

# ИЗВЕСТИЯ высших учебных заведений ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

## IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY

## 2024 Tom 67 Nº 5

fermet.misis.ru

#### МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Оценка результативности применения технологических мероприятий по продлению кампании доменной печи № 5 ПАО «Северсталь» 2006 – 2024 гг. при исследовании ее рабочего пространства в период проведения капитального ремонта I разряда

#### МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Деформация и разрушение термически обработанных лент аморфного сплава системы Co – Fe – Cr – Si – В при индентировании

#### ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Микрогетерогенное строение жидких чугунов ИЧХ28Н2, ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР



ISSN 0368-0797 eISSN 2410-2091

# ИЗВЕСТИЯ высших учебных заведений ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

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

## 2024 <sup>том</sup> vol. 67 № 5

# IZVESTIYA FERROUS METALLURGY

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

## ИЗВЕСТИЯ высших учебных заведений ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

#### www.fermet.misis.ru

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

#### Варианты названия:

Известия вузов. Черная металлургия

Izvestiya. Ferrous Metallurgy

#### Учредители:



Главный редактор:

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

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

#### Заместитель главного редактора:

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

#### Издатель:

Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

#### Адреса подразделений редакции:

#### в Москве

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

в Новокузнецке

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

#### 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. Горбатюк, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва

*К. В. Григорович*, академик РАН, д.т.н., ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва

В. Е. Громов, д.ф.-м.н., профессор, СибГИУ, г. Новокузнецк

*А. Н. Дмитриев*, д.т.н., профессор, академик РАЕН, академик АИН РФ, г. Екатеринбург

А. В. Дуб, д.т.н., профессор, ЗАО «Наука и инновации», г. Москва

*В. И. Жучков*, д.т.н., профессор, ИМЕТ УрО РАН, г. Екатеринбург *Р. Ф. Зингер*, д.т.н., профессор, Институт Фридриха-Александра, Германия

*М. Зиниград*, д.т.н., профессор, Институт Ариэля, Израиль

**В. И. Золотухин**, д.т.н., профессор, ТулГУ, г. Тула

*А. Г. Колмаков*, д.т.н., чл. корр. РАН, ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва

*В. М. Колокольцев*, д.т.н., профессор, МГТУ им. Г.И. Носова, г. Магнитогорск

*М. В. Костина*, д.т.н., ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва *К. Л. Косырев*, д.т.н., 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*, 000 «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. *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. Темлянцев*, д.т.н., профессор, СибГИУ, г. Новокузнецк

*М. Р. Филонов*, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва

*И. В. Чуманов*, д.т.н., профессор, ЮУрГУ, г. Челябинск

*О. Ю. Шешуков*, д.т.н., профессор УрФУ, г. Екатеринбург

*М. О. Шпайдель*, д.ест.н., профессор, Швейцарская академия материаловедения, Швейцария

*А. Б. Юрьев*, д.т.н., ректор, СибГИУ, г. Новокузнецк

*В. С. Юсупов*, д.т.н., профессор, ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва

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

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

Статьи доступны под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.

## IZVESTIYA FERROUS METALLURGY

#### www.fermet.misis.ru

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

#### Alternative title:

Izvestiya vuzov. Chernaya metallurgiya

#### Founders:



#### Editor-in-Chief:

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@misis.ru

#### in Novokuznetsk

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

#### **Editorial Board:**

*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, Electrostal 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

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

*Marcus Speidel*, Dr. Natur. Sci., Prof., Swiss Academy of Materials, Switzerland *Nikolai A. Spirin*, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Ural Federal University, Yekaterinburg *Guoi Tang*, Institute of Advanced Materials of Tsinghua University, Shenzhen, China

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

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

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

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

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

Michael Zinigrad, Dr. Sci. (Physical Chemistry), Prof., Rector, Ariel University, Israel Vladimir I. Zolotukhin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Tula State University, Tula

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

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

Articles are available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

#### Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5)

## Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5)

#### СОДЕРЖАНИЕ / СОЛТЕЛТЯ

#### ИСТОРИЯ ОТРАСЛИ

Рудской А.И., Коджаспиров Г.Е. История и современное состояние металлургии в Санкт-Петербурге ..... 500

#### МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

#### ЭКОЛОГИЯ И РАЦИОНАЛЬНОЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ

#### МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Ем А.Ю., Комолова О.А., Григорович К.В., Румянцева С.Б. Формирование неметаллических включений при производстве коррозионностойкой стали Пермякова И.Е., Костина М.В. Деформация и разрушение термически обработанных лент аморфного сплава системы Co - Fe - Cr - Si - В при инденти-Громов В.Е., Чапайкин А.С., Бащенко Л.П. Структурно-фазовые состояния и свойства быстрорежущей наплавки после отпуска и электронно-пучковой обработки ..... 563 Гостевская А.Н., Маркидонов А.В., Старостенков М.Д., Лубяной Д.А. Моделирование структурных изменений в металле при высокоинтенсивном внешнем воздействии ..... 567

#### **HISTORY OF METALLURGY**

#### METALLURGICAL TECHNOLOGIES

#### ECOLOGY AND RATIONAL USE OF NATURAL RESOURCES

#### MATERIALS SCIENCE

- Em A.Yu., Komolova O.A., Grigorovich K.V., Rumyantseva S.B. Formation of non-metallic inclusions in production of 08Kh18N10T corrosion-resistant steel .... 549
- Gromov V.E., Chapaikin A.S., Bashchenko L.P. Structural-phase states and properties of high-speed surfacing after tempering and electron beam processing ...... 563

Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5) Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5)

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

#### ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

- Цепелев В.С., Синицин Н.И., Чикова О.А., Потапов М.Г., Вьюхин В.В. Микрогетерогенное строение жидких чугунов ИЧХ28Н2, ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР .. 579

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

#### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АВТОМАТИЗАЦИЯ В ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

**Беломытцев М.Ю.** Вид обобщенной математической модели для описания больших горячих деформаций .. 616

#### **ПОЗДРАВЛЕНИЯ**

Спирину Николаю Александровичу – 75 лет ...... 625

#### PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES

- Tsepelev V.S., Sinitsin N.I., Chikova O.A., Potapov M.G., V'yukhin V.V. Microheterogeneous structure of liquid cast irons IChKh28N2 and ICh310Kh24M2F4TR ........ 579

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

- **Tkacheva A.V., Abashkin E.E.** Influence of combined thermal effect of electric arc welding with aluminothermic backfill on internal stresses in a steel plate.... 604

