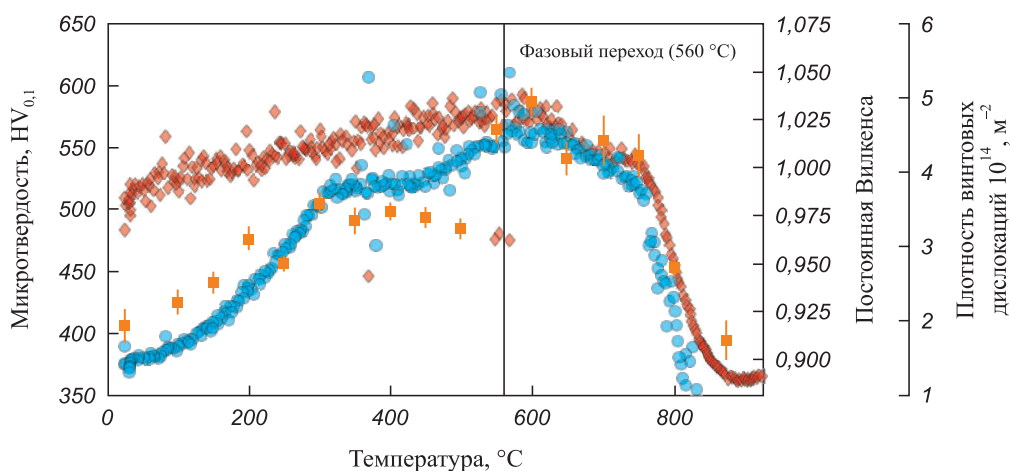


Рис. 4. Изменение плотности винтовых дислокаций (●), параметра Вилкенса (◆) и микротвердости (■) при нагреве деформированного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$

Fig. 4. Change in density of screw dislocations (●), the Wilkens parameter (◆) and microhardness (■) during heating of deformed $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ alloy

рядоченной фазы (560 °C) происходит одновременное повышение плотности дислокаций и разупорядочение дислокационной структуры.

Изменение плотности дислокаций хорошо коррелирует с ростом микротвердости анализируемых образцов. В исходном состоянии (перед нагревом) микротвердость холоднодеформированного образца составляет $406 \pm 13 \text{ HV}_{0.1}$. Максимальное значение микротвердости на уровне $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$ зафиксировано на образцах, термически обработанных при 550 – 600 °C. Согласно результатам профильного анализа, при этих температурах значения плотности дислокаций также находятся на максимальном уровне. Результатом дальнейшего повышения температуры является снижение плотности дислокаций и уровня микротвердости до $395 \pm 16 \text{ HV}_{0.1}$.

Характер изменения структуры и свойств сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ в зависимости от температуры термической обработки ранее обсуждался авторами работы [23]. В работе [24] отмечалось, что пластическая деформация с последующим отжигом высокоэнтروпийного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ приводит к формированию упорядоченной фазы с примитивной кубической решеткой на субзеренных границах или в местах высокой локальной плотности дефектов. Вопрос, касающийся роста плотности дислокаций в процессе нагрева высокоэнтропийных сплавов, ранее в литературе не обсуждался и требует проведения дополнительных исследований.

Анализ рис. 4 позволяет сделать вывод о том, что превышение значений температуры нагрева, соответствующих началу выделения упорядоченной фазы, сопровождается снижением как плотности дислокаций, так и параметра Вилкенса. Данный факт свидетельствует об активизации процессов, связанных с полигонизацией и рекристаллизацией структуры сплава. Результаты исследований, проведенных методом прос-

вечивающей электронной микроскопии (рис. 5), также указывают на развитие рекристаллизационных процессов. Анализ представленных снимков свидетельствует о повышенной степени дефектности структуры материала, находящегося в холоднодеформированном состоянии (рис. 5, а), а также после нагрева до 550 и 650 °C (рис. 5, б, в).

Несмотря на то, что, согласно данным дифракции синхротронного излучения формирование фазы с примитивной кубической решеткой начинается при 560 °C, методом просвечивающей электронной микроскопии даже после нагрева до температуры 650 °C частиц данной фазы обнаружено не было (рис. 5, в). Объясняется это тем, что на начальном этапе формирования частицы анализируемой фазы являются мелкоразмерными и выделяются из исходной матрицы таким образом, что с использованием дифракционного контраста не просматриваются. В то же время в образцах, термически обработанных при 900 °C, частицы упорядоченной фазы хорошо заметны (рис. 5, г).

Таким образом, результаты исследований, проведенных методом просвечивающей электронной микроскопии, соответствуют экспериментальным данным, зафиксированным в процессе рентгеноструктурного анализа. Проведенный в работе анализ свидетельствует о том, что интенсивное снижение плотности дислокаций и параметра Вилкенса (при нагреве сплава до 750 °C) (рис. 4) обусловлено началом развития рекристаллизационных процессов. Наблюдаемое на рис. 3 снижение скорости линейного расширения (ΔL) при температурах нагрева свыше 750 °C связано, вероятно, также с развитием рекристаллизационных процессов и сопутствующей этому явлению аннигиляцией дефектов кристаллического строения. Можно ожидать, что при дальнейшем повышении температуры скорость линейного расширения образца выйдет на плато, а затем мате-

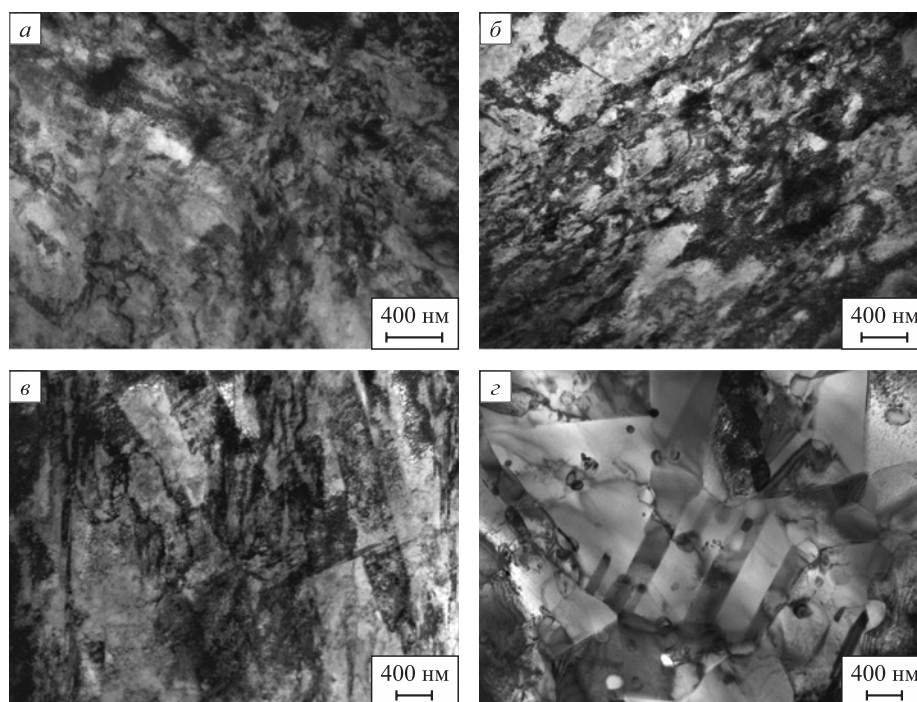


Рис. 5. Результаты структурных исследований сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ методом просвечивающей электронной микроскопии после холодной прокатки (а), а также после прокатки и отжига при 550 (б), 650 (в) и 900 °С (г)

Fig. 5. Results of transmission electron microscopy of $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ alloy after cold rolling (a) and after rolling and annealing at 550 (b), 650 (c) and 900 °C (d)

риал начнет расширяться, но уже с другой скоростью. Подобный эффект наблюдался в работе [25], в которой исследовалась структура образцов, сваренных трением. Зафиксированное экспериментально отклонение зависимости $\Delta L - T$ от линейной авторами работы было связано с процессами рекристаллизации и изменением величины остаточных напряжений. Подобные явления наблюдались также в работах [26; 27].

Выводы

С использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения установлено, что температура начала формирования высокоэнтропийной фазы с примитивной кубической решеткой при нагреве холоднокатанного образца из сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ составляет 560 °С.

Нагрев деформированного сплава до 560 °С сопровождается ростом плотности винтовых дислокаций ($\rho_{\text{винт}}$) и повышением степени разупорядочения дислокационной структуры, выражающемся в росте параметра Вилкенса M .

Изменение плотности дислокаций коррелирует с характером изменения микротвердости сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$. Нагрев холоднодеформированного материала от комнатной температуры до 600 °С, сопровождающийся повышением плотности дислокаций, приводит к росту микротвердости от 406 ± 13 до $587 \pm 10 \text{ HV}_{0.1}$. Снижение плотности дислокаций, имеющее место при

дальнейшем повышении температуры отжига, приводит к снижению микротвердости сплава до $395 \pm 16 \text{ HV}_{0.1}$.

Дилатометрический анализ сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ свидетельствует о нелинейном характере связи параметра кристаллической решетки a и удлинения образца ΔL с температурой нагрева. В диапазоне температур от 25 до 850 °С скорость роста параметра решетки составляет $0,07 \cdot 10^{-4} \text{ Å/°C}$ и возрастает до $0,125 \text{ Å/°C}$ при нагреве выше 850 °С. Превышение температуры с 750 до 900 °С сопровождается постепенным снижением скорости линейного расширения образца. В интервале температур 900 – 1000 °С наблюдается его сжатие. Зафиксированный эффект может быть связан со снижением количества дефектов кристаллической решетки, сопутствующим развитию рекристаллизационных процессов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Thirathipviwat P., Song G., Jayaraj J., Bednarcik J., Wendrock H., Gemming T., Freudenberger J., Nielsch K., Han J. A comparison study of dislocation density, recrystallization and grain growth among nickel, FeNiCo ternary alloy and FeNiCoCrMn high entropy alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019;790:266–273. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.052>
2. Karati A., Guruvidyathri K., Hariharan V.S., Murty B.S. Thermal stability of AlCoFeMnNi high-entropy alloy. *Scripta Materialia*. 2019;162:465–467. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.12.017>

3. Pacheco V., Lindwall G., Karlsson D., Cedervall J., Fritze S., Ek G., Berastegui P., Sahlberg M., Jansson U. Thermal stability of the HfNbTiVZr high-entropy alloy. *Inorganic Chemistry*. 2019;58(1):811–820.
<https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.8b02957>
4. Батаева З.Б., Руктуев А.А., Иванов И.В., Юргин А.Б., Батаев И.А. Обзор исследований сплавов, разработанных на основе энтропийного подхода. *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2021;23(2):116–146.
<https://doi.org/10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146>
Bataeva Z.B., Ruktuev A.A., Ivanov I.V., Yurgin A.B., Bataev I.A. Review of alloys developed using the entropy approach. *Obrabotka metallov (Metal Working and Material Science)*. 2021;23(2):116–146. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17212/1994-6309-2021-23.2-116-146>
5. Gromov V.E., Konovalov S.V., Ivanov Yu.F., Osintsev K.A. Structure and Properties of High-Entropy Alloys. Berlin: Springer; 2021;107:110. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-78364-8>
6. Иванов И.В., Юргин А.Б., Насенник И.Е., Купер К.Э. Оценка остаточных напряжений в кристаллических фазах высокоэнтропийных сплавов системы $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$. *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2022;24(4):181–191.
<http://dx.doi.org/10.17212/1994-6309-2022-24.4-181-191>
Ivanov I.V., Yurgin A.B., Nasennik I.E. Kuper K.E. Residual stress estimation in crystalline phases of high-entropy alloys of the $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ system. *Obrabotka metallov (Metal Working and Material Science)*. 2022;23(2):116–146. (In Russ.).
<http://dx.doi.org/10.17212/1994-6309-2022-24.4-181-191>
7. Wang W.-R., Wang W.-L., Yeh J.-W. Phases, microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloys at elevated temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014;589:143–152.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.084>
8. Osintsev K., Konovalov S., Gromov V., Panchenko I., Chen X. Phase composition prediction of Al-Co-Cr-Fe-Ni high entropy alloy system based on thermodynamic and electronic properties calculations. *Materials Today: Proceedings*. 2021;46-2:961–965.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.01.079>
9. Osintsev K., Gromov V., Ivanov Y., Konovalov S., Panchenko I., Vorobyev S. Evolution of structure in AlCoCrFeNi high-entropy alloy irradiated by a pulsed electron beam. *Metals*. 2021;11(8):1228. <https://doi.org/10.3390/met11081228>
10. Osintsev K.A., Konovalov S.V., Glezer A.M., Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Panchenko I.A., Sundeev R.V. Research on the structure of $\text{Al}_{2.1}\text{Co}_{0.3}\text{Cr}_{0.5}\text{FeNi}_{2.1}$ high-entropy alloy at submicro- and nano-scale levels. *Materials Letters*. 2021;294:129717.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129717>
11. Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Konovalov S.V., Osintsev K.A. Effect of electron beam treatment on the structure and properties of AlCoCrFeNi high-entropy alloy. *CIS Iron and Steel Review*. 2021;22:72–76.
<https://doi.org/10.17580/cisirs.2021.02.13>
12. Gao M.C., Yeh J.-W., Liaw P.K., Zhang Y. High-Entropy Alloys. Cham: Springer International Publishing; 2016;1:516.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-27013-5>
13. Annasamy M., Haghdadi N., Taylor A., Hodgson P., Fabijanic D. Dynamic recrystallization behaviour of $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high entropy alloys during high-temperature plane strain compression. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;745:90–106. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.102>
14. Joseph J., Haghdadi N., Shamlaye K., Hodgson P., Barnett M., Fabijanic D. The sliding wear behaviour of CoCrFeMnNi and $\text{Al}_x\text{CoCrFeNi}$ high entropy alloys at elevated temperatures. *Wear*. 2019;428-429:32–44.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.03.002>
15. Gwalani B., Soni V., Choudhuri D., Lee M., Hwang J.Y., Nam S.J., Ryu H., Hong S.H., Banerjee R. Stability of ordered L_{12} and B_2 precipitates in face centered cubic based high entropy alloys- $\text{Al}_{0.3}\text{CoFeCrNi}$ and $\text{Al}_{0.3}\text{CuFeCrNi}_2$. *Scripta Materialia*. 2016;123:130–134.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.06.019>
16. Tang Q.H., Huang Y., Huang Y.Y., Liao X.Z., Langdon T.G., Dai P.Q. Hardening of an $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ high entropy alloy via high-pressure torsion and thermal annealing. *Materials Letters*. 2015;151:126–129.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.03.066>
17. Иванов И.В., Эмурлаев К.И., Купер К.Э., Сафарова Д.Э., Батаев И.А. Структурные преобразования при отжиге холоднодеформированного высокоэнтропийного сплава $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$. *Известия вузов. Черная Металлургия*. 2022;65(8):539–547.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-8-539-547>
Ivanov I.V., Emurlaev K.I., Kuper K.E., Safarova D.E., Bataev I.A. Structural transformations during annealing of cold-worked high-entropy alloy $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2022;65(8):539–547. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-8-539-547>
18. Asadikiya M., Yang S., Zhang Y., Lemay C., Apelian D., Zhong Y. A review of the design of high-entropy aluminum alloys: a pathway for novel Al alloys. *Journal of Materials Science*. 2021;56(21):12093–12110.
<https://doi.org/10.1007/s10853-021-06042-6>
19. Ashiotis G., Deschildre A., Nawaz Z., Wright J.P., Karkoulis D., Piccaci F.E., Kieffer J. The fast azimuthal integration Python library: pyFAI. *Journal of Applied Crystallography*. 2015;48-2:510–519.
<https://doi.org/10.1107/S1600576715004306>
20. Ungár T., Borbély A. The effect of dislocation contrast on X-ray line broadening: A new approach to line profile analysis. *Applied Physics Letters*. 1996;69(21):3173–3175.
<https://doi.org/10.1063/1.117951>
21. Ungár T., Tichy G. The effect of dislocation contrast on X-ray line profiles in untextured polycrystals. *Physica Status Solidi (a)*. 1999;171(2):425–434.
[https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1521-396X\(199902\)171:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-396X(199902)171:2<425::AID-PSSA425>3.0.CO;2-W)
22. Ungár T., Dragomir I., Révész Á., Borbély A. The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. *Journal of Applied Crystallography*. 1999;32(5):992–1002.
<https://doi.org/10.1107/S0021889899009334>
23. Dong W., Zhou Z., Zhang L., Zhang M., Liaw P.K., Li G., Liu R. Effects of Y, GdCu, and Al addition on the thermoelectric behavior of CoCrFeNi high entropy alloys. *Metals*. 2018;8(10):781. <https://doi.org/10.3390/met8100781>
24. Dasari S., Sarkar A., Sharma A., Gwalani B., Choudhuri D., Soni V., Manda S., Samajdar I., Banerjee R. Recovery of cold-worked $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ complex concentrated alloy through twinning assisted B_2 precipitation. *Acta Materialia*.

2021;202:448–462.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.10.071>

25. Khosravi J., Givi M.K.B., Barmouz M., Rahi A. Microstructural, mechanical, and thermophysical characterization of Cu/WC composite layers fabricated via friction stir processing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2014;74:1087–1096. <https://doi.org/10.1007/s00170-014-6050-x>

26. Boso D.P., Lefik M., Schrefler B.A. Thermal and bending strain on $rmNb_3rmSn$ strands. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2006;16(2):1823–1827. <https://doi.org/10.1109/TASC.2005.864255>
27. Panigrahi B.B., Dabhade V.V., Godkhindi M.M. Thermal expansion behaviour of nanocrystalline titanium powder compacts. *Materials Letters*. 2005;59(19-20):2539–2541. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.03.041>

Сведения об авторах

Иван Владимирович Иванов, к.т.н., научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории физико-химических технологий и функциональных материалов, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0001-5021-0098

E-mail: i.ivanov@corp.nstu.ru

Сергей Александрович Аккузин, младший научный сотрудник лаборатории материаловедения сплавов с памятью формы, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-2078-4194

E-mail: s.akkuzin@ispms.ru

Дарья Эйнуллаевна Сафарова, магистрант кафедры материаловедения в машиностроении, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0002-2811-8292

E-mail: safarova10ab@mail.ru

Игорь Юрьевич Литовченко, д.ф.-м.н., доцент, заведующий лабораторией материаловедения сплавов с памятью формы, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-5892-3719

E-mail: litovchenko@ispms.ru

Иван Анатольевич Батаев, д.т.н., доцент, заведующий научно-исследовательской лабораторией физико-химических технологий и функциональных материалов, Новосибирский государственный технический университет

ORCID: 0000-0003-2871-0269

E-mail: i.bataev@corp.nstu.ru

Information about the Authors

Ivan V. Ivanov, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Research Laboratory of Physical and Chemical Technologies and Functional Materials, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0001-5021-0098

E-mail: i.ivanov@corp.nstu.ru

Sergei A. Akkuzin, Junior Researcher of the Laboratory of Materials Science of Shape Memory Alloys, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-2078-4194

E-mail: s.akkuzin@ispms.ru

Dar'ya E. Safarova, MA Student of the Chair "Materials Science in Mechanical Engineering", Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0002-2811-8292

E-mail: safarova10ab@mail.ru

Igor' Y. Litovchenko, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Assist. Prof., Head of the Laboratory of Materials Science of Shape Memory Alloys, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-5892-3719

E-mail: litovchenko@ispms.ru

Ivan A. Bataev, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Head of the Research Laboratory of Physical and Chemical Technologies and Functional Materials, Novosibirsk State Technical University

ORCID: 0000-0003-2871-0269

E-mail: i.bataev@corp.nstu.ru

Вклад авторов

И. В. Иванов – разработка концепции научного исследования, обработка и анализ полученных результатов, написание текста статьи.

С. А. Аккузин – пробоподготовка образцов для проведения исследований методом просвечивающей электронной микроскопии, анализ структуры материалов методом просвечивающей электронной микроскопии.

И. Ю. Литовченко – анализ структуры материалов методом просвечивающей электронной микроскопии, описание полученных результатов.

Д. Э. Сафарова – выплавка образцов, проведение экспериментов по пластической деформации.

И. А. Батаев – руководство научным исследованием, разработка первоначальной концепции научного исследования, написание статьи.

Contribution of the Authors

I. V. Ivanov – development of the concept of scientific research, processing and analysis of results, writing the text.

S. A. Akkuzin – samples preparation for research by transmission electron microscopy, analysis of the materials structure by transmission electron microscopy.

I. Yu. Litovchenko – analysis of the materials structure by transmission electron microscopy, description of results.

D. E. Safarova – smelting of samples, conducting experiments on plastic deformation.

I. A. Bataev – scientific guidance, development of the concept of scientific research, writing the text.

Поступила в редакцию 16.02.2023
После доработки 16.05.2023
Принята к публикации 11.09.2023

Received 16.02.2023
Revised 16.05.2023
Accepted 11.09.2023



УДК 536.425:539.25:539.351

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-185-194



Оригинальная статья

Original article

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЙ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ ПРИ НАПЛАВКЕ. Часть 2. Роль неустойчивости Маллинза–Секерки в образовании структур кристаллизации

С. А. Невский¹ , Л. П. Башченко¹, В. Е. Громов¹, О. А. Перегудов²,
А. Н. Гостевская¹, Т. В. Володин¹

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. Изучен процесс кристаллизации системы Fe–W, которая лежит в основе теплостойкой быстрорежущей стали, применяемой в процессе плазменно-дуговой наплавки на поверхность валков и различных режущих инструментов. Исследования структуры данного материала показали, что структура состоит из двух составляющих: ячеистой и дендритной. Гистограмма распределения структурных элементов показывает наличие одного максимума. Наиболее вероятный размер находится в диапазоне 10 – 15 мкм. В работе рассматривается морфологическая неустойчивость фронта кристаллизации (неустойчивость Маллинза–Секерки). Модель включает в себя уравнения конвективной теплопроводности и диффузии. На границе раздела фаз задавались условия Стефана для температуры. Линейный анализ данной неустойчивости проводится для двух случаев: когда конвективным членом в уравнениях теплопроводности и диффузии можно пренебречь; когда конвекция преобладает над диффузионными процессами. Во всех случаях предполагается, что величина $(1 - k_s)$ близка к нулю, что соответствует концентрации легирующего элемента, примерно равной эвтектической или превышающей ее, а также используется коротковолновое приближение. В первом случае аналитический вид зависимости длины волны, на которую приходится максимум скорости роста возмущений межфазной границы, совпадает с общепринятыми представлениями. Во втором случае значение данной длины волны прямо пропорционально квадратному корню из скорости движения межфазной границы. Определены границы применимости данных приближений для различных механизмов роста кристаллов. В случае нормального роста оба приближения дают адекватное объяснение образованию структурных элементов размерами до 5 мкм при скорости фронта кристаллизации порядка 2 м/с. Для случая роста за счет винтовых дислокаций значение длины волны, соответствующей наиболее быстрорастущей моде возмущений в первом случае, совпадает с экспериментальными данными при скорости фронта кристаллизации порядка 10^{-7} м/с, тогда как в конвективном приближении такое совпадение наблюдается при 10^{-4} м/с. Дальнейшее развитие модели заключается в одновременном учете конвективной и диффузионной составляющих. Полученные результаты послужат материалом для исследования неустойчивости Маллинза–Секерки для двух границ раздела.

Ключевые слова: система железо – вольфрам, морфологическая неустойчивость Маллинза–Секерки, 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., Башченко Л.П., Громов В.Е., Перегудов О.А., Гостевская А.Н., Володин Т.В. Формирование градиента структурно-фазовых состояний быстрорежущей стали при наплавке. Часть 2. Роль неустойчивости Маллинза–Секерки в образовании структур кристаллизации. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):185–194. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-185-194>

FORMATION OF THE GRADIENT OF STRUCTURAL-PHASE STATES OF HIGH-SPEED STEEL DURING SURFACING. PART 2. THE ROLE OF THE MULLINS–SEKERKA INSTABILITY IN FORMATION OF CRYSTALLIZATION STRUCTURES

S. A. Nevskii¹, L. P. Bashchenko¹, V. E. Gromov¹,
O. A. Peregudov², A. N. Gostevskaya¹, T. V. Volodin¹

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 authors studied the crystallization process of the Fe–W system, which is the basis of heat-resistant high-speed steel used in plasma arc surfacing on the surface of rolls and various cutting tools. The structure of this material consists of two components: cellular and dendritic. Histogram of the structural elements distribution shows the presence of a single maximum. The most probable size takes a value in the range of 10 – 15 μm . The paper considers the morphological instability of crystallization front (the Mullins–Sekerka instability). The model includes the equations of convective thermal conductivity and diffusion. The Stefan conditions for temperature were set at interface of the phases. Linear analysis of this instability is carried out for two cases: when the convective term in the equations of thermal conductivity and diffusion can be neglected; when convection prevails over diffusion processes. In all cases, it was assumed that the value $(1 - k_s)$ was close to zero, which corresponds to a concentration of the alloying element approximately equal to or exceeding the eutectic one, and a short-wave approximation was also used. In the first case, the analytical view of dependence of the wavelength, which accounts for the maximum rate of interface disturbances growth, coincides with generally accepted concepts. In the second case, the value of this wavelength is directly proportional to square root of the interphase boundary velocity. The limits of applicability of these approximations for various mechanisms of crystal growth were determined. In the case of normal growth, both approximations provide an adequate explanation for the formation of structural elements up to 5 μm in size at a crystallization front velocity of about 2 m/s. For the case of growth due to screw dislocations, the wavelength value corresponding to the fastest-growing perturbation mode in the first case coincides with experimental data at a crystallization front velocity of the order of 10^{-7} m/s, whereas in the convective approximation such a coincidence is observed at 10^{-4} m/s. Further development of the model consists in simultaneous consideration of the convective and diffusion components. The results obtained will serve as a material for the research of the Mullins–Sekerka instability for two interface boundaries.

Keywords: Fe – W system, the Mullins–Sekerka morphological instability, equation of thermal conductivity, mobile 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., Gromov V.E., Peregudov O.A., Gostevskaya A.N., Volodin T.V. Formation of the gradient of structural-phase states of high-speed steel during surfacing. Part 2. The role of the Mullins–Sekerka instability in formation of crystallization structures. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):185–194. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-185-194>

ВВЕДЕНИЕ

Быстрорежущие стали в настоящее время находят все большее применение в качестве материала для износостойких покрытий, наносимых плазменной наплавкой на рабочие поверхности деталей горно-металлургического оборудования, которые работают в условиях абразивного изнашивания [1]. Эти стали обладают высокими механическими свойствами (твердостью, износостойкостью). Однако в процессе наплавки формируются такие структуры, которые приводят к образованию трещин и снижению твердости, а высокие служебные характеристики высоколегированных теплостойких сплавов используются не полностью [2]. Для сохранения высоких механических свойств полученного покрытия необходимо проводить дополнительные термические обработки [3] или корректировать режимы наплавки [4]. Поиск оптимальных режимов наплавки требует знания особенностей процесса кристаллизации материала и связанных с этим структурно-фазовых превращений. Образование того

или иного типа структуры (ячеистого или дендритного) в процессах воздействия концентрированных потоков энергии объясняется возникновением морфологической неустойчивости фронта кристаллизации (неустойчивость Маллинза–Секерки) [5; 6].

В настоящее время эта неустойчивость изучается разными авторами [7 – 10]. В работе [7] данная неустойчивость изучалась для бинарных сплавов. Были сформулированы критерии абсолютной и относительной устойчивости сферического зародыша кристаллизации для этих сплавов и показано, что по мере роста частицы начальная концентрация в разбавленном бинарном расплаве сначала подавляет, а затем повышает морфологическую стабильность частицы. Также была определена критическая концентрация, с которой начинается данный эффект. Работа [8] посвящена исследованию влияния набегающего потока расплава на фронт кристаллизации переохлажденных жидкостей с двухфазным слоем. Установлено, что поступающий поток расплава играет решающую роль в изменениях параметров двухфазного слоя и его внутренней структуры.

Доля твердой фазы в этом слое и его толщина существенно увеличиваются, в то время как его проницаемость и среднее расстояние между дендритами уменьшаются с увеличением интенсивности поступающего потока расплава. В работе [9] проверка результатов линейного анализа устойчивости методом фазового поля в многокомпонентных расплавах с плоским фронтом кристаллизации показала, что, несмотря на использование единого набора уравнений для анализа линейной стабильности при различных условиях затвердевания, следует отметить теоретические различия между случаем направленного и изотермического затвердевания. При направленном затвердевании, если рассматривать стационарное решение плоской задачи, равновесные составы на границе раздела являются инвариантными относительно выбора матриц коэффициента диффузии, и, таким образом, изменение градиентов концентрации перед границей раздела, которые влияют на поведение неустойчивости, легко определяется, так как скорость границы раздела известна [9]. В случае изотермического затвердевания плоская задача не имеет стационарного решения, характеризующегося постоянной скоростью системы. Коэффициент роста границы раздела, а также равновесные составы зависят от выбора матрицы коэффициента диффузии, а также от состава сплава. Эти характеристики фазового перехода влияют на рост морфологических возмущений и, таким образом, влияют на выбор масштабов длины микроструктуры. В работе [10] проведены аналогичные исследования для частицы сферической геометрии с учетом нестационарных членов в уравнениях диффузии и полной записью матрицы коэффициентов диффузии, которые позволили установить, что критерии устойчивости не сводятся к низким значениям скорости, как это было в работе [11]. Стабильность растущей сферы можно учитывать при большой скорости роста возмущений, также соответствующей высокому перенасыщению. Результаты ясно показывают, что пороговые значения для дестабилизации границы раздела растущей сферы сильно зависят от скорости роста. Обнаружено также, что степень сферической гармоник, при которой стабильность не поддерживается, повышается с увеличением скорости роста. В представленных работах [7 – 11] недостаточно внимания уделяется роли поверхностного натяжения расплава, тогда как оно может существенно сместить значения длины волны, на которую приходится максимальная мода возмущений [12; 13]. В работе [12] установлена зависимость данной длины волны от поверхностного натяжения и механизма роста кристаллов. Показано, что для большинства бинарных композиций, рассмотренных автором, выполняется механизм роста посредством винтовых дислокаций, а зависимость λ от $V^{-1/2}$ является практически линейной и совпадает с экспериментальными данными. Поверхностное натяжение, согласно данным работы [13], оказывает существенное влияние на кинетический коэффициент в модели

роста посредством винтовых дислокаций. Таким образом, при построении математических моделей кристаллизации материалов при плазменном воздействии и формулировании критериев устойчивости поверхности раздела расплав – кристалл помимо концентрационного переохлаждения необходимо учитывать роли поверхностного натяжения и механизмов роста кристаллов. Как указывалось в работе [14], неустойчивость Маллинза–Секерки необходимо изучать в несколько этапов: 1 – определить характер возмущений поверхности раздела и оценить влияние ее кривизны на температуру ликвидуса; 2 – провести расчет полей температур и концентраций в твердой и жидкой фазах; 3 – найти зависимости скорости роста возмущений из условий на границе фазового перехода. В настоящей работе уделено внимание первому и третьему этапам исследований в предположении о цилиндрической форме фронта кристаллизации. Для верификации полученных результатов проведены исследования структуры покрытий из быстрорежущих сталей после наплавки методами сканирующей электронной микроскопии.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Плазменная наплавка покрытий из быстрорежущей стали P18Ю проводилась на обратной полярности в защитно-легирующей среде азота с нетоковедущей присадочной порошковой проволокой по режиму, установленному в работе [15]. Химический состав стали (мас. %): C 0,87; Cr 4,41; W 17,00; Mo 0,10; V 1,50; Ti 0,35; Al 1,15; N 0,06. При этом обеспечивались необходимые условия смачиваемости поверхности изделия наплавляемым металлом и бездефектное формирование наплавленного слоя. Образцы вырезали из верхних частей наплавленного слоя, а затем для металлографических исследований разрезали на электроискровой станке в керосине на несколько частей. Потом образцы механически выравнивали на мелкой наждачной бумаге и алмазной пасте, а после этого электролитическим способом стравливали деформированный слой и выравнивали поверхность. Для проведения исследований применялся сканирующий электронный микроскоп КУКУ-ЕМ6900 с термоэмиссионным вольфрамовым катодом, оснащенный микрозондовой приставкой. Ускоряющее напряжение составляло 20 кВ, ток эмиссии 150 мкА, точка насыщения тока накала – 2,4 А. Рабочее расстояние между образцом и объективной линзой составляло 15 мм. Размеры структурных элементов определялись методом случайных секущих [16].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На рис. 1 показана микроструктура поверхностного слоя покрытия из быстрорежущей стали, полученного плазменной наплавкой. Микроструктура представлена двумя морфологическими составляющими: ячеистой

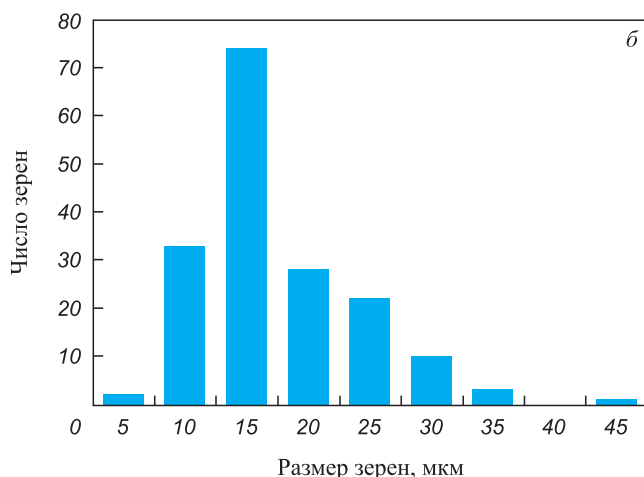
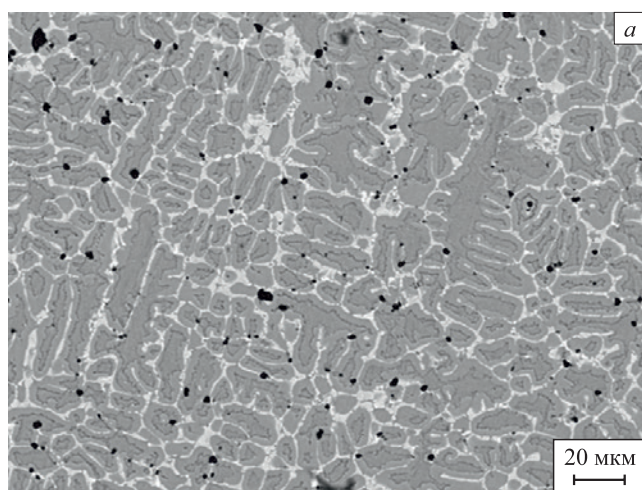


Рис. 1. Микроструктура покрытия из быстрорежущей стали после наплавки (а) (электронно-микроскопическое изображение) и гистограмма распределения зерен по размеру (б)

Fig. 1. Microstructure of high-speed steel coating after surfacing (a) (electron microscopic image) and histogram of grain size distribution (b)

и дендритной. Размеры зерен варьируются в пределах 3 – 45 мкм. Наиболее вероятные размеры зерен 10 – 15 мкм (рис. 1, б).

Анализ гистограммы (рис. 1, б) показывает, что неустойчивость фронта кристаллизации имеет один максимум, приходящийся на длину волны, которая соответствует наиболее вероятному размеру зерен. Наличие двух морфологических составляющих позволяет сделать предположение о наличии двух типов неустойчивости: «мягкого», соответствующего ячеистой структуре, и «жесткого», соответствующего дендритной структуре.

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Рассмотрим устойчивость цилиндрического фронта кристаллизации относительно малых гармонических возмущений (рис. 2).

Для удобства дальнейших расчетов, как и в работе [12], введем следующие безразмерные переменные:

$$T_l = \frac{T_{lr}}{T_0}, T_s = \frac{T_{sr}}{T_0}, C_l = \frac{C_{lr}}{C_0}, r = \frac{r_r}{a}, z = \frac{z_r}{a},$$

$$t = \frac{\chi_0}{a^2} t_r, D_l = \frac{D_{lr}}{\chi_0}, \chi_l = \frac{\chi_{lr}}{\chi_0}, \chi_s = \frac{\chi_{sr}}{\chi_0},$$

где $T_{lr}, T_{sr}, C_{lr}, r_r, z_r, D_{lr}, \chi_{lr}, \chi_{sr}$ – размерные температуры жидкой и твердой фаз, концентрации примеси в жидкой фазе, радиальной и продольной координаты, коэффициента диффузии примеси в жидкости, температуропроводности жидкой и твердой фаз соответственно; T_0 – температура фазового перехода (считаем равной температуре ликвидуса); C_0 – начальная концентрация примеси; a – начальный радиус цилиндрического зародыша (~1 мкм); χ_0 – масштабное значение коэффициента температуропроводности (~ 10^{-5} м²/с).

Скрытую теплоту фазового перехода ΔH представим в безразмерном виде $\varepsilon = \frac{\Delta H}{c_0 T_0}$ (где c_0 – теплоем-

кость исследуемого вещества при температуре фазового перехода). Запишем уравнения теплопроводности и диффузии в безразмерном виде для твердой и жидкой фаз:

$$\frac{\partial T_l}{\partial t} - V \frac{\partial T_l}{\partial r} = \chi_l \left(\frac{\partial^2 T_l}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T_l}{\partial r} + \frac{\partial^2 T_l}{\partial z^2} \right);$$

$$\frac{\partial T_s}{\partial t} - V \frac{\partial T_s}{\partial r} = \chi_s \left(\frac{\partial^2 T_s}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T_s}{\partial r} + \frac{\partial^2 T_s}{\partial z^2} \right); \quad (1)$$

$$\frac{\partial C_l}{\partial t} - V \frac{\partial C_l}{\partial r} = D_l \left(\frac{\partial^2 C_l}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial C_l}{\partial r} + \frac{\partial^2 C_l}{\partial z^2} \right).$$

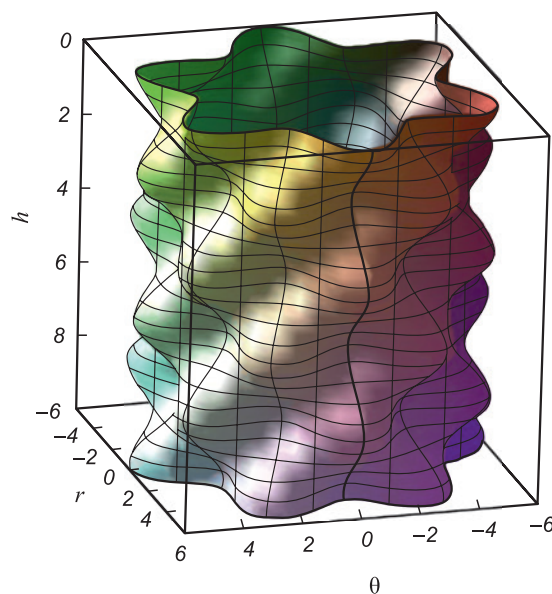


Рис. 2. Геометрия задачи о возникновении неустойчивости цилиндрического фронта кристаллизации

Fig. 2. Geometry of the problem of occurrence of cylindrical crystallization front instability

Граничные условия:

$$\left. \begin{aligned} \chi_s \frac{\partial T_s}{\partial r} - \chi_l \frac{\partial T_l}{\partial r} &= \varepsilon V; \\ D_l \frac{\partial C_l}{\partial r} &= (1 - k_s) C_l V; \\ T_l &= T_s; \quad V = V(T, C); \end{aligned} \right\} \text{при } r = a + \xi(r, z); \quad (2)$$

$$\left. \begin{aligned} T_{l1} &= T_{s1}; \\ \chi_s \frac{\partial T_{s1}}{\partial r} - \chi_l \frac{\partial T_{l1}}{\partial r} &= \varepsilon V_s; \\ D_l \frac{\partial C_{l1}}{\partial r} &= (1 - k_s)(V_s C_{l1} + C_{0l} V_l); \\ C_{l1} &= 0; \quad T_{l1} = 0; \quad r \rightarrow \infty; \\ T_{s1} &= 0; \quad r \rightarrow 0. \end{aligned} \right\} \text{при } r = a; \quad (7)$$

$$C_l = 1; \quad T_l = T_{00}; \quad r \rightarrow \infty.$$

Для исследования устойчивости фронта кристаллизации представим решение (1) в виде суммы стационарной и возмущенной компонент:

$$\begin{aligned} T_l &= T_{0l}(r) + T_{l1}(r, z, t); \\ T_s &= T_{0s}(r) + T_{s1}(r, z, t); \\ C_l &= C_{0l}(r) + C_{l1}(r, z, t); \\ V &= V_s + V_1(r, z, t). \end{aligned} \quad (3)$$

Для стационарной компоненты имеем:

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2 T_{0l}}{\partial r^2} + \left(\frac{1}{r} + \frac{V_s}{\chi_l} \right) \frac{\partial T_{0l}}{\partial r} &= 0; \\ \frac{\partial^2 T_{0s}}{\partial r^2} + \left(\frac{1}{r} + \frac{V_s}{\chi_s} \right) \frac{\partial T_{0s}}{\partial r} &= 0; \\ \frac{\partial^2 C_{0l}}{\partial r^2} + \left(\frac{1}{r} + \frac{V_s}{D} \right) \frac{\partial C_{0l}}{\partial r} &= 0. \end{aligned} \quad (4)$$

С учетом (3) граничные условия для уравнения (4) будут иметь вид:

$$\left. \begin{aligned} T_{0l} &= T_{0s}; \\ \chi_s \frac{\partial T_{0s}}{\partial r} - \chi_l \frac{\partial T_{0l}}{\partial r} &= \varepsilon V_s; \\ D_l \frac{\partial C_{0l}}{\partial r} &= (1 - k_s) C_{0l} V_s; \\ \chi_s \frac{\partial T_{0s}}{\partial r} &= I_0; \end{aligned} \right\} \text{при } r = a; \quad (5)$$

$$C_{0l} = 1, \quad T_l = T_{00}, \quad r \rightarrow \infty; \\ T_{0s} = T_0, \quad r = r_0.$$

Уравнения возмущений поверхности раздела будут иметь вид:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{l1}}{\partial t} - V_s \frac{\partial T_{l1}}{\partial r} - V_l G_l &= \chi_l \left(\frac{\partial^2 T_{l1}}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T_{l1}}{\partial r} + \frac{\partial^2 T_{l1}}{\partial z^2} \right); \\ \frac{\partial T_{s1}}{\partial t} - V_s \frac{\partial T_{s1}}{\partial r} - V_l G_s &= \chi_s \left(\frac{\partial^2 T_{s1}}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T_{s1}}{\partial r} + \frac{\partial^2 T_{s1}}{\partial z^2} \right); \\ \frac{\partial C_{l1}}{\partial t} - V_s \frac{\partial C_{l1}}{\partial r} - V_l G_c &= D_l \left(\frac{\partial^2 C_{l1}}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial C_{l1}}{\partial r} + \frac{\partial^2 C_{l1}}{\partial z^2} \right). \end{aligned} \quad (6)$$

Соответственно, граничные условия (2) примут вид:

Проведение линейного анализа устойчивости требует знания аналитического вида градиентов невозмущенной температуры, входящих в уравнения (6). Для их получения необходимо решить краевую задачу (4), (5). Решения данной задачи представим в виде:

$$\begin{aligned} T_{0l} &= T_{00} + \left(\frac{T_0 - T_{00}}{Ei \left(\frac{V_s a}{\chi_l} \right)} + \right. \\ &\quad \left. + \frac{I_0 a \exp \left(\frac{V_s a}{\chi_s} \right) \left[Ei \left(\frac{V_s r_0}{\chi_s} \right) - Ei \left(\frac{V_s a}{\chi_s} \right) \right]}{Ei \left(\frac{V_s a}{\chi_l} \right)} \right) Ei \left(\frac{V_s r}{\chi_l} \right); \\ T_{0s} &= T_0 + \frac{I_0 a \exp \left(\frac{V_s a}{\chi_s} \right) \left[Ei \left(\frac{V_s r_0}{\chi_s} \right) - Ei \left(\frac{V_s a}{\chi_s} \right) \right]}{\chi_s}; \\ C_{0l} &= 1 + \frac{V_s a (1 - k_s) Ei \left(\frac{V_s r}{D_l} \right)}{V_s a (k_s - 1) Ei \left(\frac{V_s a}{D_l} \right) + D_l \exp \left(-\frac{V_s a}{D_l} \right)}. \end{aligned} \quad (8)$$

Перейдем к решению краевой задачи (6) и (7) для возмущений температуры, концентрации и скорости движения фронта кристаллизации. Будем искать ее решение в следующем виде:

$$\begin{aligned} T_{l1}(r, z, t) &= T_{m1}(r) \exp(\omega t + kz); \\ T_{s1}(r, z, t) &= T_{m2}(r) \exp(\omega t + kz); \\ C_{l1}(r, z, t) &= C_{m1}(r) \exp(\omega t + kz); \\ V_1 &= V_m(r) \exp(\omega t + kz), \end{aligned} \quad (9)$$

где $\omega = \omega_1 + i\omega_2$; $k = k_1 + ik_2$.