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

#### ANNIVERSARIES

To the 75th Anniversary of Nikolai Aleksandrovich Spirin .. 625

#### ИСТОРИЯ ОТРАСЛИ / HISTORY OF METALLURGY



УДК 669 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-500-508



Оригинальная статья Original article

### ИСТОРИЯ И СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ МЕТАЛЛУРГИИ В САНКТ-ПЕТЕРБУРГЕ

#### А. И. Рудской, Г. Е. Коджаспиров 📟

Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (Россия, 195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая, 29)

#### 💌 gkodzhaspirov@yandex.ru

Аннотация. Развитие металлургической отрасли в Санкт-Петербурге сыграло выдающуюся роль в истории мировой и отечественной науки и техники. Отцы-основатели отечественной металлургии Д.К. Чернов и его современники оказали столь сильное влияние на развитие науки о металлах, что металлургическая наука в России продолжала успешно развиваться в течение века и достигла в XX в. и начале XXI в. впечатляющих результатов как в теоретической, так и в прикладной областях. Однако история металлургии в Санкт-Петербурге систематически не освещалась в научно-технической периодической печати последних лет. Публикуя данную статью в год 300-летнего юбилея Российской академии наук, мы освещаем актуальные вопросы истории, преемственности традиций и перспектив развития металлургии в одном из ведущих регионов нашей страны.

Ключевые слова: история металлургии, сталь, сплав, Санкт-Петербург, промышленные предприятия, научные школы, ведущие ученые

Для цитирования: Рудской А.И., Коджаспиров Г.Е. История и современное состояние металлургии в Санкт-Петербурге. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):500–508. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-500-508

### HISTORY AND CURRENT STATE OF METALLURGY IN ST. PETERSBURG

#### A. I. Rudskoi, G. E. Kodzhaspirov

#### Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University (29 Politekhnicheskaya Str., St. Petersburg 195251, Russian Federation)

#### 💌 gkodzhaspirov@yandex.ru

*Abstract.* Development of the metallurgical industry in St. Petersburg played an outstanding role in the history of world and domestic science and technology. The founding fathers of domestic metallurgy: D.K. Chernov and his contemporaries had such a strong influence on the development of metal science that metallurgical science in Russia continued to develop successfully throughout the century and achieved impressive results in the 20<sup>th</sup> century and the beginning of the 21<sup>st</sup> century both in theoretical and in applied areas. However, the history of metallurgy in St. Petersburg wasn't systematically covered in scientific and technical periodicals in recent years. Publishing this article in the year of the 300<sup>th</sup> anniversary of the Russian Academy of Sciences, we highlight current issues of history, continuity of traditions and prospects for the development of metallurgy in one of the leading regions of our country.

Keywords: history of metallurgy, steel, alloy, St. Petersburg, industrial enterprises, scientific schools, leading scientists

For citation: Rudskoi A.I., Kodzhaspirov G.E. History and current state of metallurgy in St. Petersburg. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5): 500–508. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-500-508

#### История предприятий отрасли

Одними из первых промышленных предприятий металлургического профиля в Санкт-Петербурге и России являются Ижорский, Кировский (бывший Путиловский) и Обуховский заводы [1 – 4]. История «Ижорских заводов» началась в XVIII в. с пильной мельницы, которая обрабатывала лес, идущий на строительство кораблей. Официально предприятие возникло в 1722 г. по указу Петра I – первого российского императора. С тех пор «Ижорские заводы» во всем были первыми: первый пароход, первые минные тральщики, первый танк [3]. Именно здесь создавалась гордость России – Балтийский флот. К началу XXI в. ведущим профилем предприятия стало изготовление оборудования для атомной промышленности и нефтегазопереработки. Модернизация предприятия превратила «Ижорские заводы» в уникальный промышленный кластер, где производят оборудование для сложнейших отраслей промышленности. Уже более шестидесяти энергоблоков как российских, так и зарубежных атомных станций работают на оборудовании, изготовленном в Колпино, более сотни сосудов высокого давления работает на нефте- и газоперерабатывающих заводах страны. «Ижорские заводы» сегодня – предприятие, способное производить уникальные агрегаты любой сложности.

Кировский завод (бывший Путиловский), основанный в 1801 г. как чугунолитейная мастерская по отливке снарядов, превратился в советское время в крупнейший завод тракторного и специального машиностроения с почти полным циклом металлургического производства [2; 3]. В 1868 г. завод был куплен у государственной казны инженером и математиком Н.И. Путиловым, который быстро организовал прокатку рельсов, отличавшихся лучшим качеством по сравнению с английскими и бельгийскими. На заводе было организовано производство паровозов, вагонов, землечерпалок, инструментальных сталей и знаменитой в свое время полковой 76-миллиметровой пушки. Уже в те годы русскими инженерами проводились серьезные научные исследования и разрабатывались оригинальные конструкции. Химическая и металлографическая лаборатории сыграли выдающуюся роль в создании новых марок сталей и совершенствовании технологии. Здесь трудились известные металлурги А.А. Ржешотарский, Н.И. Беляев, Н.Т. Гудцов и др., разработавшие теорию легирования сталей. Автомобильных заводов в Ленинграде (Санкт-Петербурге) не было. Выпускали тракторы «Кировец» на Кировском заводе. Там было и существует в настоящее время металлургическое производство (ныне АО Металлургический завод «Петросталь»), включающее производство стали, прокатные станы (заготовительные и сортовой), кузнечно-штамповочное производство, цеха для термической обработки, была достаточно хорошо оснащенная оборудованием, приборами и квалифицированным персоналом (высококвалифицированные инженеры, доктора и кандидаты наук) Центральная заводская лаборатория. Одним из основателей этой лаборатории был академик Н.Т. Гудцов, проработавший на Путиловском (затем Кировском) заводе с 1913 по 1928 гг. в качестве ее начальника. В этот период под его руководством были проанализированы структура и свойства, а также режимы термической обработки специальных конструкционных и инструментальных сталей [2-4]. В годы войны Н.Т. Гудцов руководил работами по созданию специальных сталей для оборонной промышленности, а на Кировском заводе были выполнены работы по созданию и производству сталей для танков, которые на нем и изготавливали. В послевоенное время лаборатория являлась научно-производственным центром по освоению сталей и сплавов, а также изделий из них для танков, военного судостроения, тракторов и др. АО «Металлургический завод «Петросталь» после длительной стагнации (в постсоветское время) начал выпускать современную продукцию из стального проката, а в настоящее время находится на этапе развития и является производителем углеродистых и высоколегированных специальных сталей и сплавов, в том числе специального назначения.

В 2019 – 2020 гг. на предприятии произведено техническое дооснащение существующего производства. В результате реализации данного проекта создан новый металлургический комплекс НПО «Лаборатория специальных стали и сплавов» (ЛССиС) с возможностью производства новых марок сталей для важнейших отраслей промышленности, а именно: атомной и оборонной; медицины; судостроительной и авиакосмической; приборостроения; специального машиностроения; электротехники.

Для производства металлопродукции повышенного качества на предприятии в 2020 г. введена в эксплуатацию установка электрошлакового переплава (ЭШП). Прокат изготавливают как из углеродистых, легированных конструкционных, так и из нержавеющих коррозионностойких, жаропрочных и инструментальных сталей и сплавов.

Обуховский завод стоял у истоков российского сталеварения, построил первый советский авиадвигатель и «сумел повернуть ангела» на шпиле Петропавловской крепости [5]. В 2020 г. предприятие со 157-летней историей отмечало особый юбилей – 200 лет со дня рождения основателя, ученого-металлурга Павла Обухова. Обуховский завод был создан 16 мая 1863 г. по соглашению с Морским министерством, однако у его истоков стояло товарищество из трех частных лиц: металлурга Павла Обухова, промышленника Николая Путилова и купца Сергея Кудрявцева. Александр II выделил под новое производство часть земли бывшей Императорской Александровской мануфактуры с жилыми зданиями и строениями. Основной задачей завода являлось производство стали для изготовления артиллерийских орудий. Государству необходимо было срочно перевооружить армию и флот, но замена устаревших бронзовых пушек на зарубежные разработки обошлась бы казне очень дорого. Требовалось импортозамещение. Завод построили очень быстро. Уже 17 апреля 1864 г. он выдал первые 294 пуда стали, а 12 мая в присутствии императора отлили болванку для восьмифутовой пушки. Запуск полноценного производства занял около года, при этом членам товарищества пришлось взять у Морского министерства ссуду для закупки оборудования за границей, и до погашения долга работа Обуховского сталелитейного и орудийного

завода (ОСЗ) находилась под контролем этого ведомства. Из обуховской стали изготавливали не только артиллерийские орудия, но и колеса, шины и оси для железнодорожных вагонов, броню и детали паровых машин для судов, хирургические, чертежные и слесарные инструменты, а также стволы и магазинные коробки для винтовки системы Бердана. Более того, российский металл начали продавать в Англию и Германию, так как по качеству он не уступал зарубежному, но при этом был в несколько раз дешевле.

В 1886 г. завод был передан в государственную казну с выкупом акций у владельцев. Это было рентабельное и отлично оснащенное предприятие, включавшее пять мастерских (тигельную, сталелитейную, молотовую, чугунно-литейную, пушечно-отделочную), а также кузницу, лабораторию, газовый завод и дровосушилку. Даже после перехода в собственность государства завод существовал на свои средства, поэтому мог относительно свободно инвестировать в современное оборудование, расширение мощностей, зарубежные командировки для инженеров и техников и т. д. К 1913 г. и своему 50-летнему юбилею ОСЗ стал одним из крупнейших орудийных и сталелитейных предприятий в России и Европе, главным конкурентом немецкой фирмы Круппа и английской фирмы Армстронга. За этот период он изготовил более 90 % вооружения российского флота и более 50 % армейских орудий, в том числе легендарное орудие крейсера «Аврора». К 1914 г. на заводе работали более 10 тыс. человек. Для сотрудников построили каменную церковь и жилые домики, создали училище и школу, организовали библиотеку и больницу с амбулаторией. В декабре 1917 г. Обуховский завод остановился, все 12 тыс. рабочих были уволены. После 2,5 месяцев бездействия производство получило первый крупный заказ в новой реальности: изготовление 1 тыс. гусеничных тракторов американской системы «Холт» с моторами мощностью 40 и 75 лошадиных сил. Три первых агрегата были завершены в 1919 г. и отправлены на фронт для перевозки крупных орудий.

В 1921 г. удалось возродить сталелитейное производство, а на следующий год завод получил новое имя – «Большевик», которое носил до 1992 г. К 7 ноября 1923 г. здесь собрали первый советский авиационный мотор. В 1935 г. создали эмблемы «Серп и Молот» с вкраплением самоцветных камней для первых кремлевских звезд – одна из них впоследствии украсила шпиль Северного речного вокзала в Москве. В 1937 г. на «Большевике» изготовили стальные каркасы для светящихся рубиновых звезд.

В 1929 – 1937 гг. завод принимал участие в строительстве Магнитогорского и Кузнецкого металлургических комбинатов, поставлял тюбинги, эскалаторы и проходческие щиты для Московского метро.

Во время Великой Отечественной войны «Большевик» изготовил более 20 тыс. бронетанковых и фугасных снарядов, 125 тыс. мин, более 90 тыс. деталей для «Катюш» и 11 тыс. деталей для пулеметов «Максим». Кроме того, было создано 30 артиллерийских батарей на железнодорожных платформах и налажено серийное производство противотанковой пушки калибра 100 мм. Около 6 тыс. сотрудников предприятия ушли на фронт. Из числа заводских добровольцев сформировали рабочий батальон, пять партизанских отрядов, истребительный батальон и полк народного ополчения. На производстве мужчин заменили женщины и подростки, вернулись к станкам и мартеновским печам ветераны. Работа не прекращалась ни днем, ни ночью. Несмотря на все сложности, только за июль и август 1941 г. было выплавлено столько же металла, сколько за все первое предвоенное полугодие.

Летом 1941 г. часть рабочих и инженерно-технических специалистов с оборудованием были отправлены в Сталинград, затем на Урал и в Сибирь, где они работали на нескольких предприятиях в тылу. Ущерб, который нанесли заводу война и блокада, был огромным. Ремонт цехов и восстановление производства завершились лишь к концу 1948 г. К этому времени завод освоил выпуск нефтекачалок для химической промышленности, возобновил изготовление тюбингов для Московского, а затем и Ленинградского метро. В 1957 г. были автоматизированы мартеновские печи, что облегчило труд сталеваров и сделало его производительней.

В 60-х и 70-х годах прошлого века на «Большевике» создавались пусковые установки зенитных и крылатых ракет «Сопка», «Шторм», С-300Ф «Форт», контейнеры для межконтинентальных баллистических ракет шахтного базирования. Также производилось оборудование для ядерных реакторов Ленинградской, Игналинской, Курской АЭС. В конце 1970-х годов ОКБ завода начало разработку стартовых систем ракеты-носителя «Энергия». В 1980-х годах предприятие продолжало выпускать сталь разных сортов, стальное и цветное литье, поковки и штамповочные изделия, валы для судов, глубинные штанговые насосы для нефтедобычи, узлы и детали для АЭС, сельскохозяйственную технику. Также завод производил антенные системы дальней космической связи с диаметром зеркала до 70 м, а в 1982 г. изготовил наземное оборудование для космической системы «Энергия-Буран».