Тогда уравнения (6) примут вид:

$$\begin{aligned} \frac{d^2 T_{m1}}{dr^2} + \left(\frac{1}{r} + \frac{V_s}{\chi_l} \right) \frac{dT_{m1}}{dr} + \frac{\chi_l k^2 - \omega}{\chi_l} T_{m1} &= -\frac{V_m}{\chi_l} G_l; \\ \frac{d^2 T_{m2}}{dr^2} + \left(\frac{1}{r} + \frac{V_s}{\chi_s} \right) \frac{dT_{m2}}{dr} + \frac{\chi_s k^2 - \omega}{\chi_s} T_{m2} &= -\frac{V_m}{\chi_s} G_s; \\ \frac{d^2 C_{m1}}{dr^2} + \left(\frac{1}{r} + \frac{V_s}{D_l} \right) \frac{dC_{m1}}{dr} + \frac{D_l k^2 - \omega}{D_l} C_{m1} &= -\frac{V_m}{D_l} G_c. \end{aligned} \quad (10)$$

Соответственно, граничные условия (7) имеют вид (штрихом обозначена производная по радиальной координате):

$$\begin{aligned} T_{m1}(a) &= T_{m2}(a); \\ \chi_s T_{m2}(a)' - \chi_l T_{m1}(a)' &= \varepsilon V_m(a); \\ D_l C_m(a)' &= (k_s - 1)[V_s C_m(a) + C_{0l} V_m(a)]; \\ C_m &= 0; T_{m1} = 0; r \rightarrow \infty; T_{m2} = 0; r \rightarrow 0. \end{aligned} \quad (11)$$

Как и в уравнении [1], зависимость амплитудных значений возмущений скорости межфазной границы от максимальных значений возмущений температуры и концентрации имеет вид:

$$V_m(a) = \theta T_{m1}(a) + \gamma C_m(a), \quad (12)$$

$$\text{где } \theta = \frac{\partial V}{\partial T}; \gamma = \frac{\partial V}{\partial C}.$$

ДИСПЕРСИОННОЕ УРАВНЕНИЕ ВОЗМУЩЕНИЙ ГРАНИЦЫ ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА

Уравнения (10) представляют собой вырожденные неоднородные гипергеометрические уравнения, решениями которых являются функции Куммера. Получение и анализ дисперсионного уравнения, в которое входят эти функции, является сложной и нетривиальной задачей. Поэтому ограничимся рассмотрением частных случаев. В первом случае пренебрегаем конвективным членом в уравнении (1). Тогда стационарные решения имеют вид:

$$\begin{aligned} T_{0l} &= T_{00} + \frac{a \ln\left(\frac{r}{b_l}\right) (I_0 - \varepsilon V_s)}{\chi_l}; \\ T_{0s} &= T_0 + \frac{a \ln\left(\frac{r}{b}\right) I_0}{\chi_s}; \\ C_{0l} &= 1 + \frac{(k_s - 1) V_s a \ln\left(\frac{r}{b_l}\right)}{(1 - k_s) a V_s \ln\left(\frac{r}{b_l}\right) + D_l}. \end{aligned} \quad (13)$$

Соответственно, уравнения (10) примут вид:

$$\begin{aligned} \frac{d^2 T_{m1}}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dT_{m1}}{dr} - S_1^2 T_{m1} &= 0; \\ \frac{d^2 T_{m2}}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dT_{m2}}{dr} - S_2^2 T_{m2} &= 0; \\ \frac{d^2 C_m}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dC_m}{dr} - S_3^2 C_m &= 0, \end{aligned} \quad (14)$$

$$\text{где } S_1^2 = \frac{\omega}{\chi_l} - k^2; S_2^2 = \frac{\omega}{\chi_s} - k^2; S_3^2 = \frac{\omega}{D_l} - k^2.$$

Решения (14) имеют вид:

$$\begin{aligned} T_{m1} &= A_1 I_0(S_1 r) + A_2 K_0(S_1 r); \\ T_{m2} &= A_3 I_0(S_2 r) + A_4 K_0(S_2 r); \\ C_m &= A_5 I_0(S_3 r) + A_6 K_0(S_3 r). \end{aligned} \quad (15)$$

Подстановка выражений (15) в граничные условия (11) и последующие преобразования с учетом (12) приводят к следующему дисперсионному уравнению:

$$\begin{aligned} &\left(\frac{K_0(S_1 a) I_1(S_2 a) S_2}{I_0(S_2 a)} \chi_2 + \chi_l K_1(S_1 a) S_1 - \varepsilon \theta K_0(S_1 a) \right) \times \\ &\times \left[(1 - k_s) K_0(S_3 a) (C_{0l} \gamma + V_s) - D_l K_1(S_3 a) S_3 \right] + \\ &+ (1 - k_s) \varepsilon \gamma C_{0l} K_0(S_3 a) K_0(S_1 a) \theta = 0. \end{aligned} \quad (16)$$

При концентрации примеси, примерно равной эвтектической, значение $(1 - k_s)$ близко к нулю, поэтому этими членами в зависимости (16) можно пренебречь. В итоге получим:

$$\frac{I_1(S_2 a)}{I_0(S_2 a)} S_2 \chi_2 + \frac{K_1(S_1 a)}{K_0(S_1 a)} S_1 \chi_l - \varepsilon \theta = 0. \quad (17)$$

Значение θ , как и в работе [1], считаем равным $\frac{\Lambda \omega}{\Lambda \Gamma k^2 - \omega}$ (где $\Lambda = \frac{\partial V}{\partial \Delta T}$ – коэффициент, зависящий от механизма роста кристаллов; $\Gamma = \alpha \Gamma_r$; Γ_r – отношение произведения поверхностного натяжения и температуры фазового перехода к объемной скрытой энергии фазового превращения; $\alpha = 1/(a T_0)$).

В случае коротких волн $S_{1,2} \gg 1$ и приближенные значения функций Бесселя можно представить в виде

$$\begin{aligned} I_0(S_2 a) &\approx I_1(S_2 a) \approx \frac{\exp(S_2 a)}{\sqrt{2\pi S_2 a}} \\ K_0(S_1 a) &\approx K_1(S_1 a) \approx \frac{\pi \exp(-S_1 a)}{\sqrt{2\pi S_1 a}}. \end{aligned}$$

Тогда уравнение (17) имеет вид

$$S_2 \chi_2 + S_1 \chi_l - \varepsilon \theta = 0. \quad (18)$$

Считаем, что $k_1 = 0$ и $\omega_2 = 0$, тогда $S_1 = \sqrt{k_2^2 + \frac{\omega_1}{\chi_l}}$, $S_2 = \sqrt{k_2^2 + \frac{\omega_1}{\chi_s}}$. Сделаем следующую замену: $\omega_1 = \frac{\delta V_s^2}{D_l}$, $k_2^2 = \frac{V_s^2}{D_l^2} Y$. Тогда $S_1 = \frac{V_s}{D_l} \sqrt{Y + \frac{\delta D_l}{\chi_l}}$, $S_2 = \frac{V_s}{D_l} \sqrt{Y + \frac{\delta D_l}{\chi_s}}$.

При условии $Y \gg \frac{\delta D_l}{\chi_s}$ и при $\delta \sim Y$ максимум скорости роста будет наблюдаться при значении длины волны

$$\lambda = \frac{2\pi(\chi_l + \chi_s)}{\varepsilon\Lambda}(1 + \Lambda\Gamma). \quad (19)$$

$$\lambda = \frac{2\pi\sqrt{\varepsilon V_s \Lambda (\chi_s - \chi_l)(1 + \Gamma\Lambda)}}{\varepsilon\Lambda V_s}. \quad (25)$$

Таким образом, следует заключить, что зависимость (19) полностью совпадает с зависимостью, полученной в работе [12]. Это позволяет сделать вывод, что в коротковолновом приближении при учете только диффузионных членов задача нахождения длины волны, на которую приходится максимум скорости роста, для цилиндрической геометрии сводится к задаче для плоскости.

Во втором случае пренебрегаем в уравнении (6) диффузионным членом. Тогда уравнение примет вид:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{l1}}{\partial t} - V_s \frac{\partial T_l}{\partial r} - V_l G_l &= 0; \\ \frac{\partial T_{s1}}{\partial t} - V_s \frac{\partial T_s}{\partial r} - V_l G_s &= 0; \\ \frac{\partial C_{l1}}{\partial t} - V_s \frac{\partial C_l}{\partial r} - V_l G_c &= 0. \end{aligned} \quad (20)$$

Стационарные решения для температур и концентрации являются постоянными. Уравнения для амплитуд возмущений (10) примут вид:

$$\begin{aligned} \frac{dT_{m1}}{dr} - \frac{\omega}{V_s} T_{m1} &= 0; \quad \frac{dT_{m2}}{dr} - \frac{\omega}{V_s} T_{m2} = 0; \\ \frac{dC_m}{dr} - \frac{\omega}{V_s} C_m &= 0. \end{aligned} \quad (21)$$

Решения уравнений имеют вид:

$$\begin{aligned} T_{m1} &= A_1 \exp\left(\frac{\omega r}{V_s}\right); \quad T_{m2} = A_2 \exp\left(\frac{\omega r}{V_s}\right); \\ C_m &= A_3 \exp\left(\frac{\omega r}{V_s}\right). \end{aligned} \quad (22)$$

Подстановка решений (22) в граничные условия (11), последующие преобразования с учетом (12) приводят к следующему дисперсионному уравнению:

$$\begin{aligned} \left(\frac{(\chi_s - \chi_l)\omega}{V_s} - \varepsilon\theta \right) \left(\frac{D_l\omega}{V_s} - (k_s - 1)(V_s + C_0\gamma) \right) - \\ - \gamma\varepsilon(k_s - 1)C_0\theta = 0. \end{aligned} \quad (23)$$

Также, как и в предыдущем случае, пренебрегаем в зависимости (23) членами, которые содержат $(k_s - 1)$. В итоге получим

$$\frac{(\chi_s - \chi_l)\omega}{V_s} - \varepsilon\theta = 0. \quad (24)$$

Максимум скорости роста возмущений наблюдается при длине волны

При нормальном росте кристаллов скорость фронта кристаллизации прямо пропорциональна переохлаждению $V_s = h\Delta T$ [12; 13] (где h – коэффициент пропорциональности; ΔT – переохлаждение), тогда $\Lambda = h$. Согласно модели [13], размерное значение коэффициента h определяется как

$$h_r = \frac{\beta D_{lr} \Delta H M}{\Delta l R T_{rL}^2}, \quad (26)$$

где M – молярная масса; R – универсальная газовая постоянная; Δl – амплитуда возмущения границы раздела ($\sim 0,1$ нм); T_{rL} – температура ликвидуса; β – коэффициент, который учитывает, что длина свободного пробега молекул в жидкой фазе отличается от периода кристаллической решетки, а также симметрию молекул (для симметричных молекул $\beta \sim 10$).

По данным таблицы из зависимости (26) следует, что при начальном значении размера зародыша 1 мкм значение коэффициента h_r составляет 0,558 м/(с·К).

Переход в уравнении (19) к размерным переменным дает

$$\lambda_r = \frac{2\pi(\chi_{lr} + \chi_{sr})}{\frac{\Delta H}{c_0} h_r} \left(1 + h_r \frac{\Gamma_r}{\chi_0} \right). \quad (27)$$

Скорость фронта кристаллизации определим по данным работы [14] как $V_{sr} = \frac{\Delta a}{\Delta t}$, откуда, зная переохлаждение, определим h_r . Из работы [14] следует, что $\Delta a = 10^{-8}$ м, а $\Delta t = 4,4118$ нс, тогда $V_{sr} = 2,27$ м/с и $h_r = 0,757$ м/(с·К) при переохлаждении, равном 3 К. Коэффициент Γ_r определим как $\Gamma_r = \frac{\gamma T_{Lr}}{\Delta H \rho} = 1,71 \cdot 10^{-6}$ К·м. Расчет по формуле (27) показывает, что в

Характеристики системы железо – вольфрам

Characteristics of the Fe–W system

Характеристики материала	Обозначение	Значение
Температура ликвидуса, К	T_{Lr}	1806
Удельная теплота плавления, кДж/кг	ΔH	270
Плотность, кг/м ³	ρ	6980
Коэффициент диффузии, м ² /с	D_r	10^{-8}
Удельная теплоемкость, Дж/(кг·К)	c_0	611
Температуропроводность жидкой фазы, м ² /с	χ_1	$6,8 \cdot 10^{-6}$
Температуропроводность твердой фазы, м ² /с	χ_2	$6,9 \cdot 10^{-6}$
Поверхностное натяжение, Н/м	γ	1,788

случае, когда h_r составляет 0,558 м/(с·К), $\lambda = 0,382$ мкм. При $h_r = 0,757$ м/(с·К) расчет по зависимости (27) приводит к $\lambda = 0,291$ мкм. Расчет по формуле (25) показывает, что при $h_r = 0,558$ м/(с·К) $\lambda = 0,324$ мкм, а при $h_r = 0,757$ м/(с·К) $\lambda = 0,242$ мкм. Сравнение полученных результатов с размерами зерен на рис. 1, б показывает, что конвективное и диффузионное приближения дают объяснение образованию размеров зерен по механизму нормального роста до 5 мкм, хотя максимум приходится на размеры 10 – 15 мкм. Это позволяет сделать вывод о том, что в этих условиях модель нормального роста не является адекватной. Перейдем к рассмотрению механизма роста за счет винтовых дислокаций. Скорость фронта кристаллизации в этом случае прямо пропорциональна квадрату переохлаждения. В этом случае $\Lambda = 2\sqrt{hV_s}$ [12]. Тогда зависимость (19) примет вид:

$$\lambda = \frac{\pi(\chi_l + \chi_s)}{\varepsilon\sqrt{hV_s}} \left(1 + 2\sqrt{hV_s}\Gamma\right). \quad (28)$$

Возвращаясь в уравнении (28) к размерным переменным, получим

$$\lambda_r = \frac{\pi(\chi_{lr} + \chi_{sr})}{\frac{\Delta H}{c_0}\sqrt{h_r V_{sr}}} \left(1 + 2\sqrt{h_r V_{sr}} \frac{\Gamma_r}{\chi_0}\right). \quad (29)$$

Для механизма роста посредством винтовых дислокаций величина кинетического коэффициента h_r определится как

$$h_r = \frac{\beta(1 + 2g^{1/2})D_{lr}(\Delta HM)^2}{4\pi gRT_{rL}^3\gamma V_m}, \quad (30)$$

где $g = 2\pi^4 n^3 \exp\left(-\frac{\pi^2 n}{2}\right)$; n – число молекулярных слоев [16]; V_m – молярный объем.

Для металлических материалов $n \sim 6$, тогда $g \sim 5,99 \cdot 10^{-9}$. Значение кинетического коэффициента h_r , рассчитанного по данным таблицы для модели роста посредством винтовых дислокаций, составляет 433 м/(с·К²). Значение длины волны, рассчитанное по формуле (30) при данном значении h_r и скорости кристаллизации порядка 10^{-7} м/с, составляет 14,8 мкм, что совпадает с наиболее вероятными значениями размеров зерен на рис. 1, б. В конвективном приближении расчет по формуле (25) показывает, что длина волны принимает значения порядка 10^4 мкм. Это позволяет сделать вывод о преобладании диффузионных процессов при данных скоростях фронта кристаллизации. При увеличении скорости кристаллизации на три порядка $\lambda = 14,9$ мкм, что совпадает с экспериментальными данными. Таким образом, конвективное приближение является значимым при скоростях кристаллизации больше 10^{-4} м/с. Исходя из вышеизложенного, следует заключить, что

неустойчивость Маллинза–Секерки дает адекватное объяснение образованию ячеистых структур размерами ~ 10 мкм при $V_s < 1$ м/с и степени переохлаждения $\sim 10^{-5}$ К. При воздействии объемного теплового источника на поверхность облучаемого материала, как показывают результаты работ [17; 18], полученные методом фазового поля, скорость фронта превращения может принимать значения в пределах $10^{-7} - 10^3$ м/с в зависимости от плотности мощности источника и характеристик среды. Данные работ [19; 20] свидетельствуют, что воздействие данного источника приводит к возникновению больших градиентов температур в поверхностных слоях материала и, как следствие, к возникновению термокапиллярных эффектов. Это позволяет сделать вывод о том, что для построения модели кристаллизации помимо морфологической неустойчивости Маллинза–Секерки необходимо учитывать другие неустойчивости (термокапиллярную и концентрационно-капиллярную), которые имеют место в расплавленном материале. Анализ дисперсионных уравнений, полученных в работах [21; 22] для этих неустойчивостей, показал, что для рассматриваемой системы Fe–W длина волны, на которую приходится максимум возмущений, составляет 12 мкм, что также совпадает с экспериментальными данными.

Выводы

Проведенное теоретическое исследование образования ячеистых структур в процессе кристаллизации системы железо – вольфрам путем анализа дисперсионного уравнения, характеризующего морфологическую неустойчивость фронта кристаллизации (неустойчивость Маллинза–Секерки), для случая, когда конвективным членом можно пренебречь, и уравнения в случае, когда вклад диффузионного члена незначителен для различных механизмов роста кристаллов, показало, что механизм нормального роста кристалла дает адекватное объяснение образованию ячеек размерами до 5 мкм. Механизм роста за счет винтовых дислокаций приводит к $\lambda = 14,8$ мкм, которое совпадает с экспериментальным при условии, что скорость фронта кристаллизации менее 1 м/с и степени переохлаждения $\sim 10^{-5}$ К. Дальнейшее развитие представленной модели заключается в учете термокапиллярных и концентрационно-капиллярных эффектов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Мозговой И.В., Шнейдер Е.А. Наплавка быстрорежущей стали. Омск: изд. ОмГТУ; 2016:271.
2. Wang Yu., Mao B., Chu S., Chen S., Xing H., Zhao H., Wang S., Wang Y., Zhang J., Sun B. Advanced manufacturing of high-speed steels: A critical review of the process design, microstructural evolution, and engineering performance. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023;24: 8198–8240. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.269>

3. Лаврентьев А.Ю., Дожделев А.М. Совершенствование структуры зоны термического влияния наплавленного биметаллического инструмента. *Научно-технические ведомости СПбГПУ. Естественные и инженерные науки*. 2017;23(3):118–126. <https://doi.org/10.18721/JEST.230311>
Lavrentiev A.Yu., Dozhdelev A.M. Improvement of the structure of the zone of thermal influence of a deposited bimetallic tool. *Scientific and Technical Bulletin of St. Petersburg State University. Natural and Engineering Sciences*. 2017;23(3):118–126. (In Russ.). <https://doi.org/10.18721/JEST.230311>
4. Cao H.T., Dong X.P., Pan Z., Wu X.W., Huang Q.W., Pei Y.T. Surface alloying of high-vanadium high-speed steel on ductile iron using plasma transferred arc technique: Microstructure and wear properties. *Materials & Design*. 2016;100:223–234. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.114>
5. Sekerka R.F. Morphological stability. *Journal of Crystal Growth*. 1968;3-4:71–81. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(68\)90102-4](https://doi.org/10.1016/0022-0248(68)90102-4)
6. Merchant G.J., Davis S.H. Morphological instability in rapid directional solidification. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1990;38(12):2683–2693. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(90\)90282-L](https://doi.org/10.1016/0956-7151(90)90282-L)
7. 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>
8. 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>
9. 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>
10. Guillemot G., Gandin C.-A. Morphological stability of spherical particles – Extension of the Mullins-Sekerka criteria to multi-component alloys under a non-stationary diffusive regime. *Acta Materialia*. 2021;205:116539. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116539>
11. Colin J., Voorhees P.W. Morphological instability of a solid sphere of dilute ternary alloy growing by diffusion from its melt. *Journal of Crystal Growth*. 2016;448:17–20. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.03.041>
12. Гуськов А.П. Зависимость периода структуры от скорости межфазной границы при кристаллизации эвтектик. *Журнал технической физики*. 2003;73(5):46–52.
Gus'kov A.P. Dependence of structure period on interphase boundary velocity during eutectics crystallization. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*. 2003;73(5):46–52. (In Russ.).
13. Gus'kov A.P., Orlov A.D. Dependence of period of macrostructures on kinetic parameters under directed crystallization. *Computational Materials Science*. 2002;24(1-2):93–98. [https://doi.org/10.1016/S0927-0256\(02\)00169-6](https://doi.org/10.1016/S0927-0256(02)00169-6)
14. Невский С.А., Башченко 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>
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>
15. Малушин Н.Н., Романов Д.А., Ковалев А.П., Осетковский В.Л., Башченко 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.
Malushin N.N., Romanov D.A., Kovalev A.P., Osetkovskii V.L., Bashchenko L.P. Structural-phase state of a heat-resistant 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.).
16. Cahn J.W., Hillig W.B., Sears G.W. The molecular mechanism of solidification. *Acta Metallurgica*. 1964;12(12):1421–1439. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(64\)90130-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(64)90130-0)
17. Слядников Е.Е., Турчановский И.Ю. Параметр порядка и кинетика неравновесного фазового перехода, стимулированного воздействием объемного теплового источника. *Известия вузов. Физика*. 2016;59(9):125–133.
Slyadnikov E.E., Turchanovskii I.Yu. The order parameter and kinetics of a nonequilibrium phase transition stimulated by the action of a volumetric heat source. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 2016;59(9):125–133. (In Russ.).
18. Слядников Е.Е., Хон Ю.А., Каминский П.П., Турчановский И.Ю. Кинетика неравновесного плавления макросистемы, инициированного воздействием на нее объемного теплового источника. *Инженерно-физический журнал*. 2020;93(2):403–415.
Slyadnikov E.E., Khon Yu.A., Kaminskii P.P., Turchanovskii I.Yu. Kinetics of nonequilibrium melting of a macrosystem initiated by the action of a volumetric heat source on it. *Inzhenerno-fizicheskii zhurnal*. 2020;93(2):403–415. (In Russ.).
19. Mirzade F.Kh. Wave instability of a molten metal layer formed by intense laser irradiation. *Technical Physics*. 2005;50(8):993–998. <http://dx.doi.org/10.1134/1.2014528>
20. Das K.S., Ward C.A. Surface thermal capacity and its effects on the boundary conditions at fluid-fluid interfaces. *Physical Review E*. 2007;75:065303. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevE.75.065303>
21. Nevskii S., Sarychev V., Kononov S., Granovskii A., Grovov V. Formation mechanism of micro- and nanocrystalline surface layers in titanium and aluminum alloys in electron beam irradiation. *Metals*. 2020;10(10):1399. <https://doi.org/10.3390/met10101399>
22. Невский С.А. Механизм образования микро- и нанокристаллических поверхностных слоев титановых и алюминиевых сплавов при электронно-пучковой обработке. *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2020;17(10):385–395.
Nevskii S.A. The mechanism of formation of micro- and nanocrystalline surface layers of titanium and aluminum alloys during electron beam processing. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya*. 2020;17(10):385–395.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Сергей Андреевич Невский, д.т.н., доцент кафедры естественно-научных 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

Виктор Евгеньевич Громов, д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля, Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0002-5147-5343

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

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

Анастасия Николаевна Гостевская, аспирант кафедры естественнонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля, Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0002-7328-5444

E-mail: lokon1296@mail.ru

Тарас Витальевич Володин, начальник управления научных исследований, Сибирский государственный индустриальный университет

E-mail: volodin_tv@sibsiu.ru

Sergei A. Nevskii, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Science named after 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

Viktor E. Gromov, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Head of the Chair of Science named after V.M. Finkel', Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0002-5147-5343

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

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

Anastasia N. Gostevskaya, Postgraduate of the Chair of Science named after V.M. Finkel', Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0002-7328-5444

E-mail: lokon1296@mail.ru

Taras V. Volodin, Head of the Department of Scientific Research, Siberian State Industrial University

E-mail: volodin_tv@sibsiu.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

С. А. Невский – постановка задачи, получение и анализ дисперсионного уравнения, обсуждение и верификация результатов моделирования.

Л. П. Бащенко – проведение расчетов, обсуждение результатов, оформление статьи.

В. Е. Громов – анализ и обсуждение результатов исследования структуры наплавленной быстрорежущей стали методами сканирующей электронной микроскопии.

О. А. Перегудов – обсуждение результатов, анализ литературных источников по неустойчивости Маллинза-Секерки.

А. Н. Гостевская – проведение исследований методами сканирующей электронной микроскопии наплавленной быстрорежущей стали, обсуждение результатов.

Т. В. Володин – проведение исследований методами сканирующей электронной микроскопии наплавленной быстрорежущей стали, обсуждение результатов.

S. A. Nevskii – problem statement, obtaining and analyzing the dispersion equation, discussion and verification of modeling results.

L. P. Bashchenko – conducting calculations, discussion of the results, design of the article.

V. E. Gromov – analysis and discussion of the results of analysis of the structure of deposited high-speed steel by scanning electron microscopy.

O. A. Peregudov – discussion of the results, analysis of literary sources on the Mallins-Sekerki instability.

A. N. Gostevskaya – conducting research using scanning electron microscopy of deposited high-speed steel, discussion of the results.

T. V. Volodin – conducting research using scanning electron microscopy of deposited high-speed steel, discussion of the results.

Поступила в редакцию 11.09.2023

После доработки 25.09.2023

Принята к публикации 18.12.2023

Received 11.09.2023

Revised 25.09.2023

Accepted 18.12.2023



УДК 621.78.084:620.186

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-195-204



Оригинальная статья

Original article

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СТАЛИ 08X18N6AG10S

А. И. Гордиенко¹, Е. В. Абдульменова¹, Т. В. Козлова¹, Ю. Ф. Гоморова¹,
И. В. Власов¹, И. А. Фотин¹, К. Н. Каюров², С. П. Буякова¹

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

² ООО Научно-производственное предприятие геофизической аппаратуры «Луч» (Россия, 630010, Новосибирск, ул. Геологическая, 49)

✉ mirantil@ispms.ru

Аннотация. Исследовано влияние режимов термической обработки на структуру и свойства аустенитной стали марки 08X18N6AG10S. После закалки от 1040 и 1100 °С сохранилась аустенитная структура с двойникованными границами, при этом произошло уменьшение среднего размера аустенитных зерен с $42,3 \pm 6$ мкм (состояние поставки) до $38,1 \pm 5,0$ и $39,0 \pm 4,5$ мкм соответственно. После закалки от 1040 °С происходит выделение избыточных карбидных фаз на границах зерен. После закалки от 1100 °С обнаружены преимущественно оксиды марганца и кремния. Закалка стали от температуры 1040 °С приводит к незначительному снижению микротвердости (на 12 %) по сравнению с состоянием поставки (с 3285 ± 80 до 2895 ± 70 МПа). После закалки от 1100 °С твердость снижается в меньшей степени (до 3090 ± 80 МПа). Проведение закалки от 1040 и 1100 °С позволило существенно улучшить ударную вязкость разрушения стали. Значения ударной вязкости стали возросли до 223 ± 10 и 240 ± 5 Дж/см² по сравнению с состоянием поставки (55 Дж/см²). При проведении испытаний на абразивный износ обнаружено, что образцы стали после закалки от 1040 и 1100 °С демонстрируют сопоставимый уровень износостойкости по сравнению с состоянием поставки. Потеря массы после прохождения дистанции ролика 4309 м для всех состояний стали составляет примерно 8,0 %. Сделано заключение, что оптимальной термической обработкой стали марки 08X18N6AG10S является закалка от температуры 1100 °С, которая позволяет улучшить вязкость разрушения стали при сохранении микротвердости и износостойкости.

Ключевые слова: немагнитная аустенитная сталь, закалка, микроструктура, фазовый состав, ударная вязкость разрушения, микротвердость, абразивный износ

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН, тема номер FWRW-2021-0009. Авторы благодарят В.Н. Еремина за предоставление материала для исследований, И.Н. Севостьянову за помощь в подготовке образцов для микроструктурных исследований и механических испытаний, А.А. Неймана за проведение структурных исследований с помощью растровой электронной микроскопии, В.В. Шмакова за помощь в проведении абразивных испытаний.

Для цитирования: Гордиенко А.И., Абдульменова Е.В., Козлова Т.В., Гоморова Ю.Ф., Власов И.В., Фотин И.А., Каюров К.Н., Буякова С.П. Влияние режимов термической обработки на структуру и свойства стали 08X18N6AG10S. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):195–204. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-195-204>

EFFECT OF HEAT TREATMENT MODES ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF 08Kh18N6AG10S STEEL

A. I. Gordienko¹, E. V. Abdulmenova¹, T. V. Kozlova¹, Yu. F. Gomorova¹,
I. V. Vlasov¹, I. A. Fotin¹, K. N. Kayurov², S. P. Buyakova¹

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

² LLK Scientific Production Enterprise of Geophysical Equipment “Luch” (49 Geological str., Novosibirsk 630010, Russian Federation)

✉ mirantil@ispms.ru

Abstract. The paper studies the influence of heat treatment modes on the structure and properties of austenitic steel grade 08Kh18N6AG10S. Austenitic structure with twinned boundaries was preserved after quenching at 1040 and 1100 °C. At the same time, the average size of austenitic grains

decreased from $42.3 \pm 6 \mu\text{m}$ (supply condition) to 38.1 ± 5.0 and $39.0 \pm 4.5 \mu\text{m}$, respectively. Quenching at 1040°C leads to release of excess carbide phases at the grain boundaries. Mainly manganese and silicon oxides were found after quenching at 1100°C . Quenching at 1040°C leads to a slight decrease in microhardness (by 12 %) compared to the condition of supply (from 3285 ± 80 to $2895 \pm 70 \text{ MPa}$). The hardness decreases less after quenching at 1100°C (up to $3090 \pm 80 \text{ MPa}$). Quenching at 1040 and 1100°C has significantly improved the fracture toughness of steel. Values of impact strength of the steel increased to 223 ± 10 and $240 \pm 5 \text{ J/cm}^2$ compared to the condition of supply (55 J/cm^2). The authors found that the steel samples demonstrate a comparable level of wear resistance during tests for abrasive wear compared to the condition of supply after quenching at 1040 and 1100°C . The mass loss after passing the roller distance of 4309 m for all steel conditions is approximately 8.0 %. The authors concluded that the most optimal heat treatment of 08Kh18N6AG10S steel is quenching at 1100°C , which improves the fracture toughness of steel while maintaining microhardness and wear resistance.

Keywords: non-magnetic austenitic steel, hardening, microstructure, phase composition, fracture toughness, microhardness, abrasive wear

Acknowledgements: The work was performed within the framework of the state task of the Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, project No. FWRW-2021-0009. The authors express their gratitude to V.N. Eremin for providing material for research, I.N. Sevostyanova for assistance in preparing samples for microstructural studies and mechanical tests, A.A. Neumann for conducting structural studies using scanning electron microscopy, V.V. Shmakov for assistance in conducting abrasive tests.

For citation: Gordienko A.I., Abdulmenova E.V., Kozlova T.V., Gomorova Yu.F., Vlasov I.V., Fotin I.A., Kayurov K.N., Buyakova S.P. Effect of heat treatment modes on structure and properties of 08Kh18N6AG10S steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):195–204.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-195-204>

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы нефтедобывающие компании проявляют повышенный интерес к месторождениям с трудноизвлекаемыми запасами нефти. Согласно статистике 2021 г. около 44 % добываемой нефти соответствует добыче из трудноизвлекаемых запасов нефти и около 25 % газа – из трудноизвлекаемых запасов природного газа [1; 2]. Для освоения трудноизвлекаемых запасов нефти как с горизонтальным, так и с наклонно-направленным профилем скважины применяют современную технологию наклонно-направленного бурения: используют роторные управляемые системы (РУС) [3; 4].

Эксплуатация РУС происходит в условиях прямого контакта с жидкой агрессивной средой бурового раствора, которая содержит растворы солей и взвесь частиц силикатного песка, что приводит к ускоренной коррозии и гидроабразивному износу составных частей РУС. Для осуществления геофизических исследований в процессе бурения в корпусе РУС на внешней поверхности выполнены выборки, предназначенные для размещения систем телеметрии и гамма-каротажа [5]. Для стабильной и надежной работы РУС конструктивные элементы должны быть изготовлены из немагнитных коррозионностойких материалов с высокими твердостью и стойкостью к гидроабразивному износу.

Наиболее подходящими материалами для изготовления конструктивных элементов РУС являются аустенитные стали разных классов, поскольку обладают немагнитными свойствами, высокими прочностью и коррозионной стойкостью, значительной износостойкостью [6]. В работе [7] отмечено, что стали с повышенным содержанием хрома имеют хорошее сочетание прочности, износостойкости, вязкости разрушения и предела ползучести. Это обуславливает целесообразность их использования в условиях повышенной истираемости. В работе [8] обнаружено, что стали с содержанием 25 мас. % Mn проявляют исключительную пластичность и высокую прочность в результате обра-

зования двойников деформации при комнатной температуре [9; 10]. Совместное легирование стали никелем и хромом обеспечивает повышение пластичности и ударной вязкости разрушения стали. К таким сталям относятся 08X18N10, 02X18N11, 12X18N10T и другие; они хорошо обрабатываются путем холодной и горячей деформации. С целью повышения работоспособности этих сталей при температурах выше 450°C реализуют дополнительное легирование азотом [11 – 13], который улучшает прочностные свойства; при этом азотсодержащие стали обладают довольно высокими пластическими свойствами [3; 14]. Азот, присутствующий в стали, является сильным аустенитообразующим элементом, снижает магнитную проницаемость и добавляется в качестве замены дорогостоящих никеля и марганца [4; 11]. Легирование аустенитных сталей азотом повышает их сопротивление локальной коррозии [5; 12]. Улучшение физико-механических свойств сталей, легированных азотом, обусловлено выделением тонких и однородно распределенных нитридов хрома и ванадия вместо более крупных карбидных выделений [15]. Легирование азотом приводит к структурно-фазовым изменениям в стали, которые в значительной степени отражаются на механических свойствах материала [16; 17].

На основании вышеизложенного в качестве материала для изготовления элементов корпуса РУС можно использовать немагнитную сталь марки 08X18N6AG10C, легированную хромом, никелем, марганцем и азотом. Комплексное легирование стали должно обеспечивать работу РУС в агрессивной среде.

С целью получения оптимальных механических характеристик, требуемых для работы материала в агрессивных средах, аустенитные азотистые стали подвергают термическим и термомеханическим обработкам [18]. Термическая обработка хромоникелевых и хромомарганценовоникелевых аустенитных сталей заключается в закалке в воде от температур $1050 - 1100^\circ\text{C}$. Нагрев до таких температур должен

обеспечивать растворение карбидов хрома, а быстрое охлаждение – фиксировать состояние пересыщенного твердого раствора. Несмотря на большое количество публикаций о влиянии термической обработки азотистых аустенитных сталей на структуру, фазовый состав и механические свойства, информации по стали 08X18N6AG10C, применяемой для защитных элементов РУС, недостаточно.

Целью настоящей работы является изучение влияния режимов термической обработки на структуру, фазовый состав и механические свойства стали марки 08X18N6AG10C.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В настоящей работе изучена промышленная сталь марки 08X18N6AG10C в состоянии послековки (состояние поставки) следующего химического состава, мас. %: C < 0,06; 8,5 – 10,0 Mn; 0,6 – 1,2 Si; P < 0,03; S < 0,03; 16,0 – 18,0 Cr; 5,0 – 6,0 Ni; Al < 0,02; 0,01 – 0,02 Ca; N > 0,4; остальное – железо. Термическую обработку стали проводили в электропечи камерной SNOL 185/1200 в атмосфере аргона при температурах 1040 и 1100 °C в течение 40 мин с последующей закалкой в воду. Образцы для структурных исследований были изготовлены методом электроэрозионной резки в форме прямоугольных пластин размерами 10×10×3 мм.

Поверхность образцов подвергали шлифовке на абразивной бумаге с постепенным уменьшением зернистости абразива и полировке алмазными пастами разной дисперсности. Для травления границ зерен использовался раствор азотной (HNO₃) и соляной (HCl) кислот в объемном соотношении 25:75. Микроструктурные исследования проводили на оптическом микроскопе марки Altamі MET 1M и с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) (LEO EVO 50), оснащенного энергодисперсионным спектрометром.

Для определения тонкой кристаллической структуры (размер области когерентного рассеяния (ОКР), параметр решетки) и фазового состава стали использовали методы рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа. Рентгенограммы получали с помощью дифрактометра с фильтрованным CuK_α-излучением. Съемка осуществлялась в интервале углов от 40 до 120° с шагом 0,05° и с экспозицией на каждую точку, что обеспечивает статистическую точность не менее 0,5 %. Идентификацию фаз проводили при сопоставлении пиков рентгенограмм с карточками базы структурных данных PDF-2 ICDD. Параметры кристаллических ячеек определяли по межплоскостным расстояниям (*d*) для всех отражений в диапазоне углов от 40 до 120°. Уширение рентгеновских линий на половине высоты (FWHM) было определено из аппроксимации дифракционных линий с помощью функции Лоренца (далее по тексту полуширина). Область когерентного рассеяния рассчитывали, используя уравнение Шер-

рера [19], для наиболее интенсивных линий рентгеновских спектров. Оценка напряжений второго рода стали марки 08X18N6AG10C проводилась по рентгеноструктурным данным в соответствии с результатами работы [20], при использовании рассчитанных значений микродисторсии и литературных данных по модулю Юнга. Величину микродисторсии определяли по формуле Стокса-Уилсона [21]. Напряжения второго рода в фазе γ-Fe рассчитывались по последнему наиболее различимому дифракционному отражению с индексом плоскости (222) в предположении, что вклад в дифракционную ширину на дальних углах преимущественно вносит микродисторсия.

Микротвердость стали измерялась по методу Виккерса на приборе ПМТ-3 при нагрузке 0,98 Н и по методу Роквелла на приборе ТК-“М N1916 при нагрузке 98,7 Н. Испытания на ударный изгиб проводили при комнатной температуре на образцах размерами 10×10×55 мм с V-образным надрезом типа IX по ГОСТ 6996 – 66 с использованием инструментированного маятникового копра КМ-300-М-Ш. Макрокартины разрушенных образцов получали на стереографическом микроскопе Альтами СМ0870. Микромеханизмы разрушения исследовали на изломах образцов с применением растрового электронного микроскопа LEO EVO 50.

Испытания образцов на абразивный износ проводились согласно стандарту ASTM G65-04 [22]. Пластины закрепляли в держатель установки абразивного износа и ориентировали таким образом, чтобы резиновый ролик касался образца ровно по центру. В место контакта образца с резиновым роликом подавался кварцевый песок размером фракции 200 – 300 мкм со скоростью 400 г/мин. Скорость вращения ролика составляла 100 об./мин. Согласно стандарту ASTM G65-04 испытания проводили по методике D, при которой дистанция ролика составляет 4309 м, усилие прижатия ролика 45 Н. По завершении испытания, а также на дистанции линейного непрерывного контакта образец – ролик 1000, 2000, 3000, 4309 м образцы вынимали из держателя и взвешивали на аналитических лабораторных весах АВ-120-01 с точностью 0,0001 г. После этого проводили контроль относительной потери массы образцов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктурные исследования

На рис. 1 приведены микроструктуры стали марки 08X18N6AG10C в состоянии поставки и после закалки от 1040 и 1100 °C. Структура стали в состоянии поставки представлена крупными аустенитными зернами (рис. 1, а) со средним размером $42,3 \pm 6$ мкм. Наблюдается характерная для аустенита двойниковая структура (рис. 1, а, указано стрелками) [23]. Закалка от 1040 и 1100 °C способствовала измельчению зерен

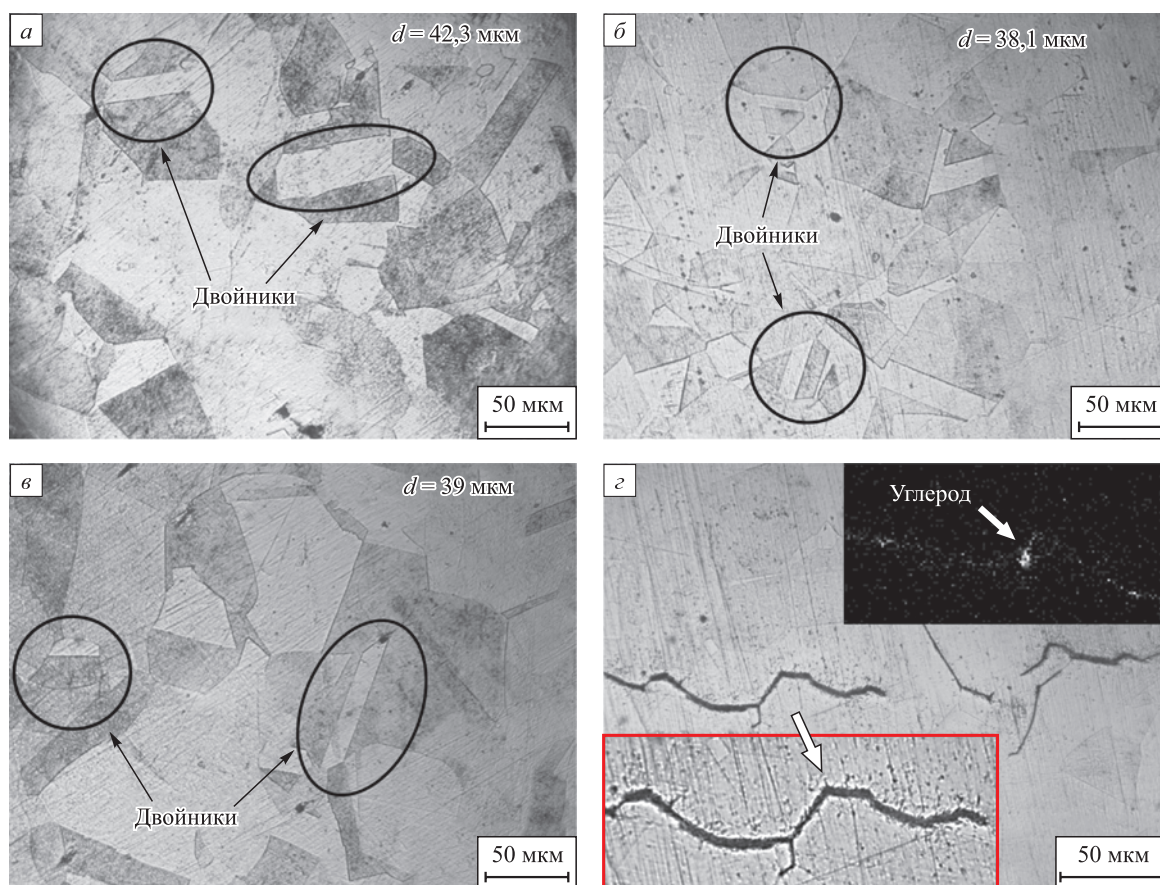


Рис. 1. Микроструктура стали марки 08X18H6AG10C в состоянии поставки (а), после закалки от 1040 °C (б, в) и от 1100 °C (г)

Fig. 1. Microstructure of 08Kh18N6AG10S steel in condition of supply (a), after quenching at 1040 °C (б, в) and 1100 °C (г)

в исследуемой стали от $42,3 \pm 6,0$ до $38,1 \pm 5,0$ мкм и $39 \pm 4,5$ мкм соответственно (рис. 1, б, в). Уменьшение среднего размера зерна, по-видимому, связано с высокой скоростью охлаждения стали. Аустенитная структура с двойниковыми границами сохраняется. Также в микроструктуре стали после закалки от 1040 °C обнаружены темные участки на границах аустенитных зерен (рис. 1, г). При большем увеличении видно присутствие большого количества включений в области темных участков границ зерен (вставка в нижнем углу на рис. 1, г). Энергодисперсионный анализ при РЭМ-исследованиях позволил обнаружить сегрегации углерода в области таких границ (вставка в верхнем углу на рис. 1, г). Это связано с тем, что нагрев стали до температур 1040 °C может быть недостаточным для перевода всех легирующих элементов в твердый раствор, что приводит к выделению карбидов на границах зерен. При быстром охлаждении вследствие сегрегации частиц на границах зерен могут возникать микротрещины. Эти сегрегации частиц и микротрещины в стали после закалки от 1040 °C являются структурными дефектами, которые могут оказывать влияние на свойства стали. Так, в работе [13] отмечено, что в результате выделения карбидных фаз по границам зерен увеличивается склонность стали к межкристаллитной коррозии.

На рис. 2 приведены рентгенограммы стали марки 08X18H6AG10C в состоянии поставки и после закалки от 1040 и 1100 °C. На всех рентгенограммах наблюдаются дифракционные линии, соответствующие фазе γ -Fe с гранецентрированной кубической решеткой.

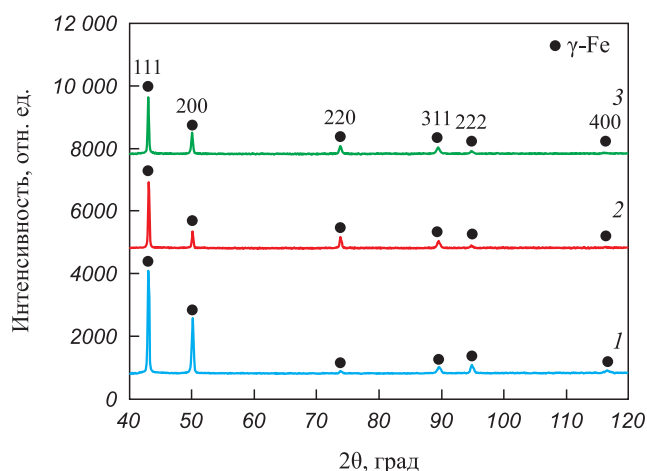


Рис. 2. Рентгенограммы стали марки 08X18H6AG10C в состоянии поставки (1), после закалки от 1040 °C (2) и 1100 °C (3)

Fig. 2. X-ray images of 08Kh18N6AG10S steel in condition of supply (1), after quenching at 1040 °C (2) and 1100 °C (3)

Закалка стали привела к уменьшению полуширины дифракционных линий фазы γ -Fe в сравнении с рентгенограммой стали в состоянии поставки. Так, например, полуширина дифракционного отражения (111) уменьшилась с $0,2496$ до $0,1797^\circ$ при температуре закалки 1040°C и с $0,2496$ до $0,2080^\circ$ при температуре закалки 1100°C . Это соответствует данным работы [24], где при термической обработке стали Fe–Cr–Mn–C–N происходит уменьшение полуширины дифракционных линий с $1,1$ по $0,89^\circ$. Уменьшение полуширины дифракционных линий может быть следствием увеличения размеров областей когерентного рассеяния и изменения значений микронапряжений, возникающих в результате закалки.

На рентгенограммах всех исследованных состояний отсутствуют дифракционные линии, характерные углероду в свободном виде или в виде карбидов (рис. 2), что позволяет заключить, что доля карбидной фазы по отношению к аустенитной матрице незначительна.

Параметр ячейки фазы γ -Fe стали в состоянии поставки составил $0,3629 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм. После закалки параметр ячейки фазы γ -Fe изменялся незначительно и составлял $0,3631 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм (после закалки от 1040°C) и $0,3633 \pm 5 \cdot 10^{-4}$ нм (после закалки от 1100°C).

Расчет напряжений II рода показал, что в результате закалки от 1040°C происходит релаксация микронапряжений, содержащихся в исходной структуре стали. Напряжения II рода уменьшаются от $0,27$ ГПа (для состояния поставки) до $0,24$ ГПа (после закалки от 1040°C). При температуре закалки 1100°C величина микронапряжений увеличивается до $0,32$ ГПа, по-видимому, вследствие формирования более мелкозернистой структуры и большего растворения легирующих компонентов в твердом растворе.

Механические свойства стали

В табл. 1 приведены значения микротвердости и результаты ударных испытаний для стали марки 08X18N6AG10S, проведенных при комнатной температуре. Микротвердость стали в состоянии поставки составила 3285 ± 80 МПа, что находится в хорошем соответствии с литературными данными [25]. После

проведения закалки микротвердость стали снижается до 2895 ± 70 МПа (с 35 ± 1 до 30 ± 1 HRC) при температуре закалки от 1040°C и до 3090 ± 80 МПа (с 35 ± 1 до 32 ± 1 HRC) при температуре закалки от 1100°C . Стоит отметить, что значения микротвердости стали после закалки от 1040°C имеют более низкие значения по сравнению с микротвердостью стали после закалки от 1100°C . По-видимому, температура нагрева до 1040°C недостаточна для перехода всех легирующих элементов в твердый раствор, что приводит к выделению карбидов на границах зерен (рис. 1, з). Вследствие этого эффект твердорастворного упрочнения выше в стали после закалки от 1100°C . Это согласуется с результатами расчета напряжений II рода, когда в случае температуры закалки от 1100°C величина микронапряжений увеличивается до $0,32$ ГПа.

Снижение твердости при закалке для хромомарганцевоникелевых аустенитных сталей происходит вследствие растворения карбидов легирующих элементов и фиксации при быстром охлаждении состояния пересыщенного твердого раствора. Помимо этого, при закалке происходят рекристаллизационные процессы, устраняющие эффект дислокационного упрочнения за счет пластической деформации при ковке.

Ударная вязкость разрушения стали в исходном состоянии составляет 55 Дж/см². На изломах образцов стали в исходном состоянии утяжка боковых граней мала, а губы среза практически отсутствуют (рис. 3, а). Это свидетельствует о малой величине макропластической деформации, предшествующей разрушению образца.

Микромеханизм разрушения стали в исходном состоянии смешанный, присутствуют крупные ямки, типичные для вязкого характера разрушения, и участки хрупкого разрушения с типичными фасетками скола и микротрещинами (рис. 3, а, вставка). Растрескивание наблюдается в пределах крупных аустенитных зерен. Энергодисперсионный анализ показал, что включениями вторых фаз в крупных ямках являются карбиды марганца и железа, оксиды кремния и алюминия (табл. 2, для примера обозначены области проведения энергодисперсионного анализа, отмеченные на рис. 3). Размер округлых частиц находится в диапазоне $3,2 - 5,0$ мкм.

Таблица 1. Микротвердость и результаты ударных испытаний, проведенных при комнатной температуре, стали марки 08X18N6AG10C

Table 1. Microhardness and results of impact tests of 08Kh18N6AG10S steel at room temperature

Состояние стали	Твердость		Ударная вязкость разрушения, Дж/см ²	Энергия разрушения, Дж
	по Виккерсу, МПа	HRC		
Поставка	3285 ± 80	35 ± 1	55 ± 11	44 ± 11
Закалка от 1040°C	2895 ± 70	30 ± 1	223 ± 10	178 ± 10
Закалка от 1100°C	3090 ± 80	32 ± 1	240 ± 5	192 ± 5

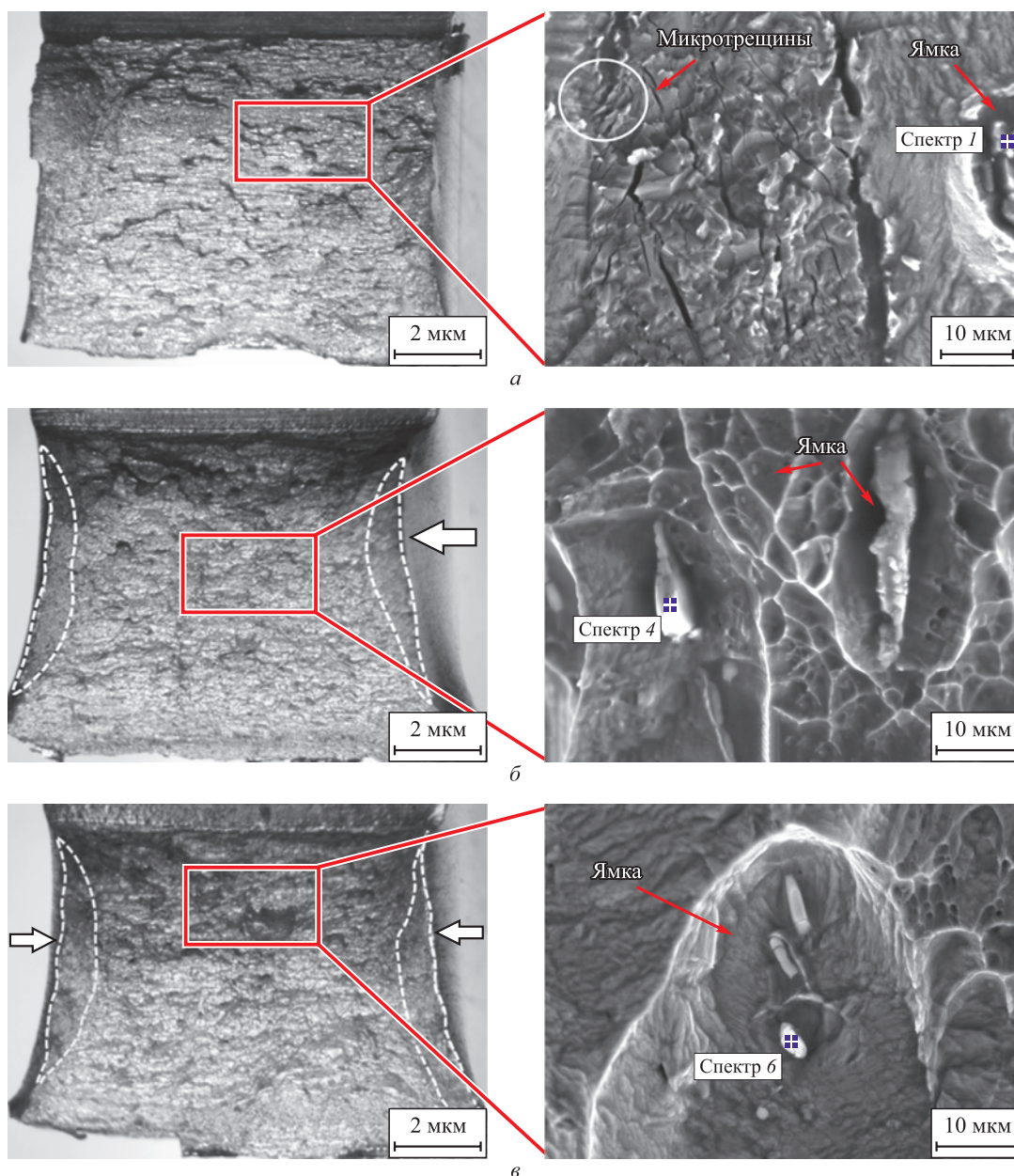


Рис. 3. Поверхности разрушения стали марки 08X18H6AG10C в состоянии поставки (а), после закалки от 1040 °С (б) и 1100 °С (в)

Fig. 3. Fracture surfaces of 08Kh18N6AG10S steel in condition of supply (a), after quenching at 1040 °C (b) and 1100 °C (c)

В стали после закалки от 1040 °С ударная вязкость разрушения значительно выше (табл. 1) по сравнению с ударной вязкостью стали в состоянии поставки. При этом утяжка боковых граней и ширина областей губ среза (рис. 3, б, отмечено стрелкой), характеризующие степень пластической деформации при развитии трещины, на изломах стали больше по сравнению с состоянием поставки стали. Микромеханизм разрушения таких образцов полностью вязкий, ямочный без признаков хрупкого разрушения (рис. 3, б, вставка).

В ямках обнаружены частицы округлой и вытянутой формы, близкой к пластинкам. Размер округлых частиц находился в диапазоне 1,5 – 5,5 мкм, размер удлиненных частиц достигал 3×15 мкм. При изучении химиче-

ского состава обнаружено, что такие частицы являются преимущественно карбидами марганца и карбидами железа, оксидами кремния и алюминия (табл. 2).

В стали после закалки от 1100 °С ударная вязкость имеет самое высокое значение из представленных и достигает 240 ± 5 Дж/см² (табл. 1). Изломы образцов характеризуются большой степенью утяжки (рис. 3, в, отмечено стрелкой) и развитой топографией поверхности. На поверхности излома присутствуют крупные поры, что свидетельствует о вязком характере разрушения. В порах обнаружены частицы разной морфологии и размеров (рис. 3, в). Присутствуют округлые частицы, размер которых находится в диапазоне 3,5 – 5,0 мкм, и более дисперсные частицы размерами 0,8 – 1,5 мкм,

Таблица 2. Результаты энергодисперсионного микроанализа, полученные с изломов стали марки 08X18H6AG10C

Table 2. Result of X-ray energy dispersive microanalysis obtained from fractures of 08Kh18N6AG10S steel

Спектр	Содержание элемента, ат. %							
	C	O	Mg	Al	Si	Cr	Mn	Fe
Состояние поставки								
Спектр 1	45,1	–	–	–	–	4,6	42,3	8,0
Спектр 2	14,9	46,0	8,5	21,5	–	3,8	4,1	1,2
Закалка от 1040 °C								
Спектр 3	50,7	–	–	–	0,5	1,2	46,0	1,6
Спектр 4	19,3	46,5	5,6	–	11,9	0,6	15,2	0,9
Закалка от 1100 °C								
Спектр 5	7,9	51,9	8,6	–	13,9	0,8	15,7	1,2
Спектр 6	15,5	49,5	2,0	–	11,1	1,8	17,0	3,1

а также удлиненные вытянутые частицы с размерами до $1,5 \times 7,0$ мкм. Согласно данным энергодисперсионного анализа, частицы, присутствующие в ямках, в основном являются оксидами марганца и кремния (табл. 2). Доля карбидных включений в стали после закалки от 1100 °C существенно меньше. Это подтверждает сделанные выше заключения, что при нагреве до 1100 °C большая часть легирующих элементов переходит в твердый раствор и доля карбидных включений в стали уменьшается. Формирование меньшей доли карбидных частиц и меньший их размер объясняют более высокий уровень ударной вязкости разрушения стали в этом структурном состоянии (табл. 1).

При проведении испытаний на абразивный износ стали в разных структурных состояниях после прохож-

дения дистанции ролика 4309 м на образцах наблюдаются выраженные следы абразивного износа и изменение геометрии образцов (для примера приведены следы абразивного износа образца в состоянии поставки, рис. 4, а).

Во всех трех случаях максимальное уменьшение высоты образцов наблюдается по центру образца и составляет примерно 1,5 мм, что соответствует 15 % от общей высоты образцов. На рис. 4, б приведены зависимости потери массы от пути ролика при испытаниях стали марки 08X18H6AG10C. Зависимости для всех образцов линейные. Стали в исходном состоянии и после закалки от 1040 °C имеют сопоставимые значения потери массы: примерно 7,7 %. После закалки от 1100 °C потеря массы незначительно больше и составляет 8,5 %. Можно заключить, что проведение закалки и изменение структурного состояния стали существенно не изменяет износостойкость материала.

Таким образом, для применения стали марки 08X18H6AG10C для изготовления корпуса РУС рекомендуется проведение закалки стали от 1100 °C. Использование такой термической обработки позволяет значительно увеличить ударную вязкость разрушения стали без потери износостойкости и твердости. Кроме того, при закалке от температуры 1100 °C доля карбидных включений, обладающих магнитными свойствами, уменьшается. Наличие магнитных свойств материала является недопустимым при геофизических исследованиях в процессе бурения.

Выводы

После закалки стали марки 08X18H6AG10C от 1040 и 1100 °C формируется аустенитная структура с размером зерен $38,1 \pm 5,0$ и $39 \pm 4,5$ мкм соответственно. Обнаружено, что закалка от 1040 °C приводит к выде-

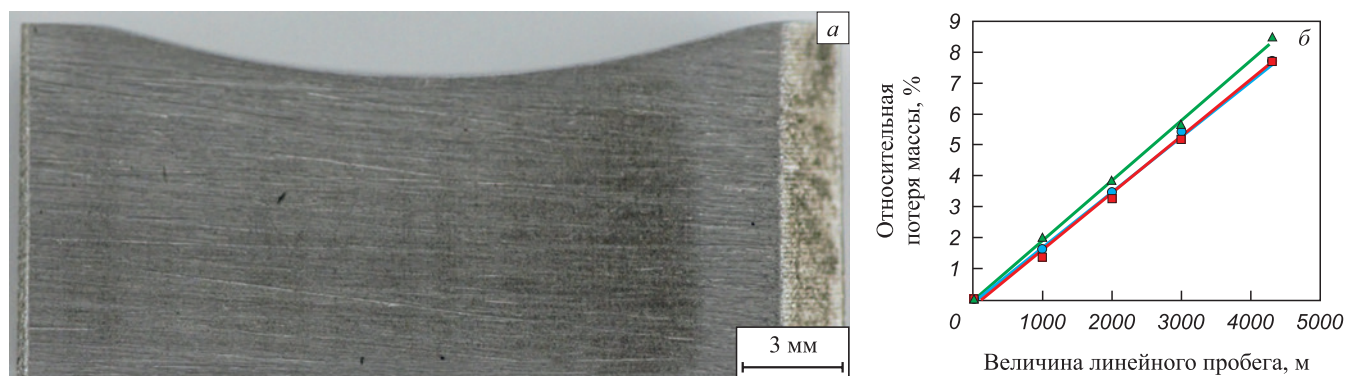


Рис. 4. Макрофотография боковой стороны образца стали в состоянии поставки после прохождения дистанции ролика 4309 м (а), зависимости потери массы от пути ролика при испытаниях на абразивный износ стали марки 08X18H6AG10C (б):

● – в состоянии поставки; ■ и ▲ – после закалки от 1040 и 1100 °C

Fig. 4. Macro photograph of lateral side of the steel sample in condition of supply after passing the distance from the roller of 4309 m (a), dependences of the mass loss on the roller path during abrasive wear tests of 08Kh18N6AG10S steel (b):

● – in condition of supply; ■ and ▲ – after quenching at 1040 and 1100 °C

лению избыточных карбидных фаз на границах зерен в результате неполной аустенитизации.

По данным энергодисперсионного анализа доля карбидных включений после закалки при 1100 °C уменьшается, основными включениями являются оксиды марганца и кремния.

Показано, что закалка стали от 1040 и 1100 °C позволила существенно увеличить ударную вязкость разрушения стали марки 08X18H6AГ10C (по сравнению с состоянием поставки 55 Дж/см²): до 223 – 240 Дж/см².

При проведении испытаний на абразивный износ обнаружено, что, несмотря на снижение твердости и увеличение вязкости разрушения, образцы стали после закалки от 1040 и 1100 °C демонстрируют сопоставимый уровень износостойкости при сравнении со сталью в состоянии поставки.

Можно рекомендовать закалку от 1100 °C для стали марки 08X18H6AГ10C, используемой для изготовления корпуса РУС, так как она обеспечивает необходимые механические характеристики и способствует уменьшению доли магнитных включений в материале.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Brook B.W., Alonso A., Meneley D.A., Misak J., Bles T., van Erp J.B. Why nuclear energy is sustainable and has to be part of the energy mix. *Sustainable Materials and Technologies*. 2014;1-2:8–16. <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2014.11.001>
2. Jia C., Pang X., Song Y. The mechanism of unconventional hydrocarbon formation: Hydrocarbon self-sealing and intermolecular forces. *Petroleum Exploration and Development*. 2021;48(3):507–526. [https://doi.org/10.1016/s1876-3804\(21\)60042-3](https://doi.org/10.1016/s1876-3804(21)60042-3)
3. Шевченко И.А. Бурение скважин с большим отходом от вертикали с использованием роторных управляемых систем при контроле геофизических параметров в режиме реального времени. *Современная наука: актуальные проблемы теории и практики. Серия: естественные и технические науки*. 2014;(1-0):36–39.
Shevchenko I.A. Drilling wells with a large departure from the vertical, using a rotary-driven systems with control geophysical parameters in real-time. *Modern Science: Actual Problems of Pheory and practice. Series: Natural and Technical Sciences*. 2014;(1-2):36–39. (In Russ.).
4. Закиров А.Я. Первые результаты испытаний роторно-управляемых систем российского производства. *Пронефть. Профессионально о нефти*. 2016;(2(2)):43–47.
Zakirov A.Ya. The first test results of Russian-made rotary-controlled systems. *Proneft'. Professionally about oil*. 2016;(2(2)):43–47. (In Russ.).
5. Zhang C., Zou W., Cheng N. Overview of rotary steerable system and its control methods. In: *Proceedings of 2016 IEEE Int. Conf. on Mechatronics and Automation*. 2016: 1559–1565. <https://doi.org/10.1109/icma.2016.7558796>
6. Кушнерева Д.С., Сапожников Г.В. Исследование свойств новых высокопрочных нержавеющей сталей. *Химическая физика и мезоскопия*. 2019;21(1):39–44. <https://doi.org/10.15350/17270529.2019.1.6>
7. Foldyna V., Kubon Z., Filip M., Mayer K.-H., Berger C. Evaluation of structural stability and creep resistance of 9–12 % Cr steels. *Steel Research*. 1996;67(9):375–381. <https://doi.org/10.1002/srin.199605504>
8. Grässel O., Krüger L., Frommeyer G., Meyer L.W. High strength Fe–Mn–(Al, Si) TRIP/TWIP steels development – properties – application. *International Journal of Plasticity*. 2000;16(10-11):1391–1409. [https://doi.org/10.1016/S0749-6419\(00\)00015-2](https://doi.org/10.1016/S0749-6419(00)00015-2)
9. Brück U., Frommeyer G., Grässel O., Meyer L.W., Weise A. Development and characterization of high strength impact resistant Fe–Mn–(Al, Si) TRIP/TWIP steels. *Steel Research*. 2002;73(6-7):294–298. <https://doi.org/10.1002/srin.200200211>
10. Frommeyer G., Brück U., Neumann P. Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. *ISIJ International*. 2002;43(3):438–446. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.438>
11. Костина М.В., Банных О.А., Блинов В.М. Особенности сталей, легированных азотом. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2000;(12):3–6.
Kostina M.V., Bannykh O.A., Blinov V.M. Features of nitrogen-alloyed steels. *Metallvedenie i termicheskaya obrabotka metallov*. 2000;(12):3–6. (In Russ.).
12. Mudali U.K., Dayal R.K. Influence of nitrogen addition on the crevice corrosion resistance of nitrogen-bearing austenitic stainless steels. *Journal of Materials Science*. 2000;35(7):1799–1803. <https://doi.org/10.1023/A:1004740905317>
13. Костина М.В., Ригина Л.Г. Азотосодержащие стали и способы их производства. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2020;63(8):606–622. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-8-606-622>
Kostina M.V., Rigina L.G. Nitrogen-containing steels and methods of their production. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2020;63(8):606–622. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-8-606-622>
14. Науменко В.В., Шлямнев А.П., Филипов Г.А. Азот в аустенитных нержавеющей сталях различных систем легирования. *Металлург*. 2011;(6):46–53.
Naumenko V.V., Shlyamnev A.P., Filipov G.A. Nitrogen in austenitic stainless steels of various alloying systems. *Metal-lurg*. 2011;(6):46–53. (In Russ.).
15. Klotz U.E., Solenthaler C., Ernst P., Uggowitzer P.J., Speidel M.O. Alloy compositions and mechanical properties of 9–12 % chromium steels with martensitic-austenitic microstructure. *Materials Science and Engineering: A*. 1999;272(2):292–299. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00490-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00490-6)
16. Rawers J.C. Characterizing alloy additions to carbon high-nitrogen steel. *Journal of Materials: Design and Applications*. 2004;218(3):239–246. <https://doi.org/10.1177/146442070421800309>
17. Rawers J.C. Alloying effects on the microstructure and phase stability of Fe–Cr–Mn steels. *Journal of Materials Science*.

- 2008;43(10):3618–3624.
<https://doi.org/10.1007/s10853-008-2576-3>
18. Mushnikova S.Yu., Kostin S.K., Sagaradze V.V., Kataeva N.V. Structure, properties, and resistance to stress-corrosion cracking of a nitrogen-containing austenitic steel strengthened by thermomechanical treatment. *Physics of Metals and Metallography*. 2017;118(11):1155–1166.
<https://doi.org/10.1134/S0031918X17110096>
 19. Scherrer P. Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse*. 1918;1918(2):98–101. (In Germ.).
 20. Timoshenko S.P., Goodier J.N. Theory of Elasticity. New York – Toronto – London: McGraw-Hill book company; 1951:519.
 21. Stokes A.R., Wilson A.J.C. The diffraction of X rays by distorted crystal aggregates. *Proceedings of the Physical Society*. 1944;56(3):174–181.
<https://doi.org/10.1088/0959-5309/56/3/303>
 22. ASTM G65. Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus ASTM. 2016:14.
 23. Yuan X., Chen L., Zhao Y., Di H., Zhu F. Influence of annealing temperature on mechanical properties and microstructures of a high manganese austenitic steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 2015;217:278–285.
<https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2014.11.027>
 24. Lee E., Mishra B., Palmer B.R. Effect of heat treatment on wear resistance of Fe–Cr–Mn–C–N high-interstitial stainless steel. *Wear*. 2016;368–369:70–74.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.09.008>
 25. Speidel M.O. Nitrogen containing austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering Technology*. 2006;37(10):875–880.
<https://doi.org/10.1002/mawe.200600068>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Антонина Ильдаровна Гордиенко, к.т.н., научный сотрудник лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-4361-8906
E-mail: mirantil@ispms.ru

Екатерина Владимировна Абдульменова, к.т.н., младший научный сотрудник лаборатории молекулярного имиджинга и фотоакустики, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-9594-5706
E-mail: Ekaterina.V.Abdulmenova@yandex.ru

Танзиля Вакильевна Козлова, к.ф.-м.н., младший научный сотрудник лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0003-0890-9983
E-mail: kozlovatv@ispms.ru

Юлия Федоровна Гоморова, к.т.н., научный сотрудник лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-0880-2898
E-mail: gomjf@ispms.ru

Илья Викторович Власов, к.т.н., научный сотрудник лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0001-9110-8313
E-mail: viv@ispms.ru

Игорь Андреевич Фотин, инженер лаборатории физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0001-5185-6405
E-mail: i.fotin2010@gmail.com

Константин Николаевич Каюров, генеральный директор, ООО научно-производственное предприятие геофизической аппаратуры «Луч»
ORCID: 0000-0001-9545-5400
E-mail: kayurov@looch.ru

Antonina I. Gordienko, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Control Methods, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-4361-8906
E-mail: mirantil@ispms.ru

Ekaterina V. Abdulmenova, Cand. Sci. (Eng.), Junior Research of the Laboratory of Molecular Imaging and Photoacoustics, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-9594-5706
E-mail: Ekaterina.V.Abdulmenova@yandex.ru

Tanzilya V. Kozlova, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Junior Research of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Control Methods, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0003-0890-9983
E-mail: kozlovatv@ispms.ru

Yulia F. Gomorova, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Control Methods, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-0880-2898
E-mail: gomjf@ispms.ru

Il'ya V. Vlasov, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Control Methods, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-9110-8313
E-mail: viv@ispms.ru

Igor' A. Fotin, Engineer of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Control Methods, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-5185-6405
E-mail: i.fotin2010@gmail.com

Konstantin N. Kayurov, General Director, LLK Scientific Production Enterprise of Geophysical "Luch"
ORCID: 0000-0001-9545-5400
E-mail: kayurov@looch.ru

Светлана Петровна Буякова, д.т.н., профессор, заместитель директора по научной работе, заведующий лабораторией физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-6315-2541
E-mail: sbuyakova@ispms.ru

Svetlana P. Buyakova, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Deputy Director for Research, Head of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Control Methods, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-6315-2541
E-mail: sbuyakova@ispms.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. И. Гордиенко – литературный обзор публикаций по теме статьи, написание текста рукописи, проведение закалки стали, анализ экспериментальных данных.

Е. В. Абдульменова – литературный обзор публикаций по теме статьи, написание текста рукописи, проведение и анализ рентгеноструктурных исследований.

Т. В. Козлова – литературный обзор публикаций по теме статьи, написание текста рукописи, измерение микротвердости, обработка результатов и анализ данных.

Ю. Ф. Гоморова – доработка текста, проведение структурных исследований методами оптической микроскопии, изучение поверхностей изломов образцов после механических испытаний методом растровой электронной микроскопии.

И. В. Власов – проведение испытаний на ударный изгиб, описание результатов ударных испытаний.

И. А. Фотин – проведение испытаний образцов стали на абразивный износ и численный анализ экспериментальных результатов.

К. Н. Каюров – формирование основной проблемы в области роторных управляемых систем, обсуждение полученных результатов.

С. П. Буякова – формирование основной концепции, цели и задач исследования; доработка текста рукописи.

A. I. Gordienko – literary review, writing the text, conducting steel quenching, analysis of experimental data.

E. V. Abdulmenova – literary review, writing the text, conducting and analyzing X-ray diffraction studies.

T. V. Kozlova – literary review, writing the text, microhardness measurement, processing results and data analysis.

Yu. F. Gomorova – revision of the text, carrying out structural studies by optical microscopy and the study of fracture surfaces after mechanical testing by scanning electron microscopy.

I. V. Vlasov – carrying out impact bending tests, describing the results of impact tests.

I. A. Fotin – testing of steel samples for abrasive wear, numerical analysis of experimental results.

K. N. Kayurov – formation of the main problem in the field of rotary steerable systems, discussion of the results.

S. P. Buyakova – formation of the main concept, goals and objectives of the study; finalization of the text.

Поступила в редакцию 10.10.2023
 После доработки 01.11.2023
 Принята к публикации 10.01.2024

Received 10.10.2023
 Revised 01.11.2023
 Accepted 10.01.2024



УДК 669.046.584.2

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-205-210



Оригинальная статья

Original article

ВЛИЯНИЕ ОСНОВНОСТИ НА ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОВШЕВЫХ ШЛАКОВ СИСТЕМЫ $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$

А. Г. Уполовникова[✉], Р. Р. Шартдинов, А. Н. Сметанников

Институт металлургии Уральского отделения РАН (Россия, 620016, Свердловская обл., Екатеринбург, ул. Амундсена, 101)

upol.ru@mail.ru

Аннотация. Исследованы физические свойства шлаков системы $\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{Ce}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{MgO}$, содержащих оксид церия. В основе разработанных шлаков кальций-силикатная система, основность $(\text{CaO})/(\text{SiO}_2)$ которой оказывает большое влияние на свойства шлака. Обобщение результатов выполненных исследований позволило получить новые данные о влиянии основности в церийсодержащих шлаках изучаемой оксидной системы на вязкость, температуру начала кристаллизации и структуру. Экспериментальные исследования физических свойств этих шлаков показали, что с ростом основности от 2,0 до 5,0 наблюдается рост температуры начала кристаллизации и вязкости, что связано со структурой формируемых шлаков. Повышение основности способствует повышению вязкости от 0,20 до 0,41 Па·с при температуре 1500 °С и повышению температуры кристаллизации от 1397 до 1497 °С. Полученные результаты показали, что на структуру церийсодержащего шлака влияют как ион Si^{4+} , так и ион Al^{3+} , которые являются сеткообразователями. Ионы кремния в рассматриваемой системе присутствуют в виде $[\text{SiO}_4]$ -тетраэдров, тогда как ионы алюминия присутствуют в виде $[\text{AlO}_4]$ -тетраэдров и $[\text{AlO}_6]$ -октаэдров. С повышением основности от 2,0 до 2,5 кремниевая структура усложняется, а затем при основности 3,5 – 5,0 упрощается. Алюминатная структура усложняется за счет повышения содержания оксида CaO, который участвует в компенсации заряда полимеризованных структурных единиц $[\text{AlO}_4]$ -тетраэдров с образованием более стабильной тетраэдрической структуры, и, как следствие, повышенной вязкости шлака. Шлаки изучаемой оксидной системы, содержащие 15 % Ce_2O_3 , характеризуются в рассматриваемом диапазоне основности достаточно высокой жидкоподвижностью.

Ключевые слова: вязкость, температура начала кристаллизации, рамановская спектроскопия, оксид церия, шлак, фазовый состав, структура шлака

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-29-00975, <https://rscf.ru/project/22-29-00975/>.

Для цитирования: Уполовникова А.Г., Шартдинов Р.Р., Сметанников А.Н. Влияние основности на физические свойства ковшевых шлаков системы $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):205–210.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-205-210>

EFFECT OF BASICITY ON PHYSICAL PROPERTIES OF LADLE SLAGS OF $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$ SYSTEM

A. G. Upolovnikova[✉], R. R. Shartdinov, A. N. Smetannikov

Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (101 Amundsena Str., Yekaterinburg 620016, Russian Federation)

upol.ru@mail.ru

Abstract. The authors studied the physical properties of the slags of $\text{CaO}-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{MgO}$ system containing cerium oxide. The developed slags are based on a calcium silicate system, the basicity $(\text{CaO})/(\text{SiO}_2)$ of which has a great influence on the slag properties. Generalization of the performed studies results allowed obtaining new data on the effect of basicity in cerium-containing slags of the studied oxide system on viscosity, temperature of crystallization onset and structure. Experimental studies of the physical properties of cerium-containing slags showed that with an increase in basicity of 2.0 – 5.0, an increase in temperature of crystallization onset and viscosity is observed associated with structure of the formed slags. An increase in basicity from 2.0 to 5.0 contributes to an increase in viscosity from 0.20 to 0.41 Pa·s at 1500 °C and an increase in the crystallization temperature from 1397 to 1497 °C. The structural analysis showed that the structure of the cerium-containing slag is influenced by both the Si^{4+} ion and the Al^{3+} ion, which are grid-forming agents. Silicon ions in this system are present in the form of $[\text{SiO}_4]$ -tetrahedra, whereas aluminum ions are

present in form of $[\text{AlO}_4]$ -tetrahedra and $[\text{AlO}_6]$ -octahedra. With an increase in basicity 2.0 to 2.5, the silicon structure becomes more complicated, and then at a basicity of 3.5 – 5.0 it becomes simpler, whereas the aluminate one becomes more complicated due to an increase in the content of CaO , which participates in charge compensation of polymerized structural units $[\text{AlO}_4]$ -tetrahedra with the formation of a more stable tetrahedral structure, and as a result of increased slag viscosity. Slags of the studied oxide system containing 15 % Ce_2O_3 are characterized by a sufficiently high liquid mobility in the considered basicity range.

Keywords: viscosity, crystallization temperature, Raman spectroscopy, cerium oxide, slag, phase composition, slag structure

Acknowledgements: The research was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 22-29-00975, <https://rscf.ru/project/22-29-00975/>.

For citation: Upolovnikova A.G., Shartdinov R.R., Smetannikov A.N. Effect of basicity on physical properties of ladle slags of $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$ system. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):205–210. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-205-210>

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее значимых физических свойств шлаков является вязкость, поскольку в основе металлургических процессов лежат явления, зависящие от характера тепло- и массопереноса в шлаке и металле [1; 2]. Перспективным направлением снижения вязкости рафинировочных шлаков является использование оксидов редкоземельных элементов (РЗЭ). Результаты исследования влияния добавок оксида церия на физические свойства шлаков показали, что оксид церия снижает вязкость и температуру кристаллизации шлака [3 – 5]. Так же в последние годы сообщалось, что добавление в шлак оксидов РЗЭ может понизить активность оксида Al_2O_3 в шлаке и повысить адсорбционную способность шлака к включениям Al_2O_3 в металле [6 – 8]. Кроме того, равновесие между рафинировочным шлаком, содержащим Ce_2O_3 , и расплавленной сталью, раскисленной алюминием, предполагает возможность восстановления небольшого количества церия, который переходит в сталь [9 – 11], обеспечивая ее микролегирование и модифицирование [12]. Однако в настоящее время в отечественной и зарубежной литературе практически отсутствуют сведения о влиянии основности на физические свойства церийсодержащих ковшевых шлаков.

Целью настоящей работы было исследование физических свойств шлаков системы $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$. Обобщение результатов выполненных исследований позволило получить новые данные о влиянии основности церийсодержащих шлаков изучаемой оксидной системы на вязкость, температуру начала кристаллизации и структуру.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Шлаки оксидной системы $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$ выплавляли в печи сопротивления в графитовых тиглях в атмосфере аргона из прокаленных в течение 2 – 3 ч при температуре 800 °С оксидов марки ч.д.а. Вязкость шлаков измеряли в графитовых тиглях при помощи электровибрационного вискозиметра в токе аргона при непрерывном охлаждении расплава от гомогенно-жидкого до твердого состояний [13]. В качестве измерительного шпинделя применяли молибденовый стержень диаметром 1,5 мм. Температуру шлака фиксировали с помощью вольфрам-рениевой термопары ВР 5/20. Температуру кристаллизации шлаков определяли согласно теории вязкого течения Френкеля; для этого строили графики в координатах $\ln \eta - 1/T$, перелом на которых соответствует температуре начала кристаллизации шлаков [14]. Результаты замера вязкости и температуры кристаллизации шлаков представлены в табл. 1 и на рис. 1.

Исследование структуры опытных образцов шлака выполнено с использованием рамановского микроскопа-спектрометра U 1000 с использованием лазера с возбуждающей длиной волны 532 нм. Полученные спектры представлены на рис. 2 в диапазоне волновых чисел 450 – 1250 см^{-1} . Наблюдаемые линии такого спектра могут быть однозначно отнесены к колебаниям молекул исследуемого вещества и в зависимости от значения частоты, интенсивности и формы линий позволяют сделать вывод о структуре шлака [15]. На рис. 2 представлены рамановские спектры образцов шлаков с различной основностью, на которых наблюдаются пики: в низкочастотной области волно-

Таблица 1. Состав, температура начала кристаллизации и вязкость экспериментальных шлаков

Table 1. Composition, temperature of crystallization onset and viscosity of experimental slags

Содержание оксида, %					B	$t_{\text{кр}}, ^\circ\text{C}$	Вязкость, Па·с, при $T, ^\circ\text{C}$	
CaO	SiO_2	Ce_2O_3	MgO	Al_2O_3			1500	1550
41,3	20,7	15	8	15	2,0	1397	0,20	0,16
44,8	17,2	15	8	15	2,5	1419	0,22	0,17
48,2	13,8	15	8	15	3,5	1463	0,26	0,18
51,7	10,3	15	8	15	5,0	1497	0,41	0,23

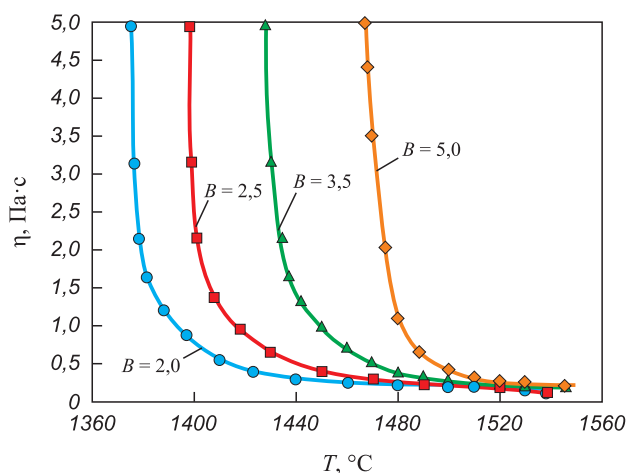


Рис. 1. Зависимость вязкости шлаков от температуры при основности 2,0 (●), 2,5 (■), 3,5 (▲) и 5,0 (◆)

Fig. 1. Dependence of viscosity of the slags on temperature at basicity of 2.0 (●), 2.5 (■), 3.5 (▲) and 5.0 (◆)

вых чисел около 600 см^{-1} , представляющие валентные колебания Al – O в $[\text{AlO}_6]$ -октаэдрах в диапазоне основности шлака 2,0 – 2,5; с повышением основности до 3,5 – 5,0 единиц появляются пики в области около 550 см^{-1} , связанные с поперечным движением мостикового кислорода внутри связи Al – O – Al; пики в области $650 – 800\text{ см}^{-1}$, отражающие валентные колебания Al – O в $[\text{AlO}_4]$ -тетраэдрах. Пики в области высоких волновых чисел ($800 – 950\text{ см}^{-1}$) относятся к силикатной структуре ($[\text{SiO}_4]$ -тетраэдрам). Интенсивность и форма этих пиков позволяют оценить влияние основности на структуру формируемых шлаков и их вязкость.

Для дальнейшего количественного определения изменения структурных единиц при различной основности в шлаке рамановские спектры (рис. 2) подвергали деконволюции методом Гаусса с помощью программы PeakFit с коэффициентом корреляции не менее 0,99. Результаты деконволюции спектров комбинационного рассеяния силикатной области показаны на рис. 3 и в табл. 2.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Температурная зависимость вязкости изучаемых шлаков в диапазоне основности 2,0 – 5,0 приведена на рис. 1. С ростом основности шлаки из жидкоподвижных с низкой температурой кристаллизации плавно переходят в шлаки с высокими вязкостью и температурой начала кристаллизации (табл. 1), что можно объяснить особенностями структуры шлака.