В 1992 г., через 70 лет после переименования, предприятие снова стало Государственным Обуховским заводом (ГОЗ). Несмотря на трудности, которые испытывала промышленность после распада СССР, он продолжал работать, стараясь сохранить кадры и производственные мощности. В 1996 г. предприятие завоевало несколько международных наград за качество: X Юбилейную золотую Европейскую награду (Франция) и XXI Международный приз (США). Кроме того, завод получил немецкий сертификат качества TUV. Помимо производства традиционной машиностроительной продукции предприятие выполняло и уникальные заказы для Санкт-Петербурга. Государственный Обуховский завод хромировал шары для Пулковской обсерватории, оцинковал оси Ростральных колонн и восстановил утраченную технологию изготовления подшипников поворотного устройства ангела на шпиле Петропавловской крепости. В 2002 г. завод был включен в Концерн ПВО «Алмаз-Антей», а в 2003 г. ФГУП «Государственный Обуховский завод» преобразован в ОАО «ГОЗ Обуховский завод». В 2004 г. Указом Президента РФ завод внесен в список 100 наиболее важных стратегических предприятий страны. В 2008 г. на базе ГОЗ создан уникальный оборонно-промышленный технопарк, объединивший семь ведущих петербургских предприятий концерна «Алмаз-Антей».

Сегодня Обуховский завод – одно из ведущих предприятий военно-промышленного комплекса России. Наряду с гражданской продукцией для атомной энергетики, судостроения и других отраслей предприятие проектирует, производит и обслуживает различные системы вооружений и военную технику. Традиционными заказчиками завода являются флот, авиация, ракетные войска, военно-космические силы. Оборудование для ракетных комплексов, пусковые и антенные установки, системы амортизации – это лишь часть его продукции. Техника, спроектированная и произведенная на Обуховском заводе, успешно эксплуатируется в России и за рубежом.

Кроме вышеперечисленных крупнейших предприятий, металлургия развивалась в Санкт-Петербурге (Ленинграде) на заводе Красный Выборжец (производство цветных металлов), Металлическом заводе и заводе турбинных лопаток (ныне входят в состав АО «Силовые машины»), сталепрокатном заводе. Последний прекратил свое существование в 2007 г., в настоящее время оставшаяся часть завода существует под названием ООО «Петербургский завод прецизионных сплавов» и производит изделия для энергомашиностроения (плоский и круглый прокат).

#### История в лицах

Отцом-основателем отечественной металлургии по праву считается Дмитрий Константинович Чернов [4; 5]. Он окончил Санкт-Петербургский технологический институт в 1858 г. с серебряной медалью и начал работать там же. Дмитрий Константинович работал в Технологическом институте сначала преподавателем, а затем хранителем музея и библиотекарем. Спустя три года он принимает активное участие в создании Русского технического общества, открытие которого состоялось 24 мая 1866 г. С этим обществом связана вся последующая научная и общественная деятельность Д.К. Чернова. В 1866 г. он увольняется из института и поступает на должность техника молотового цеха Обуховского завода и становится инженеромметаллургом.



 Рис. 1. Дмитрий Константинович Чернов

 Fig. 1. Dmitrii Konstantinovich Chernov

Перед молодым инженером была поставлена задача – выяснить и объяснить причину неудовлетворительного качества одних пушек по сравнению с превосходным качеством других, отлитых из одной и той же марки стали в одинаковых, как представлялось в то время, условиях. Чернов начал очень рьяно, он проводил бессонные ночи в механической и химической лабораториях, сидел у печей, учась у старых, опытных рабочих определять на глаз температуру раскаленной стальной поковки. Дмитрий Константинович обратил внимание на изменение строения изломов разрушенных изделий. Он изучил места разрушения при помощи лупы и микроскопа и обнаружил, что они по своему строению существенно отличались. Так он установил, что мелкозернистая сталь выдерживает гораздо большее «разрывное» усилие. После этого Д.К. Чернов занялся поиском того, как получается сталь с мелкозернистой структурой. Используя метод быстрой ковки тяжелым молотом, ученый сделал вывод о том, что изменения в структуре стали появляются под влиянием температуры, причем для каждого сорта стали различной. Пирометров для измерения высоких температур еще не было, и инженер научился определять температуру по цвету болванки. Оказалось, что если сталь охлаждать медленно на воздухе, то постепенно темнеющая масса металла вдруг внезапно раскалялась, как будто вспыхивая, а затем снова начинала темнеть. Никто не мог этого объяснить, да и при быстром охлаждении такого не происходило. Странное явление заинтересовало исследователя. Он изучил две болванки: одну, прошедшую «особую» точку, вторую не прошедшую. Оказалось, что первый образец не закаливается, остается мягким. Это было открытие. Дмитрий Константинович стал исследовать его дальше и обнаружил, что существует еще одна особая точка, соответствующая другой определенной температуре. Эти точки получили название «точек Чернова» – критические температуры, при которых происходит изменение фазового состояния и структуры стали при нагреве и охлаждении ее в твердом виде. И вот таким образом, «на глаз», провозвестник новой школы металлургии, основоположник металлографии сумел констатировать факт фазовых превращений в стали при ее кристаллизации.

С 1866 г. Д.М. Чернов работал инженером молотового цеха Обуховского сталелитейного завода в Санкт-Петербурге, с 1884 г. – в Морском техническом комитете, с 1886 г. (одновременно) – главным инспектором Министерства путей сообщения по наблюдению за исполнением заказов на металлургических заводах, а с 1889 г. – профессором металлургии Михайловской артиллерийской академии. В 1879 г. изложил теорию кристаллизации стального слитка (дендритные стальные кристаллы иногда называют кристаллами Чернова), всесторонне изучил дефекты литой стали и указал меры борьбы с ними. Обосновал значение полноты раскисления стали при выплавке, предложил оригинальную конструкцию печи для передела железной руды в сталь, работал также над получением высококачественных стальных орудийных стволов, стальных бронебойных снарядов и др. Исследования Д.К. Чернова во многом способствовали превращению металлургии из ремесла в теоретически обоснованную научную дисциплину.