Формируемая структура шлака основностью 2,0 является малополимеризованной, поскольку характеризуется, как отмечено выше, наличием $[\text{AlO}_6]$ -октаэдров, которые играют роль модификатора сетки (рис. 2), и двух деполи-

Таблица 2. Доли структурных элементов

Table 2. Proportion of structural elements

Шлак	<i>B</i>	Q_{Si}^0	Q_{Si}^1	ВО
1	2,0	0,48	0,52	0,52
2	2,5	0,41	0,59	0,59
3	3,5	0,53	0,47	0,47
4	5,0	0,88	0,12	0,12

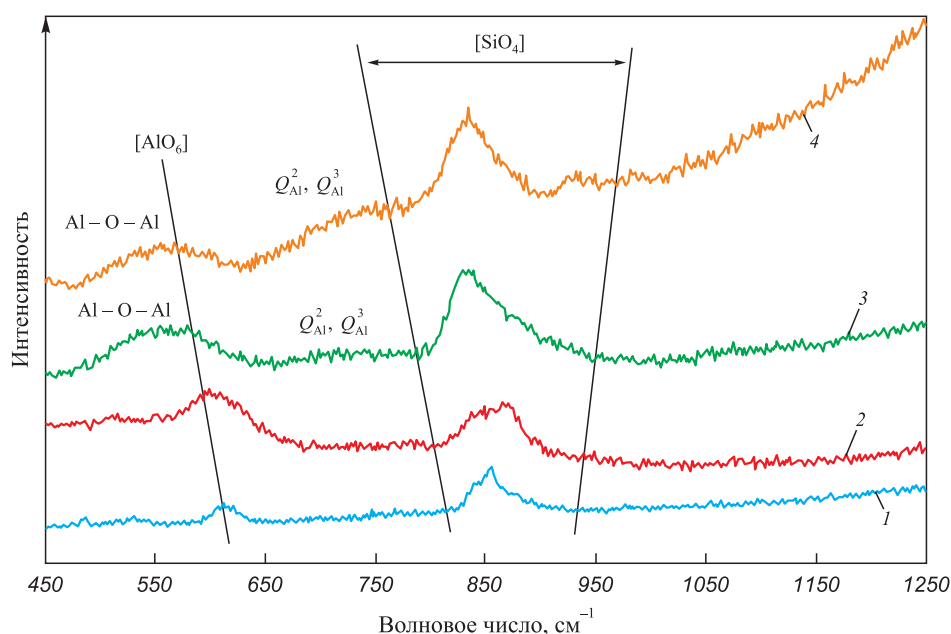


Рис. 2. Рамановские спектры изучаемых шлаков при основности 2,0 (1), 2,5 (2), 3,5 (3) и 5,0 (4)

Fig. 2. Raman spectra of the slags at basicity of 2.0 (1), 2.5 (2), 3.5 (3) and 5.0 (4)

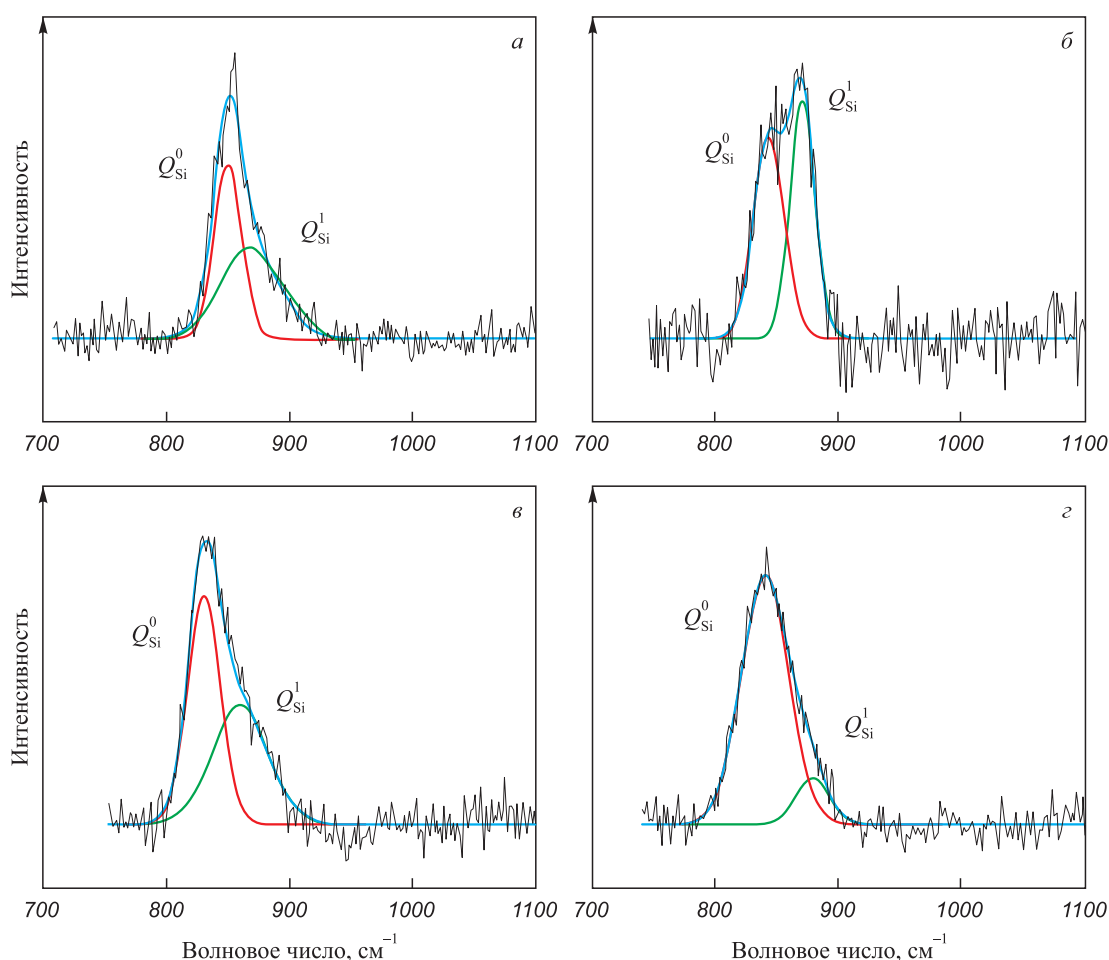


Рис. 3. Деконволюция силикатной области при основности 2,0 (а), 2,5 (б), 3,5 (в) и 5,0 (г)

Fig. 3. Deconvolution of the silicate region at basicity of 2.0 (a), 2.5 (б), 3.5 (в) and 5.0 (г)

меризованных структурных единиц кремния: $[\text{SiO}_4]^{4-}$ с повышенной до 0,48 долей немостикового кислорода (Q_{Si}^0) и $[\text{Si}_2\text{O}_7]^{6-}$ с повышенной до 0,52 долей с одним мостиковым кислородом (Q_{Si}^1) (рис. 3, табл. 2). Такая структура возникает вследствие присутствия оксидов кальция и церия в шлаке, которые являются модификаторами структуры. При их диссоциации в расплавах высвобождаются больше ионов O^{2-} , которые взаимодействуют с $[\text{AlO}_4]^-$ и $[\text{SiO}_4]^-$ тетраэдрами, разрушая алюминатную и силикатную структуры расплава [16; 17]. Поэтому данные шлаки обладают низкой температурой кристаллизации (1397 °C) и низкой вязкостью (0,20 и 0,16 Па·с) при температурах 1500 и 1550 °C (табл. 1).

При увеличении основности до 2,5 наблюдается усложнение силикатной структуры. Степень ее полимеризации растет с 0,52 до 0,59, доля немостикового кислорода снижается от 0,48 до 0,41, а доля с одним мостиковым кислородом повышается от 0,52 до 0,59 (табл. 2). В шлаках с высокой основностью, содержащих Al_2O_3 , ионы Al^{3+} поглощаются силикатной структурой, действуя как элементы-сеткообразователи, увеличивая сложность силикатной структуры [18]. Усложнение структуры шлака приводит к повышению температуры

начала кристаллизации до 1419 °C и вязкости до 0,22 и 0,17 Па·с при температурах 1500 и 1550 °C (табл. 1).

При повышении основности до 3,5 и 5,0 наблюдается появление пика в области около 550 cm^{-1} , что связано с поперечным движением мостикового кислорода внутри связи $\text{Al} - \text{O} - \text{Al}$. Относительная интенсивность $\text{Al} - \text{O} - \text{Al}$ постепенно повышается с увеличением основности, тогда как для $[\text{AlO}_6]$ -октаэдров наблюдается обратная тенденция. Это указывает на усиление связи $\text{Al} - \text{O} - \text{Al}$ и уменьшение доли $[\text{AlO}_6]$ -октаэдров, что приводит к полимеризации алюминатной сетки. Кроме того, с ростом основности шлака с 3,5 до 5,0 наблюдается увеличение интенсивности пика в области волновых чисел 650 – 800 cm^{-1} , что связано с симметричными валентными колебаниями $[\text{AlO}_3]^{3-}$ (Q_{Al}^2) и $[\text{Al}_2\text{O}_3]^{4-}$ (Q_{Al}^3) [16; 17], которые также свидетельствуют об усложнении алюминатной структуры в расплаве шлака (рис. 2), вследствие чего увеличивается температура начала кристаллизации до 1463 и 1497 °C. Вязкость увеличивается до 0,26 и 0,18 Па·с при температурах 1500 и 1550 °C при основности 3,50 и до 0,41 и 0,23 Па·с при температурах 1500 и 1550 °C при основности 5,0.

На фоне полимеризации алюминатной структуры при основности 3,5 и 5,0 наблюдается упрощение силикатной структуры и степень полимеризации снижается с 0,47 до 0,12 (табл. 2). Оксид CaO может действовать не только как модификатор сетки, но и как компенсатор заряда за счет избытка ионов Ca^{2+} , образующихся с ростом основности. Катионы Ca^{2+} будут компенсировать полимеризованные структурные единицы $[\text{AlO}_4]$ -тетраэдров с образованием более стабильной тетраэдрической структуры, что и приводит к увеличению вязкости шлака [19; 20]. Ионы церия могут быть компенсаторами заряда и стабилизировать алюминатную структуру [3; 21; 22].

Выводы

Экспериментальные исследования физических свойств шлаков оксидной системы $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$ показали, что с ростом основности от 2,0 до 5,0 наблюдается рост температуры начала кристаллизации и вязкости, что связано со структурой формируемых шлаков. С ростом основности наблюдается усложнение алюминатной структуры и упрощение силикатной структуры за счет избытка ионов Ca^{2+} , действующих как компенсатор заряда полимеризованных структурных единиц $[\text{AlO}_4]$ -тетраэдров. В целом шлаки изучаемой оксидной системы, содержащие 15 % Ce_2O_3 , характеризуются в рассматриваемом диапазоне основности достаточно высокой жидкоподвижностью.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Попель С.И. Теория металлургических процессов. Москва: Металлургия; 1986:463.
2. Соколов Г.А. Внепечное рафинирование стали. Москва: Металлургия; 1977:208.
3. Wu C., Cheng G., Long H. Effect of Ce_2O_3 and $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ on the phase, melting temperature and viscosity of $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - 10 \text{ mass } \% \text{SiO}_2$ based slags. *High Temperature Materials and Processes*. 2014;33(1):77–84. <http://dx.doi.org/10.1515/htmp-2013-0025>
4. Liu C., Qi J., Sun J., Zhang X. Design and fluidity research of a new tundish flux for rare earth steel. *Journal of Sustainable Metallurgy*. 2022;8:1104–1116. <https://doi.org/10.1007/s40831-022-00544-6>
5. Zheng X., Liu C. Effect of Ce_2O_3 on the melt structure and properties of $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3$ -based slag. *ISIJ International*. 2022;62(6):1091–1098. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-545>
6. Wang L.J., Wang Q., Li J.M., Chou K.C. Dissolution mechanism of Al_2O_3 in refining slags containing Ce_2O_3 . *Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy*. 2016;52(1):35–40. <https://doi.org/10.2298/JMMB140706004W>
7. Liu Y.Q., Wang L.J., Chou K.C. Dissolution behavior of Al_2O_3 in refining slags containing Ce_2O_3 . *ISIJ International*. 2014;54(4):728–733. <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.54.728>
8. Cao J., Li Y., Lin W., Che J., Zhou F., Tan Y., Li D., Chen C., Dang J. Assessment of inclusion removal ability in refining slags containing Ce_2O_3 . *Crystals*. 2023;13(2):202. <https://doi.org/10.3390/cryst13020202>
9. Yang X., Long H., Cheng G., Wu C., Wu B. Effect of refining slag containing Ce_2O_3 on steel cleanliness. *Journal of Rare Earths*. 2011;29(11):1079–1083. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(10\)60602-3](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(10)60602-3)
10. Babenko A.A., Smirnov L.A., Upolovnikova A.G., Shartdinov R.R. Study of possibility of cerium reduction from slags of $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - 15\% \text{Al}_2\text{O}_3 - 8\% \text{MgO}$ system. In: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;966:012010. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/966/1/012010>
11. Уполовникова А.Г., Бабенко А.А., Смирнов Л.А., Михайлова Л.Ю. Прямое микролегирование стали церием под шлаками системы $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - 15 \% \text{Al}_2\text{O}_3 - 8 \% \text{MgO}$ дополнительными восстановителями. *Известия вузов. Черная Металлургия*. 2021;64(8):581–587. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-8-581-587>
Upolovnikova A.G., Babenko A.A., Smirnov L.A., Mikhailova L.Yu. Direct microalloying of steel with cerium under slags of $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - 15 \% \text{Al}_2\text{O}_3 - 8 \% \text{MgO}$ system with additional reducing agents. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(8):581–587. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-8-581-587>
12. Кудрин В.А. Внепечная обработка чугуна и стали. Москва: Металлургия; 1992:336.
13. Штенгельмейер С.В., Прусов В.А., Богачев В.А. Усовершенствование методики измерения вязкости вибрационным вискозиметром. *Заводская лаборатория*. 1985;51(9):56–57.
Shtengel'meyer S.V., Prusov V.A., Bogachev V.A. Improvement of the viscosity measurement technique with a vibrating viscometer. *Zavodskaya laboratoriya*. 1985;51(9):56–57. (In Russ.).
14. Воскобойников В.Г., Дунаев Н.Е., Михалевич А.Г., Кухтин Т.И., Штенгельмейер С.В. Свойства жидких доменных шлаков. Москва: Металлургия; 1975:180.
15. Бёккер Ю. Спектроскопия. Москва: РИЦ Техносфера; 2009:528.
Böcker J. Spektroskopie. Instrumentelle Analytik mit Atom- und Molekülspektrometrie. Würzburg: Vogel Buchverlag; 1997:519. (In Germ.).
16. Zhang R., Wang Z., Meng Y., Jiao S., Jia J., Min Y., Liu C. Quantitative insight into aluminum structures in $\text{CaO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ system via Raman and ^{27}Al MAS-NMR spectroscopies. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2021;573:121116. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2021.121116>
17. Kim T.S., Park J.H. Structure-viscosity relationship of low-silica calcium aluminosilicate melts. *ISIJ International*. 2014;54(9):2031–2038. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.2031>
18. Gao J., Wen G., Huang T., Tang P., Liu Q. Effects of the composition on the structure and viscosity of the $\text{CaO} - \text{SiO}_2$ -based mold flux. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2016;435:33–39. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.01.001>
19. Zheng D.-L., Ma G.-J., Zhang X., Liu M.-K., Xu J. Effect of $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ on structure, viscosity, and surface tension of electroslag remelting-type CeO_2 -bearing slag. *Journal of Iron and Steel Research International*. 2023;30:717–725. <https://doi.org/10.1007/s42243-022-00844-x>

20. Qi J., Liu C., Zhang C., Jiang M. Effect of Ce_2O_3 on structure, viscosity, and crystalline phase of $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Li}_2\text{O}-\text{Ce}_2\text{O}_3$. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2017;48:11–16. <https://doi.org/10.1007/s11663-016-0850-3>
21. Zheng X., Liu C. Investigation of $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ mass ratio on the properties and structure of Ce_2O_3 -containing $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ -based tundish flux. *ISIJ International*. 2022;62(3): 418–425. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-438>
22. Lin S.-L., Hwang C.-S. Structures of $\text{CeO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ glasses. *Japanese Journal of Applied Physics*. 1996;35(7R): 3975. <https://doi.org/10.1143/JJAP.35.3975>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Алена Геннадьевна Уполовникова, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-6698-5565
E-mail: upol.ru@mail.ru

Руслан Рафикович Шартдинов, младший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН
ORCID: 0000-0003-0852-1161
E-mail: rr.shartdinov@gmail.com

Артём Николаевич Сметанников, младший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН
ORCID: 0000-0001-9206-0905
E-mail: artem.smetannikov.89@mail.ru

Alena G. Upolovnikova, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-6698-5565
E-mail: upol.ru@mail.ru

Ruslan R. Shartdinov, Junior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0003-0852-1161
E-mail: rr.shartdinov@gmail.com

Artem N. Smetannikov, Junior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-9206-0905
E-mail: artem.smetannikov.89@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. Г. Уполовникова – анализ и обобщение результатов исследования.
Р. Р. Шартдинов – исследование структуры опытных образцов шлака.
А. Н. Сметанников – экспериментальные исследования физических свойств шлаков (температуры начала кристаллизации и вязкости).

A. G. Upolovnikova – analysis and generalization of research results.
R. R. Shartdinov – study of the structure of experimental slag samples.
A. N. Smetannikov – experimental studies of physical properties of slags (temperatures of crystallization onset and viscosity).

Поступила в редакцию 30.08.2023
 После доработки 12.10.2023
 Принята к публикации 16.10.2023

Received 30.08.2023
 Revised 12.10.2023
 Accepted 16.10.2023

ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМ
ПРОМЫШЛЕННОМ И ЛАБОРАТОРНОМ
ОБОРУДОВАНИИ, ТЕХНОЛОГИЯХ И МАТЕРИАЛАХINNOVATION IN METALLURGICAL
INDUSTRIAL AND LABORATORY EQUIPMENT,
TECHNOLOGIES AND MATERIALS

УДК 621.74.045

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-211-218



Оригинальная статья

Original article

НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ КЕРАМИЧЕСКОЙ ОБОЛОЧКОВОЙ ФОРМЫ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ В НЕЙ СТАЛЬНОЙ ШАРООБРАЗНОЙ ОТЛИВКИ. Часть 1

В. И. Одинокоев[✉], А. И. Евстигнеев, Э. А. Дмитриев, А. Н. Намоконов,
А. А. Евстигнеева, Д. В. Чернышова

Комсомольский-на-Амуре государственный университет (Россия, 681013, Хабаровский край, Комсомольск-на-Амуре, пр. Ленина, 27)

[✉ diss@knastu.ru](mailto:diss@knastu.ru)

Аннотация. Задачей настоящего теоретического исследования является определение внешних факторов, при которых сферическая оболочковая форма (ОФ) не будет разрушаться от возникающих в ней температурных напряжений. Сформулирована задача по определению напряженно-деформируемого состояния (НДС) ОФ, заформированной в опорный наполнитель (ОН), при охлаждении в ней затвердевающей шарообразной стальной отливки. Рассматриваемое осесимметричное тело вращения имеет четыре области (жидкий металл, твердый металл, оболочковая форма, опорный наполнитель). Для решения задачи авторы используют уравнение линейной теории упругости, уравнение теплопроводности и апробированный численный метод, согласно которому исследуемая область разбивается системой ортогональных поверхностей на элементы. Для каждого элемента записана система уравнений в разностном виде с учетом осевой симметрии через напряжения и перемещения по граням элемента и длинам дуг ребер, ограничивающих его объем. Уравнение теплопроводности записано в разностном виде из построения теплового баланса для произвольного ортогонального элемента, включающее как среднюю температуру элемента, так и температуры элементов, окружающих его объем. Решение разностного аналога уравнения теплопроводности осуществляется методом «прогонки» по составленной итерационной схеме. Приведен разностный аналог сформулированной системы дифференциальных уравнений линейной теории упругости в виде алгебраической системы уравнений. Представленный алгоритм свертки этой системы позволяет значительно понизить ее ранг. Приводится общая численная схема и алгоритм решения задачи. Результатом решения являются величины напряжений, перемещений в среднем по граням каждого элемента и средняя температура в элементе.

Ключевые слова: литье по выплавляемым моделям, оболочковая форма, напряженное состояние, моделирование, трещинообразование

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00214, <https://rscf.ru/project/24-29-00214/>.

Для цитирования: Одинокоев В.И., Евстигнеев А.И., Дмитриев Э.А., Намоконов А.Н., Евстигнеева А.А., Чернышова Д.В. Напряженно-деформированное состояние керамической оболочковой формы при формировании в ней стальной шарообразной отливки. Часть 1. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):211–218. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-211-218>

STRESS-STRAIN STATE OF CERAMIC SHELL MOLD DURING FORMATION OF SPHERICAL STEEL CASTING IN IT. PART 1

V. I. Odinokov[✉], A. I. Evstigneev, E. A. Dmitriev, A. N. Namokonov,
A. A. Evstigneeva, D. V. Chernyshova

Кomsomolsk-on-Amur State University (27 Lenina Ave., Khabarovsk Territory, Komsomolsk-on-Amur 681013, Russian Federation)

[✉ diss@knastu.ru](mailto:diss@knastu.ru)

Abstract. The task of the present theoretical investigation was to determine the external factors at which a spherical shell mold will not fail due to temperature stresses occurring in it. The problem is formulated for determining the stress-strain state of the spherical shell mold formed in the support filler at cooling of solidifying spherical steel casting. The investigated axisymmetric rotational body has four zones: liquid metal, solid metal, shell mold, and support filler. To solve the problem, the equation of linear elasticity, the equation of heat capacity and a well-proven numerical method

were used according to which the investigated zone is partitioned into elements by a system of orthogonal surfaces. For each element, a formulated system of equations is written in difference form, taking into account axial symmetry through the values of stresses and displacements along the element edges and the lengths of the ribs' arcs that limit its volume. The heat conduction equation is written in difference form for construction of a heat balance for an arbitrary orthogonal element, including both average temperature of the element and temperatures of the elements surrounding its volume. The authors found the solution of the difference analogue of heat equation by the "sweep" method according to the compiled iterative scheme. A difference analogue of the formulated system of differential equations of the linear theory of elasticity has the form of an algebraic system of equations. The algorithm for convolution of this system allows one to significantly reduce its rank. A general numerical scheme and algorithm for solving the problem are presented. The result of the solution is the magnitude of stresses, displacements on average along the edges of each element and average temperature in the element.

Keywords: investment casting, shell mold, stressed state, modeling, crack resistance

Acknowledgements: The research was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 24-29-00214, <https://rscf.ru/project/24-29-00214/>.

For citation: Odnokov V.I., Evstigneev A.I., Dmitriev E.A., Namokonov A.N., Evstigneeva A.A., Chernyshova D.V. Stress-strain state of ceramic shell mold during formation of spherical steel casting in it. Part 1. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):211–218. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-211-218>

ВВЕДЕНИЕ

Проведены аналитические [1; 2] и теоретические исследования [3 – 5] по трещиностойкости керамической оболочковой формы (КОФ) после заливки в нее жидкого металла и охлаждения затвердевающей отливки. Исследовалась оболочковая форма (ОФ) в форме стакана, ограниченная сферической и цилиндрической поверхностями. Установлено, что наиболее опасным напряжением, возникающим при охлаждении в ОФ жидкого металла, являются растягивающие нормальные напряжения на наружной поверхности формы, примыкающей к опорному наполнителю (ОН). Найдены оптимальные внешние силовые и температурные воздействия на ОФ, гарантирующие ее стойкость при получении в ней стальной отливки. Кроме того, изучены и предложены новые морфологические структуры ОФ, выдерживающие термические напряжения охлаждающихся в них отливок.

Проведено множество теоретических и экспериментальных исследований по установлению особенностей напряженно-деформированного состояния (НДС) керамической оболочковой формы и получаемых отливок в литье по выплавляемым моделям (ЛВМ) по влиянию на НДС материалов выплавляемых моделей [6; 7], формы и геометрии КОФ [8; 9], толщины стенки формы [10; 11], материала формы [12; 13], геометрии отливок [14 – 16], методов испытаний формы на прочность и пр. [17; 18].

Математическое моделирование таких процессов также представлено в других работах (в частности, методы моделирования [19], методы исследований [20 – 22], исследования с использованием численного моделирования [23 – 25], специальных математических моделей [26 – 28] и программных средств [29; 30]).

Как показали дальнейшие теоретические исследования, на стойкость ОФ большое влияние оказывает их форма, органически связанная с геометрией формирующейся в ней отливки.

Однако работ, в которых рассматриваются процессы моделирования трещиностойкости КОФ в зависимости от количественных и качественных показателей ее НДС при формировании в ней стальной отливки в виде сферы (шара), практически нет. Именно этому процессу посвящена настоящая работа.

Приведено теоретическое исследование получения стальной отливки в ОФ в виде шара. В технике наблюдается огромное многообразие номенклатуры деталей, изготавливаемых в виде шаровой и сферической форм. К ним относятся, в первую очередь, шаровые опоры, которые являются основными узлами в машиностроении и робототехнике.

Первые теоретические результаты рассматриваемого технологического процесса опубликованы в работе [31], где наглядно показано, что НДС в ОФ коренным образом отличается от НДС в цилиндрической ОФ при получении стальной отливки. Однако в работе [31] не рассмотрена математическая модель процесса.

В настоящей работе показано, что качественные заготовки под шаровые опоры можно получать с помощью литья, что намного дешевле, чем обработкой металлов давлением.

ИНЖЕНЕРНАЯ ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Жидкая сталь разливается в сферическую форму, в которой кристаллизуется путем отвода тепла от стенок ОФ через ОН (рис. 1, а). Сферическая ОФ может быть монолитной или состоять из ряда слоев [1]. При этом каждый слой ОФ может иметь свои физико-механические характеристики. При охлаждении стали в ОФ, вследствие большого температурного градиента, в стенке возникают температурные напряжения, которые при определенных внешних воздействиях могут привести к ее разрушению, а значит, и к браку получаемой стальной отливки. Таким образом, задачей настоящего теоретического исследования является определение внешних факторов, при которых сферическая ОФ не будет разрушаться от возникающих в ней температурных напряжений.

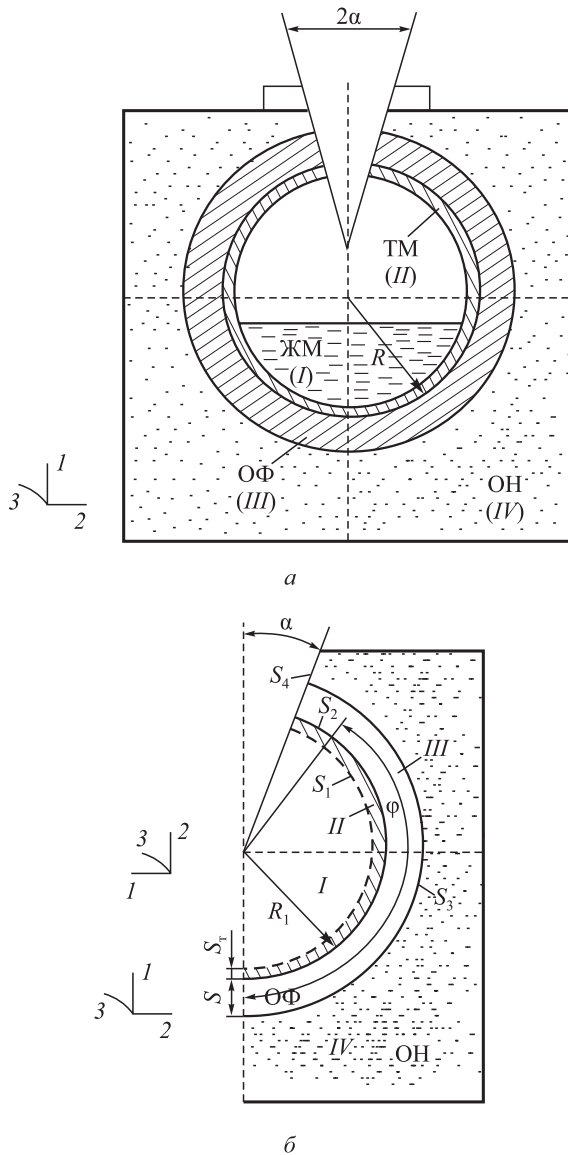


Рис. 1. Общая (а) и расчетная (б) схемы шарообразной ОФ, заформованной в опорный наполнитель и залитой жидким металлом с учетом осевой симметрии:

ЖМ – жидкий металл (область I); ТМ – твердый металл (область II); ОФ – оболочковая форма (область III);

ОН – опорный наполнитель (область IV); S_1 – внутренняя поверхность контакта жидкого и затвердевшего металла;

S_2 – внутренняя поверхность контакта затвердевшего металла и оболочковой формы; S_3 – внешняя поверхность оболочковой формы; S_4 – свободная поверхность торца литниковой чаши ОФ;

R – радиус шарообразной отливки; S – толщина оболочковой формы; S_t – толщина корочки затвердевшего металла; α – угол наклона литниковой воронки; φ – угол охвата поверхности оболочковой формы опорным наполнителем

Fig. 1. General (a) and calculation (b) diagrams of a spherical shell mold (SM) molded in support filler and poured with liquid metal in accordance with the axial symmetry:

ЖМ – liquid metal (area I); ТМ – solid metal (area II); ОФ – shell mold (area III); ОН – support filler (area IV); S_1 – inner contact surface of liquid and solidified metal; S_2 – inner contact surface of solidified metal and shell mold; S_3 – outer surface of the shell mold;

S_4 – free surface of the end face of casting cup; R – radius of the spherical casting; S – thickness of shell mold; S_t – thickness of solidified metal crust; α – slope angle of casting cup; φ – angle of enclosing surface of shell mold with a support filler

МАТЕМАТИЧЕСКАЯ ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Рассматривается осесимметричное тело вращения. Деформируемый материал считается изотропным. Движение принимали медленным.

Имеем четырехкомпонентную систему (рис. 1, б). Деформируемой средой является затвердевший металл (область II) и форма (область III) – изотропные материалы. Процесс нестационарный. Используя теорию упругости и Эйлерову систему координат, запишем для каждой из областей систему уравнений:

– для области I:

$$\begin{aligned}\sigma_{11} &= \sigma_{22} = \sigma_{33} = \sigma = P; \\ P &= \gamma h; \quad \theta = \alpha_1 \Delta \theta;\end{aligned}\quad (1)$$

– для областей II, III:

$$\begin{cases} \sigma_{ij} = 0, \quad i, j = 1, 2, 3; \\ \sigma_{ij} - \sigma \delta_{ij} = 2G_p \varepsilon_{ij}^*; \quad \varepsilon_{ij}^* = \varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \varepsilon \delta_{ij}; \quad \varepsilon = \varepsilon_{ii}; \\ \varepsilon_{ii} = 3k_p \sigma + 3\alpha_p (\theta - \theta_p^*); \quad \varepsilon_{ij} = 0, \quad 5(U_{ij} + U_{ji}); \\ C_p \gamma \frac{\partial \theta}{\partial \tau} = \text{div}(\lambda \text{grad} \theta); \end{cases}\quad (2)$$

здесь σ_{ij} – компоненты тензора напряжений; σ – гидростатическое напряжение; ε_{ij} – компоненты тензора упругих деформаций; h – высота столба жидкого металла; $k_p = \frac{1-2\mu}{E}$ – коэффициент объемного сжатия; μ – коэффициент Пуассона; E – модуль Юнга; G_p – модуль сдвига в среде области p (II, III); α_p – коэффициент линейного расширения; α_1 – коэффициент температуропроводности в области I; τ – время; θ – температура; C_p – удельная теплоемкость в области p ; γ – плотность; θ_p^* – начальная температура в области p ; $\lambda = \lambda(\theta)$ – теплопроводность;

$\sigma_{ij,j} = \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j}$; $u_{i,j} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j}$; используется суммирование по повторяющимся индексам.

В соответствии с осевой симметрией рассмотрим меридианное сечение (рис. 1, б).

При условии $\theta_m \leq \theta_k$ (θ_m и θ_k – температуры металла и кристаллизации) в процессе охлаждения жидкого металла его температура определяется толщиной затвердевшего слоя Δ_l из решения уравнения межфазового перехода [5].

Начальные условия задачи:

$\Delta_l|_{\tau=0} = 0$ – отсутствие твердой фазы металла;

$\theta_{l,\tau=0}^* = 0 = \theta_m^*$ – температура разливаемого жидкого металла;

$\theta_{III,\tau=0}^* = \theta^*$ – начальная температура формы.

Граничные условия задачи (рис. 1, б):

– на оси симметрии: $U_2 = 0$; $\sigma_{21} = 0$; $q_n = 0$;

– на поверхностях S_1, S_3, S_4

$$\begin{aligned}\sigma_{11}|_{S_1} &= -P; \quad \sigma_{12}|_{S_1} = 0; \quad U_1|_{S_3} = 0; \quad \sigma_{22}|_{S_4} = 0; \\ \sigma_{12}|_{S_3} &= -\psi \frac{U_{ck}}{U^*} \cos(n_1 x_1); \quad \theta|_{S_3} = \theta^*; \end{aligned} \quad (3)$$

здесь U_{ck} – скопление материала формы относительно песка; U^* – нормирующее перемещение; ψ – параметр, характеризующий условия трения между формой и опорным наполнителем.

Для решения системы (2) использовался численный метод [32]. Согласно этому методу область деформирования разбивается на конечное число ортогональных криволинейных элементов (рис. 2, а).

При осевой симметрии имеем $\sigma_{31} = \sigma_{32} = 0$; $\sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$; $U_3 = 0$.

В соответствии с работой [32], уравнения (2) и значения ε_{ii} с учетом осевой симметрии запишутся:

$$\begin{aligned}S_{13}\Delta S_{12}(\sigma_{11} - \sigma_{22}) + S_{12}S_{13}(\sigma_{11} - \sigma_{33}) + \\ + 0,5\Delta\sigma_{11}S_{12}S_{13} + 0,5\Delta\sigma_{12}S_{21}S_{23} + \\ + (S_{21}\Delta S_{23} + 2S_{23}\Delta S_{21})\sigma_{21} = 0; \\ S_{21}\Delta S_{23}(\sigma_{22} - \sigma_{33}) + S_{23}S_{21}(\sigma_{22} - \sigma_{11}) + \\ + 0,5\Delta\sigma_{22}S_{23}S_{21} + 0,5\Delta\sigma_{21}S_{12}S_{13} + \\ + (S_{12}\Delta S_{13} + 2S_{13}\Delta S_{12})\sigma_{21} = 0; \end{aligned} \quad (4)$$

$$\begin{aligned}\sigma_{11} - \sigma_{22} &= 2G_p(\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22}); \\ \sigma_{22} - \sigma_{33} &= 2G_p(\varepsilon_{22} - \varepsilon_{33}); \end{aligned} \quad (5)$$

$$\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} = 3k_p\sigma + 3\alpha_p(\theta - \theta_p^*); \quad (6)$$

$$\begin{aligned}\varepsilon_{11} &= \frac{2\Delta U_1}{S_{21}} + \frac{2U_2}{S_{21}} \frac{\Delta S_{21}}{S_{12}}; \quad \varepsilon_{22} = \frac{2\Delta U_2}{S_{32}} + \frac{2U_1}{S_{12}} \frac{\Delta S_{12}}{S_{21}}; \\ \varepsilon_{33} &= \frac{2U_1}{S_{13}} \frac{\Delta S_{13}}{S_{31}} + \frac{2U_2}{S_{23}} \frac{\Delta S_{23}}{S_{32}}; \end{aligned} \quad (7)$$

здесь $U_i = U_i^1 + U_i^2$, $\Delta U_i = U_i^2 - U_i^1$, ($i = 1, 2$); $S_{ij} = S_{ij}^1 + S_{ij}^2$; $\Delta S_{ij} = S_{ij}^2 - S_{ij}^1$.

Принятая символика описана в работах [1; 7].

Уравнения (4) – (7) записаны с учетом того, что $\frac{\partial U_1}{\partial x_3} = 0$, $\frac{\partial \sigma_{3i}}{\partial x_3} = 0$; $i = 1, 2, 3$; для тел вращения имеет

место $\Delta S_{31} = 0$; $\Delta S_{32} = 0$; $\frac{\Delta U_1}{S_3} = 0$; $\frac{\Delta U_2}{S_3} = 0$; $U_3 = 0$;

на поверхности $x_1 x_3$: $S_2^+ - S_2^- = 0$; на поверхности $x_2 x_3$: $S_1^+ - S_1^- = 0$; сдвиговые значения ε_{ij} ($i \neq j$) запишутся для узла (0) (рис. 2, з) в виде

$$\begin{aligned}\varepsilon_{12}^0 &= \frac{2\Delta \bar{U}_2}{S_1} - 0,5\bar{U}_2 \frac{S_2^+ - S_2^-}{S_1 S_2} + \\ &+ \frac{2\Delta \bar{U}_1}{S_2} - 0,5\bar{U}_1 \frac{S_1^+ - S_1^-}{S_1 S_2}, \end{aligned} \quad (8)$$

где $S_i = S_i^1 + S_i^2$; $\Delta \bar{U}_i = \bar{U}_i^2 - \bar{U}_i^1$; $S_i^+ = S_i^{1+} + S_i^{2+}$; $S_i^- = S_i^{1-} + S_i^{2-}$; $\bar{U}_i$ – среднее от значения U_i по граням элемента.

В работе [32] доказано, что разностный аналог системы (4) – (6) с учетом уравнения (7) при наличии начальных и граничных условий является определенным. Размерность системы (4) – (6) значительно сокращается при осуществлении следующих операций.

1. Разности $(\sigma_{ij} - \sigma_{jj})$ в уравнениях (4) выражаются через формулу (5).

2. Уравнение сохранения массы переписывается в рекуррентной форме с учетом выражений (7) в виде $U_1^2 = U_1^1 + [A]$; здесь $[A]$ – оператор, не содержащий U_1^2 ; направление обхода области по x_1 ($\rightarrow$), по x_2 ($\uparrow$).

3. Определяются сдвиговые выражения ε_{ij} ($i \neq j$) по внутренним узлам сетки в соответствии с формулами (8); $i = 1, j = 2$.

4. Определяются значения σ_{ij} ($i \neq j$) по внутренним узлам сетки из уравнений состояния $\sigma_{12}^0 = G_p^0 \varepsilon_{12}^0$.

5. Определяются величины σ_{ij} по внешним узлам сетки из граничных условий, а на контактных поверхностях – из закона трения.

6. Определяются σ_{ij} по граням элементов как средние от значений σ_{ij} в узлах граней.

7. Первое уравнение (4) переписывается в рекуррентном виде $\sigma_{11}^1 = \sigma_{11}^2 + [B]$; здесь $[B]$ – оператор, не содержащий σ_{11}^1 ; направление обхода области по x_1 ($\leftarrow$), по x_2 ($\downarrow$).

8. Из системы уравнений (второе уравнение в системе (4) и уравнение $\sigma_{22} - \sigma_{11} = 2\lambda(\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22})$) определяются значения σ_{22}^1 и σ_{22}^2 для элемента, составляются уравнения вида $F_3 = (\sigma_{22}^2)_J - (\sigma_{22}^1)_{J+1} = 0$ для внутренних граней (где J – индекс элемента по координате x_2).

Таким образом, если считать независимыми переменными $X = \{U_2, U_1|_{x_1=0}, \sigma_{11}|_{x_1} = x_1^*\}$, то по последовательности (1) – (7) можно определить зависимые переменные через X (x_1^* – конечное значение координаты x по криволинейной области).

Эквивалентная система уравнений имеет вид

$$\begin{aligned}F_1 &= (U_1^2 - U_1^*)|_{x_1=x_1^*} = 0; \\ F_2 &= (\sigma_{11}^1 - \sigma_{11}^*)|_{x_1=0} = 0; \\ F_3 &= 0; \end{aligned} \quad (9)$$

здесь U_1^* – известные из граничных условий перемещения U_1 на границе области ($x_1 = x_1^*$); σ_{11}^* – известные из граничных условий напряжения σ_{11} на границе области ($x_1 = 0$).

Уравнений $F_1 = 0$ столько, сколько неизвестных $\sigma_{11}|_{x_1=x_1^*}$, а уравнений $F_2 = 0$ столько, сколько неизвестных $U_1|_{x_1=0}$.

Коэффициенты и свободные члены новой эквивалентной системы уравнений (9) можно найти с помощью следующей процедуры.

Пусть эквивалентная система уравнений имеет вид

$$\bar{F}_i = \alpha_{ij} x_j + b_i = 0; \quad i, j = 1, \dots, n. \quad (10)$$

Если считать, что все неизвестные равны нулю ($x_i = 0$, $i = 1, \dots, n$), то по вышеприведенной последовательности (1) – (7) и расчете $\bar{F}_i$ по формулам (9) найдем свободные члены новой системы (10):

$$\bar{F}_i^0 = b_i; i = 1, \dots, n.$$

Далее находим коэффициенты a_{ij} . Для этого считаем $x_k = 1, x_i = 0$ ($i \neq k; i = 1, \dots, n$). По указанной выше последовательности находим значение $\bar{F}_i^k$ и a_{ik} по следующей формуле:

$$a_{ik} = F_i^k - F_i^0, i = 1, \dots, n.$$

Таким образом, определяется вся матрица a_{ik} новой эквивалентной системы, которая решается по стандартной программе. Размерность эквивалентной системы сокращается примерно в 10 раз по сравнению с исходной.

Для решения уравнения теплопроводности используется численный метод [1; 32]. В соответствии с рассматриваемым методом для каждого внутреннего k -го элемента (рис. 2, а) записывается из теплового баланса система теплопроводности в разностном виде с учетом

осевой симметрии и строится итерационная процедура, которая с учетом того, что тепловой поток по x_3 равен нулю, представляется итерационной формулой:

$$\begin{aligned} \theta_k &= \frac{\theta_k^* + t_{12}\theta_1^+ + t_{11}\theta_1^- + t_{22}\theta_2^+ + t_{21}\theta_2^-}{1 + t_{12} + t_{11} + t_{22} + t_{21}}; \\ t_{12} &= \frac{2(\lambda_k + \lambda_1^+)}{S_{21} + S_{21}^+} F_1^2 \frac{\Delta\tau}{C_k \gamma_k V_k}; \\ t_{11} &= \frac{2(\lambda_k + \lambda_1^-)}{S_{21} + S_{21}^-} F_1^1 \frac{\Delta\tau}{C_k \gamma_k V_k}; \\ t_{22} &= \frac{2(\lambda_k + \lambda_2^+)}{S_{12} + S_{12}^+} F_2^2 \frac{\Delta\tau}{C_k \gamma_k V_k}; \\ t_{21} &= \frac{2(\lambda_k + \lambda_2^-)}{S_{12} + S_{12}^-} F_2^1 \frac{\Delta\tau}{C_k \gamma_k V_k}; \\ F_i^j &= S_{ik}^j S_{ip}^j; i \neq k \neq p; i, k, p = 1, 2, 3; j = 1, 2; \\ V_k &= \frac{S_{13} S_{12} (S_{21} + S_{31})}{16}; \end{aligned} \quad (11)$$

здесь θ_k^* – средняя температура в k -ом элементе в начале временного шага $\Delta\tau$; $\lambda_k, \theta_k, C_k, \gamma_k$ – средние теплопро-

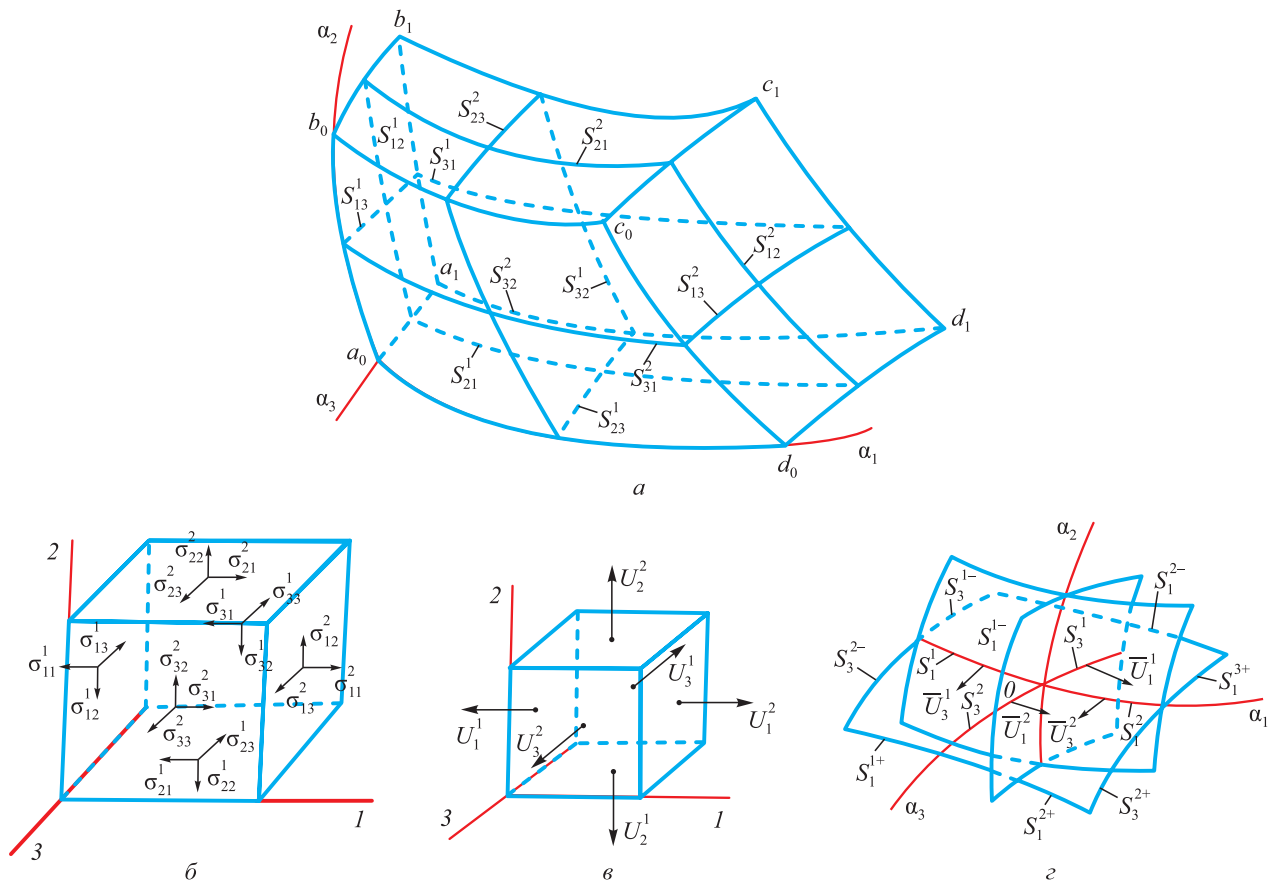


Рис. 2. Область деформирования:

а – схема разбивки на элементы; б – распределение напряжений; в, г – распределение перемещений по граням элемента

Fig. 2. Deformation zone:

а – scheme of breakdown into elements; б – distribution of stresses; в, г – distribution of displacements along the element edges

водность, температура, теплоемкость и плотность в k -ом элементе в конце временного шага $\Delta\tau$; λ_i^- , θ_i^- и λ_i^+ , θ_i^+ , ($i = 1, 2$) – теплопроводность и температура в элементе, следующим за элементом k по координате x_i в отрицательном и положительном направлениях x_i ; $S_{21}^- = S_{21}^{1-} + S_{21}^{2-}$; $S_{21}^+ = S_{21}^{1+} + S_{22}^{2+}$; S_{ij}^{1+} ($i \neq j$; $i, j = 1, 2$) и S_{ij}^{1-} – длина дуги S_{ij}^1 элемента, следующим за элементом k в положительном и отрицательном направлениях по координате x_j .

В работе [32] доказывается сходимость итерационной процедуры (11).

АЛГОРИТМ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧИ

1. Время охлаждения τ^* разбивается на конечное число шагов: $\tau^* = \sum \Delta\tau_n$; здесь n – номер временного шага.

2. Исследуемая область разбивается на конечное число ортогональных элементов.

3. Задаются начальные и граничные условия по элементам, образующих рассматриваемую область, и константы физико-механических свойств материалов.

4. Вычисляются длины дуг элементов S_{ik}^j ($i, k = 1, 2$; $i \neq k$; $j = 1, 2$).

5. Определяется поле температур на временном шаге $\Delta\tau_n$ численным решением уравнения теплопроводности с использованием итерационной формулы (11) при наличии начальных и граничных условий на рассматриваемом временном шаге.

6. Если температура в области I у поверхности S_2 $\theta|_{S_2} \leq \theta_k$, то вычисляется толщина Δl закристаллизовавшейся корочки [5]. Если $\theta|_{S_2} > \theta_k$, то выполняется следующая операция.

7. Решается система уравнений (2) с учетом разностных аналогов (4) – (7) и разработанной методики [1; 32], описанной выше. Определяются поля напряжений σ_{ij} и перемещений U_i ($i, j = 1, 2$).

8. Проводится шаг по времени; если $\sum \Delta\tau_n < \tau^*$, то выполняется операция 4; если $\sum \Delta\tau_n = \tau^*$ – процесс вычисления закончен.

При решении температурной задачи использовали граничные условия первого рода (3). Для определения $\theta_m(\tau)$ и $\theta^*(\tau)$ воспользуемся экспериментальными данными работы [1]. Аппроксимируя эти величины, получим следующее:

$$\theta_m = 1550 - 1,666\tau - \frac{\tau(60 - \tau)}{10 + \tau^2};$$

$$\theta \leq \tau \leq 60 \text{ с};$$

$$\theta^* = 20 + 17,3\sqrt{\tau};$$

здесь τ – время охлаждения, с.

Время τ не превышает 60 с, так как при $\tau \geq 60$ с напряжения в ОФ падают и не представляют опасности ее разрушения.

Разработана математическая модель по определению НДС и температуры в ОФ при охлаждении в ней сферической отливки, с использованием которой проведено численное решение задачи по моделированию трещиностойкости сферической ОФ.

Выводы

Предпринята первая теоретическая попытка по формулированию и решению задачи определения внешних факторов, при которых сферическая оболочковая форма не будет разрушаться от возникающих в ней температурных напряжений.

На основе основополагающих уравнений теории упругости и численных методов разработаны численная схема и алгоритм решения задачи.

Предложенная методика моделирования стойкости сферической оболочки к трещинообразованию может быть рекомендована для моделирования на других функциональных оболочках.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

- Одинокое В.И., Дмитриев Э.А., Евстигнеев А.И., Свиридов А.В. Математическое моделирование процессов получения отливок в керамические оболочковые формы. Москва: Инновационное машиностроение; 2020:224.
- Евстигнеев А.И., Одинокое В.И., Дмитриев Э.А., Свиридов А.В., Иванкова Е.П. Влияние внешнего теплового воздействия на напряженное состояние оболочковых форм по выплавляемым моделям. *Математическое моделирование*. 2021;33(1):63–76. <https://doi.org/10.20948/mm-2021-01-05>
Evstigneev A.I., Odinokov V.I., Dmitriev E.A., Sviridov A.V., Ivankova E.P. The influence of external heat exposure on the stress state of shell forms by smelting models. *Matematicheskoe modelirovanie*. 2021;33(1):63–76. (In Russ.). <https://doi.org/10.20948/mm-2021-01-05>
- Одинокое В.И., Дмитриев Э.А., Евстигнеев А.И. и др. Моделирование и оптимизация выбора свойств материалов и структур оболочковых форм по выплавляемым моделям. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2020;63(9):742–754. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-9-742-754>
Odinokov V.I., Dmitriev E.A., Evstigneev A.I., Sviridov A.V., Ivankova E.P. Choice of materials properties and of shell molds structure by investment models. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2020;63(9):742–754. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-9-742-754>
- Одинокое В.И., Дмитриев Э.А., Евстигнеев А.И., Чернышова Д.В., Евстигнеева А.А. Влияние опорного наполнителя и структуры оболочковой формы на ее трещиностойкость. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2022;65(4):285–293. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-4-285-293>
Odinokov V.I., Evstigneev A.I., Dmitriev E.A., Chernyshova D.V., Evstigneeva A.A. Influence of support filler and structure of shell mold on its crack resistance. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2022;65(4):285–293. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-4-285-293>

5. Евстигнеев А.И., Дмитриев Э.А., Чернышева Д.В., Одинок В.И., Евстигнеева А.А., Иванкова Е.П. Моделирование внешнего силового воздействия на стойкость оболочковой формы при заливке в нее стали. *Математическое моделирование*. 2022;34(5):61–72. <https://doi.org/10.20948/mm-2022-05-04>
Evstigneev A.I., Dmitriev E.A., Chernysheva D.V., Odinokov V.I., Evstigneeva A.A., Ivankova E.P. Modeling of external force action on a shell mold for pouring steel. *Matematicheskoe modelirovanie*. 2022;34(5):61–72. (In Russ.). <https://doi.org/10.20948/mm-2022-05-04>
6. Bansode S.N., Phalle V.M., Mantha S.S. Optimization of process parameters to improve dimensional accuracy of investment casting using Taguchi approach. *Advances in Mechanical Engineering*. 2019;11(4):1–12. <https://doi.org/10.1177/1687814019841460>
7. Mittal Y.G., Kamble P., Gote G., Patil Y., Patel A. K., Bernard A., Karunakaran K.P. Mathematical modelling of pattern sublimation in rapid ice investment casting. *International Journal of Metalcasting*. 2022;16(2):1002–1009. <http://dx.doi.org/10.1007/s40962-021-00665-w>
8. Kanyo J.E., Schafföner S., Uwanyuze R.S., Leary K.S. An overview of ceramic molds for investment casting of nickel superalloys. *Journal of the European Ceramic Society*. 2020;40(15):4955–4973. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.07.013>
9. Rafique M.M.A., Iqbal J. Modeling and simulation of heat transfer phenomena during investment casting. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2009;52(7–8):2132–2139. <http://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2008.11.007>
10. Singh R. Mathematical modeling for surface hardness in investment casting applications. *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2012;26:3625–3629. <http://dx.doi.org/10.1007/s12206-012-0854-0>
11. Jafari H., Idris M. H., Ourdjini A. Effect of thickness and permeability of ceramic shell mould on in situ melted AZ91D investment casting. *Applied Mechanics and Materials*. 2014;465–466:1087–1092. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.465-466.1087>
12. Bansode S.N., Phalle V.M., Mantha S. Taguchi approach for optimization of parameters that reduce dimensional variation in investment casting. *Archives of Foundry Engineering*. 2019;19(1):5–12. <https://dx.doi.org/10.24425/afe.2018.125183>
13. Pattnaik S., Karunakar D.B., Jha P.K. Developments in investment casting process – A review. *Journal of Materials Processing Technology*. 2012;212(11):2332–2348. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.06.003>
14. Zhang J., Li K.W., Ye H.W., Zhang D.Q., Wu P.W. Numerical simulation of solidification process for impeller investment casting. *Applied Mechanics and Materials*. 2011;80–81:961–964. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.80-81.961>
15. Dong Y.W., Li X.L., Zhao Q., Jun Y., Dao M. Modeling of shrinkage during investment casting of thin walled hollow turbine blades. *Journal of Materials Processing Technology*. 2017;244:190–203. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.01.005>
16. Rakoczy Ł., Cygan R. Analysis of temperature distribution in shell mould during thinwall superalloy casting and its effect on the resultant microstructure. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*. 2018;18(4):1441–1450. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2018.05.008>
17. Yameng W., Zhigang L. The design of testing methods for strength of ceramic shell mold in investment casting. *Proceedings of the Asia-Pacific Conf. on Intelligent Medical 2018 & Int. Conf. on Transportation and Traffic Engineering*. 2018;336–341. <https://doi.org/10.1145/3321619.3321686>
18. Kolczyk J., Zych J. High temperature strength of ceramic moulds applied in the investment casting method. *Archives of Foundry Engineering*. 2011;11(3):121–124.
19. Anglada E., Meléndez A., Maestro L., Domínguez I. Finite element model correlation of an investment casting process. *Materials Science Forum*. 2014;797:105–110. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.797.105>
20. Liu C., Sun J., Lai X., He B., Li F. Influence of complex structure on the shrinkage of part in investment casting process. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2015;77:1191–1203. <https://doi.org/10.1007/s00170-014-6523-y>
21. Liu C., Wang F., Jin S., Li F., Lai X. Permafrost analysis methodology (PAM) for ceramic shell deformation in the firing process. *International Journal of Metalcasting*. 2019;13(4):953–968. <http://dx.doi.org/10.1007/s40962-019-00317-0>
22. Everhart W.A., Lekakh S.N., Richards V., Chen J., Li H., Chandrashekhara K. Corner strength of investment casting shells. *International Journal of Metalcasting*. 2013;7:21–27. <https://doi.org/10.1007/BF03355541>
23. Sabau A.S. Numerical simulation of the investment casting process. *Transactions of American Foundry Society*. 2005;113:407–417.
24. Zheng K., Lin Y., Chen W., Liu L. Numerical simulation and optimization of casting process of copper alloy water-meter shell. *Advances in Mechanical Engineering*. 2020;12(5):1–12. <http://dx.doi.org/10.1177/1687814020923450>
25. Manzari M.T., Gethin D.T., Lewis R.W. Optimisation of heat transfer between casting and mould. *International Journal of Cast Metals Research*. 2000;13(4):199–206. <https://doi.org/10.1080/13640461.2000.11819402>
26. Rafique M.M.A., Shah U. Modeling and simulation of heat transfer phenomenon related to mold heating during investment casting. *Engineering*. 2020;12(5):291–314. <http://dx.doi.org/10.4236/eng.2020.125024>
27. Dong Y., Bu K., Zhang D. Numerical simulation of displacement field of solidification process for investment casting. In: *2008 Asia Simulation Conf. – 7th Int. Conf. on System Simulation and Scientific Computing*. 2008:715–720. <https://doi.org/10.1109/asc-icsc.2008.4675453>
28. Upadhya G.K., Das S., Chandra U., Paul A.J. Modelling the investment casting process: a novel approach for view factor calculations and defect prediction. *Applied Mathematical Modelling*. 1995;19(6):354–362. [https://doi.org/10.1016/0307-904X\(95\)90001-0](https://doi.org/10.1016/0307-904X(95)90001-0)
29. Khan M.A.A., Sheikh A.K. Simulation tools in enhancing metal casting productivity and quality: A review. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. 2016;230(10):1799–1817. <https://doi.org/10.1177/0954405416640183>
30. Banerjee S., Sutradhar G. Analysis of casting defects in investment casting by simulation. *Advances in Materials, Mechanical and Industrial Engineering: Selected Contributions from the First Int. Conf. on Mechanical Engineering, Jadavpur University, Kolkata, India*. Springer International

Publishing. 2019:247–271.

http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-96968-8_12

31. Евстигнеев А.И., Одинокое В.И., Дмитриев Э.А., Чернышова Д.В., Евстигнеева А.А., Иванкова Е.П. О трещиностойкости керамической оболочковой формы по выплавляемым моделям при затвердевании в ней шарообразной стальной отливки. *Литейное производство*. 2022;(9):17–21.

Evstigneev A.I., Odinokov V.I., Dmitriev E.A., Chernyshova D.V., Evstigneeva A.A., Ivankova E.P. On the crack resistance of a ceramic shell mold according to smelted models when a spherical steel casting solidifies in it. *Liteinoe proizvodstvo*. 2022;(9):17–21. (In Russ.).

32. Одинокое В.И., Каплунов Б.Г., Песков А.В., Баков А.В. Математическое моделирование сложных технологических процессов. Москва: Наука; 2008:178.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Валерий Иванович Одинокое, д.т.н., профессор, главный научный сотрудник Управления научно-исследовательской деятельностью, Комсомольский-на-Амуре государственный университет
ORCID: 0000-0003-0200-1675
E-mail: 79122718858@yandex.ru

Valerii I. Odinokov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Chief Researcher of the Department of Research Activities, Komsomolsk-on-Amur State University
ORCID: 0000-0003-0200-1675
E-mail: 79122718858@yandex.ru

Алексей Иванович Евстигнеев, д.т.н., профессор, главный научный сотрудник Управления научно-исследовательской деятельностью, Комсомольский-на-Амуре государственный университет
ORCID: 0000-0002-9594-4068
E-mail: diss@knastu.ru

Aleksei I. Evstigneev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Chief Researcher of the Department of Research Activities, Komsomolsk-on-Amur State University
ORCID: 0000-0002-9594-4068
E-mail: diss@knastu.ru

Эдуард Анатольевич Дмитриев, д.т.н., доцент, ректор, Комсомольский-на-Амуре государственный университет
ORCID: 0000-0001-8023-316X
E-mail: rector@knastu.ru

Eduard A. Dmitriev, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Rector, Komsomolsk-on-Amur State University
ORCID: 0000-0001-8023-316X
E-mail: rector@knastu.ru

Александр Николаевич Намоконов, аспирант, Комсомольский-на-Амуре государственный университет
ORCID: 0009-0003-9269-7713
E-mail: namokonovsasha@mail.ru

Aleksandr N. Namokonov, Postgraduate, Komsomolsk-on-Amur State University
ORCID: 0009-0003-9269-7713
E-mail: namokonovsasha@mail.ru

Анна Алексеевна Евстигнеева, студент кафедры «Прикладная математика», Комсомольский-на-Амуре государственный университет
ORCID: 0000-0003-0667-2468
E-mail: annka.ewstic@mail.ru

Anna A. Evstigneeva, Student of the Chair "Applied Mathematics", Komsomolsk-on-Amur State University
ORCID: 0000-0003-0667-2468
E-mail: annka.ewstic@mail.ru

Дарья Витальевна Чернышова, аспирант кафедры «Авиационное», Комсомольский-на-Амуре государственный университет
ORCID: 0000-0001-5142-2455
E-mail: daracernysova744@gmail.com

Dar'ya V. Chernyshova, Postgraduate of the Chair of Aircraft Engineering, Komsomolsk-on-Amur State University
ORCID: 0000-0001-5142-2455
E-mail: daracernysova744@gmail.com

Вклад авторов

Contribution of the Authors

В. И. Одинокое – научное руководство, анализ результатов исследований, редактирование и корректировка финальной версии статьи.

V. I. Odinokov – scientific guidance, analysis of research results, editing and correction of the article final version.

А. И. Евстигнеев – формирование концепции статьи, определение цели и задачи исследования, анализ результатов исследования, подготовка текста.

A. I. Evstigneev – formation of the article concept, definition of the purpose and objectives of the study, analysis of research results, writing the text.

Э. А. Дмитриев – проведение расчетов и их анализ, подготовка и корректировка текста.

E. A. Dmitriev – conducting calculations and their analysis, writing and correction of the text.

А. Н. Намоконов – проведение расчетов, подготовка библиографического списка, обработка графического материала.

A. N. Namokonov – conducting calculations, preparation of references, processing of graphic material.

А. А. Евстигнеева – проведение расчетов, подготовка текстового и графического материала.

A. A. Evstigneeva – conducting calculations, preparation of the text and graphic material.

Д. В. Чернышова – обработка расчетных результатов, подготовка графического материала.

D. V. Chernyshova – processing of calculated results, preparation of graphic material.

Поступила в редакцию 19.01.2024
После доработки 25.01.2024
Принята к публикации 01.02.2024

Received 19.01.2024
Revised 25.01.2024
Accepted 01.02.2024

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 620.193:546.65

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-219-228



Оригинальная статья

Original article

ПОВЫШЕНИЕ КОРРОЗИОННЫХ СВОЙСТВ ДУПЛЕКСНОЙ СТАЛИ С ПОМОЩЬЮ МОДИФИЦИРОВАНИЯ РЗМ

В. С. Карасев¹, Г. Е. Коджаспиров¹, А. С. Федоров¹,
А. А. Альхименко¹, А. И. Житенев²

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (Россия, 195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29)

² ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (Россия, 398040, Липецк, пл. Металлургов, 2)

✉ karasev_vs@spbstu.ru

Аннотация. Дуплексные коррозионностойкие стали – это современный класс материалов, обладающих уникальным сочетанием высоких коррозионных и механических свойств. Благодаря этому они могут получить широкое применение в деталях машин и агрегатов на месторождениях с агрессивными условиями добычи нефти и газа. Одним из недостатков этих материалов является их склонность к локальным коррозионным поражениям, при прочих равных условиях формирующихся на неметаллических включениях (НВ), которые образуются при выплавке и разливке. Для управления чистотой стали в условиях открытой индукционной выплавки эффективно применять модифицирование редкоземельными металлами (РЗМ). Поэтому целью настоящей работы являлось определение оптимального содержания РЗМ в дуплексной стали для повышения коррозионных свойств. Проведено термодинамическое моделирование образования НВ в дуплексной коррозионностойкой стали S32750. Результаты расчетов сопоставлены с экспериментальными данными. Показано, что существует оптимальная концентрация РЗМ, при которой загрязненность включениями минимальна из-за благоприятных условий для их удаления, а при дальнейшем увеличении расхода повышается из-за коагуляции большого количества тугоплавких оксидов. В результате электрохимических испытаний определены такие параметры, как потенциал коррозии, потенциал питтингообразования и базис питтингостойкости опытных сталей. Коррозионные свойства исследованной дуплексной стали значительно улучшаются при обработке РЗМ. На качественном уровне проведена оценка электрохимических потенциалов разных типов включений. На основании полученных результатов по коррозионной стойкости и загрязненности изученных отливок получено оптимальное количество РЗМ, вводимого для модифицирования включений, которое составляет 0,05 % (0,65Ce + 0,35La).

Ключевые слова: дуплексные коррозионностойкие стали, термодинамическое моделирование, технология раскисления, модифицирование, неметаллические включения, электрохимические исследования

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках программы Научного центра мирового уровня: Передовые цифровые технологии (соглашение № 075-15-2022-311 от 20.04.2022).

Для цитирования: Карасев В.С., Коджаспиров Г.Е., Федоров А.С., Альхименко А.А., Житенев А.И. Повышение коррозионных свойств дуплексной стали с помощью модифицирования РЗМ. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):219–228.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-219-228>

INCREASING THE CORROSION PROPERTIES OF DUPLEX STEEL WITH REM MODIFICATION

V. S. Karasev¹, G. E. Kodzhaspirov¹, A. S. Fedorov¹,
A. A. Al'khimenko¹, A. I. Zhitenev²

¹ Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University (29 Politekhnicheskaya Str., St. Petersburg 195251, Russian Federation)

² PJSC “Novolipetsk Metallurgical Plant” (2 Metallurgov Sqr., Lipetsk 398040, Russian Federation)

✉ karasev_vs@spbstu.ru

Abstract. Duplex stainless steels are a modern class of materials with a unique combination of high corrosion and mechanical properties. Due to this, they can be widely used in machine parts and aggregates in fields with aggressive oil and gas production conditions. One of the disadvantages of these materials is their tendency to local corrosion damage on non-metallic inclusions, other things being equal, formed during smelting and casting. To control the purity of steel in conditions of open induction smelting, it is effective to use modification with rare earth metals (REM). Therefore, the purpose of this work was to determine the optimal content of REM in duplex steel to increase corrosion properties. Thermodynamic modeling of the formation of nonmetallic inclusions in duplex corrosion-resistant steel S32750 was carried out and the results of calculations were compared with the experimental data. It is shown that there is an optimal concentration of REM at which contamination with inclusions is minimal due to favorable conditions for their removal, and with a further increase in consumption it increases due to coagulation of a large number of refractory oxides. Electrochemical tests were performed and parameters such as corrosion potential, pitting formation potential and the basis of pitting resistance of experimental steels were determined. Therefore, the corrosion properties of the investigated duplex steel are significantly improved when treated with REM. The electrochemical potentials of different types of inclusions are evaluated on a qualitative level. Based on the obtained results on corrosion resistance and contamination of the studied castings, the optimal amount of REM introduced for modifying inclusions is 0.05 % (0.65Ce + 0.35La).

Keywords: duplex stainless steels, thermodynamic modelling, deoxidation technology, modification, non-metallic inclusions, electrochemical tests

Acknowledgements: The work was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation under the World Class Research Centre Program: Advanced Digital Technologies (Agreement No. 075-15-2022-311 dated 20.04.2022).

For citation: Karasev V.S., Kodzhaspirov G.E., Fedorov A.S., Al'khimenko A.A., Zhitenev A.I. Increasing the corrosion properties of duplex steel with REM modification. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):219–228. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-219-228>

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время операционная деятельность нефтегазовых компаний смещается в сторону месторождений с более агрессивными условиями добычи, из-за чего непрерывно возрастают и ужесточаются требования к свойствам и качеству используемых при изготовлении оборудования материалов. Одними из уникальных материалов, достаточно давно и эффективно применяемых за рубежом, но только сейчас постепенно внедряемыми в отечественной промышленности, являются дуплексные коррозионностойкие стали (ДС) [1; 2]. Из-за высокого уровня легирования хромом, никелем, молибденом и азотом эти стали обладают стойкостью к общей коррозии на уровне традиционных аустенитных сталей, но из-за одновременного существования аустенита и феррита позволяют получать значительные прочностные характеристики. В то же время, эти стали весьма уязвимы к локальным видам коррозии – питтинговой и щелевой [3; 4].

При прочих равных условиях местами образования локальных коррозионных поражений являются неметаллические включения (НВ), формирующиеся при выплавке и разливке, поэтому необходимо обеспечивать их минимальное количество, либо модифицировать в типы, слабо снижающие коррозионные свойства. В публикациях показана степень негативного

влияния разных типов НВ [5; 6], их количества, размера и морфологии [7 – 9] на свойства готовых изделий из ДС.

Хорошо известно, что для получения высокочистых сталей и сплавов применяют различные двухстадийные процессы специальной электрометаллургии, например, вакуум-индукционную выплавку слитков-электродов с последующим электрошлаковым переплавом [10 – 12]. Однако такая технология достаточно дорогостоящая и, кроме того, она не пригодна для получения фасонных отливок, составляющих значимую часть номенклатуры деталей машин и агрегатов для газонефтедобычи. Такие отливки, как правило, производят методом плавки в открытой индукционной печи с очень ограниченными условиями для рафинирования расплава. Одним из эффективных способов управления включениями в этих условиях является использование в качестве модификаторов НВ редкоземельных металлов (РЗМ). Однако при вводе РЗМ могут образовываться разные типы НВ, как повышающие [13 – 16], так и снижающие [16 – 19] коррозионную стойкость высоколегированных сталей и сплавов.

Поэтому целью настоящей работы является исследование влияния расхода и концентрации РЗМ на образование НВ в ДС в открытой индукционной печи, а также изучение их влияния на стойкость ДС к питтинговой коррозии.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе исследовали дуплексную коррозионно-стойкую сталь аустенитно-ферритного класса типа S32750 с разным содержанием РЗМ, полученную в открытой индукционной печи емкостью 20 кг. После полного расплавления шихты сталь раскисляли кремнием и марганцем, а затем титаном. Далее ее выдерживали в печи 1 мин для усреднения химического состава и выпускали при температуре 1550 °С в чугунный кокиль диаметром 80 мм и емкостью 10 кг по жидкой стали. После этого присаживали порцию РЗМ в тигель печи и выпускали всю оставшуюся плавку в разливочный ковш, из которого уже заливали второй слиток. Во второй плавке оба слитка получены с использованием РЗМ, но с разным его количеством. Таким образом получено четыре слитка массой 10 кг каждый (табл. 1). Поскольку соотношение церия и лантана во всех слитках было одинаковым и соответствовало химическому составу используемой лигатуры, в табл. 1 и далее для удобства для каждого слитка использовали суммарное количество РЗМ.

Таким образом, эксперимент был спланирован так, что сталь ДС₁ без РЗМ и сталь ДС₂ с количеством введенных РЗМ 0,02 % получены в плавке 1, а стали ДС₃ и ДС₄ с содержанием РЗМ 0,05 и 0,08 % соответственно, в плавке 2. При этом стали ДС₁ и ДС₃ разлиты с носка печи, а стали ДС₂ и ДС₄ с использованием разливочного ковша. Поскольку считается, что разливка через ковш позволяет интенсифицировать перемешивание металла в момент выпуска, а также увеличить время всплывания включений, такой порядок получения слитков позволил в двух плавках исследовать и влияние расхода РЗМ, и технологии разливки, исключив влияние других особенностей выплавки.

Для получения требуемого количества феррита (50 %) и устранения вторичных фаз, образующихся при медленном охлаждении слитков выбранного сечения, образцы закаливали в воду после изотермической выдержки при температуре 1100 °С. Оценку загрязненности опытных сталей включениями провели по ASTM E 1245 методом от поля к полю нарастающим итогом. Оценивали объемную долю включений V , %, средний диаметр по Фере d , мкм, максимальный диа-

метр наибольшего включений $d_{\max}$, мкм. Химический состав НВ определяли микрорентгеноспектральным методом с применением сканирующего электронного микроскопа TESCAN Mira-3M.

Термодинамическое моделирование образования включений проводили по методике, представленной в работах [20 – 22]. Для расчета первичных включений учитывали исходное содержание кислорода, взаимодействующего с раскислителями во время их ввода. Для расчета равновесного типа НВ для каждой концентрации раскислителя при охлаждении стали рассчитывали поверхности растворимости компонентов в металле (ППКМ) [20], используя температурные зависимости констант равновесия и параметры взаимодействия первого порядка для каждой рассматриваемой реакции [23 – 25]. При образовании третичных включений учитывали ликвацию по уравнению Шейла [26].

Стойкость сталей к питтинговой коррозии оценивали электрохимическим методом с помощью потенциостата VersaStat Princeton Applied Research. Испытания проводили в 5 %-ном водном растворе NaCl, подкисленном уксусной кислотой до pH = 3 при температуре 22 °С. В процессе работы определяли:

- значения установившегося коррозионного потенциала $E_{\text{уст}}$, который зафиксировали после выдержки без внешней поляризации в течение 1 ч;
- значения потенциала коррозии $E_{\text{кор}}$, показывающего потенциал металла, при котором наблюдается равновесие анодной и катодной реакции в условиях поляризации;
- значения потенциала питтингообразования $E_{\text{пит}}$, отвечающего току, при котором возникает образование питтингов в результате локального нарушения пассивности металла;
- значения базиса питтингостойкости, рассчитываемого как разницу между потенциалом коррозии и потенциалом питтингообразования.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Термодинамическое моделирование и оценка НВ

На рис. 1 представлен результат термодинамического моделирования образования включений при рас-

Таблица 1. Химический состав исследуемых дуплексных сталей

Table 1. Chemical compositions of the studied duplex steels

Образец	Плавка	Способ разливки	Элементы, мас. %										
			C	Cr	Si	Mn	Ni	Mo	N	Cu	S	Ti	РЗМ
ДС ₁	1	С носка	0,027	24,000	0,300	1,000	7,600	3,400	0,100	0,700	0,012	0,050	–
ДС ₂		Через ковш											0,020
ДС ₃	2	С носка											0,050
ДС ₄		Через ковш											0,080

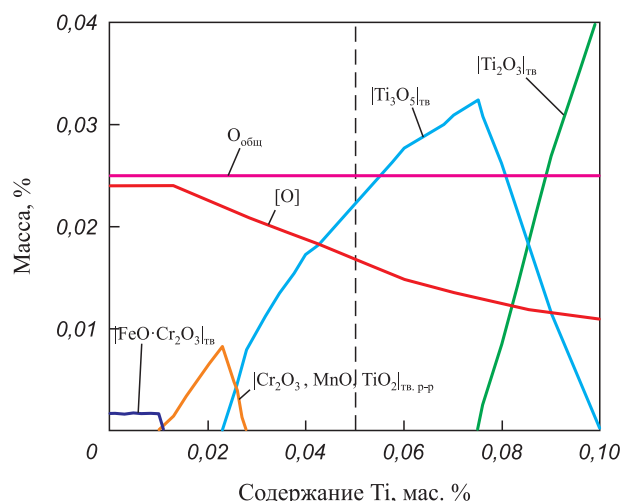


Рис. 1. Термодинамическое моделирование образования включений при раскислении опытной стали титаном

Fig. 1. Thermodynamic modeling of inclusions formation during deoxidation of experimental steel by titanium

кислении опытной стали титаном при температуре 1550 °С. Исходное содержание кислорода, находящееся в равновесии с нераскисленной ДС, составляет 0,025 %. При вводе титана, вплоть до концентрации 0,01 %, раскисления практически не происходит, содержание общего кислорода равно сумме количества кислорода, связанного в небольшое количество первичных включений и растворенного. В равновесии с расплавом находятся первичные включения типа $[\text{FeO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3]_{\text{тв, р-р}}$. В интервале концентраций титана от 0,010 до 0,023 % становится возможным образование твердого раствора $[\text{Cr}_2\text{O}_3, \text{MnO}, \text{TiO}_2]_{\text{тв, р-р}}$, при этом растворимость кислорода в стали начинает снижаться. При дальнейшем увеличении концентрации титана до 0,027 % происходит формирование оксида титана Ti_3O_5 , а при достижении концентрации титана в 0,075 % – включений Ti_2O_3 .

Для того, чтобы проследить, как изменяется состав равновесных фаз в ДС при вводе РЗМ, рассчитали ПРКМ для изучаемой стали в координатах $\lg[\text{Ce}] - \lg[\text{La}]$ (рис. 2). С помощью этой диаграммы можно оценить совместное влияние церия и лантана на тип образующихся НВ при постоянной концентрации титана 0,05 %, соответствующей опытным сталям (табл. 1, пунктирная линия на рис. 1). Рассмотрим фазы, находящиеся в равновесии с расплавом. В области I задан состав жидкого металла, равновесного с твердыми частицами $[\text{Ti}_3\text{O}_5]_{\text{тв}}$. В присутствии даже столь незначительного количества РЗМ образование включений $[\text{Cr}_2\text{O}_3, \text{MnO}, \text{TiO}_2]_{\text{тв, р-р}}$, появляющихся при предварительном раскислении титаном, полностью подавлено. По мере увеличения содержания лантана равновесной фазой становится твердый раствор оксидов $[\text{La}_2\text{O}_3, \text{CeO}_2]_{\text{тв, р-р}}$ ($[\text{La}] \geq 0,000007$ %, область II), а при его еще большей концентрации образуется сульфид лантана LaS ($[\text{La}] \geq 0,0020$ %, область III). Форми-

рование включений типа Ce_2O_3 возможно при концентрации $[\text{Ce}] \geq 0,0004$ мас. %. На ПРКМ дополнительно нанесена линия, отвечающая соотношению концентраций церия и лантана в мишметалле. Таким образом, при увеличении массы присаживаемой лигатуры изменение равновесного типа включений будет происходить именно вдоль этой линии.

Поскольку формирование включений происходит не только при раскислении и модифицировании, но и при охлаждении и затвердевании, проведено моделирование этих стадий. Результаты расчетов для всех четырех сталей показаны на рис. 3, на котором для удобства анализа также помещены изображения и фазовый состав найденных в этих слитках включений. В табл. 2 приведены результаты оценки объемной доли и размеров НВ.

В стали ДС₁ образуются чистые оксиды титана Ti_3O_5 (рис. 3, а) сначала в виде первичных, а затем в виде вторичных и третичных включений. Однако на практике в этой стали найдены комплексные оксиды типа $\text{Cr}_2\text{O}_3 - \text{MnO} - \text{TiO}_2$. Образование этих включений связано с моментом ввода титана в расплав, когда из-за его неравномерного распределения по печи формируются микрообъемы с разными концентрациями и возможно образование различных оксидов (рис. 1). Эта сталь наиболее загрязнена НВ, объемная доля которых составляет 0,259 %, средний размер 1,8 мкм, а размер наибольшего включения достигает 18 мкм (табл. 2).

При добавлении в сталь ДС₂ 0,02 % РЗМ, кроме первичных оксидов титана становится возможным образование раствора $[\text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{La}_2\text{O}_3]$ (рис. 3, в). Подобные НВ найдены в металле экспериментально (рис. 3, е). Однако кроме них в этом же образце найдены и крупные вклю-

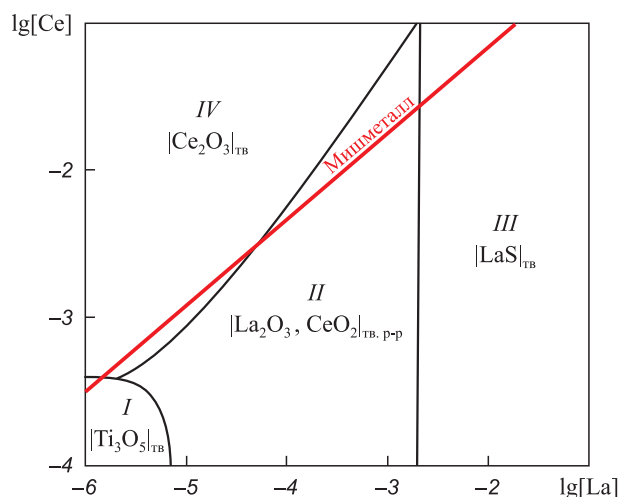


Рис. 2. Поверхности растворимости компонентов в металле для системы

0,027C–24Cr–0,3Si–1,0Mn–7,6Ni–3,4Mo–0,1N–0,7Cu–0,012S при $T = 1550$ °С, $P = 1$ атм

Fig. 2. Stability diagrams of nonmetallic inclusions (NMI) for the system 0.027C–24Cr–0.3Si–1.0Mn–7.6Ni–3.4Mo–0.1N–0.7Cu–0.012S at $T = 1550$ °C, $P = 1$ atm

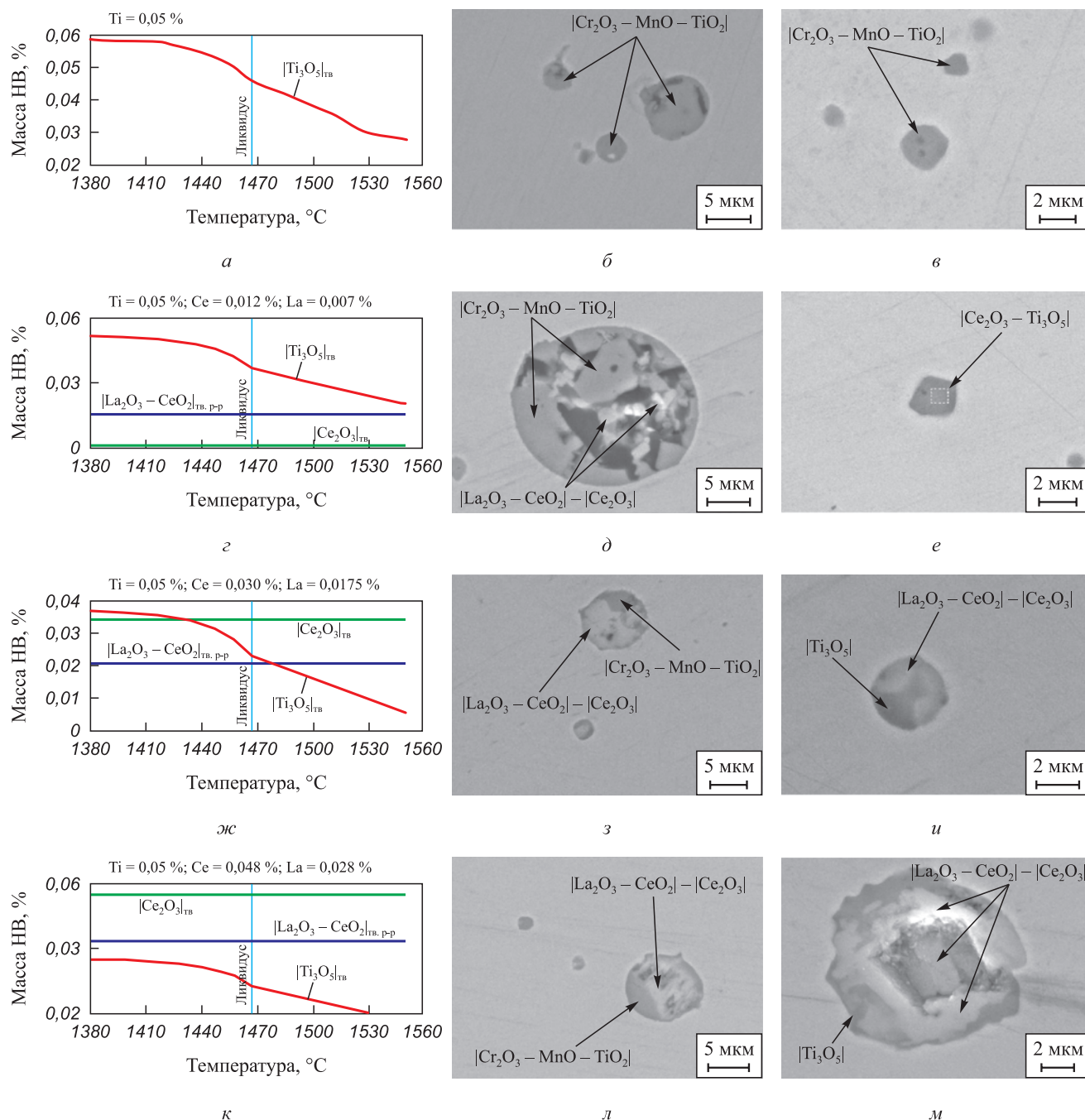


Рис. 3. Термодинамическое моделирование и экспериментально найденные НВ в опытных слитках сталей:

ДС₁ (а – в); ДС₂ (г – е); ДС₃ (ж – и); ДС₄ (к – м)

Fig. 3. Thermodynamic modeling and NMIs in experimental steel ingots:

ДС₁ (а – в); ДС₂ (г – е); ДС₃ (ж – и); ДС₄ (к – м)

Таблица 2. Результаты оценки загрязненности неметаллическими включениями (по ASTM E1245)

Table 2. Results of the assessment of contamination with non-metallic inclusions (according to ASTM E1245)

Образец	Плавка	Способ разливки	V, %	d, мкм	d _{max} , мкм
ДС ₁	1	С носка	0,259 ± 0,036	1,8 ± 0,1	18
ДС ₂		Через ковш	0,216 ± 0,030	2,1 ± 0,3	19
ДС ₃	2	С носка	0,161 ± 0,018	1,8 ± 0,2	12
ДС ₄		Через ковш	0,179 ± 0,017	1,9 ± 0,2	15

чения $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$ (рис. 3, д). Эти включения, как и в стали ДС₁, являются продуктами предварительного раскисления, которые не успевают перекристаллизоваться до равновесных включений, благодаря чему их объемная доля в этой стали хоть и ниже, чем в стали ДС₁, но тоже на достаточно высоком уровне (0,216 %). Средний размер включений в этой стали практически такой же, а размер наибольшего НВ составляет 19 мкм.

При увеличении концентрации РЗМ до 0,05 % (сталь ДС₃) доля первичных включений на основе лантана и церия увеличивается, а количество формирующихся оксидов титана закономерно снижается (рис. 3, ж). Экспериментально в этой стали найдено большое количество включений $\text{Ce}_2\text{O}_3\text{--La}_2\text{O}_3$ и значительно меньшее количество включений $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$. Загрязненность НВ этой стали существенно ниже, так как первичные включения РЗМ интенсивно удаляются из расплава и составляет 0,161 % при среднем размере НВ 1,8 мкм и размере наибольшего включения 12 мкм.

При введении 0,08 % РЗМ (сталь ДС₄) полностью подавляется образование первичных оксидов титана, так как вся первоначальная окисленность снимается за счет образования включений РЗМ (рис. 3, к). Оксиды титана в этом случае формируются в виде вторичных и третичных включений, что затрудняет их удаление из расплава. В реальном слитке ДС₄ найдены двухфазные НВ, содержащие церий и лантан с небольшим количеством оксидов $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$ (рис. 3, л), а также крупные включения на основе оксида церия и лантана и оксида титана. По их морфологии можно заключить, что они сформированы вследствие коагуляции слишком большого количества тугоплавких первичных оксидов (рис. 3, м). Результаты оценки загрязненности подтверждают это, так как объемная доля НВ в этой стали больше, чем в стали ДС₃, и составляет 0,179 % при среднем размере 1,9 мкм и размере наибольшего НВ 15 мкм.

Анализ данных табл. 2 также позволяет заключить, что при обработке РЗМ технология разливки (с носка или через ковш) не оказывает существенного влияния на загрязненность НВ.

Таким образом, термодинамическое моделирование хорошо описывает наблюдаемые типы НВ и их коли-

чество в опытных сталях. Тем не менее, даже в сталях с повышенным содержанием РЗМ найдены неравновесные продукты первичного раскисления титаном, так как количество первичных включений в ДС столь велико, что даже 0,08 % РЗМ для полного модифицирования недостаточно.

Влияние НВ на коррозионную стойкость

Результаты оценки коррозионных свойств изученных сталей представлены в табл. 3. Установившийся потенциал коррозии $E_{\text{уст}}$ для стали, раскисленной только титаном (ДС₁), значительно меньше, чем для сталей, модифицированных РЗМ. Добавление РЗМ увеличило значение $E_{\text{уст}}$, но при этом не наблюдается зависимости между конкретным количеством введенных РЗМ и $E_{\text{уст}}$.

Значения равновесного потенциала коррозии для сталей, модифицированных РЗМ, примерно одинаковые и значительно ниже, чем аналогичный параметр для стали без РЗМ. Потенциалы питтингостойкости слабо увеличиваются от первой стали к четвертой. Для того, чтобы полностью описывать область потенциалов существования материала в пассивном состоянии, рассчитан так называемый базис питтингостойкости. Если в точке потенциала коррозии начинается процесс разрушения оксидной пленки, а в точке потенциала питтингообразования происходит ее полное разрушение, то чем выше значение базиса питтингостойкости ($\Delta E = E_{\text{питт}} - E_{\text{кор}}$), тем лучше стойкость материала к питтинговой коррозии. Таким образом, добавление РЗМ способствовало значительному повышению стойкости к питтинговой коррозии всех сталей, обработанных мишметаллом.

Исследование мест зарождения питтингов проведено на полированных шлифах после электрохимических испытаний (рис. 4). В сталях ДС₁ (рис. 4, а) и ДС₂ (рис. 4, б) без РЗМ, либо слабо модифицированных РЗМ, найдены многочисленные питтинги на включениях $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$. В сталях ДС₃ (рис. 4, в) и ДС₄ (рис. 4, г) найдено, что в двухфазных включениях в первую очередь повреждается часть, состоящая из оксидов на основе $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$, в то время как часть на основе оксидов церия и лантана сохраняется.