Создателями первых научных школ металлурговметалловедов в пост-черновский период являются Н.С. Курнаков (1860 – 1941 гг.), впоследствии академик АН СССР – основатель научной школы в области физико-химических процессов, возглавлял кафедру общей химии в Политехническом институте с 1902 по 1930 гг., а также ученики Д.К. Чернова: А.А. Байков (1870 – 1946 гг.) впоследствии академик АН СССР, А.А. Ржешотарский (1847 – 1904 гг.). В свою очередь, учениками А.А. Байкова являются металловеды – академики АН СССР Н.Т. Гудцов и Н.В. Агеев, чл.корр. АН СССР Б.В. Старк, профессора М.Г. Окнов, М.П. Славинский, Г.А. Кащенко и др. А.А. Ржешотарский в 1902 г. заведовал кафедрой металлургии на металлургическом факультете, входившем в состав Политехнического института (ныне Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого) со дня основания – 1899 г. в числе еще трех факультетов – кораблестроительного, электротехнического и коммерческого.

А.А. Байков был приглашен на работу в этот институт в 1903 г. и сразу командирован за границу для подготовки к профессорскому званию. По возвращении в 1904 г. его избирают экстраординарным профессором металлургии и химии. Он взял на себя организацию лабораторий и чтение лекций по общей металлургии и металлографии. Но главной его заслугой было развертывание активной научно-исследовательской работы.

Индустриализация молодой советской республики создала предпосылки для организации новых научных школ. Так, в 1930 г. на металлургическом факультете Политехнического института, являвшегося основной кузницей кадров, из кафедры общей металлургии, возглавляемой А.А. Байковым, были выделены две самостоятельные: кафедра металловедения (невыпускающая) под руководством профессора Михаила Григорьевича Окнова (1930 – 1942 гг.) и кафедра термической обработки (выпускающая) под руководством профессора Николая Тимофеевича Гудцова, впоследствии академика АН СССР (1930 – 1942 гг.). С 1912 по 1928 гг. Н.Т. Гудцов работал на Путиловском (позднее Кировском) заводе начальником центральной заводской лаборатории, с 1924 г. стал доцентом, а далее профессором металлургического факультета Ленинградского политехнического института (ныне - Санкт-



*Рис. 2.* Академик Байков А.А. со своими учениками – преподавателями и студентами металлургического факультета Ленинградского политехнического института (ныне Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого), 1939 г.

Fig. 2. Academician Baikov A.A. with his followers – teachers and students of the Metallurgical Faculty of the Leningrad Polytechnic Institute (now Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University), 1939

Петербургский политехнический университет Петра Великого). В 1926 г. Н.Т. Гудцов совместно с видными учеными того времени Г.В. Курдюмовым (впоследствии академик АН СССР – основатель советской школы металлофизиков) и Н.Я. Селяковым впервые применил рентгеновский анализ при исследовании металлов, поэтому его можно с уверенностью считать основателем ленинградской (санкт-петербургской) школы металлургов-металловедов-термистов. Строение мартенсита, основы теории влияния легирующих элементов на строение и свойства стали, фундаментальные работы: «Физическое металловедение», «Специальные стали», «Металлография и термическая обработка стали» – вот только некоторые труды Н.Т. Гудцова.

Отдельную страницу нужно было бы посвятить крупнейшему ученому – Андрею Сергеевичу Завьялову, 100-летие со дня рождения которого было отмечено научной общественностью в 2005 г. Блестящий ученый и организатор, А.С. Завьялов внес яркую страницу в историю нашей страны и ленинградской школы металлургов. Кроме того, он вырастил большую плеяду учеников, самым крупным из которых являлся известный всей стране Игорь Васильевич Горынин, академик РАН, в течение многих лет возглавлявший крупнейший в стране материаловедческий научный центр – ЦНИИ КМ «Прометей» (ныне подразделение Курчатовского научного центра). Ученые этого института внесли огромный вклад в разработку сталей для судостроения и атомной энергетики, сплавов титана, алюминия и никеля для новой техники, целого ряда функциональных материалов современности.

Приведем некоторые исторические сведения, включая современное состояние этого научного центра. Институт был создан в январе 1939 г. на базе броневой лаборатории Ижорского завода. В первые годы на институт была возложена задача создания и освоения производства противоснарядной брони для танков, кораблей и авиации. Разработанная институтом и освоенная в производстве броня была использована для защиты известных во всем мире средних танков Т-34, тяжелых танков «прорыва» ИС и КВ, для самоходных артиллерийских установок и самолета-штурмовика ИЛ-2.

В 1947 г. ЦНИИ КМ «Прометей» стал головным научно-исследовательским институтом в области металлургии, металловедения, литейной технологии, горячей пластической обработки и сварки по всем конструкционным металлическим материалам, применяемым в военном кораблестроении, гражданском судостроении и производстве различной морской техники. Начиная с конца 1940-х годов, в институте были проведены крупномасштабные разработки по созданию серии новых высокопрочных, хладостойких, свариваемых без последующей термической обработки корпусных сталей для надводного и подводного Военно-морского флота. Из этих сталей позднее были изготовлены также корпуса нового поколения судов гражданского флота (лихтеровозов, ледоколов, танкеров, судов-газовозов, морских плавучих самоподъемных и полупогружных буровых установок типа «Шельф», уникальных стационарных ледостойких платформ). Из разработанных специалистами института высокопрочных свариваемых титановых сплавов была построена серия подводных кораблей ВМФ и обитаемых и необитаемых глубоководных аппаратов. С началом развития атомной энергетики в 1955 г. институт начал разрабатывать конструкционные материалы для оборудования атомной энергетики. В 1981 – 1999 гг. институт, помимо традиционных направлений, выполнял также работы по созданию материалов для оборудования нефтегазодобывающей и нефтегазоперерабатывающей отраслей промышленности, железнодорожного транспорта, автомобильной промышленности, аграрно-промышленного комплекса, медицины и др.

Сегодня ЦНИИ КМ «Прометей» располагает мощным научно-техническим, кадровым и технологическим потенциалом, материально-технической базой, позволяющими решать сложные задачи в области разработки новых прогрессивных материалов и технологий их производства. Его возглавляет ученик академика И.В. Горынина – член-корреспондент РАН А.С. Орыщенко.

Другим крупным научным центром Санкт-Петербургского металловедения является ЦНИИ материалов, ученые которого внесли огромный научный вклад в создание новых сталей и сплавов для оборонной техники. Этот центр начинал свою деятельность как Центральная научно-техническая лаборатория военного ведомства (ЦНТЛ), которая была создана в 1914 г. Впоследствии эта лаборатория была преобразована в НИИ 13, а затем в ЦНИИ материалов (ЦНИИМ). Учеными и специалистами ЦНИИМ были разработаны высокопрочные коррозионностойкие свариваемые стали, титановые и алюминиевые сплавы и технологии изготовления из них широкой номенклатуры деталей на основе вольфрама, молибдена, керамики и теплозащитных покрытий для работы в условиях воздействия газового потока с температурой 3000 °С и выше, а также подвергаемых термическому удару, орудийные стали.