Таблица 3. Результаты коррозионных испытаний

Table 3. Corrosion test results

Образец	Установившийся потенциал коррозии $E_{\text{уст}}$, В	Равновесный потенциал коррозии $E_{\text{кор}}$, В	Потенциал питтингообразования $E_{\text{питт}}$, В	Базис питтингостойкости ΔE , В
ДС ₁	0,109	–0,092	1,058	1,150
ДС ₂	0,191	–0,143	1,087	1,230
ДС ₃	0,190	–0,145	1,074	1,219
ДС ₄	0,190	–0,138	1,086	1,223

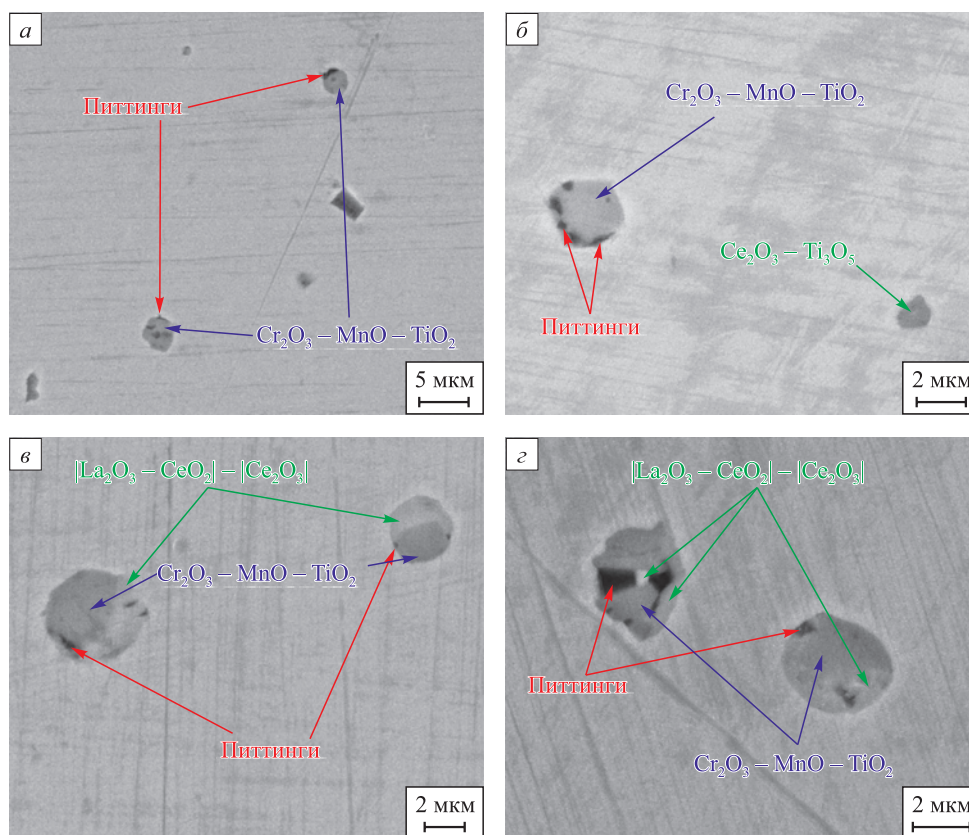


Рис. 4. Неметаллические включения в опытных сталях после коррозионных испытаний:

ДС₁ (а); ДС₂ (б); ДС₃ (в); ДС₄ (г)

Fig. 4. NMIs in experimental steels after corrosion tests:

DC₁ (a); DC₂ (б); DC₃ (в); DC₄ (г)

Существует несколько гипотез о механизмах влияния включений на зарождение и развитие питтингов. Первая гипотеза – это различие в коэффициенте термического расширения (КТР) между включением и матрицей [6]. Если КТР включения больше КТР матрицы, то при охлаждении возникают сжимающие напряжения и образуется микропора, а если меньше – возникают растягивающие напряжения. Однако в данном случае этот механизм неприменим, так как до испытаний несплошности поры на межфазной границе включения – матрица обнаружены не были (рис. 3). Вторая гипотеза, предлагаемая в работе [27], – это формирование зоны, обедненной хромом вокруг включений оксидов на основе хрома. Однако в других работах [6; 28], в которых детально исследовано распределение хрома вокруг оксидов, это не подтверждается. Более того, в настоящей работе также проведено исследование распределения элементов по сечению НВ (рис. 5), из которого видно, что вокруг включения $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$ зоны обеднения нет. Поскольку диффузионная релаксация реагентов вокруг растущего в жидком металле включения происходит за несколько секунд [29], и концентрации реагентов вокруг быстро выравниваются, обеднение возможно только лишь при росте включения в твердом металле, когда скорость диффузии снижается

на несколько порядков [30]. За счет того, что оксиды $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$ формируются в виде первичных включений (рис. 1), образование диффузионной обедненной зоны вокруг них невозможно.

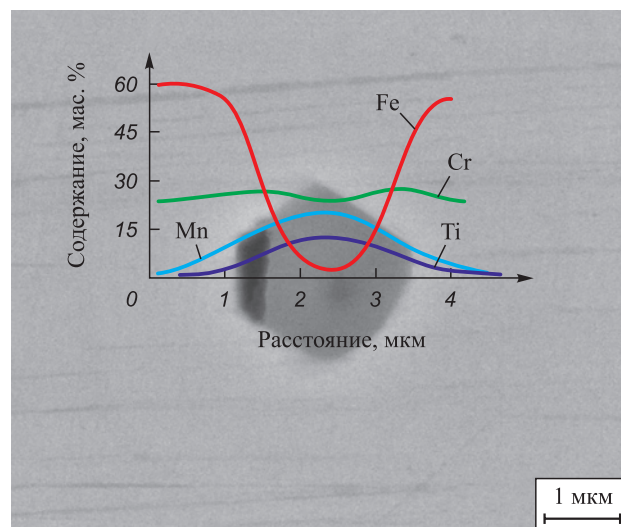


Рис. 5. Распределение элементов в окрестности включения $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$

Fig. 5. Distribution of elements around $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$ inclusion

Третья гипотеза заключается в растворении включений в коррозионной среде [7]. Известно, что в воде оксиды РЗМ образуют гидроустойчивые оксиды [31]. Однако эти данные можно применять к рассматриваемому электролиту с $\text{pH} = 3$ с осторожностью. Прямые исследования характера возникновения питтингов (рис. 4) позволяют однозначно констатировать лишь тот факт, что оксиды церия и лантана в выбранной испытательной среде имеют больший потенциал, поэтому коррозионные поражения в первую очередь будут образовываться в матрице. В то же время в окрестности двухфазных включений, состоящих из оксидов церия и лантана, и комплексных соединений оксидов $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$ (рис. 4, в, з), питтинги найдены именно со стороны $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2$. Поэтому последние имеют меньший потенциал коррозии, чем стальная матрица. Как показано выше, по мере увеличения содержания РЗМ в стали увеличивается доля чистых оксидов РЗМ и снижается доля комплексных НВ, являющихся продуктами предварительного раскисления. Поэтому у стали, содержащей большее количество включений оксидов церия и лантана, потенциал питтингообразования $E_{\text{пит}}$ и базис ΔE выше. Можно расположить типы включений в порядке повышения их потенциала в выбранном электролите: $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{--MnO--TiO}_2 < \text{стальная матрица} < \text{La}_2\text{O}_3\text{--CeO}_2/\text{Ce}_2\text{O}_3$.

Выводы

С учетом определенного на качественном уровне потенциала матрицы и разных типов включений, а также с учетом оцененного количества включений и их размеров, оптимальное количество РЗМ, вводимого для модифицирования включений в изученной ДС, составляет 0,05 %. При таком содержании РЗМ возможно получить наилучший эффект от модифицирования и минимизировать количество и размер включений, получить значимое повышение коррозионных свойств. При меньшем расходе РЗМ сохраняется большое количество первичных продуктов раскисления, на которых с большей вероятностью образуются питтинги. С другой стороны, при значительном увеличении расходов РЗМ объемная доля и размер включений увеличиваются из-за интенсификации коагуляции первичных тугоплавких оксидов. Для повышения эффективности модифицирования и дальнейшего снижения требуемого расхода РЗМ необходимо проводить мероприятия для снижения исходной окисленности расплава и уменьшения количества первичных включений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Franci R., Byrne G. Duplex stainless steels – alloys for the 21st century. *Metals*. 2021;11(5):836. <https://doi.org/10.3390/met11050836>
2. Kazakov A.A., Zhitenev A.I., Fedorov A.S., Fomina O.V. Development of duplex stainless steel compositions. *CIS Iron Steel Review*. 2019;(2):20–26. <https://doi.org/10.17580/cisirs.2019.02.04>
3. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel. 3rd ed. IMO; 2014:63.
4. Patra S., Agrawal A., Mandal A., Podder A.S. Characteristics and manufacturability of duplex stainless steel: A review. *The Indian Institute of Metals*. 2021;74(5):1089–1098. <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02278-7>
5. Fedorov A., Zhitenev A., Karasev V., Alkhimenko A., Kovalev P. Development of a methodology for the quality management of duplex stainless steels. *Materials*. 2022; 15(17):6008. <https://doi.org/10.3390/ma15176008>
6. Карасев В.С., Коджаспиров Г.Е. Исследование влияния технологии раскисления и горячей пластической деформации на эволюцию неметаллических включений в супердуплексной стали. *Международная научная конференция «Современные материалы, передовые производственные технологии и оборудование для них» СМПТТО-2023*. 2023:92–93.
7. Zhang Y., Hu Q., Dai M., Huang F., Frank Y.C., Liu J. Investigation of micro-electrochemical activities of oxide inclusions and microphases in duplex stainless steel and the implication on pitting corrosion. *Materials and Corrosion*. 2019;71(6):876–886. <https://doi.org/10.1002/maco.201911335>
8. Luo H., Li X., Dong C., Xiao K. Effect of solution treatment on pitting behavior of 2205 duplex stainless steel. *Arabian Journal of Chemistry*. 2017;10(1):90–94. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2012.06.011>
9. Jeon S.H., Do H., Kim H., Park Y. Influence of oxygen content on the inclusion formation and pitting corrosion resistance of hyper duplex stainless steels. *Materials Transactions*. 2014;55(12):1872–1877. <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2014164>
10. Уткина К.Н., Левков Л.Я., Федоров А.С., Житенев А.И., Терехин Д.К., Каширина Ж.К., Шипова Е.В. Исследование влияния химического состава и условий кристаллизации на формирование структуры супердуплексных сталей. *Физико-химические основы металлургических процессов (ФХОМП 2022)*. 2022:248–256.
11. Dub V.S., Levkov L.Ya., Shurygin D.A., Tolstikh D.S., Klochay V.V., Korzun E.L., Garchenko A.A. Electroslag remelting technology for contemporary engineering. retrospection and new possibilities. *Metallurgist*. 2018;62(5–6):511–520. <https://doi.org/10.1007/s11015-018-0688-9>
12. Orlov V., Levkov L., Dub V., Balikoev A., Shurygin D. New approach to development and manufacturing technologies of duplex steel. *E3S Web of Conferences*. 2019;121(6):04010. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/201912104010>
13. Gupta C.K., Krishnamurthy N. Extractive metallurgy of rare earths. *International Materials Reviews*. 1992;37(1): 197–248. <https://doi.org/10.1179/imr.1992.37.1.197>
14. Kim S.T., Jeon S.H., Lee I.S., Park Y.S. Effects of rare earth metals addition on the resistance to pitting corrosion of super duplex stainless steel. Part 1. *Corrosion Science*. 2010;52(6): 1897–1904. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.02.043>
15. Wang X., Ha K., Zhou G., Wu H., Wu R. Effect of rare-earth on sulfides morphology and abrasive resistance of high sulfur steel. *Materials for Mechanical Engineering*. 2012; 36(5):33–37.

16. Mei Z., Wan T., Lou D. Influence of RE modifier on as-cast grain refinement of super-low carbon cast steel. *Special Casting & Nonferrous Alloys*. 2002;(2):3–4.
17. Yan H.H., Hu Y., Zhao D.W. Microstructure and properties of as-cast 30Mn steel. *AIP Advances*. 2018;8(12):125128. <https://doi.org/10.1063/1.5065444>
18. Wang H., Wang A., Li C., Yu X. Xie J., Liang T., Liu C. Effects of rare earth metals on microstructure, mechanical properties, and pitting corrosion of 27% Cr hyper duplex stainless steel. *Reviews on Advanced Materials Science*. 2022;61(1):873–887. <https://doi.org/10.1515/rams-2022-0284>
19. Ha H.Y., Park C.J., Kwon H.S. Effects of misch metal on the formation of non-metallic inclusions and the associated resistance to pitting corrosion in 25% Cr duplex stainless steels. *Scripta Materialia*. 2006;55(11):991–994. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.08.014>
20. Михайлов Г.Г., Леонович Б.И., Кузнецов Ю.С. Термодинамика металлургических процессов и систем. Москва: ИД МИСиС; 2009:520.
21. Казаков А.А., Ковалев П.В., Рябощук С.В., Милейковский А.Б., Малахов Н.В. Исследование термовременной природы неметаллических включений с целью повышения металлургического качества высокопрочных трубных сталей. *Черные металлы*. 2009;(12):5–11.
Kazakov A.A., Kovalev P.V., Ryaboshchuk S.V., Mileikovskii A.B., Malakhov N.V. Investigation of the temperature-time nature of nonmetallic inclusions in order to improve the metallurgical quality of high-strength pipe steels. *Chernye metalli*. 2009;(12):5–11. (In Russ.).
22. Казаков А.А., Уразгильдеев А.Х., Гусев А.А. Алгоритмическая модель образования неметаллических включений в жидкой и затвердевающей стали. *Известия АН СССР. Металлы*. 1989;(3):60–65.
Kazakov A.A., Urazgil'deev A.Kh., Gusev A.A. Algorithmic model of formation of nonmetallic inclusions in liquid and solidifying steel. *Izv. AN SSSR. Metalli*. 1989;(3):60–65. (In Russ.).
23. Куликов И.С. Раскисление металлов. Москва: Металлургия; 1975:504.
24. Туркдоган Е.Т. Физическая химия высокотемпературных процессов. Москва: Металлургия; 1985:344.
Turkdogan E.T. Physical Chemistry of High-Temperature Processes. Academic Press; 1980:447.
25. Григорян В.А., Стомахин А.Я., Пономаренко А.Г. и др. Физико-химические расчеты электросталеплавильных процессов: Учебное пособие для вузов. Москва: Металлургия; 1989:288.
26. Kurz W., Fisher D., Rappaz M. Fundamentals of Solidification. Trans. Tech. Publications; 2023:353.
27. Ha H., Park C., Kwon H. Effects of non-metallic inclusions on the initiation of pitting corrosion in 11% Cr ferritic stainless steel examined by micro-droplet cell. *Corrosion Science*. 2007;49(3):1266–1275. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2006.08.017>
28. Meng Q., Frankel G.S., Colijn H.O., Goss S.H. Stainless-steel corrosion and MnS inclusions. *Nature*. 2003;424:389–390. <https://doi.org/10.1038/424389b>
29. Kang Y., Lee H. Thermodynamic analysis of Mn-depleted zone near Ti oxide inclusions for intragranular nucleation of ferrite in steel. *ISIJ International*. 2010;50(4):501–508.
30. Казаков А.А. Неметаллические включения в стали. Теория и ее приложения. *Перспективные материалы*. ТГУ; 2017:203–275.
31. Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник. Издание 2-е., исправленное и дополненное. Ленинград: Химия; 1978:392.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Владимир Сергеевич Карасев, инженер научно-образовательного центра «Северсталь-Политех», Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ORCID: 0009-0006-9622-7243

E-mail: karasev_vs@spbstu.ru

Георгий Ефимович Коджаспиров, д.т.н., профессор Высшей школы физики и технологий материалов, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

E-mail: kodjaspirov@spbstu.ru

Александр Сергеевич Федоров, инженер Научно-технологического комплекса Новые технологии и материалы, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ORCID: 0000-0003-2571-060X

E-mail: fedorov_as@spbstu.ru

Алексей Александрович Альхименко, директор Научно-технологического комплекса «Новые технологии и материалы», Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ORCID: 0000-0001-6701-1765

E-mail: a.alkhimenko@spbstu.ru

Андрей Игоревич Житенев, к.т.н., руководитель технологических проектов, Дирекция по исследованиям и разработке новых продуктов, управление «Электротехнические стали», ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат»

ORCID: 0000-0002-4817-4048

E-mail: zhitenev.ai1991@gmail.com

Vladimir S. Karasev, Engineer of the Scientific and Educational Center “Severstal-Polytech”, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ORCID: 0009-0006-9622-7243

E-mail: karasev_vs@spbstu.ru

Georgii E. Kodzhaspirov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Higher School of Physics and Technology of Materials, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

E-mail: kodjaspirov@spbstu.ru

Aleksandr S. Fedorov, Engineer of the Scientific and Technological Complex “New Technologies and Materials”, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ORCID: 0000-0003-2571-060X

E-mail: fedorov_as@spbstu.ru

Aleksei A. Al'khimenko, Director of the Scientific and Technological Complex “New Technologies and Materials”, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ORCID: 0000-0001-6701-1765

E-mail: a.alkhimenko@spbstu.ru

Andrei I. Zhitenev, Cand. Sci. (Eng.), Head of Technological Projects, Directorate for Research and Development of New Products, Department of “Electrotechnical Steels”, PJSC “Novolipetsk Metallurgical Plant”

ORCID: 0000-0002-4817-4048

E-mail: zhitenev.ai1991@gmail.com

Вклад авторов

Contribution of the Authors

В. С. Карасев – формирование основной идеи исследований, участие в опытных плавках, термодинамическое моделирование, анализ результатов исследований.

Г. Е. Коджаспиров – научное руководство, постановка задач, разработка плана исследования.

А. С. Федоров – формирование основной идеи исследований, руководство ведением опытных плавков, проведение электрохимических исследований и интерпретация их результатов.

А. А. Алхименко – организация комплекса исследования, проведение электрохимических исследований и интерпретация их результатов.

А. И. Житенев – формирование основной идеи исследований, научное руководство, анализ результатов исследований.

V. S. Karasev – formation of the research main idea, participation in experimental melting, thermodynamic modeling, analysis of the research results.

G. E. Kodzhaspirov – scientific guidance, task setting, development of the research plan.

A. S. Fedorov – formation of the research main idea, management of experimental melting, conducting electrochemical studies and interpretation of their results.

A. A. Al'khimenko – organization of the research work, conducting electrochemical studies and interpretation of their results.

A. I. Zhitenev – formation of the research main idea, scientific guidance, analysis of the research results.

Поступила в редакцию 10.10.2023

После доработки 09.02.2024

Принята к публикации 04.03.2024

Received 10.10.2023

Revised 09.02.2024

Accepted 04.03.2024

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 620.193:669.1.017

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-229-236



Оригинальная статья

Original article

ПОДХОДЫ К ВЫБОРУ МАТЕРИАЛЬНОГО ИСПОЛНЕНИЯ ИНФРАСТРУКТУРНЫХ ОБЪЕКТОВ ТРАНСПОРТА И ЗАКАЧКИ CO₂

А. С. Ровбо¹, И. А. Голубев¹, Н. О. Шапошников¹,
А. В. Пенигин², А. С. Федоров¹

¹ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (Россия, 195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29)

² Научно-технический центр «Газпром нефти» (Россия, 190000, Санкт-Петербург, наб. реки Мойки, 75–79, литер Д)

✉ harchenko.annna@yandex.ru

Аннотация. Работа посвящена исследованию зависимости скорости углекислотной коррозии от микроструктуры материального исполнения трубопровода для транспорта и закачки CO₂. На сегодняшний день существует задача выбора материального исполнения инфраструктурных объектов транспорта и закачки CO₂. Для строительства трубопроводов наиболее экономически эффективными материалами являются углеродистые стали, однако для их применения необходимо уделять повышенное внимание проблеме углекислотной коррозии, которая интенсифицируется во влажных неосушенных потоках CO₂. При этом выбор материала должен проводиться обоснованно, учитывая баланс между коррозионной стойкостью, механическими характеристиками и экономической стороной вопроса. В данной работе проведено исследование влияния особенностей микроструктурного состояния на скорость коррозии низколегированных малоуглеродистых сталей для транспорта и закачки CO₂. В ходе исследования изучены особенности сталей с ферритно-бейнитной, бейнитно-ферритно-перлитной и ферритно-перлитной микроструктурой. Испытания на стойкость к коррозии проведены на стендовом автоклавном комплексе, позволяющем воссоздавать условия высокого давления и температуры и моделировать реальные среды. Показано, что микроструктурное состояние стали оказывает значительное влияние на скорость коррозии, которая возрастает при увеличении объемной доли перлита. Понимание взаимосвязи микроструктурных особенностей сталей и скорости коррозии может значительно облегчить выбор материала для инфраструктурных объектов и способствовать более эффективному и надежному использованию низколегированных углеродистых сталей в проектах по улавливанию, использованию и хранению углерода. Данное исследование будет полезно при выборе благоприятной микроструктуры для низколегированных малоуглеродистых сталей, которые могут применяться для строительства инфраструктурных объектов CCUS (Carbon Capture, Use and Storage).

Ключевые слова: улавливание углерода, хранение углерода, CCUS, декарбонизация, углекислотная коррозия, взаимосвязь структура – свойства, микроструктура, химический состав, скорость коррозии

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках программы Исследовательского центра мирового уровня: Передовые цифровые технологии (соглашение № 075-15-2022-311 от 20.04.2022).

Для цитирования: Ровбо А.С., Голубев И.А., Шапошников Н.О., Пенигин А.В., Федоров А.С. Подходы к выбору материального исполнения инфраструктурных объектов транспорта и закачки CO₂. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):229–236.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-229-236>

APPROACHES TO THE SELECTION OF MATERIAL DESIGN OF INFRASTRUCTURE FACILITIES FOR TRANSPORT AND INJECTION OF CO₂

A. S. Rovbo¹, I. A. Golubev¹, N. O. Shaposhnikov¹,
A. V. Penigin², A. S. Fedorov¹

¹ Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University (29 Politekhnikeskaya Str., St. Petersburg 195251, Russian Federation)

² Gazprom Neft Scientific and Technical Center (75–79 D Moika Quay, St. Petersburg 190000, Russian Federation)

✉ harchenko.annna@yandex.ru

Abstract. The article is devoted to the study of dependence of carbon dioxide corrosion rate on the microstructure of material design of the pipeline for CO₂ transport and injection. Today there is a task of choosing such material design. For pipeline construction the most cost-effective materials are carbon steels, but for their application it is necessary to pay increased attention to the problem of carbon dioxide corrosion, which is intensified in wet, undrained CO₂ flows. At the same time, the choice of material should be made reasonably, taking into account the balance between corrosion resistance, mechanical characteristics and economic aspect of the issue. In this paper, the influence of microstructural state features on the corrosion rate of low-alloy mild steels for CO₂ transport and injection was investigated. The authors studied the features of steels with ferritic-bainitic, bainitic-ferritic-perlitic and ferritic-perlitic microstructures. Tests on corrosion resistance were carried out on the bench autoclave complex, which allows to recreate conditions of high pressure and temperature and to simulate real environments. It was determined that the microstructural state of steel has a significant effect on the corrosion rate, which increases with increasing volume fraction of pearlite. Understanding the relationship between the microstructural characteristics of steels and corrosion rates can simplify material selection for infrastructure facilities and contribute to more efficient and reliable use of low-alloy carbon steels in carbon capture, use, and storage projects. This study will be useful in selecting favorable microstructures for low-alloy mild steels that can be used for CCUS (Carbon Capture, Use and Storage) infrastructure projects.

Keywords: carbon capture, carbon storage, CCUS, decarburization, carbon dioxide corrosion, structure–property relationship, microstructure, chemical composition, corrosion rate

Acknowledgements: The research was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation under the World Class Research Centre Programme: Advanced Digital Technologies (agreement No. 075-15-2022-311 dated 20.04.2022).

For citation: Rovbo A.S., Golubev I.A., Shaposhnikov N.O., Penigin A.V., Fedorov A.S. Approaches to the selection of material design of infrastructure facilities for transport and injection of CO₂. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):229–236.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-229-236>

ВВЕДЕНИЕ

Улавливание, использование и хранение углерода – это область исследований, направленных на снижение выбросов CO₂ и борьбу с изменением климата. В процессе CCUS (*Carbon Capture, Use and Storage*) [1; 2] происходит улавливание CO₂, выбрасываемого в атмосферу из различных источников, таких как промышленные предприятия, энергетические установки и автотранспорт, и его дальнейшее хранение в подземных пластах [3; 4]. Это позволяет изолировать углекислый газ от атмосферы и предотвратить его негативное воздействие на климат.

На сегодняшний день существует задача выбора материального исполнения инфраструктурных объектов транспорта и закачки CO₂ в условиях повышенных экологических и экономических рисков [5; 6]. Подбор материала должен осуществляться в балансе между эффективностью в предотвращении развития интенсивной углекислотной коррозии [7] и стоимостью итогового решения [8].

Обзор открытых источников, посвященных вопросам выбора материала для объектов CCUS [3; 9], показал, что углеродистые стали являются наиболее экономически выгодными материалами для строительства трубопроводов [10], однако для их применения необ-

ходимо уделять повышенное внимание проблеме углекислотной коррозии [11], которая интенсифицируется во влажных потоках CO₂ [12]. Также на сегодняшний день в литературе нет единого мнения о влиянии микроструктуры стали и режимов термомеханической обработки на механизм и кинетику процессов коррозии [13 – 16]. Это связано с тем, что условия могут отличаться от объекта к объекту как по минерализации, компонентному составу сред, так и парциальному давлению и температуре. Все это ведет к тому, что на поверхности стали образуются отложения продуктов коррозии различной морфологии, которые могут являться как защитными, так и наоборот, ускорять коррозионный процесс. Поэтому при выборе того или иного материала необходимо учитывать особенности эксплуатации и реальные среды с объекта. В этой связи, целью настоящей работы является исследование влияния особенностей микроструктурного состояния на скорость коррозии низколегированных малоуглеродистых сталей для транспорта и закачки CO₂ в пласт, исходя из условий конкретного объекта.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для воспроизведения условий реальных объектов используют различные стендовые установки, напри-

мер замкнутого типа («flow-loop»-стенды), либо автоклавные установки, позволяющие воссоздавать условия повышенного давления и температур. В данной работе использовали автоклавную установку с сосудом емкостью 3 л. На сегодняшний день стандартные методики проведения коррозионных испытаний в автоклавах отсутствуют, поэтому опишем методику, использованную в данном эксперименте ниже. Условия испытаний подбирались, исходя из ситуации на реальном объекте.

Сущность метода коррозионных испытаний заключается в определении потери массы образцов за время их пребывания в коррозионной среде. При гравиметрическом методе скорость коррозии определяется массовым показателем ρ , выраженным в г/м² ч:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{S\tau}, \quad (1)$$

где m_1 – масса образца до испытания, г; m_2 – масса образца после испытания, г; S – площадь поверхности образца, м²; τ – продолжительность испытания, ч.

Если изменение массы прямо пропорционально глубине проникновения коррозии в условиях общей коррозии, то скорость коррозии пересчитывают в глубинный показатель v , выраженный в мм/год. Такой показатель характеризует равномерные коррозионные потери (утонение) образца в единицу времени:

$$v = \frac{8760\rho}{7,85 \cdot 10^3}, \quad (2)$$

где v – глубинный показатель скорости коррозии, мм/год; 8760 – количество часов в году; 7,85 – плотность исследуемой стали, г/см³.

Гравиметрический метод позволяет получать результаты высокой точности, так как взвешивание является одной из наиболее точных операций количественного анализа. Доверительная норма при определении погрешности измерений составляла 95 %.

Перед проведением испытаний образцы обезжиривали при помощи ультразвуковой мойки в ацетоне, высушивали на воздухе и помещали на подвесе в автоклав, который затем герметизировали и деаэрировали 60 мин с расходом инертного газа 100 мл/мин на 1 л

емкости. Далее проводили насыщение деаэрированного испытательного раствора CO₂. Общее давление в автоклаве составляло 6 МПа, парциальное давление CO₂ – 0,3 МПа. Температура поддерживалась постоянной и равнялась 25 °С. Продолжительность испытаний составляла 96 ч. Для проведения коррозионных испытаний от каждой стали отбирали по три образца.

Испытательный раствор представлял собой 133 г/л CaCl₂, 31 г/л MgCl₂, 0,5 г/л NaHCO₃, 0,1 г/л Na₂SO₄ в дистиллированной воде. Общая минерализация составила 164,6 г/л. Данный состав соответствует составу жидкости в скважине, закачиваемой в подземные пласты CO₂. После испытания образцы промывали и высушивали на воздухе, а затем очищали от продуктов коррозии при помощи ластика. Исследуемые стали соответствуют классу прочности K52, химический состав представлен в табл. 1.

Микроструктуру сталей оценивали с помощью оптического микроскопа Reichert-Jung MEF3A. Для проведения количественной оценки фазовых составляющих необходимо подобрать травление, обеспечивающее получение контрастного изображения фаз без выявления межзеренных границ для последующего автоматического распознавания анализатором изображений Thixomet Pro [17]. Для этого проводили травление 4 %-ным спиртовым раствором пикриновой кислоты, которое позволяет выявить перлит. Для выявления общей микроструктуры использовали 3 %-ный раствор азотной кислоты в спирте.

Традиционным способом оценки величины зерна является метод, описанный в ГОСТ 5639 – 82, недостатком которого является невозможность оценки разнотерности исследуемого материала. На сегодняшний день известно множество методов оценки зеренной структуры материала [18; 19]. Так, в работе [20] предложен способ расчета фактора разнотерности F_Z по формуле

$$F_Z = \frac{f_{\max} Z_{\max}}{\sum f_i Z_i}, \quad (3)$$

где $f_{\max}$ – доля зерна, занимающего максимальную площадь на шлифе, %; $Z_{\max}$ – балл зерна, занимающего мак-

Таблица 1. Химический состав исследуемых сталей

Table 1. Chemical compositions of the studied steels

Номер	Количество, мас. %							
	C	Cr	Cu	Mn	Ni	P	S	Si
1	0,039	0,66	0,50	0,98	0,22	0,0074	0,0011	0,22
2	0,062	0,51	0,10	0,50	0,12	0,0055	0,0015	0,17
3	0,080	0,62	0,34	0,49	0,38	0,0037	0,0014	0,24
4	0,050	0,65	0,14	0,75	0,07	0,0031	0,0018	0,24
5	0,056	0,63	0,16	0,64	0,21	0,0042	0,0019	0,28

симальную площадь на шлифе; f_i – доля зерна с определенным баллом, %; Z_i – балл зерна.

РЕЗУЛЬТАТЫ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ СТРУКТУРНЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ И КОРРОЗИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ

Исследуемые в работе материалы были получены на различных отечественных металлургических предприятиях по технологии, включающей выплавку в конвертере, внепечную обработку и непрерывную разливку с последующей термомеханической обработкой. Микроструктуры сталей исследовали в поперечном сечении (рис. 1).

Микроструктура стали 1 характеризуется как ферритно-бейнитная. Содержание перлита в этой стали самое низкое среди всех исследуемых сталей и составляет 2,20 об. %, а зеренная структура (по номерам баллов, занимающим на шлифе площадь более 10 %) оценивается номерами G_{10} (30 %) и G_{11} (28 %). Микроструктура стали 2 характеризуется как ферритно-перлитная с преимущественно неполигональным ферритом, зеренная структура которого оценивается номерами G_9 (13 %) и G_{10} (21 %). Содержание перлита в этой стали составляет 3,57 об. %. Микроструктура стали 3 также характеризуется как ферритно-перлитная. Структура оценивается номерами G_{11} (32 %) и G_{12} (32 %), а содержание перлита в ней составляет 6,72 об. %. При этом распределение перлитных колоний неравномерное в виде отдельных скоплений с грубой морфологией, как

и в стали 2 (рис. 2). Микроструктура стали 4 характеризуется как ферритно-перлитно-бейнитная, содержание перлита в ней составляет 7,51 об. %. Распределение перлита в этой стали довольно равномерное, структура оценивается четырьмя номерами G_9 (14 %), G_{10} (28 %), G_{11} (29 %) и G_{12} (18 %). Микроструктура стали 5 характеризуется как ферритно-перлитная. При этом в данной стали после травления пикриновой кислотой обнаружено наибольшее содержание перлита – 13,80 об. %. Структура оценивается номерами G_{10} (21 %), G_{11} (32 %) и G_{12} (25 %).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В ферритно-перлитных сталях перлит представляет собой пластинчатую структуру, состоящую из чередующихся слоев феррита и карбида железа (цементита). При взаимодействии с агрессивными средами, содержащими CO₂, феррит перлита становится анодом и быстро растворяется, в то время как цементит остается нетронутым (рис. 4). При этом с увеличением содержания углерода прямо пропорционально увеличивается содержание перлита. Результаты коррозионных испытаний на рис. 3, а демонстрируют, что с увеличением доли перлита в микроструктуре снижается общая коррозионная стойкость сталей.

В работе [21] показано, что наиболее уязвимым местом являются границы между ферритом и цементитом, где в первую очередь и начинаются коррозион-

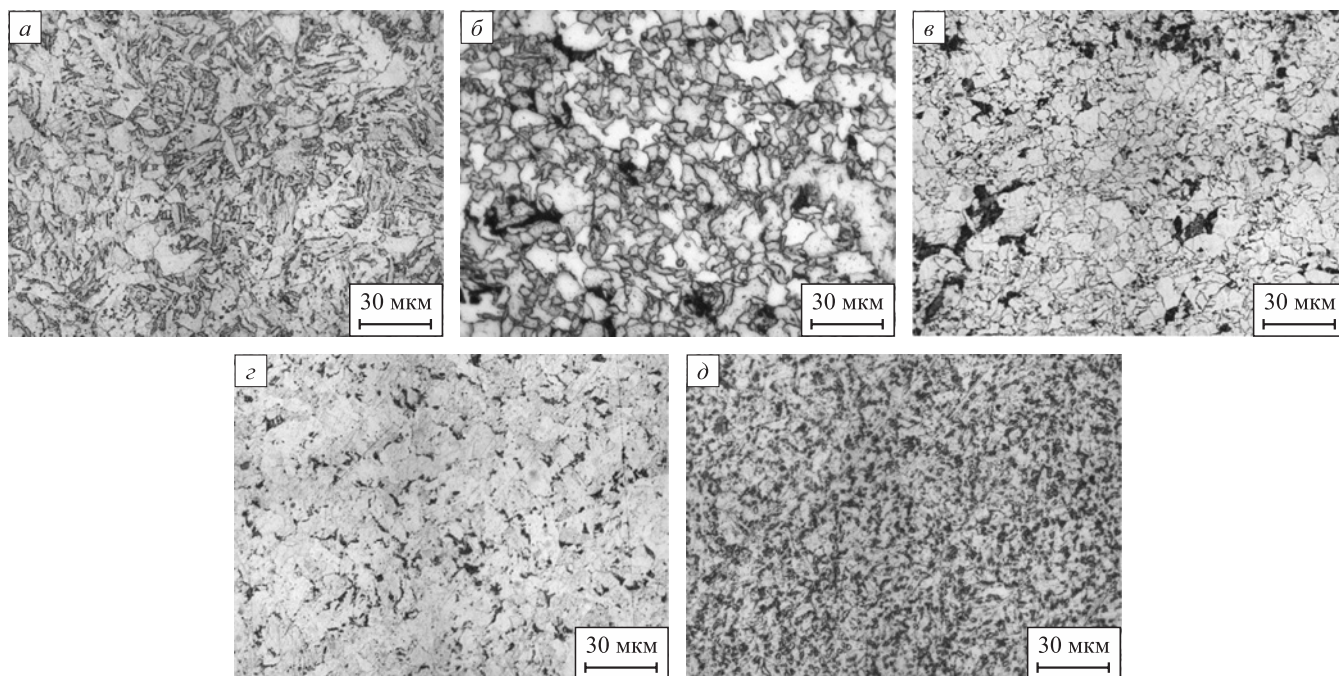


Рис. 1. Общий вид микроструктур исследуемых сталей: состав 1 (а); состав 2 (б); состав 3 (в); состав 4 (г); состав 5 (д)

Fig. 1. General view of microstructures of the studied steels: composition 1 (a); composition 2 (б); composition 3 (в); composition 4 (г); composition 5 (д)

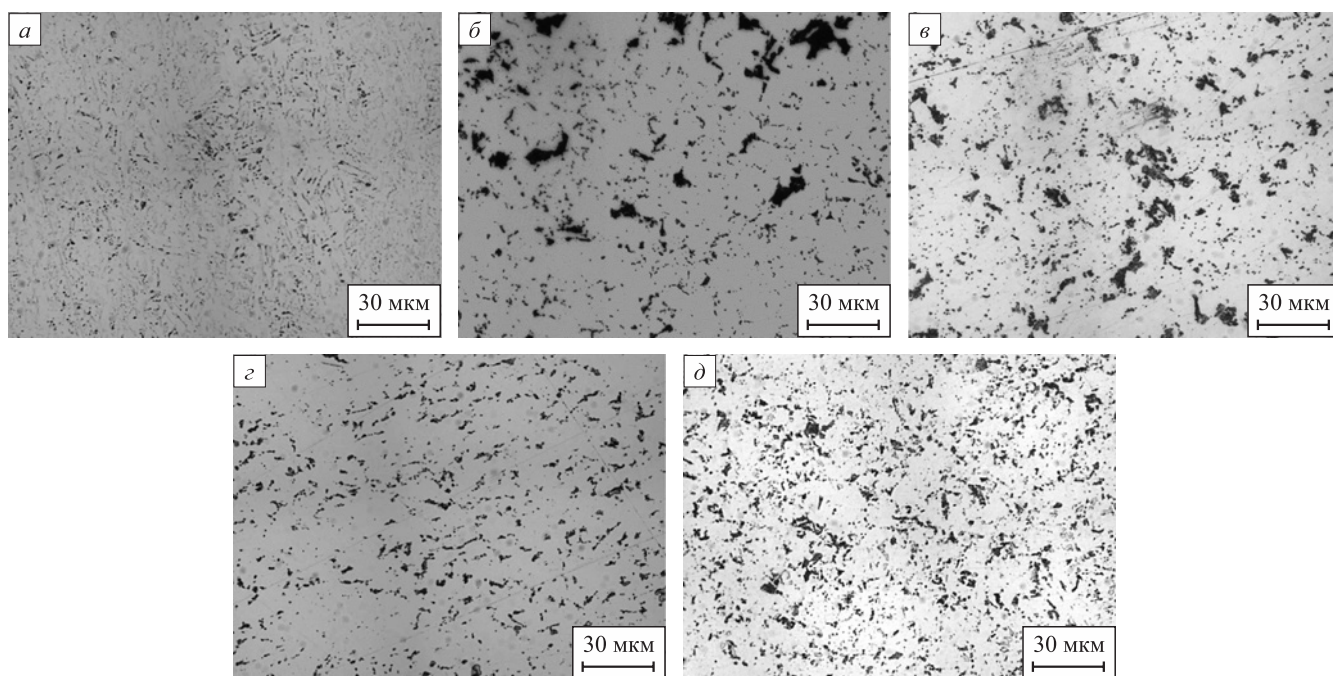


Рис. 2. Выявление перлита в исследуемых сталях:
состав 1 (а); состав 2 (б); состав 3 (в); состав 4 (г); состав 5 (д)

Fig. 2. Detection of perlite in the studied steels:
composition 1 (a); composition 2 (б); composition 3 (в); composition 4 (г); composition 5 (д)

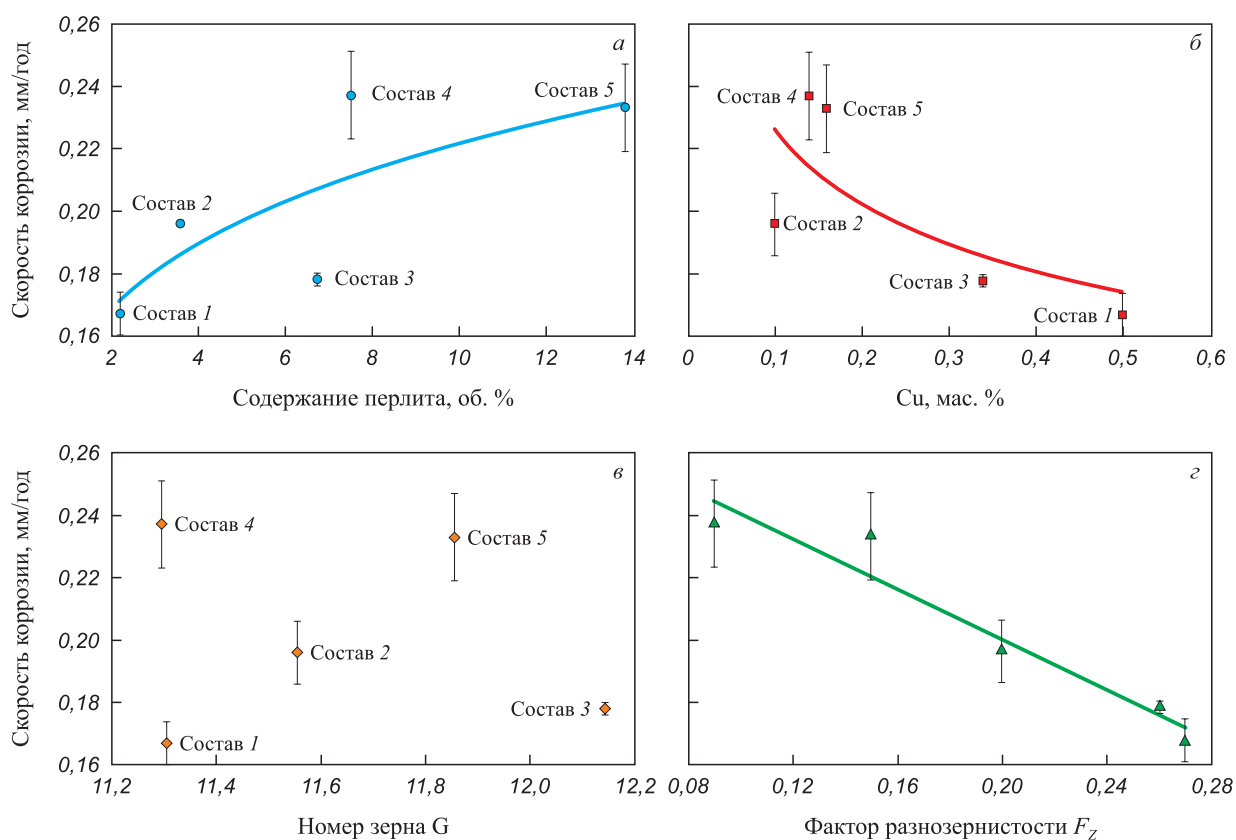


Рис. 3. Зависимость скорости коррозии исследуемых сталей от:
содержания перлита (а); содержания Cu в стали (б); номера зерна G (в); фактора разноразмерности F_z (г)

Fig. 3. Dependence of corrosion rate of the studied steels on:
perlite content (a); content of Cu in the steel (б); grain size number G (в); grain size variation factor F_z (г)

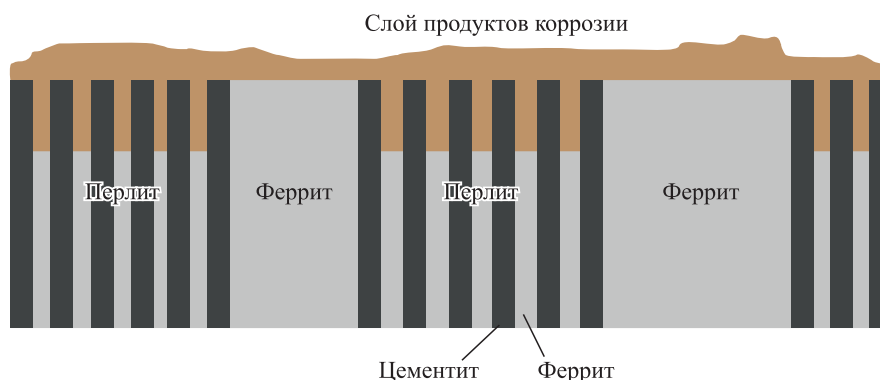


Рис. 4. Механизм коррозии ферритно-перлитных сталей в CO₂-содержащих средах [22]

Fig. 4. Mechanism of corrosion of ferritic-perlitic steels in CO₂-containing environments

ные процессы. По-видимому, увеличение количества областей перлитных колоний приводит к тому, что растет количество уязвимых с точки зрения коррозионных процессов межфазных границ феррит – цементит, а также пластинок феррита, которые впоследствии становятся анодом и быстро растворяются.

Стоит также отметить положительное влияние меди на коррозионную стойкость – увеличение содержания меди с ~0,12 до 0,50 мас. % привело к снижению скорости коррозии с 0,237 до 0,167 мм/год (рис. 3, б). Положительное влияние меди на коррозионные свойства сталей отмечается во многих исследованиях. Так, в работе [23] установлено, что введение небольшого количества меди (как правило, до 1 %) значительно повышает коррозионную стойкость низкоуглеродистых сталей. К тому же в высокопрочных низколегированных сталях медь является легирующим элементом, который обеспечивает высокую вязкость и хорошую свариваемость. Однако, несмотря на показанные в данной работе преимущества введения меди в состав стали, а также коррозионные особенности ферритно-перлитных микроструктур, использовать низколегированные малоуглеродистые стали при выборе материального исполнения инфраструктурных объектов транспорта и закачки CO₂ нужно с осторожностью и только при строгом контроле наличия свободной воды в транспор-

тируемом газе – ее количество должно быть минимальным. В противном случае необходимо использовать материалы в коррозионностойком исполнении.

По результатам оценки параметров микроструктуры исследуемых сталей, приведенным в табл. 2, можно сделать вывод, что размер зерна не оказывает определяющего влияния на коррозионную стойкость исследуемых сталей (рис. 3, в). Однако разнородность, оцененная по уравнению (3), оказывает существенное влияние на коррозионную стойкость (рис. 3, г). Таким образом, можно сделать вывод о том, что чем выше однородность структуры (и, соответственно, значение фактора F_z), тем выше коррозионная стойкость материала.

Выводы

Проведено исследование влияния особенностей микроструктурного состояния на скорость коррозии низколегированных малоуглеродистых сталей для транспорта и закачки CO₂ (CCUS). Показано, что в ферритно-перлитных сталях коррозионным процессам подвержен в первую очередь феррит, который, находясь в составе перлита, становится анодом и быстро растворяется. Как следствие, увеличение количества областей перлитных колоний в микроструктуре приводит к снижению общей коррозионной стойкости стали. Установ-

Таблица 2. Результаты оценки параметров микроструктуры сталей

Table 2. Results of assessment of the steels microstructure parameters

Номер	Структура	[Cu], мас. %	Содержание перлита, об. %	Скорость коррозии, мм/год	Номер ферритного зерна G	Фактор разнородности F_z
1	Ферритно-бейнитная	0,50	2,20	0,167 ± 0,007	11,31	0,27
2	Ферритно-перлитная	0,10	3,57	0,196 ± 0,010	11,56	0,20
3	Ферритно-перлитная	0,34	6,72	0,178 ± 0,002	12,15	0,26
4	Ферритно-перлитно-бейнитная	0,14	7,51	0,237 ± 0,014	11,30	0,09
5	Ферритно-перлитная	0,16	13,80	0,233 ± 0,014	11,86	0,15

лено положительное влияние меди на коррозионную стойкость – увеличение содержания меди в исследуемых составах с 0,12 до 0,50 мас. % привело к снижению скорости коррозии в 1,5 раза. Отмечено, что на коррозионную стойкость существенное влияние оказывает не размер зерна, а, в первую очередь, разнотернистость структуры.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Barker R., Hua Y., Neville A. Internal corrosion of carbon steel pipelines for dense-phase CO₂ transport in carbon capture and storage (CCS) – a review. *International Materials Reviews*. 2017;62(1):1–31. <https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1176306>
2. Zhang Y., Pang X., Qu S., Li X., Gao K. Discussion of the CO₂ corrosion mechanism between low partial pressure and supercritical condition. *Corrosion Science*. 2012;59:186–197. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2012.03.006>
3. Cecile M., Dwaipayan M., Guillaume N., Leila F. Material integrity aspects of CCS: an overview for CO₂ transport and storage. In: *Trondheim Conference on CO₂ Capture, Transport and Storage Trondheim, Norway – June 21–23, 2021*: 231–236.
4. IEAGHG. Corrosion and Selection of Materials for Carbon Capture and Storage. 2010;288.
5. Witkowski A., Majkut M., Rulik S. Analysis of pipeline transportation systems for carbon dioxide sequestration. *Archives of Thermodynamics*. 2014;35(1):117–140. <https://doi.org/10.2478/aoter-2014-0008>
6. Witkowski A., Rusin M., Majkut S., Rulik K. Advances in Carbon Dioxide Compression and Pipeline Transportation Processes. Springer Cham; 2015:134. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-18404-3>
7. Wang S., Zhao J., Gu Y., Xiong D., Zeng Q., Tian B. Experimental and numerical investigation into the corrosion performance of X100 pipeline steel under a different flow rate in CO₂-saturated produced water. *Journal of Solid State Electrochemistry*. 2021;25(3):993–1006. <https://doi.org/10.1007/s10008-020-04868-9>
8. Knoope M.M.J., Guijt W., Ramirez A., Faaij A.P.C. Improved cost models for optimizing CO₂ pipeline configuration for point-to-point pipelines and simple networks. *International Journal of Greenhouse Gas Control*. 2014;22:25–46. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2013.12.016>
9. Duong C. Quest carbon capture and storage offset project: Findings and learnings from 1st reporting period. *International Journal of Greenhouse Gas Control*. 2019;89:65–75. <https://doi.org/10.1016/j.ijggc.2019.06.001>
10. Wang Z.M., Liu X.T., Han X., Zhang J. Managing internal corrosion of mild steel pipelines in CO₂ enhanced oil recovery multiphase flow conditions. *Energy Technology*. 2015;3(3): 225–233. <https://doi.org/doi:10.1002/ente.201402159>
11. McGrail B.P., Schaef H.T., Glezakou V.A., Dang L.X., Owen A.T. Water reactivity in the liquid and supercritical CO₂ phase: Has half the story been neglected? *Energy Procedia*. 2009;1(1):3415–3419. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2009.02.131>
12. Yoon-Seok C., Srdjan N., Young D. Effect of impurities on the corrosion behavior of CO₂ transmission pipeline steel in supercritical CO₂-water environments. *Environmental Science and Technology*. 2010;44(23):9233–9238. <https://doi.org/10.1021/es102578c>
13. Lopez D.A., Perez T., Simison S.N. The influence of microstructure and chemical composition of carbon and low alloy steels in CO₂ corrosion. A state-of-the-art appraisal. *Materials & Design*. 2003;24(8):561–575. [https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(03\)00158-4](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(03)00158-4)
14. Paolinelli L.D., Perez T., Simison S.N. The influence of steel microstructure, chemical composition and pre-corrosion on CO₂ corrosion inhibitor efficiency. In: *NACE CORROSION'2007*. Houston, U.S.A., March 2007:07311.
15. Xu L.N. Influence of microstructure on mechanical properties and corrosion behavior of 3% Cr steel in CO₂ environment. *Materials and Corrosion*. 2012;63(11):997–1003. <https://doi.org/10.1002/maco.201106389>
16. Ochoa N., Vega C., Pebere N., Lacaze J., Brito J.L. CO₂ corrosion resistance of carbon steel in relation with microstructure changes. *Materials Chemistry and Physics*. 2015;156:198–205. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2015.02.047>
17. Kazakov A., Kiselev D. Industrial application of thixomet image analyzer for quantitative description of steel and alloy's microstructure. *Metallography, Microstructure and Analysis*. 2016;5:294–301. <https://doi.org/10.1007/s13632-016-0289-6>
18. Гроховский В.И. Возможности цифровой микроскопии в металлографии. *Цифровая микроскопия. Материалы школы-семинара*. Екатеринбург: УГТУ-УПИ; 2001;(1):18–20.
19. Лезинская Е.Я. Методы оценки структурной неоднородности металла труб оболочек ТВЭЛ и чехлов ТВС из коррозионностойких сталей и сплавов. *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 2003;(3):108–112.
20. Лезинская Е.Я., Ключев Д.Ю., Николаенко Ю.Н. Новый метод оценки разнотернистой структуры труб из нержавеющей сталей и сплавов. *Теория и практика металлургии*. 2012;(1-2):68–73.
21. Лезинская Е.Я., Ключев Д.Ю., Николаенко Ю.Н. New method for assessing the inequigranular structure of pipes of stainless steels and alloys. *Teoriya i praktika metallurgii = Theory and Practice of Metallurgy*. 2012;(1-2):68–73. (In Russ.).
22. Murase Y., Masuda H., Katayama H. Corrosion resistance of finer/coarser pearlitic structures of carbon steel. *Journal of the Electrochemical Society*. 2021;168(4):041501. <https://doi.org/10.1149/1945-7111/abf185>
23. Akeer E.S. Effect of Carbon Steel Composition and Microstructure on CO₂ Corrosion. Diss. on degree of Dr.(Ph.). Ohio University; 2014:188.
24. Медь в черных металлах: Сб. статей / Под ред. Ле Мэя И., Шётки Л. М.-Д. Москва: Металлургия; 1988:311.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Анна Сергеевна Ровбо, инженер, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ORCID: 0000-0002-8312-7351

E-mail: harchenko.annna@yandex.ru

Иван Андреевич Голубев, к.т.н., инженер-исследователь, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ORCID: 0000-0001-7516-3566

E-mail: golubev_ia@spbstu.ru

Никита Олегович Шапошников, к.т.н., директор Научно-образовательного центра «Газпромнефть-Политех», Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

E-mail: shaposhn_no@spbstu.ru

Артем Витальевич Пенигин, руководитель проекта, Научно-технический центр «Газпром нефти»

E-mail: penigin.av@gazpromneft-ntc.ru

Александр Сергеевич Федоров, инженер-исследователь Научно-технологического комплекса Новые технологии и материалы, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

ORCID: 0000-0003-2571-060X

E-mail: fedorov_as@spbstu.ru

Anna S. Rovbo, Engineer, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ORCID: 0000-0002-8312-7351

E-mail: harchenko.annna@yandex.ru

Ivan A. Golubev, Cand. Sci. (Eng.), Research Engineer, Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ORCID: 0000-0001-7516-3566

E-mail: golubev_ia@spbstu.ru

Nikita O. Shaposhnikov, Cand. Sci. (Eng.), Director of the Scientific and Educational Center "Gazpromneft-Polytech", Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

E-mail: shaposhn_no@spbstu.ru

Artem V. Penigin, Project Manager, Gazprom Neft Scientific and Technical Center

E-mail: penigin.av@gazpromneft-ntc.ru

Aleksandr S. Fedorov, Research Engineer of the Scientific and Technological Complex "New Technologies and Materials", Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University

ORCID: 0000-0003-2571-060X

E-mail: fedorov_as@spbstu.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. С. Ровбо – исследование, методология, формальный анализ; написание, рецензирование и редактирование текста, визуализация.

И. А. Голубев – концептуализация, администрирование проекта.

Н. О. Шапошников – администрирование проекта, получение финансирования.

А. В. Пенигин – администрирование проекта.

А. С. Федоров – исследование, методология, формальный анализ, визуализация.

A. S. Rovbo – research, methodology, formal analysis; writing, reviewing and editing the text; visualisation.

I. A. Golubev – conceptualisation, project administration.

N. O. Shaposhnikov – project administration, obtaining funding.

A. V. Penigin – project administration.

A. S. Fedorov – research, methodology, formal analysis, visualisation.

Поступила в редакцию 10.10.2023

После доработки 07.03.2024

Принята к публикации 15.03.2024

Received 10.10.2023

Revised 07.03.2024

Accepted 15.03.2024



УДК 669.168

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-237-244



Оригинальная статья
Original article

РАЦИОНАЛЬНЫЕ ВАРИАНТЫ ПРИМЕНЕНИЯ ВЫСОКОКАЧЕСТВЕННОГО МАРГАНЦЕВОГО КОНЦЕНТРАТА

И. А. Рыбенко, И. Д. Рожихина, О. И. Нохрина, М. А. Голодова

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

m.irina1976@mail.ru

Аннотация. В работе представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований процессов восстановления марганца из оксидов высококачественного марганцевого концентрата, полученного в результате гидрометаллургического обогащения железомарганцевых руд, а также из марокита (продукта термического синтеза концентрата) и доломита углеродом и кремнием. Методом термодинамического моделирования с использованием программного комплекса Терра определены оптимальные температуры и расходы восстановителей, обеспечивающие полное восстановление марганца. В качестве восстановителя при использовании оксидных марганецсодержащих материалов для обработки стали можно использовать любой из рассмотренных восстановителей или их комбинацию в определенных соотношениях. Результаты экспериментальных исследований позволили разработать технологию получения марокит-манганитового концентрата и монофазного синтетического материала (CaMnO_3). Эти материалы можно получать по технологии, которая включает механическую и термическую обработки смеси высококачественного марганцевого концентрата и обожженного доломита или извести. Марокит-манганитовый концентрат применим для легирования стали марганцем при выплавке ее в электропечи и в агрегате ковш-печь, а монофазный синтетический материал – для производства металлического марганца. На основании результатов термодинамических расчетов и экспериментальных исследований предложены технологические параметры обработки стали марокит-манганитовым концентратом в электропечи и агрегате ковш-печь. Для получения металлического марганца внепечным алюминотермическим процессом следует использовать в качестве шихтовой составляющей монофазный синтетический материал CaMnO_3 , что позволит повысить термичность процесса, а также извлечение марганца на уровне 90 %. Результаты экспериментальных исследований были получены при использовании современных методов исследования с применением лабораторного и аналитического оборудования, а также методов статистической обработки результатов.

Ключевые слова: высококачественный марганцевый концентрат, марокит, монофазный синтетический материал, термохимический синтез, термодинамическое восстановление, восстановители, обработка стали, металлический марганец

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Субъекта РФ (Кемеровская обл. – Кузбасс) в рамках научного проекта № 20-48-420001/22.

Для цитирования: Рыбенко И.А., Рожихина И.Д., Нохрина О.И., Голодова М.А. Рациональные варианты применения высококачественного марганцевого концентрата. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2024;67(2):237–244. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-237-244>

RATIONAL APPLICATION OF HIGH QUALITY MANGANESE CONCENTRATE

I. A. Rybenko, I. D. Rozhikhina, O. I. Nokhrina, M. A. Golodova

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

m.irina1976@mail.ru

Abstract. The article presents the results of theoretical and experimental studies of manganese reduction processes from oxides of high-quality manganese concentrate obtained by hydrometallurgical enrichment of ferromanganese ores, as well as, from marokite (product of thermal synthesis of concentrate and dolomite) with carbon and silicon. The method of thermodynamic modeling with TERRA software complex determined the optimal temperatures and costs of reducing agents that ensure the complete reduction of manganese. It was found that any of the above-mentioned reducing agents, or a combination thereof in certain ratios, can be utilized as a reducing agent when using oxide manganese-containing materials for steel treatment. The results of experimental studies made it possible to develop technology for the production of marokite-manganite concentrate and monophase synthetic material (CaMnO_3). They can be obtained using the technology developed by the authors, which includes mechanical and thermal treatment of a mixture of high-quality manganese concentrate and calcined dolomite or lime. Marokite-manganite concentrate is useful for alloying steel

with manganese when it is smelted in an electric furnace or in a ladle furnace unit, and a monophasic synthetic material is efficient for the production of metal manganese. Based on the results of thermodynamic calculations and experimental studies, technological parameters for processing steel with marokite-manganite concentrate in an electric furnace and a ladle furnace unit are proposed. Monophasic synthetic material CaMnO_3 should be used as the charge component for the production of metal manganese by the out-of-furnace aluminum thermal treatment, which will increase the terminality of the process, as well as the extraction of manganese at the level of 90 %. The results of experimental studies were obtained using modern research methods with laboratory and analytical equipment, as well as statistical processing methods.

Keywords: high-quality manganese concentrate, marokite, monophasic synthetic material, thermochemical synthesis, thermodynamic reduction, reducing agents, steel treatment, metal manganese

Acknowledgements: The research was supported by the Russian Foundation for Basic Research and the Subject of the Russian Federation (Kemerovo region-Kuzbass) in the framework of the scientific project no. 20-48-420001/22.

For citation: Rybenko I.A., Rozhikhina I.D., Nokhrina O.I., Golodova M.A. Rational application of high quality manganese concentrate. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):237–244. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-237-244>

АКТУАЛЬНОСТЬ

Для решения проблемы обеспечения металлургической отрасли марганцем, имеющим важное стратегическое значение, необходима организация промышленной добычи и обогащения марганцевых руд месторождений, расположенных в Российской Федерации, на основе существующих прогрессивных технологических разработок. В России имеются значительные запасы марганцевых руд (более 290 млн т), но на большинстве отечественных месторождений руды отличаются невысоким качеством: при низком (18–24 %) содержании марганца и высоком удельном содержании фосфора (отношение $\text{P/Mn} > 0,006$) они имеют повышенное содержание железа и кремния, относятся к труднообогатимым [1–3].

Значительные запасы железомарганцевых руд имеются на Селезеньском и Кайгадатском (32,7 млн т) месторождениях. В настоящее время эти руды не вовлечены в металлургическое производство, так как металлургические способы обогащения для них непригодны [1; 3; 4].

В последние два десятилетия как в России [5–8], так и за рубежом [9–12] уделяется большое внимание поискам новых химических и гидрометаллургических методов обогащения бедных марганцевых руд, шлаков и шламов [13–15] в связи с решением проблемы ресурсосбережения. Кроме того, к ранее существующим требованиям по экономической эффективности процессов добавляется еще и их экологическая безопасность [16–18].

В настоящей работе выполнены термодинамические расчеты и экспериментальные исследования по обогащению железомарганцевых руд Кемеровской области – Кузбасса. Полученные результаты позволили определить основные технологические параметры извлечения марганца и железа, разработать технологическую схему обогащения, при реализации которой возможно получение высококачественных концентратов марганца и железа, при этом извлечение марганца составляет 90–92 %, извлечение железа – 86–90 % [19].

Изучение процессов восстановления марганца из оксидов высококачественного марганцевого концентрата, выбор восстановителей, позволяющих значи-

тельно повысить извлечение марганца, и разработка эффективных технологий подготовки и применения высококачественного марганцевого концентрата являются актуальными задачами.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И МАТЕРИАЛЫ

Фазовый и химический составы высококачественного марганцевого концентрата определялись методами химического и рентгенофазового анализов.

В результате исследований [1] установлено, что металлотермическое восстановление марганца из оксидов значительно ускоряется при использовании марокита $(\text{Ca}, \text{Mg})\text{Mn}_2\text{O}_4$ и манганитов $(\text{Ca}, \text{Mg})\text{MnO}_3$ кальция и магния, которые могут быть получены из высококачественного марганцевого концентрата. Для стабильного восстановления марганца необходимо в исходном марганецсодержащем материале иметь постоянное количество марокита и манганитов кальция и магния. Марокит-манганитовый концентрат и монофазный синтетический марганцевый материал, представляющий собой CaMnO_3 , можно получать по технологии, которая включает в себя механическую и термическую обработки смеси высококачественного марганцевого концентрата и обожженного доломита или извести.

Марокит-манганитовый концентрат может быть использован для легирования стали марганцем при выплавке ее в электропечи и в агрегате ковш-печь, а монофазный синтетический марганцевый материал – для производства металлического марганца.

При реализации термодинамического моделирования восстановления марганца из оксидов высококачественного марганцевого концентрата и марокит-манганитового концентрата использовали программный комплекс Терра, позволяющий на основе принципа максимума энтропии находить равновесный состав многокомпонентной, гетерогенной термодинамической системы для высокотемпературных условий [20].

Для определения технологических параметров смесей, применяемых для обработки стали в электрошлаковом агрегате, в агрегате ковш-печь изготовили брикеты из манганит-марокитового концентрата и порошка самопроизвольно рассыпавшегося сплава

ФС45Mn25 (25 % Mn и 45 % Si) [1]. В качестве связующего использовали 23,2 % зола ТЭЦ (8,88 % Al_2O_3 ; 23,98 % SiO_2 ; 0,56 % TiO_2 ; 45,85 % CaO ; 4,98 % MgO ; 6,32 % FeO ; 8,18 % Fe_2O_3 ; 1,82 % ппп) и воду (остальное).

Брикеты проплавляли в печи Таммана при температуре 1773 – 1823 К. После выдержки в течение 5 мин металл и шлак сливали и анализировали.

Использование монофазного синтетического материала CaMnO_3 для получения металлического марганца алюминотермическим процессом позволит увеличить термичность процесса (так как марганец в этом соединении представлен высшим оксидом), проводить плавку внепечным процессом, а также повысить извлечение марганца.

Для расчета состава шихты, продуктов плавки, удельного теплового эффекта процесса алюминотермического производства металлического марганца была разработана компьютерная программа, в основу которой положены стехиометрические уравнения теплового баланса при металлотермическом процессе.

При проведении опытных плавок шихта состояла из высококачественного концентрата, монофазного материала (CaMnO_3) и алюминиевого порошка. Плавку вели в горне с верхним запалом.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Усредненный химический состав высококачественного марганцевого концентрата: 59,50 % $\text{Mn}_{\text{общ}}$; 0,28 % $\text{Fe}_{\text{общ}}$; 5,35 % CaO ; 4,00 % CaCl_2 ; менее 1,00 % SiO ; менее 0,01 % P. Результаты рентгенофазового анализа показали, что марганец в высококачественном концентрате содержится в основном в виде Mn_3O_4 , а также содержит (немного) α -марганец, манганозит MnO , хлорид кальция CaCl_2 .

Исследование углеродотермического восстановления марганца в системе $\text{Mn}_3\text{O}_4 - \text{C}$ в отсутствие железа показало, что восстановление марганца начинается при

температурах выше 1723 К и расходе углерода более 1,5 молей. Одновременно начинается процесс испарения марганца. При температуре 1723 К и избытке углерода в системе присутствует карбид марганца Mn_7C_3 , который исчезает при увеличении температуры. Полное восстановление марганца происходит при расходе углерода 2 моля.

Расчеты в системе $\text{Mn}_3\text{O}_4 - \text{Si}$ показали, что восстановление марганца кремнием реализуемо на всем заданном температурном интервале. Результаты исследований представлены на рис. 1. Полное восстановление марганца происходит при расходе кремния 1 моль, этому значению соответствует максимальное (47 %) содержание марганца в системе, которое при увеличении расхода восстановителя снижается за счет разбавления избыточным кремнием.

При термодинамическом моделировании восстановления марганца из оксидов марокита расчеты были выполнены для 1 кг CaMn_2O_4 , диапазон изменения количества восстановителей (углерода и кремния) от 0 до 0,30 кг/кг марокита при температуре от 1273 до 2273 К.

Результаты расчетов показали, что при использовании в качестве восстановителя углерода восстановление начинается при температуре 1623 К и расходе углерода более 0,05 кг/кг марокита и заканчивается при температуре 1723 К. При восстановлении марганца из оксидов марокита кремнием процесс от температуры в заданном диапазоне не зависит, это означает, что при температурах сталеплавильных процессов восстановление марганца зависит только от расхода восстановителя.

При совместном восстановлении марганца из марокита углеродом и кремнием при температурах сталеплавильных процессов марганец находится в виде металлического марганца в конденсированной и газовой фазах, карбид марганца отсутствует.

Представленная на рис. 2 зависимость коэффициента извлечения марганца от расходов углерода и кремния при $T = 1923$ К показывает, что при расхо-

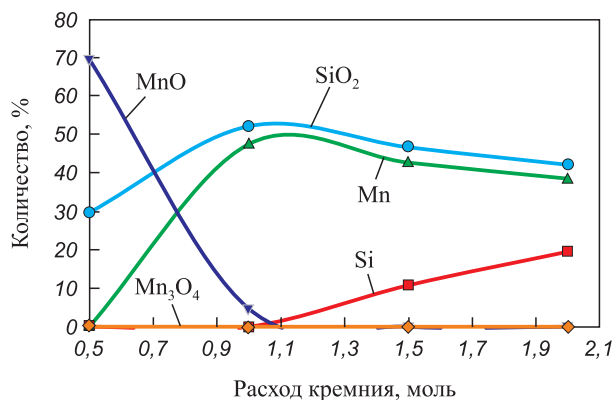


Рис. 1. Зависимости равновесных составов в системе $\text{Mn}_3\text{O}_4 - \text{Si}$ от расхода кремния

Fig. 1. Dependence of equilibrium compositions in the $\text{Mn}_3\text{O}_4 - \text{Si}$ system on silicon consumption

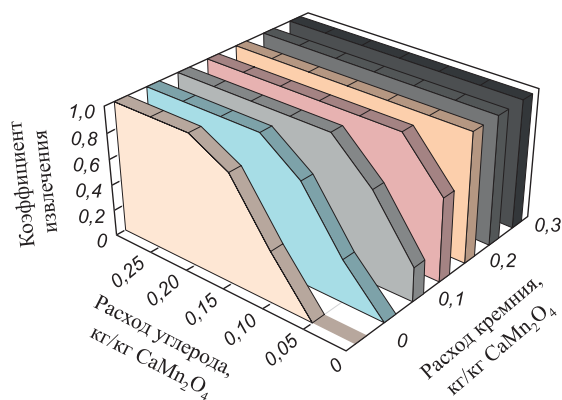


Рис. 2. Коэффициент извлечения марганца при совместном восстановлении кремнием и углеродом при температуре 1923 К

Fig. 2. Manganese recovery coefficient at combined reduction with silicon and carbon at $T = 1923$ K

дах восстановителей более 0,2 кг/кг марокита марганец восстанавливается полностью.

Таким образом, в качестве восстановителя при использовании марганец содержащих оксидных материалов для обработки стали можно использовать любой из рассмотренных восстановителей или их комбинация в определенных соотношениях.

Результаты фазового анализа образцов марокит-манганитового концентрата, полученного при термической обработке смесей марганцевого высококачественного концентрата и обожженного флюса, и их взвешивания после двух недель хранения на воздухе представлены в табл. 1.

Смесь высококачественного марганцевого концентрата и обожженного доломита после выдержки при температуре 1223 К в течение 2 ч превращается в марокит-манганитовый концентрат, который на воздухе практически не гигроскопичен, так как свободных оксидов кальция не содержит.

Экспериментальные данные по восстановлению марганца из брикетов с марокит-манганитовым концентратом представлены в табл. 2. Получение из высококачественного марганцевого концентрата и доломита манганит-марокитового концентрата делает процесс обработки стали марганецсодержащими материалами практически безотходным.

Соотношение $(\text{CaO} + 1,4\text{MgO})/\text{Mn}$ в марокит-манганитовом концентрате может быть в пределах $0,5 \div 1,0$.

Однако при плавке лучшие результаты могут быть получены при отношении $(\text{CaO} + 1,4\text{MgO})/\text{Mn}$ в марокит-манганитовом концентрате $0,50 \div 0,72$. Это связано с уменьшением расхода восстановителя (кремния). Последнее, в свою очередь, уменьшает кратность шлака. Таким образом, при $(\text{CaO} + 1,4\text{MgO})/\text{Mn} = 0,51 \div 1,00$ весь марганец связывается в манганиты кальция и магния и марокит, что обеспечивает наиболее полное его восстановление. При $(\text{CaO} + 1,4\text{MgO})/\text{Mn} < 0,50$ появляются свободные оксиды марганца, что увеличивает потери марганца при восстановлении, а если это отношение более 0,72 – увеличиваются расход кремния на восстановление и кратность шлака, однако высокая степень восстановления возможна и при отношении менее 1,0.

На основании результатов термодинамических расчетов и экспериментальных исследований предложены технологические параметры обработки стали марокит-манганитовым концентратом в электропечи и агрегате ковш-печь: концентрат задают на поверхность металла, при этом необходимо предварительное тщательное окисление металла и шлака для снижения общей окисленности системы металл – шлак. Реальным восстановителем марганца из расплава марокит-манганитового концентрата является кремний. В целях экономии кремния восстановление марганца необходимо начинать углеродом, вводя его коксом на поверхность оксидного марганецсодержащего расплава.

Таблица 1. Результаты фазового анализа образцов

Table 1. Results of phase analysis of the samples

Показатель	Значение показателя для опыта			
	1	2	3	4
Отношение $(\text{CaO} + 1,4\text{Mg})/\text{Mn}$ в смеси	1,00	0,83	0,72	0,55
Основная фаза	Манганит	Манганит	Манганит	Марокит
Присутствует в заметных количествах	–	Марокит	Марокит	–
Следы, немного	Марокит, гаусманит	Гаусманит, манганозит	Гаусманит	Гаусманит
Изменение массы после двухнедельной выдержки	Не набл.	Не набл.	Не набл.	Не набл.

Таблица 2. Средние результаты опытов восстановления брикетов с марокит-манганитовым концентратом

Table 2. Average results of experiments on reduction of briquettes with marokite-manganite concentrate

Отношение $(\text{CaO} + 1,4\text{MgO})/\text{Mn}$ в концентрате	Состав брикетов, %		Показатели плавки		Состав металла, %		Извлечение марганца, %		Расход кремния, кг/кг восс. марганца	Полезное использование кремния, %
	Сплав ФС45Mn25	Концентрат	Выход металла, %	Кратность шлака, т/т	Mn	Si	из брикета	из концентрата		
0,55	52,6	47,4	116,5	0,61	74,14	18,55	95,8	92,80	0,441	90,3
0,72	51,7	48,3	115,7	0,64	75,26	18,90	96,0	94,27	0,422	91,6
0,83	50,5	49,5	115,5	0,71	73,30	18,15	93,1	87,90	0,483	87,0
1,00	50,2	49,8	112,2	0,75	74,50	17,45	92,3	89,48	0,540	82,3

Таблица 3. Результаты рентгенофазового анализа синтезированного монофазного материала

Table 3. Results of X-ray phase analysis of synthesized monophase material

Материал	Фазовый состав
Известь	Много: известь CaO Присутствует: портланд Ca(OH) ₂ , кальцит CaCO ₃
Высококачественный марганцевый концентрат	Много: гаусманит Mn ₃ O ₄
Синтезированный материал	Много: CaMnO ₃ Присутствует немного: марокит CaMn ₂ O ₄

При использовании высококачественного марганцевого концентрата для производства металлического марганца термохимическим синтезом был получен монофазный материал, результаты рентгенофазового анализа которого представлены в табл. 3.

Восстановление марганца алюминием из синтезированного материала сопровождается значительным выделением тепла и может быть представлено схемой



Полученный оксид Al₂O₃ взаимодействует с оксидом CaO с образованием легкоплавких алюминатов. Следовательно, в ходе восстановления потери марганца теоретически могут быть минимальными.

Так как в качестве исходного марганецсодержащего материала использовали смесь высококачественного

марганцевого концентрата и монофазного синтетического материала CaMnO₃, прежде всего необходимо было определить оптимальное соотношение составляющих смеси. Для этой цели по разработанной программе рассчитаны тепловые балансы алюминотермических плавов металлического марганца. Результаты расчета представлены на рис. 3, а.

Для получения удельного теплового эффекта 2500 – 2600 кДж/кг шихты, необходимого для протекания самопроизвольного процесса и хорошего разделения металла и шлака, содержание синтезированного монофазного материала CaMnO₃ в шихте должно составлять 25 – 35 %, а высококачественного марганцевого концентрата 65 – 75 %, что подтверждается экспериментальными данными (рис. 3, б).

В результате опытных плавов получен металл, химический состав которого приведен в табл. 4. Из получен-

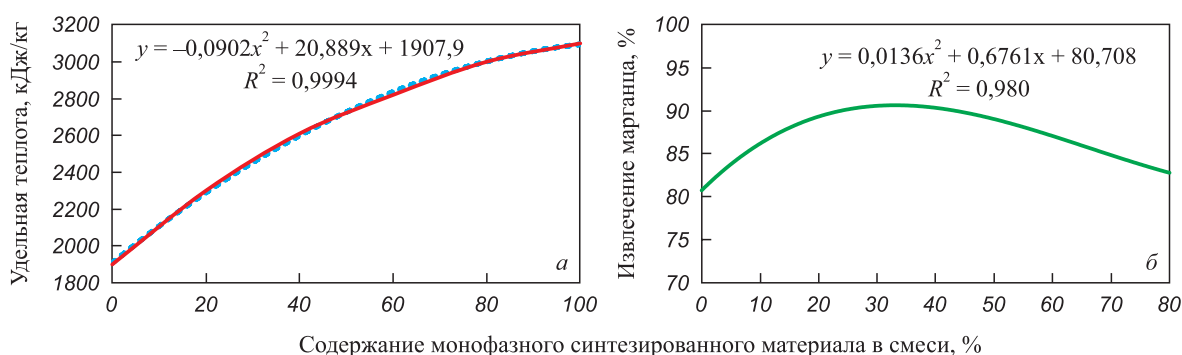


Рис. 3. Зависимость удельной теплоты процесса (а) и выхода марганца (б) от содержания синтетического монофазного материала

Fig. 3. Dependence of specific heat of the process (a) and of manganese yield (b) on the content of synthetic monophase material

Таблица 4. Химический состав опытного металла

Table 4. Chemical composition of the experimental metal

Плавка	Состав металла, %						Содержание MnO в шлаке, %	Извлечение Mn, %
	Mn	Al	Si	Fe	S	P		
1	96,89	0,81	0,45	0,88	0,004	0,006	7,24	90,70
2	97,00	0,75	0,38	0,83	0,002	0,006	6,15	90,11
3	97,12	0,73	0,40	0,74	0,003	0,005	6,01	91,16
4	96,78	0,68	0,58	0,97	0,004	0,004	8,15	87,68
5	96,84	0,83	0,64	0,91	0,004	0,006	7,35	89,89



Рис. 4. Технологическая схема применения высококачественного марганцевого концентрата

Fig. 4. Process diagram of application of high-quality manganese concentrate

ных результатов видно, что химический состав сплава соответствует требованиям ГОСТ 6008 – 80.

Необходимо отметить, что металлический марганец отличается низким содержанием вредных примесей (фосфора и серы), а содержание железа не превышает 1 %. Извлечение марганца из концентрата составило в среднем примерно 90 %, кратность шлака 2,30 – 2,65.

В ходе экспериментов температура расплава составляла примерно 2300 – 2373 К (при оптимальном соотношении высококачественного концентрата и монофазного материала (CaMnO_3) $6,5 \div 7,5 - 3,5 \div 2,5$).

Сквозное извлечение марганца при выплавке металлического марганца из высококачественного марганцевого концентрата составило 85,3 – 89,3 %, что значительно превышает извлечение марганца при выплавке металлического марганца алюминотермическим внепечным процессом из пероксидных марганцевых руд, которое составляет 69 – 72 %. Полезное использование алюминия составляет 94 – 96 %.

В результате термодинамических и экспериментальных исследований предложена технологическая схема (рис. 4) применения высококачественного марганцевого концентрата, полученного при гидрометаллургическом обогащении железомарганцевых руд Кузбасса.

Выводы

Результаты экспериментальных исследований позволили разработать технологию получения марокит-манганитового концентрата и монофазного синтетического материала (CaMnO_3), использование которых позволяет повысить извлечение марганца до 90 – 92 %.

Методом термодинамического моделирования определены оптимальные температуры и расходы восстановителей (углерода и кремния), обеспечивающие восстановление марганца из оксидов высококачественного марганцевого концентрата, полученного в результате гидрометаллургического обогащения железомарганцевых руд, а также из марокит-манганитового концентрата. Установлено, что в качестве восстановителя при использовании оксидных марганецсодержащих материалов для обработки стали можно использовать любой из рассмотренных восстановителей или их комбинацию в определенных соотношениях.

На основании результатов термодинамических расчетов и экспериментальных исследований предложены технологические параметры обработки стали марокит-манганитовым концентратом в электропечи и агрегате ковш-печь. Для получения металлического марганца внепечным алюминотермическим процессом разработаны оптимальные технологические режимы с использованием монофазного синтетического материала (CaMnO_3) и высококачественного марганцевого концентрата, что позволит повысить извлечение марганца на уровне 90 %.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Рожихина И.Д., Нохрина О.И. Производство марганецсодержащих материалов и сплавов с использованием руд месторождений Западной Сибири. Новокузнецк: ИЦ СибГИУ; 2007:172.
2. Нохрина О.И., Рожихина И.Д., Едильбаев А.И., Едильбаев Б.А. Марганцевые руды Кемеровской области – Кузбасса и методы их обогащения. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2020;63(5):344–350.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-5-344-350>
3. Тигунов Л.П., Смирнов Л.А., Менадисиева Р.А. Марганец: геология, производство, использование. Екатеринбург: АНБ; 2006:183.
4. Нохрина О.И., Рожихина И.Д., Голодова М.А., Израильский А.О. Изучение возможности обогащения железомарганцевых руд Кузбасса. *Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации*. 2020;76(9):904–909.
Nokhrina O.I., Rozhikhina I.D., Golodova M.A., Izrail'skii A.O. Study of Kuzbass iron-manganese ores enrichment possibilities. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information*. 2020;76(9):904–909. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-5-344-350>
5. Сутырин Ю.Е. Анализ состояния гидрометаллургической переработки марганцевого сырья. *Национальная металлургия*. 2003;(2):99–104.
Sutyurin Yu.E. Analysis of the state of hydrometallurgical processing of manganese raw materials. *Natsional'naya metallurgiya*. 2003;(2):99–104. (In Russ.).

6. Чернобровин В.П., Мизин В.Г., Сирина Т.П., Дашевский В.Я. Комплексная переработка карбонатного марганцевого сырья: химия и технология. Челябинск: ЮУрГУ; 2009:294.
7. Тигунов Л.П., Ожогина Е.Г., Литвинцев Э.Г., Броницкая Е.С., Ануфриева С.И., Калиш Е.А. Современные технологии обогащения и гидрометаллургического передела марганцевых руд. *Горный журнал*. 2007;(2):78–84.
Tigunov L.P., Ozhogina E.G., Litvintsev E.G., Bronitskaya E.S., Anufrieva S.I., Kalish E.A. Up-to-date technologies for concentration and hydrometallurgical processing of manganese ores. *Gornyi zhurnal*. 2007;(2):78–84. (In Russ.).
8. Курков А.В., Мамошин М.Ю., Рогожин А.А. Прорывные гидрометаллургические процессы для устойчивого развития технологий переработки минерального сырья. Москва: Научное издание ФГБУ «ВИМС»; 2019:106.
9. Dreisinger D. Keynote address: Hydrometallurgical process development for complex ores and concentrates. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*. 2009;109(5):253–271.
10. Hatk P.K., Sukla L.B., Das S.C. Aqueous SO₂ leaching studies on Nishikhal manganese ore through factorial experiment. *Hydrometallurgy*. 2000;54(2–3):217–228.
11. Trifoni M., Toso L., Vegliu F. Reductive leaching of man-ganiferous ores by glucose and H₂SO₄: effect of alcohols. *Hydrometallurgy*. 2001;59(1):1–14.
[https://doi.org/10.1016/S0304-386X\(00\)00138-9](https://doi.org/10.1016/S0304-386X(00)00138-9)
12. Ding P., Liu Q., Pang W. A review of manganese ore benefi-ciation: Situation and development. *Applied Mechanics and Materials*. 2013;380–384:4431–4433.
<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.380-384.4431>
13. Yang Z.Z., Li G.Q., Huang C.G., Ding J. Mn ore smelting reduction based on double slag operation in BOF. *Applied Mechanics and Materials*. 2013;753-755:76–80.
<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.753-755.76>
14. Pan M.C., Liu X.L., Zou R., Huang J., Han J.C. Study of heat treatment technology on medium-carbon-low-alloy-steel large hammer formation of gradient performance. *Advanced Materials Research*. 2014;881-883:1288–1292.
<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.881-883.1288>
15. Ayala J., Fernandez B. Recovery of manganese from silico-manganese slag by means of a hydrometallurgical process. *Hydrometallurgy*. 2015;158:68–73.
<https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2015.10.007>
16. Veglio F., Trifoni M., Abbruzzese C., Toro L. Column leach-ing of a manganese dioxide ore: a study by using fractional factorial design. *Hydrometallurgy*. 2001;59(1):31–44.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0304-386X\(00\)00139-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0304-386X(00)00139-0)
17. Kang T.T., Liu Y., Huang Y.B., Dong J., Huang Q., Li Y. Syn-thesis and dephosphorization of iron manganese composite oxide by acid leaching on iron manganese ore. *Advanced Materials Research*. 2012;554–556:489–493.
<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.554-556.489>
18. Sun D., Li M.L., Li C.H., Cul R., Zheng X.Y. A green enrich-ing process of Mn from low grade ore of manganese car-bonate. *Applied Mechanics and Materials*. 2014;644–650:5427–5430.
<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.644-650.5427>
19. Нохрина О.И., Рожихина И.Д., Голодова М.А. Получение высококачественных концентратов методом гидроме-таллургического обогащения марганцевых руд. *Машиностроение: сетевой электронный научный журнал*. 2023;10(1):47–51.
Nokhrina O.I., Rozhikhina I.D., Golodova M.A. Produc-tion of high-quality concentrates by method of hydrometal-lurgical concentration of manganese ores. *Russian Internet Journal of Industrial Engineering*. 2023;10(1):47–51. (In Russ.).
20. Трусов Б.Г. Программная система ТЕРРА для моделиро-вания фазовых и химических равновесий при высоких температурах. В кн.: *III межд. симпозиум «Горение и плазмохимия». 24-26 августа 2005. Алматы, Казахстан*. Алматы: Казак университети; 2005:52–57.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Инна Анатольевна Рыбенко, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой прикладных информационных технологий и программирования, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0003-1679-0839
E-mail: rybenkoi@mail.ru

Ирина Дмитриевна Рожихина, д.т.н., профессор-консультант кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0002-3034-4539
E-mail: rojihina_id@mail.ru

Ольга Ивановна Нохрина, д.т.н., профессор-консультант кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0001-9448-8948
E-mail: nvi52@mail.ru

Марина Анатольевна Голодова, к.т.н., доцент кафедры архитектуры, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0003-0105-9285
E-mail: m.irina1976@mail.ru

Inna A. Rybenko, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Chair of Applied Information Technologies and Programming, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0003-1679-0839
E-mail: rybenkoi@mail.ru

Irina D. Rozhikhina, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0002-3034-4539
E-mail: rojihina_id@mail.ru

Ol'ga I. Nokhrina, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0001-9448-8948
E-mail: nvi52@mail.ru

Marina A. Golodova, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Architecture, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0003-0105-9285
E-mail: m.irina1976@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

И. А. Рыбенко – проведение термодинамических расчетов, обработка результатов расчетов.

И. Д. Рожихина – постановка задачи, анализ литературных источников, написание основного текста статьи, проведение экспериментов и обработка их результатов.

О. И. Нохрина – проведение экспериментов и обработка их результатов, редактирование статьи.

М. А. Голодова – обработка термодинамических расчетов, построение графиков и их описание, выполнение рисунков.

I. A. Rybenko – conducting thermodynamic calculations, processing calculation results.

I. D. Rozhikhina – problem statement, analysis of literary sources, writing the main text of the article, conducting experiments and processing their results.