Одним из ведущих НИИ в области энергетического машиностроения в стране является НПО ЦКТИ, 90-летний юбилей которого прошел несколько лет назад. В течение всей истории института внимание ученых и специалистов этого НИИ было сфокусировано как на теоретических работах (разработка новых методик расчета и новых схем энергетических машин), так и на экспериментальных, в том числе связанных с созданием новых стендов и испытательных машин. В институте разрабатывали новые марки жаропрочных сталей и сплавов, новые отраслевые федеральные и нормативные документы, создавали новые методы испытаний и установки, выполняя на них систематические исследования. Кроме того, проводили и проводятся в настоящее время экспериментальные работы, связанные с экспертизой состояния металла деталей во время их эксплуатации в области прочности энергетических машин.

Кроме гигантов ленинградского (санкт-петербургского) машиностроения и металлургии, промышленность была представлена серией судостроительных заводов и заводов энергетического машиностроения (турбиностроение, компрессоростроение, дизелестроение), в которых металлургическое направление занимало достойное место. Помимо крупных заводских лабораторий, наука развивалась в серии отраслевых институтов: кроме упомянутых выше ЦНИИ КМ «Прометей» и ЦНИИМ, таких как ЦКТИ, ВПТИ Электро, ВПТИ Энергомаш, ВНИТИ, ЦНИИТС [6 – 8]. Академическую науку в области науки о металлах в Ленинграде (Санкт-Петербурге) с определенного периода представляют Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН и Институт проблем машиноведения РАН [4]. Анализируя деятельность санкт-петербургских (ленинградских) металлургов, необходимо особо отметить роль городского Дома научно-технической пропаганды, который на протяжении нескольких десятилетий проводил огромную организаторскую работу по проведению постоянно действующих семинаров в области металлургии стали и сплавов, физики металлов и металловедения, пластической обработки металлов (руководители проф. А.С. Завьялов, Ю.В. Шахназаров, А.М. Паршин, Л.И. Васильев, Г.Е. Коджаспиров).

Семинары проводились два раза в месяц и, кроме того, ежегодно организовывались конференции, в которых принимали участие ученые и производственники из всех регионов бывшего СССР. К сожалению, в период распада СССР Дом научно-технической пропаганды прекратил свое существование. Традиционно в организации науки нашей страны, конечно, особую роль играли и играют вузы. Безусловно, основным центром является Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого (в прошлом Политехнический институт и Ленинградский политехнический институт им. М.И. Калинина) [4; 9]. Школа политехников-металлургов готовила и готовит высококвалифицированные производственные и педагогические кадры не только для региона, но в прошлом для всего Советского Союза, а ныне для России, ближнего и дальнего зарубежья. Как было упомянуто в начале статьи, эту школу возглавляли крупнейшие ученые с мировыми именами. ЦНИИ КМ «Прометей» имеет в СПбПУ специальную кафедру для подготовки своих кадров.

В ЛПИ им. М.И. Калинина (ныне СПбПУ Петра Великого) существовало несколько кафедр в области металлургии: чугуна и стали, цветных металлов, литейного производства, металловедения и термической обработки, обработки металлов давлением, физической химии, аналитической химии и др., созданных как на базовом факультете технологии и исследования материалов (ФТИМ), в прошлом металлургическом и физико-металлургическом. Большой вклад в развитие научных исследований в области металлургии, кроме вышеупомянутых, внесли профессора-политехники: Н.А. Меншуткин, Н.С. Курнаков, А.А. Ржешотарский, В.Е. Грум-Гржимайло, А.А. Байков, М.А. Павлов, Ф.Ю. Левинсон-Лессинг, В.А. Кистяковский, А.Н. Рамм, П.Я. Агеев, В.С. Смирнов и др. Кроме ЛПИ (СПбПУ) материаловедческие кафедры имелись в Кораблестроительном институте (ныне Санкт-Петербургский государственный морской технический университет (СПбГМТУ)), в Холодильном институте (ныне Санкт-Петербургский государственный университет низкотемпературных и пищевых технологий (СПбГУНиПТ)), где проводились работы в области хладостойких сталей и сплавов и др.



Рис. 3. Бюро секции металловедения и термической обработки Ленинградского Дома научно-технической пропаганды (ЛДНТП), 1982 г.

Fig. 3. Bureau of the Section of Metal Science and Heat Treatment of Leningrad House of Scientific and Technical Propaganda (LHSTP), 1982

В 2013 г. на базе физико-металлургического (позднее факультета технологии и исследования материалов) и механико-машиностроительного факультетов в СПбПУ Петра Великого был создан Институт металлургии, машиностроения и транспорта, позднее Институт машиностроения, материалов и транспорта (ИММиТ), в котором реализуются программы современного развития в области металлургии и материаловедения.

С 1993 г. в СПбПУ начали проводиться ставшие традиционными международные конференции: «Высокоэффективные технологии заготовительного производства», СПб, 1993; «Пластическая и термическая обработка современных металлических материалов», СПб, 1995; «Высокие технологии в современном материаловедении; «High Technologies in advances Materials Science and Engineering», St. Petersburg, 1997; «Пластическая, термическая и термомеханическая обработка современных металлических материалов», СПб, 1999; «Современные металлические материалы и технологии и их использование в технике» (High Technologies in Advanced Metal Science and Engineering), St. Petersburg, 2001, 2006, 2009, 2011, 2013, 2015, 2017; «Современные достижения в теории и технологии пластической обработки металлов». СПбГПУ, 2005, 2007; «Нанотехнологии функциональных материалов (НФМ'2010) «Nanotechnologies of functional materials» (NFM'2010), Ст. Петербург, СПбГПУ 2010, Санкт-Петербург, 2010, 2012; «Современные материалы и передовые производственные технологии» (СМППТ-2019), 2019, 2021, 2023. В этих конференциях принимали и принимают участие ведущие ученые и специалисты в области металловедения, пластической, термической, термомеханической обработки, порошковой металлургии, а в последние годы и в перспективной области изготовления изделий – аддитивных технологий, где СПбПУ Петра Великого является одним из ведущих научных центров в стране.