O. I. Nokhrina – conducting experiments and processing their results, editing the article.

M. A. Golodova – processing thermodynamic calculations, plotting and describing them, design of drawings.

Поступила в редакцию 04.04.2022

После доработки 25.04.2022

Принята к публикации 11.05.2022

Received 04.04.2022

Revised 25.04.2022

Accepted 11.05.2022



УДК 669.162.263

DOI 10.17073/0368-0797-2024-2-245-253



Оригинальная статья

Original article

ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩАЯ СИСТЕМА ДВИЖЕНИЯ СЛОЕВ ШИХТЫ И НАКОПЛЕНИЯ РАСПЛАВА В ГОРНЕ ДОМЕННОЙ ПЕЧИ

Н. А. Спирин[✉], И. А. Гурин, В. В. Лавров, Л. А. Зайнуллин

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина (Россия, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 28)

✉ n.a.spirin@urfu.ru

Аннотация. В статье представлены результаты разработки информационно-моделирующей системы движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи. В основу работы положены математические модели, отражающие современные представления о протекании физико-химических явлений доменной плавки и технологические особенности ведения доменного процесса. Применение системы позволяет определить и визуализировать конфигурацию слоев железорудных материалов и кокса по высоте рабочего пространства с учетом заданной рудной нагрузки в равновеликих кольцевых зонах доменной печи. В построении конфигурации слоев шихты при подходе материалов в распар печи учтены особенности их движения. Это обусловлено влиянием фурменных очагов, процессов первичного шлакообразования, изменения толщины слоя кокса, вызванного развитием процесса прямого восстановления. Расчет процесса накопления расплава в горне доменной печи предусматривает определение объема шлака, оставшегося в горне печи после закрытия летки предыдущего выпуска, расчет динамики заполнения горна печи расплавами чугуна и шлака, определение объемного выхода расплавов чугуна и шлака за межвыпускной период и расчет продолжительности выпуска из печи. Разработанная информационно-моделирующая система позволяет по реально доступной информации о работающей печи оценивать динамику изменения конфигурации слоев по высоте рабочего пространства, а также процесс накопления расплава в горне доменной печи. Описана архитектура программного обеспечения, представлена характеристика модулей и проиллюстрирована его работа. Разработанная система может быть использована технологическим персоналом доменного производства для изучения процессов, протекающих в доменных печах, совершенствования технологических режимов функционирования, прогнозирования хода плавки в режиме реального времени в условиях нестабильности их работы.

Ключевые слова: доменная печь, моделирование доменного процесса, движение шихтовых материалов в печи, накопление расплава чугуна и шлака в горне, программное обеспечение, архитектура программного обеспечения, функциональное моделирование

Для цитирования: Спирин Н.А., Гурин И.А., Лавров В.В., Зайнуллин Л.А. Информационно-моделирующая система движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2024;67(2):245–253.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-245-253>

INFORMATION MODELING SYSTEM FOR MOVEMENT OF CHARGE LAYERS AND MELT ACCUMULATION IN A BLAST FURNACE WELL

N. A. Spirin[✉], I. A. Gurin, V. V. Lavrov, L. A. Zainullin

Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin (28 Mira Str., Yekaterinburg 620002, Russian Federation)

✉ n.a.spirin@urfu.ru

Abstract. The article presents the results of development of an information modeling system for movement of charge layers and melt accumulation in a blast furnace well. The work is based on mathematical models reflecting modern ideas on the course of physico-chemical phenomena of blast furnace melting and technological features of the blast furnace process. The use of such system makes it possible to determine and visualize the configuration of layers of iron ore materials and coke according to the working space height, taking into account a given ore load in equal-sized annular zones of the blast furnace. In constructing the configuration of the charge layers, when materials are approaching the furnace belly, the peculiarities of their movement are taken into account. This is due to the influence of tuyere zone, primary slag formation processes, and changes in thickness of the coke

layer caused by development of the direct reduction process. Calculation of the melt accumulation process in the blast furnace well provides determining the volume of slag remaining there after the notch closure of previous tapping, calculating the dynamics of filling the furnace well with melts of cast iron and slag, determining the volume output of melts of cast iron and slag for the inter-tapping period and calculating the duration of tapping. The developed information modeling system makes it possible to evaluate the dynamics of changes in configuration of layers in the working space height, as well as the process of melt accumulation in the blast furnace well, using really accessible information about a working furnace. The software architecture is described, the characteristics of the modules are presented and its operation is illustrated. The developed system can be used by technological staff of a blast furnace shop to study the processes occurring in blast furnaces, improve the technological modes of operation, predict the melting progress in real time in conditions of operation instability.

Keywords: blast furnace, modeling of blast furnace process, movement of charge materials in a furnace, accumulation of molten iron and slag in a furnace, software, software architecture, functional modeling

For citation: Spirin N.A., Gurin I.A., Lavrov V.V., Zainullin L.A. Information modeling system for movement of charge layers and melt accumulation in a blast furnace well. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(2):245–253. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-2-245-253>

ВВЕДЕНИЕ

Рациональное распределение шихтовых материалов в доменной печи [1–3], в полной мере соответствующее параметрам теплового, дутьевого и шлакового режимов и текущему состоянию доменной плавки в целом [4–6], – задача, которая остается актуальной как для технологов на производстве, так и для исследователей доменного процесса [7–9].

Процессы, происходящие в горне доменной печи, оказывают большое влияние на показатели работы доменных печей [10–12], что заставляет инженерно-технологический персонал уделять им повышенное внимание [13; 14]. Особенно трудной задачей является организация хорошей работы горна, а именно, динамики заполнения металлоприемника печи чугуном и шлаком [15–19]. Для изучения процессов движения слоев шихты по высоте рабочего пространства доменной печи и накопления расплава в горне разработана информационно-моделирующая система, в основу которой положены математические модели, отражающие современные представления о протекании физико-химических явлений доменной плавки и технологические особенности ведения доменного процесса [19; 20].

ФУНКЦИОНАЛЬНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩЕЙ СИСТЕМЫ

При проектировании информационной системы использована методология функционального моделирования и графическая нотация метода структурного анализа и проектирования IDEF0 [21; 22]. Методология IDEF0 рекомендована Госстандартом России для построения и практического применения функциональных моделей организационно-экономических и производственно-технических систем. Преимуществом использования методологии IDEF0 является возможность наглядного обмена информацией между специалистами в области информационных технологий и инженерно-технологическим персоналом с точки зрения функционирования разрабатываемого программного обеспечения.

С использованием возможностей этой методологии разработана функциональная модель информационно-моделирующей системы движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи. Модель разработана с помощью программного обеспечения Ramus [22], содержит более 30 блоков на трех уровнях декомпозиции, определяет основные функции и взаимосвязи между отдельными функциональными блоками системы, управляющие воздействия и механизмы выполнения каждой функции.

На рис. 1 приведена декомпозиция первого уровня функциональной модели. Первый уровень декомпозиции контекстной диаграммы включает четыре блока: выбор требуемой задачи, расчет динамики изменения конфигурации слоев шихты, расчет уровня расплава в горне доменной печи, анализ результатов и их сохранение.

АРХИТЕКТУРА ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩЕЙ СИСТЕМЫ

Архитектура разработанной информационно-моделирующей системы движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи представлена на рис. 2. Информационно-моделирующая система разбита на небольшие независимые блоки – модули, которые реализуют функционально законченные фрагменты программы. Рассматриваемый подход обусловлен возможностью обновления функционала программных модулей без необходимости внесения изменений во всю систему, что делает ее более надежной и масштабируемой. Роль модулей выполняют математические библиотеки и классы [23].

Информационно-моделирующая система состоит из следующих модулей:

- модуль расчета динамики изменения конфигурации слоев доменной шихты (обеспечивает расчет конфигурации слоев шихты по высоте профиля доменной печи с использованием математической модели);
- модуль расчета накопления расплава в горне доменной печи (обеспечивает расчет высоты шлака и чугуна перед очередным выпуском по заданной математической модели);

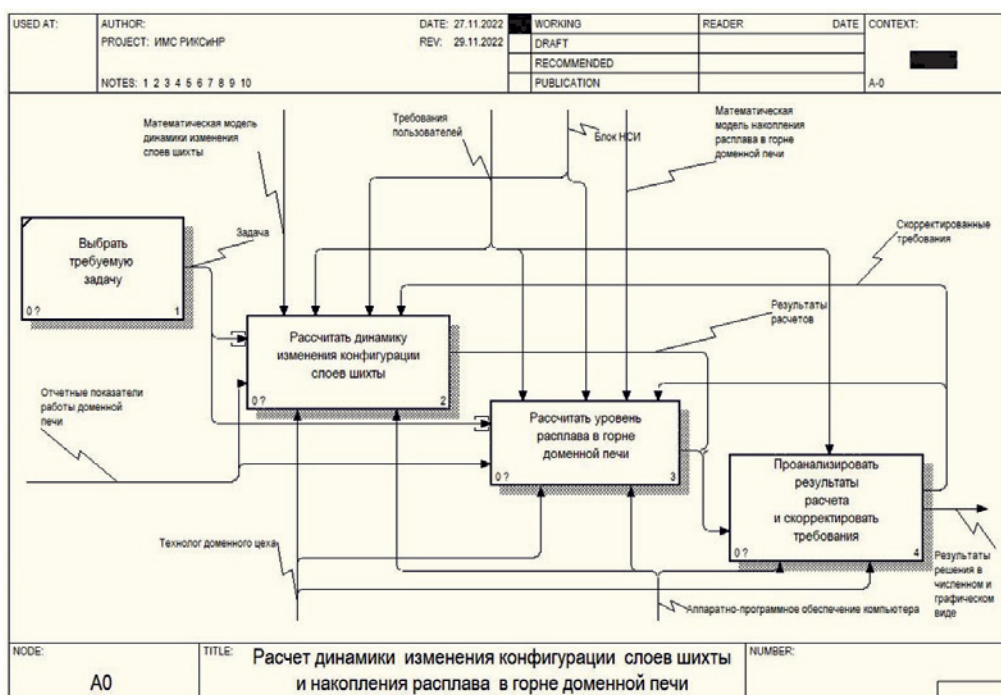


Рис. 1. Декомпозиция первого уровня функциональной модели

Fig. 1. Decomposition of the first level of the functional model

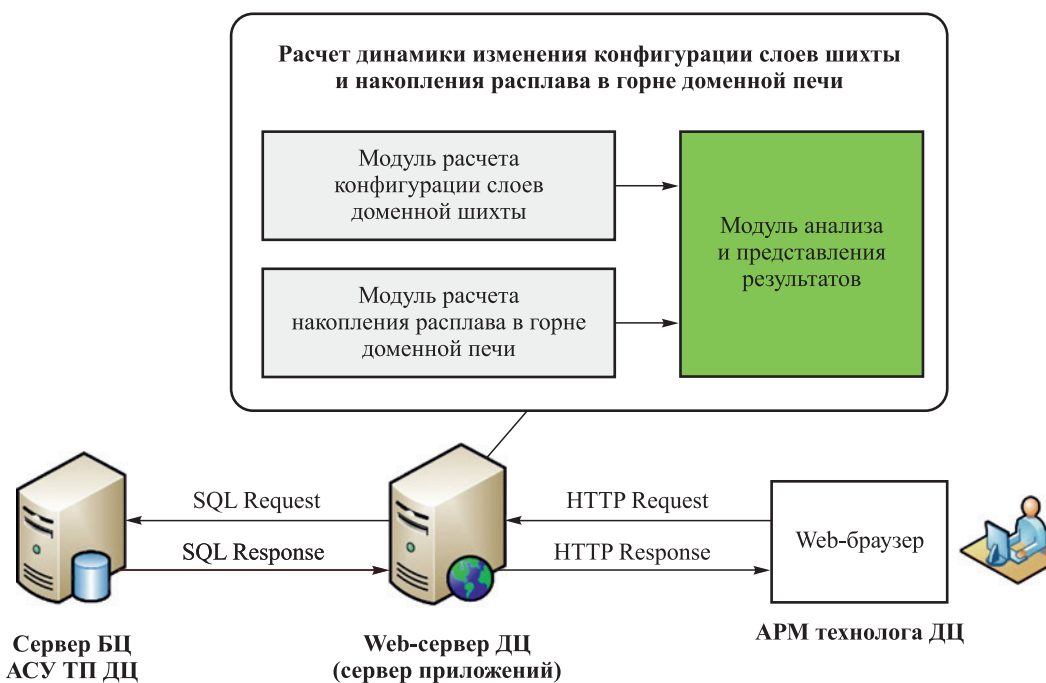


Рис. 2. Архитектура информационно-моделирующей системы движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи

Fig. 2. Architecture of the information modeling system for movement of charge layers and melt accumulation in the blast furnace well

— модуль анализа и представления результатов (выполняется анализ полученных результатов из расчетных модулей; результаты отображаются в численном и графическом видах, имеется возможность формирования и экспорта отчета в файл формата Microsoft Excel).

ПРОГРАММНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ

ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩЕЙ СИСТЕМЫ

Программная реализация информационной системы выполнена с использованием клиент-серверного подхода с учетом возможностей интеграции с суще-

ствующими программными продуктами, используемыми на предприятии, и обмена данными с использованием программного интерфейса API (*Application Programming Interface*). Клиент-серверная архитектура представляет собой классическую трехзвенную архитектуру, состоящую из уровней представления, приложения и данных.

Уровень представления реализован с помощью высокоуровневых языков программирования C#, JavaScript, языка гипертекстовой разметки HTML5 и каскадных таблиц стилей CSS (*Cascading Style Sheets*). Визуальное оформление выполнено с использованием фреймворка Bootstrap. Манипуляция объектами DOM (*Document Object Model*) осуществляется библиотекой jQuery, построение графиков – библиотекой Chart.js. Этот уровень поддерживается с помощью вычислительных ресурсов пользователей (веб-браузеров).

Уровень приложения реализован на языке программирования C# на базе фреймворка ASP.NET Core MVC с использованием программной платформы .NET 6 [24]. Фреймворк ASP.NET Core выполняет конвейерную обработку запросов пользователей, части конвейера (Middleware). Информационная система включает в себя *Middleware обработки ошибок*, *Middleware аутентификации*, *Middleware MVC* и *Session Middleware*.

Middleware обработки ошибок позволяет системе сигнализировать о проблемах с программным обеспечением при возникновении исключительных ситуаций, а также продолжать свою работу и корректно отображать веб-страницы при ошибках подключения к базе данных, при выполнении алгоритмов расчета и т.д.

Middleware аутентификации служит для внедрения в разрабатываемую информационную систему стандартного механизма аутентификации и авторизации ASP.NET Identity, а также управления учетными записями.

Middleware MVC встраивает системы маршрутизации, внедрения зависимостей, а также привязку моделей и валидацию данных.

Session Middleware обрабатывает временные данные пользователей, с которыми они работают во время использования системы.

Уровень данных состоит из базы данных и программы для управления доступом для чтения и записи в базе данных. В качестве базы данных для разработанной системы используется СУБД Microsoft SQL Server. Связь системы с базой данных осуществляется с помощью технологии Entity Framework Core, которая в свою очередь использует программирование Object-Relational Mapping (ORM), применяемое в объектно-ориентированных языках программирования для создания виртуальных схем баз данных. Она позволяет манипулировать данными на уровне объектов или классов.

СТРУКТУРА ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩЕЙ СИСТЕМЫ

Структура информационно-моделирующей системы движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи включает следующие основные блоки:

1. Задание условий работы доменных печей. На этом этапе выполняется:

- задание размеров профиля доменной печи, а также производительности доменной печи и количества выпусков в сутки;

- задание характеристик комбинированного дутья (расход дутья, содержание кислорода в дутье, влажность, расход природного газа);

- задание физических свойств отдельных компонентов шихты, удельного расхода железорудного материала и кокса;

- задание рудной нагрузки по кольцевым зонам доменной печи;

- установка требуемых показателей по выплавке чугуна (содержание железа, марганца, кремния и углерода) и коксу (содержание золы, серы и летучих).

2. Выполнение расчетов изменения конфигурации слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи с использованием математических моделей. Моделирование осуществляется в следующей последовательности [19; 20]:

2.1 – расчет параметров равновеликих кольцевых зон (диаметра и радиуса) на колошнике печи, расчет расстояния от стен колошника до середины каждого кольцевого сечения;

2.2 – определение распределения рудной нагрузки в кольцевых зонах колошника; для этого используются данные результатов расчета моделей загрузки, при отсутствии такой возможности задача решается по косвенным показателям – по распределению CO₂ или температуры в поперечном сечении колошника; при этом приняты допущения, что распределение рудной нагрузки пропорционально содержанию CO₂ и обратно пропорционально распределению температур;

2.3 – определение конфигурации слоев железорудных материалов и кокса в кольцевых сечениях колошника доменной печи, рассчитанной по заданной рудной нагрузке; с этой целью для каждого кольцевого сечения проводится расчет масс и объемов железорудных материалов (ЖРМ) и кокса; по объему кокса и железорудных материалов, а также площади кольцевого сечения определяется высота слоев шихтовых материалов в кольцевых зонах колошника;

2.4 – определение конфигурации слоев ЖРМ и кокса на всех уровнях горизонта шахты и распара печи.

При моделировании движения материалов в доменной печи учтены следующие особенности.

Уровень засыпи имеет форму воронки к центру печи. В связи с этим вид формируемых слоев ЖРМ и кокса будет зависеть от угла наклона поверхности засыпи, кото-

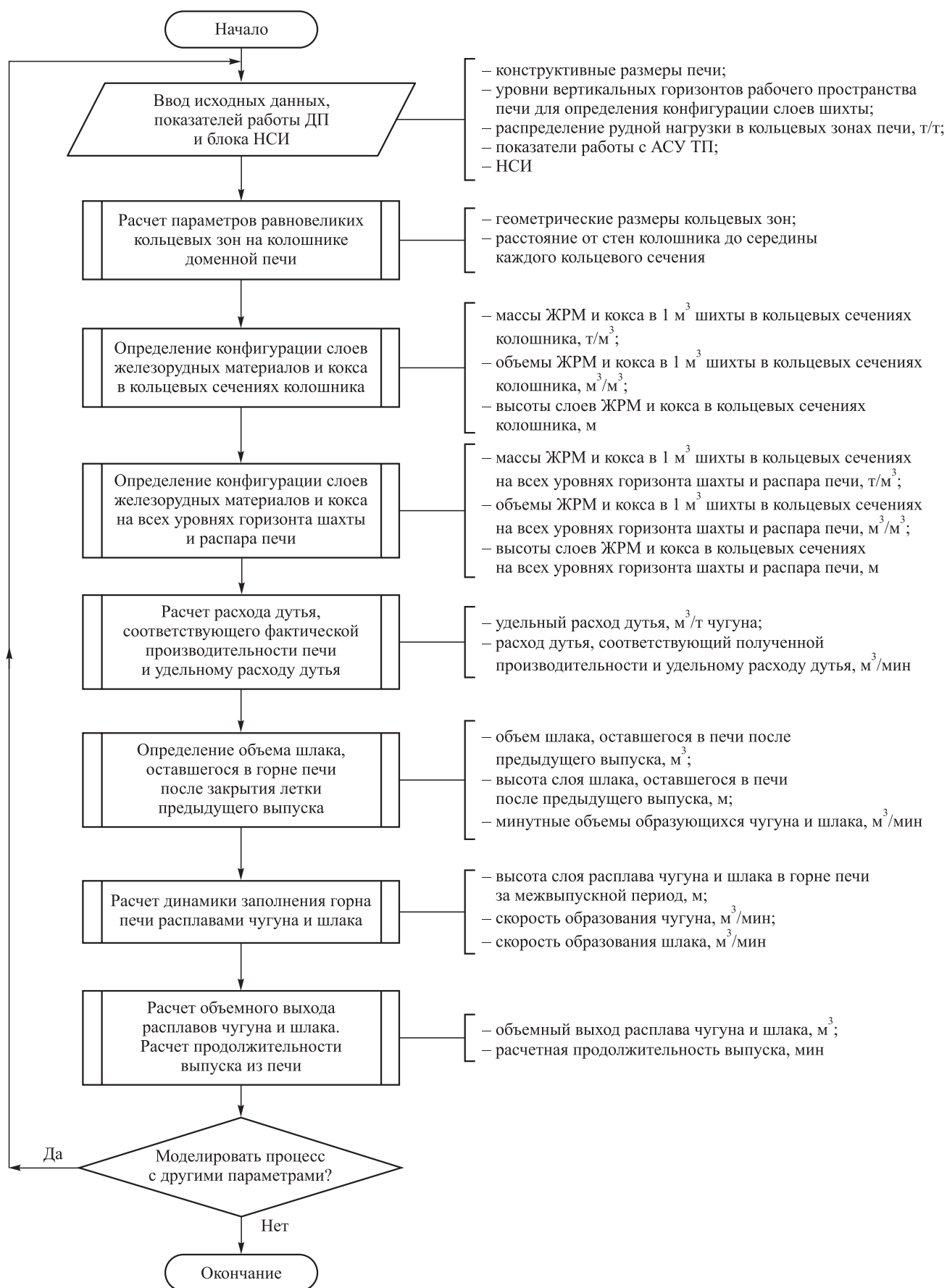


Рис. 3. Блок-схема алгоритма расчета конфигурации слоев ЖРМ и кокса, накопления расплава в горне доменной печи

Fig. 3. Block diagram of the algorithm for calculating the configuration of layers of iron ore and coke, melt accumulation in the blast furnace well

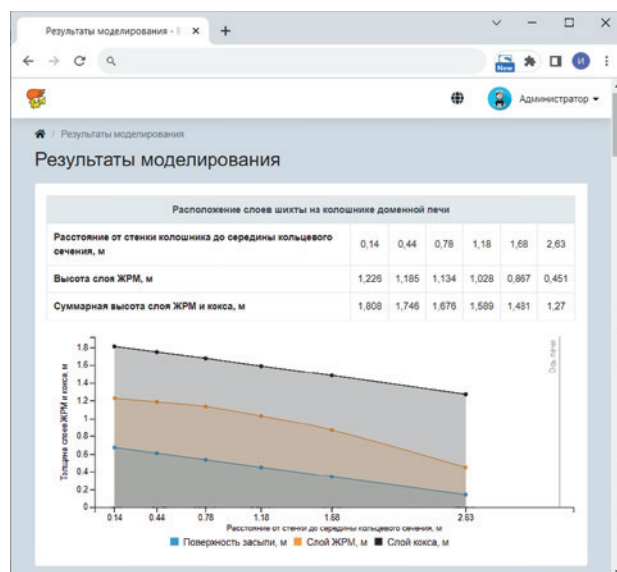
рый является переменной величиной и включен в блок нормативно-справочной информации (НСИ) модели.

В построении конфигурации слоев шихты при подходе материалов в распар печи учтены особенности их движения, обусловленные влиянием фурменного очага, а также процессы первичного шлакообразования, начинающиеся в районе низа распара и заплечиков.

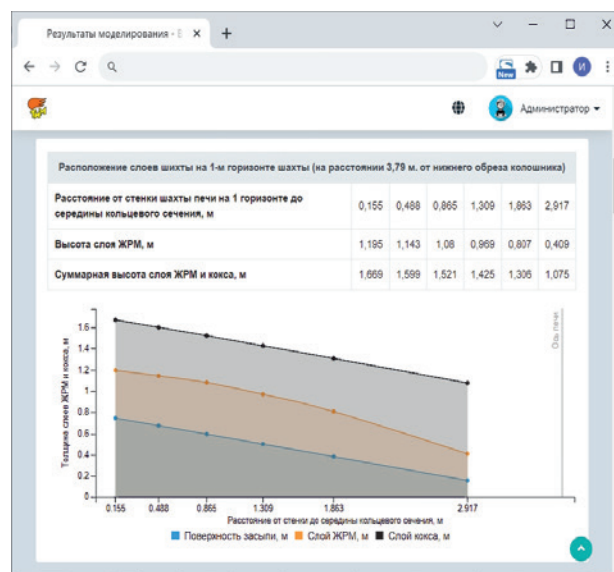
При построении вида и размеров слоев шихты в районе распара учтено изменение толщины слоя кокса, вызванного развитием процесса прямого восстановления железа, примесей чугуна (кремния, марганца

и т.д.), затрат углерода на науглероживание чугуна. При расчете скорости опускания шихты за счет процесса размягчения ЖРМ в распаре учтено, что усадка материала в зоне первичного шлакообразования происходит примерно на 20 %, то есть численно равна объему межкусковых пространств слоя ЖРМ (порозности слоя).

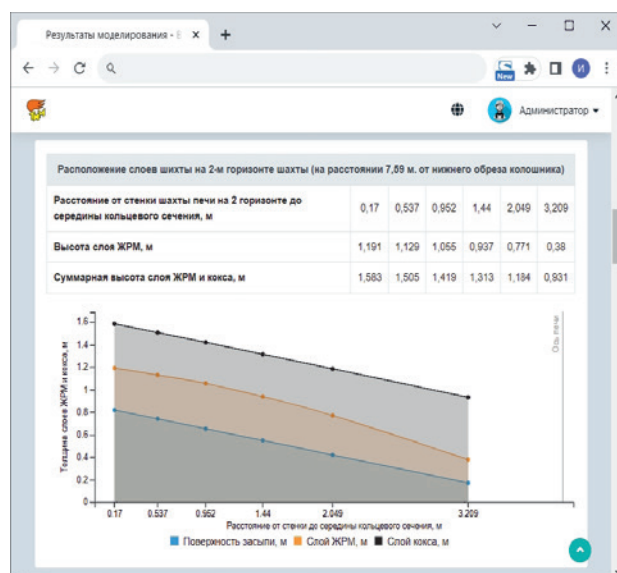
Наличие над фурменными очагами зоны разрыхления, имеющей форму эллипсоида вращения [20]. Вершина этой зоны располагается в нижней части шахты и в верхней части распара. В вершине этой зоны начинается ускоренное движение частиц шихты.



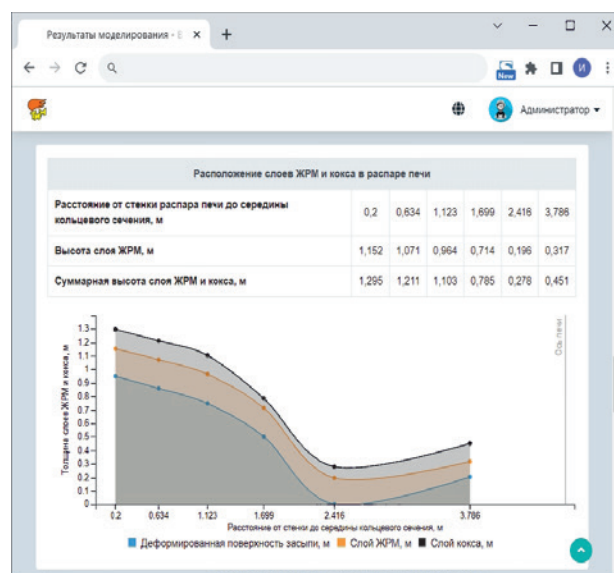
а



б



в



г

Рис. 4. Фрагмент веб-страницы с результатами моделирования конфигурации слоев шихты на колошнике доменной печи (а), на первом горизонте шахты (на расстоянии 3,79 м от уровня нижнего обреза колошника) (б), на втором горизонте шахты (на расстоянии 7,59 м от уровня нижнего обреза колошника) (в), на уровне распара доменной печи (г)

Fig. 4. Fragment of a web page with the results of modeling the configuration of charge layers on blast furnace mouth (а), on the first horizon of the furnace shaft (at a distance of 3.79 m from the level of furnace mouth lower edge) (б), on the second horizon of the furnace shaft (at a distance of 7.59 m from the level of the lower edge) (в), at the level of the blast furnace belly (г)

2.5 – расчет расхода дутья, соответствующего производительности печи и удельному расходу дутья. Заметим, что имеется различие между расчетным и фактическим расходами дутья, что объясняется разными причинами: неизбежными потерями дутья по воздухоподводящему тракту, неточностями фиксирования расхода дутья и др.

2.6 – расчет объема шлака, оставшегося в горне печи после закрытия летки предыдущего выпуска;

2.7 – расчет динамики заполнения горна печи расплавами чугуна и шлака. Расчеты выполняются с интервалом 10 мин. За истекшие 10 мин вводятся корректировки на изменение фактических параметров доменной плавки, вызывающих изменение производства чугуна в единицу времени (расхода дутья, расхода природного газа, концентрации кислорода в дутье). Затем происходит поэтапное определение толщины слоев чугуна и шлака каждые 10 мин в нарастающем виде с корректировкой общей высоты расплавов с объемом шлака, оставшегося в горне печи от предыдущего выпуска.

3. Анализ полученных результатов:

- отображение динамики изменения слоев железорудных материалов (ЖРМ) и кокса по мере движения к фурменным очагам доменной печи;

- отображение динамики заполнения металлоприемника печи чугуном и шлаком.

Ввод исходных данных осуществляется авторизованным пользователем на соответствующих веб-страницах. После этого данные с форм отправляются на веб-сервер, где происходит валидация, то есть проверка корректности введенных значений, и в случае успеш-

ной валидации проводится расчет по заданным алгоритмам расчета.

АЛГОРИТМ РАБОТЫ ПОЛЬЗОВАТЕЛЯ С СИСТЕМОЙ

Алгоритм моделирования динамики изменения конфигурации слоев шихты и наполнения горна доменной печи по мере движения шихты к фурменным очагам доменной печи представлен на рис. 3 и включает следующие основные блоки:

1. Ввод параметров и блок НСИ (рудная нагрузка по кольцевым зонам, расход дутья, содержание кислорода в дутье, влажность, расход природного газа и др.).

2. Расчет параметров равновеликих кольцевых зон (диаметр и радиус кольцевых зон, масса и объем кокса и железорудного материала в кольцевых зонах).

3. Расчет конфигурации слоев ЖРМ и кокса с учетом наклона уровня шихты на колошнике, изменение диаметра по высоте печи, процессов развития прямого восстановления, первичного шлакообразования, наличия над фурменными очагами зоны разрыхления.

4. Расчет объемного минутного выхода шлака и чугуна.

5. Расчет высоты слоя шлака и чугуна.

Фрагменты результатов моделирования изменения конфигурации слоев ЖРМ и кокса на отдельных горизонтах доменной печи представлены на рис. 4.

Фрагмент веб-страницы с результатами моделирования накопления расплава в горне доменной печи представлен на рис. 5. Представлены результаты моделирования цикла «наполнение – выпуск» жидких

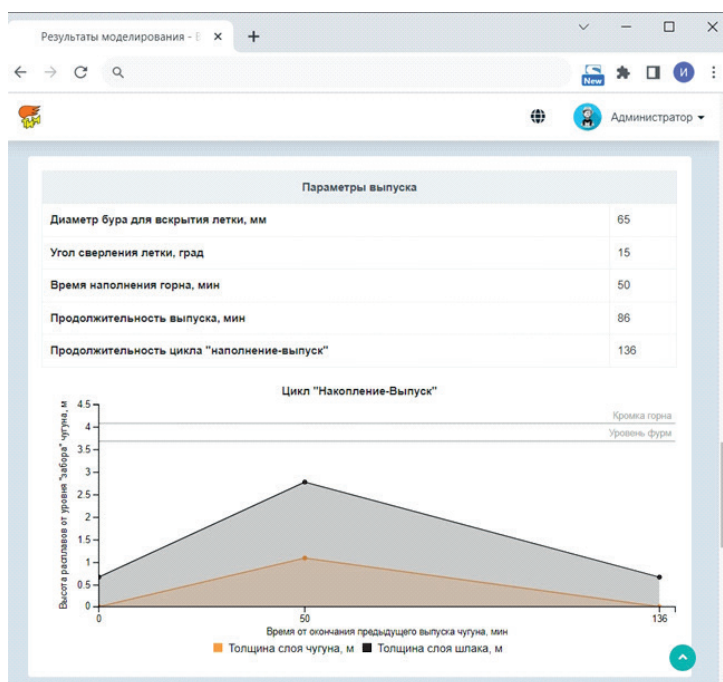


Рис. 5. Фрагмент веб-страницы с результатами моделирования цикла «наполнение – выпуск» жидких продуктов плавки в доменной печи

Fig. 5. Fragment of a web page with the results of modeling the cycle “filling – tapping” of liquid melting products in the blast furnace

продуктов плавки в доменной печи. Начало выпуска осуществляется через 50 мин после окончания предыдущего выпуска.

Выводы

С использованием современных информационных технологий разработана информационно-моделирующая система движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи. В системе предусмотрены расчеты динамики изменения конфигурации слоев ЖРМ и кокса по высоте рабочего пространства доменной печи, а также динамики заполнения металлоприемника доменной печи жидкими продуктами плавки.

Разработанная информационно-моделирующая система может быть использована технологическим персоналом для изучения процессов, протекающих в доменных печах, совершенствования технологических режимов функционирования, прогнозирования хода доменной плавки в режиме реального времени.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Сибатуллин С.К., Махмутов Р.Ф., Сибатуллина М.И., Стародубов В.А., Буранова Э.Ф. Об оптимальности распределения материалов в колошниковом пространстве доменной печи. *Теория и технология металлургического производства*. 2014;(2(15)):31–34.
Sibagatullin S.K., Makhmutov R.F., Sibagatullina M.I., Starodubov V.A., Buranova E.F. On the optimal distribution of materials in the blast furnace space of the blast furnace. *Teoriya i tekhnologiya metallurgicheskogo proizvodstva*. 2014;(2(15)):31–34. (In Russ.).
2. Сибатуллин С.К. Формирование слоя шихты в колошниковом пространстве печи. Магнитогорск: МГТУ; 2014:188.
3. Товаровский И.Г. Прогнозная оценка влияния распределения шихтовых материалов по радиусу колошника на процессы и показатели доменной плавки. *Металлург*. 2014;(8):46–52.
Tovarovskii I.G. Predictive assessment of the influence of charge materials distribution along the radius of furnace mouth on processes and indicators of blast furnace smelting. *Metallurg*. 2014;(8):46–52. (In Russ.).
4. Bolshakov V.I., Semenov Yu.S., Ivancha N.G., Vishnyakov V.I., Shumelchik E.I., Podkorytov A.L., Semion I.Yu., Kuznetsov A.M., Zubenko A.V. Study of the flow of burden materials and their distribution on the furnace top of a modern blast furnace. *Metallurgical and Mining Industry*. 2012;4(3):158–165.
5. Большаков В.И., Товаровский И.Г., Гладков Н.А., Шутылев Ф.М. Распределение материалов по радиусу колошника и развитие процессов тепломассообмена и фазовых превращений в объеме доменной печи. *Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации*. 2008;(3):22–34.
Bol'shakov V.I., Tovarovskii I.G., Gladkov N.A., Shutylev F.M. Distribution of materials along the radius of furnace mouth and development of heat and mass transfer processes and phase transformations in the volume of a blast furnace. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information*. 2008;(3):22–34. (In Russ.).
6. Тарасов П.В. Распределение материалов и газов по окружности доменной печи. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2007;50(5):17–22.
Tarasov P.V. Distribution of materials and gases around the circumference of a blast furnace. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2007;50(5):17–22. (In Russ.).
7. Fojtik D., Tuma J., Faruzel P. Computer modelling of burden distribution in the blast furnace equipped by a bell-less top charging system. *Ironmaking & Steelmaking*. 2021;48(10):1226–1238.
<https://doi.org/10.1080/03019233.2021.1952829>
8. Teng Z.-J., Cheng S.-S., Du P.-Y., Guo X.-B. Mathematical model of burden distribution for the bell-less top of a blast furnace. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. 2013;20(7):620–626.
<https://doi.org/10.1007/s12613-013-0775-7>
9. Di Z., Huang M., Zhou X., Liu J., Sun J., Wang P., Wang H. The influence of central coke charging mode on the burden surface shape and distribution of a blast furnace. *International Journal of Chemical Reactor Engineering*. 2022;21(2): 169–179. <https://doi.org/10.1515/ijcre-2022-0066>
10. Большаков В.И. Технология высокоэффективной энергосберегающей доменной плавки. Киев: Наукова думка; 2007:411.
11. Товаровский И.Г. Доменная плавка. Днепропетровск: Пороги; 2009:768.
12. Бабарыкин Н.Н. Теория и технология доменного процесса. Магнитогорск: МГТУ; 2009:257.
13. Cameron I., Sukhrum M., Lefebvre K., Davenport W. Blast Furnace Ironmaking: Analysis, Control and Optimization. 1st ed. Elsevier Science; 2019:828.
<https://doi.org/10.1016/C2017-0-00007-1>
14. Большаков В.И., Муравьева И.Г., Семенов Ю.С. Прогнозирование теплового состояния горна доменной печи. *Сталь*. 2009;(5):7–9.
Bol'shakov V.I., Murav'eva I.G., Semenov Yu.S. Forecasting the thermal condition of a blast furnace well. *Stal'*. 2009;(5):7–9. (In Russ.).
15. Спирин Н.А., Лавров В.В., Рыболовлев В.Ю., Гилева Л.Ю., Краснобаев А.В., Швыдкий В.С., Онорин О.П., Щипанов К.А., Бурыкин А.А. Математическое моделирование металлургических процессов в АСУ ТП. Екатеринбург: УрФУ; 2014:558.
16. Спирин Н.А., Лавров В.В., Бурыкин А.А., Рыболовлев В.Ю., Краснобаев А.В., Косаченко И.Е. Модельные системы поддержки принятия решений в АСУ ТП доменной плавки. Екатеринбург: УрФУ; 2011:462.
17. Онорин О.П., Спирин Н.А., Терентьев В.Л., Гилева Л.Ю., Рыболовлев В.Ю., Косаченко И.Е., Лавров В.В., Терентьев А.В. Компьютерные методы моделирования доменного процесса. Екатеринбург: УГТУ–УПИ; 2005:301.
18. Gordon Y., Izumskiy N., Matveienko G., Chaika O., Lebid V., Vyshinskaya O. Diagnostics, optimization and mathematical models of coke-sinter-hot metal production process. *AISTech 2019 – Proceedings of the Iron & Steel Technology Conf. 2019*;2019-May:479–484. <https://doi.org/10.33313/377/050>
19. Павлов А.В., Онорин О.П., Спирин Н.А., Лавров В.В., Гури И.А. Некоторые вопросы технологии, управления и диагностики доменной плавки. Екатеринбург: АМК «День РА»; 2023:282.

20. Онорин О.П., Спирин Н.А., Лавров В.В., Гурин И.А., Федотов Г.А. Математическая модель движения слоев шихты и накопления расплава в горне доменной печи. *Сталь*. 2023;(4):2–6.
Onorin O.P., Spirin N.A., Lavrov V.V., Gurin I.A., Fedotov G.A. Mathematical model of the burden layers' movement and melt accumulation in the blast furnace hearth. *Stal'*. 2023;(4):2–6. (In Russ.).
21. Салий В.В., Фролов Р.Н., Цебренько К.Н. Построение экономической информационно-аналитической системы для оптимизации управления деятельностью организации. *Информационные ресурсы России*. 2021;(3(181)):37–40. https://doi.org/10.46920/0204-3653_2021_03181_37
Saliy V.V., Frolov R.N., Tsebranko K.N. Construction of economic information-analytical system for optimization of management organization. *Informatsionnye resursy Rossii*. 2021;(3(181)):37–40. (In Russ.).
https://doi.org/10.46920/0204-3653_2021_03181_37
22. Попов А.И. Свободные инструменты проектирования информационных систем. Москва: ИПК «Издательство стандартов»; 2014;78.
23. Гурин И.А., Лавров В.В., Спирин Н.А., Никитин А.Г. Веб-технологии построения автоматизированных информационно-моделирующих систем технологических процессов в металлургии. *Известия вузов. Черная Металлургия*. 2017;60(7):573–579.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-7-573-579>
Gurin I.A., Lavrov V.V., Spirin N.A., Nikitin A.G. Web-technologies for construction of automated information-modeling systems of technological processes in metallurgy. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2017;60(7):573–579. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-7-573-579>
24. Фримен А. ASP.NET Core MVC 2 с примерами на C# для профессионалов. 7-е изд. Санкт-Петербург: ООО «Диалектика»; 2019:1008.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Николай Александрович Спирин, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0001-6582-3428
E-mail: n.a.spirin@urfu.ru

Иван Александрович Гурин, к.т.н., доцент кафедры теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0002-4989-7029
E-mail: ivan.gurin@urfu.ru

Владислав Васильевич Лавров, д.т.н., профессор кафедры теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0002-6953-5519
E-mail: v.v.lavrov@urfu.ru

Лик Анварович Зайнуллин, д.т.н., профессор кафедры теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0009-0000-9439-5792
E-mail: aup@vniimt.ru

Nikolai A. Spirin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0001-6582-3428
E-mail: n.a.spirin@urfu.ru

Ivan A. Gurin, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0002-4989-7029
E-mail: ivan.gurin@urfu.ru

Vladislav V. Lavrov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0002-6953-5519
E-mail: v.v.lavrov@urfu.ru

Lik A. Zainullin, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0009-0000-9439-5792
E-mail: aup@vniimt.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Н. А. Спирин – создание идеи статьи, обоснование актуальности темы, подготовка концепции, развернутого плана и чернового варианта статьи; подбор библиографических ссылок, окончательная правка, подготовка заключения.

И. А. Гурин – проработка содержания разделов, связанных с разработкой и программной реализацией современных информационных систем в металлургии; подготовка аннотации и ключевых слов, перевод на английский язык материалов статьи.

В. В. Лавров – проработка содержания основных разделов, подбор библиографических ссылок, оформление статьи.

Л. А. Зайнуллин – проработка содержания основных разделов, подготовка примеров практической реализации современных информационных систем в промышленности.

N. A. Spirin – formation of the article idea, substantiation of the topic relevance, formation of the concept, writing detailed plan and draft version of the article, selection of bibliographic references, final editing, preparation of the conclusions.

I. A. Gurin – elaboration of content of sections related to the development and software implementation of modern information systems in metallurgy, writing the abstract and keywords, translation into English.

V. V. Lavrov – elaboration of content of the main sections, selection of bibliographic references, design of the article.

L. A. Zainullin – elaboration of the content of the main sections, preparation of examples of practical implementation of modern information systems in industry.

Поступила в редакцию 20.12.2023
После доработки 09.01.2024
Принята к публикации 16.01.2024

Received 20.12.2023
Revised 09.01.2024
Accepted 16.01.2024

Над номером работали:

Л.И. Леонтьев, главный редактор

Е.В. Протопопов, заместитель главного редактора

Е.А. Ивани, заместитель главного редактора

Л.П. Бащенко, заместитель ответственного секретаря

Е.Ю. Потапова, заместитель главного редактора по развитию

О.А. Долицкая, научный редактор

Е.М. Запольская, ведущий редактор

А.О. Гашникова, ведущий редактор

В.В. Расенец, верстка, иллюстрации

Г.Ю. Острогорская, менеджер по работе с клиентами

Подписано в печать 25.04.2024. Формат 60×90 ¹/₈. Бум. офсетная № 1.
Печать цифровая. Усл. печ. л. 15,0. Заказ 19636. Цена свободная.

Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСИС.
119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1.
Тел./факс: +7 (499) 236-76-17



Assessment of homogeneity of ladle-furnace refining slag by calculation and experimental methods
Estimation of accident rate of blast furnace tuyeres
Investigation of changes in temperature of pressing tool during laser processing
Influence of additives on properties of high-carbon ferrochrome slag
Internal stresses and their sources in steels with BCC lattice
Evolution of dislocation structure and phase composition of deformed $\text{Al}_{0.3}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy during heating
Formation of the gradient of structural-phase states of high-speed steel during surfacing. Part 2. The role of the Mullins-Sekerka instability in formation of crystallization structures
Effect of heat treatment modes on structure and properties of 08Kh18N6AG10S steel
Effect of basicity on physical properties of ladle slags of $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Ce}_2\text{O}_3 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO}$ system
Stress-strain state of ceramic shell mold during formation of spherical steel casting in it. Part 1
Increasing the corrosion properties of duplex steel with REM modification
Approaches to the selection of material design of infrastructure facilities for transport and injection of CO_2
Rational application of high quality manganese concentrate
Information modeling system for movement of charge layers and melt accumulation in a blast furnace well



**Зарегистрирован Федеральной службой
по надзору в сфере связи, информационных
технологий и массовых коммуникаций.
Свидетельство о регистрации
ПИ № ФС77-35456.**

Подписной индекс 70383.