В заключении хотелось бы отметить, что высокий уровень санкт-петербургской школы металлурговметалловедов-металлофизиков, несмотря на трудные времена для нашей науки, по-прежнему сохраняется и наши ученые востребованы не только в нашей стране, но и за рубежом. Основной научный вклад ученых Санкт-Петербурга в металлургию в кратком изложении: Д.К. Чернов – открытие критических точек; А.А. Байков – разработка теории металлургических процессов, превращений в металлах и сплавах, создатель одной из самых первых школ металловедов; *Н.Т. Гудиов* – разработка теории строения мартенсита и легирования стали, основатель школы металловедов-термистов; Н.В. Агеев - теория межатомных связей и электронной структуры металлов; М.Г. Окнов металловедение железо-углеродистых сплавов; Г.А. Кащенко – разработка методов металлографического анализа; А.С. Завьялов – разработка некоторых



Рис. 4. Участники конференции СММТ-2013 (слева направо: проф. Коджаспиров Г.Е., проф. Цеменко В.Н., академик РАН Горынин И.В., проф. Салищев Г.А., академик РАН Рудской А.И., Фармаковский Б.В., проф. Попович А.А.)

*Fig. 4.* Participants of the Conference "Modern Metal Materials and Technologies – 2013"

(from left to right: Prof. Kodzhaspirov G.E., Prof. Tsemenko V.N., Academician of the Russian Academy of Sciences Gorynin I.V., Prof. Salishchev G.A., Academician of the Russian Academy of Sciences Rudskoi A.I., Farmakovskii B.V., Prof. Popovich A.A.)

вопросов теории фазовых превращений в железоуглеродистых сплавах; В.И. Владимиров – развитие теории дислокаций и дисклинаций; В.А. Лихачев – разработка структурно-аналитической теории прочности и конструирование сплавов с эффектом запоминания формы; А.Н. Орлов – развитие теории дислокаций; И.В. Горынин – разработка теоретических основ создания высокопрочных свариваемых конструкционных материалов для работы в экстремальных условиях, создатель и руководитель научной школы металловедов ЦНИИ КМ «Прометей»; Ю.П. Солнцев – разработка научных основ создания хладостойких материалов и методов оценки сопротивления хрупкому разрушению; А.М. Паршин – разработка теории структурной рекомбинации радиационных дефектов при распаде твердых растворов (проблемы радиационного материаловедения); Ю.В. Шахназаров – разработка физикотехнологических основ создания мартенситно-стареющих и инструментальных сталей [4; 9].

Перечисление вклада в науку каждого крупного ныне работающего петербургского ученого заняло бы слишком много места. В связи с этим упомянем лишь наиболее известных научной общественности ученых, а также ученых, возглавлявших и возглавляющих научные школы: академик РАН *А.И. Рудской* – разработка научных основ структурообразования и моделирования сталей и широкого класса современных материалов при термомеханической обработке и в области порошковой металлургии; член-корреспондент РАН *А.С. Орыщенко* – разработка теоретических основ создания новых литейных жаропрочных и жаростойких сплавов на основе Fe–Cr–Ni, технологий их фасонного литья для оборудования высокотемпературного пиролиза нефти; создание технологии коррозионностойких титановых и алюминиевых сплавов и материалов для корпусов атомных реакторов морского базирования и атомных электростанций; создание оригинальной стали с элементами наноструктурирования, позволяющей повысить мошность ядерных реакторов на энергоблоках на 30-40 %; член-корреспондент РАН В.В. Рыбин – разработка научных основ физики развитой пластической деформации кристаллов и структурно-кинетической концепции разрушения металлов; член-корреспондент РАН Ю.К. Петреня теоретические и технологические аспекты разработки сплавов для энергетики; профессора, доктора технических и физико-математических наук А.А. Попович разработка механо-химического синтеза неорганических соединений, порошковой металлургии и аддитивных технологий; В.И. Бетехтин – разработка и развитие кинетического подхода к проблеме разрушения твердых тел; Е.Л. Гюлиханданов – теория и технология химико-термической обработки сталей, диффузионные процессы в металлах; Г.Е. Коджаспиров – структурные превращения в деформированных сталях и сплавах, физико-технологические основы неизотермической термомеханической обработки; Н.Г. Колбасников – механизмы деформации и упрочнения малопластичных металлов и создание энтропийной концепции прочности и пластичности.

Безусловно, здесь упомянуты не все санкт-петербургские ученые-металлурги, внесшие вклад в развитие отечественной и мировой металлургии, и пусть простят авторов те наши коллеги, которых нет в данном списке по причине краткости изложения.

#### Список литературы / References

- 1. Завьялов С. История Ижорского завода. Издательство История заводов; 1934:410.
- 2. Любченко А.А. Роль Кировского завода в развитии советского машиностроения и металлургии. В кн.: *Машиностроение и металлургия Кировского завода*. Ленинград: Машиностроение; 1967:5–9.
- 3. Александров В.П., Дысин Б.Г. Кировский завод-лаборатория технического прогресса. В кн.: *Машиностроение и металлургия Кировского завода*. Ленинград: Машиностроение; 1967:10–13.
- Гюлиханданов Е.Л., Коджаспиров Г.Е. История и современное состояние Санкт-Петербургского металловедения. Металловедение и термическая обработка металлов. 2007;(1):3–8.

Gyulikhandanov E.L., Kodzhaspirov G.E. History and current state of St. Petersburg physical metallurgy. *Metal Science and Heat Treatment*. 2007;(1):3–8. (In Russ.).

- Виноградова Н.А. Обуховский завод. Очерки истории 1863–2008. Санкт-Петербург: Издательство Гуманистика; 2010:592.
- 6. Горынин И.В. Размышления с оптимизмом. Санкт-Петербург: Издательство Политехнического университета; 2014:525.
- ЦНИИ Материалов 90 лет в материаловедении / под ред. Ю. Ю. Заплаткина. Вып. 2. Санкт-Петербург: Издательство Политехнического университета; 2004:228.
- Высокие технологии оборонки в действии. Исторический очерк научно-технической деятельности Всесоюзного (Всероссийского) научно-исследовательского технологического института 1947–1997. Санкт-Петербург: Издательство «ИНТЕГРАФ» АО «Кировский завод»; 1997:160.
- 9. Санкт-Петербургский государственный политехнический университет: Биографии. СПб: Издательство Гуманистика; 2006:912.

Сведения об авторах	Information about the Authors		
Андрей Иванович Рудской, академик, д.т.н., ректор, Санкт-Петер-	Andrei I. Rudskoi, Academician, Dr. Sci. (Eng.), Rector, Peter the Great		
бургский политехнический университет Петра Великого	St. Petersburg Polytechnic University		
ORCID: 0000-0001-9517-3905	ORCID: 0000-0001-9517-3905		
<i>E-mail:</i> rector@spbstu.ru	E-mail: rector@spbstu.ru		
Георгий Ефимович Коджаспиров, д.т.н., профессор Высшей	Georgii E. Kodzhaspirov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Higher School of		
школы физики и технологий материалов, Санкт-Петербургский	Physics and Technology of Materials, Peter the Great St. Petersbury		
политехнический университет Петра Великого	Polytechnic University		
<i>E-mail:</i> gkodzhaspirov@yandex.ru	E-mail: gkodzhaspirov@yandex.ru		
Поступила в редакцию 05.04.2024	Received 05.04.2024		
После доработки 15.04.2024	Revised 15.04.2024		
Принята к публикации 23.08.2024	Accepted 23.08.2024		

Ivannikov A.Yu., Yusupov V.S. Recent development in powder metallurgy of high entropy alloys for high-temperature applications. Brief review

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ / METALLURGICAL TECHNOLOGIES



удк 621.762.4 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-509-519



Обзорная статья Review article

### Новые достижения в области порошковой металлургии высокоэнтропийных сплавов для высокотемпературных приложений. Краткий обзор

#### А. Ю. Иванников , В. С. Юсупов

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

#### 🖂 aivannikov@imet.ac.ru

Аннотация. Порошковая металлургия высокоэнтропийных сплавов привлекает значительное внимание благодаря своей высокой технологичности и низкой стоимости. В этом обзоре представлены новейшие исследования в области порошковой металлургии высокоэнтропийных сплавов, разработанных для применения при высоких температурах. Рассматриваются основные процессы получения порошков и компактов из них, химический и фазовый состав, плотность, механические свойства при повышенной температуре, термостабильность. Проведённый анализ показал, что для получения порошковых смесей применяются различные методы производства и смешения порошковых компонентов, включая самораспространяющийся высокотемпературный синтез, магниотермию, гидрирование, механическое легирование, плазменную сфероилизацию, центробежное распыление прутка плазмой и тралиционное смещение элементных порошков в высокоэнергетических смесителях. Наиболее распространенным способом консолидации является искровое плазменное спекание, позволяющее получать компакты с высокой скоростью и сохранением тонкой структуры. Также для производства длинномерных прутков и заготовок применяется экструзия порошковых смесей в оболочках. Ключевой особенностью химических составов заготовок, производимых методами порошковой металлургии, является возможность получения дисперсно-упрочненных оксидами порошковых компактов, что обеспечивает дополнительное упрочнение при повышенных температурах. Основными элементами, используемыми при создании высокоэнтропийных сплавов для применения в условиях повышенных температур, являются тугоплавкие металлы. Поэтому для снижения их плотности разрабатываются составы с алюминием, титаном, а также тугоплавкими оксидами. Кроме того, в этом обзоре обозначены нерешенные и критические вопросы разработки подходов к получению высокоэнтропийных сплавов методами порошковой металлургии для практического внедрения их в современную индустрию.

*Ключевые слова:* порошковая металлургия, высокоэнтропийные сплавы, тугоплавкие металлы, механическое легирование, плазменная сфероидизация, гидрирование, экструдирование, высокотемпературное применение

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00183, https://rscf.ru/project/24-29-00183/.

Для цитирования: Иванников А.Ю., Юсупов В.С. Новые достижения в области порошковой металлургии высокоэнтропийных сплавов для высокотемпературных приложений. Краткий обзор. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):509–519. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-509-519

## RECENT DEVELOPMENT IN POWDER METALLURGY OF HIGH-ENTROPY ALLOYS

#### FOR HIGH-TEMPERATURE APPLICATIONS. BRIEF REVIEW

#### A. Yu. Ivannikov<sup>®</sup>, V. S. Yusupov

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

#### 🖂 aivannikov@imet.ac.ru

*Abstract.* Powder metallurgy of high-entropy alloys has gained significant attention in modern applications due to its low cost and near-net-shape formability. This overview presents the state-of-the-art research on powder metallurgy of high-entropy alloys for high-temperature applications, covering basic solid state fabricating processes, phase composition, and advanced mechanical properties recently attained. The analysis showed that various methods of production and mixing of powder components, including self-propagating high-temperature synthesis, magnesium reduc-

tion, hydrogenation, mechanical alloying, plasma spheroidization, centrifugal plasma sputtering of the bar, and conventional mixing of elemental powders in high-energy mixers are used to produce powder mixtures. The most common consolidation method is spark plasma sintering, which allows obtaining compacts with high speed and preservation of fine structure. Also, for the production of long bars and billets, the extrusion of powder mixtures in shells is used. A key feature of the chemical compositions of billets produced by methods of powder metallurgy are the possibility of obtaining oxide-disperse-strengthened powder compacts, which provides additional hardening at elevated temperatures. The main elements used in the creation of high-entropy alloys for application at elevated temperatures are the refractory metals. Therefore, in order to reduce the density of new alloys, compositions with aluminum, titanium, and refractory oxides are being developed. Finally, this review identifies unresolved and critical issues in the development of approaches to obtaining high-entropy alloys using powder metallurgy methods for their practical implementation in modern industry.

Keywords: powder metallurgy, high-entropy alloys, refractory metals, mechanical alloying, plasma spheroidization, hydrogenation, extrusion, high-temperature application

Acknowledgements: The research was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 24-29-00183, https://rscf.ru/project/24-29-00183/.

For citation: Ivannikov A.Yu., Yusupov V.S. Recent development in powder metallurgy of high entropy alloys for high-temperature applications. Brief review. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):509–519. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-509-519

#### Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) – это сплавы нового поколения, разрабатываемые с 2004 г. [1; 2]. Несмотря на активные исследования в течение последних 20 лет в области высокоэнтропийных материалов, данные сплавы не имеют широкого применения в современной промышленности, но с каждым годом продолжают набирать популярность в научных работах [3; 4] благодаря демонстрации высоких физикомеханических и эксплуатационных свойств [5; 6]. Высокоэнтропийные сплавы устойчивы к окислению при высоких температурах, что потенциально расширяет их технологическое применение для замены никелевых сплавов в турбинных установках [7; 8]. В своем обзоре О.Н. Сеньков и др. [9] исследуют две группы ВЭС для высокотемпературных применений. К первой группе относят ВЭС, состоящие из высокоэнтропийных сплавов, в основе которых лежат 3d переходные металлы - Со, Сr, Сu, Fe, Mn, Ni и Ti. Эти сплавы обладают пределом текучести более 1000 МПа при температуре 600 °C. Однако, согласно работе авторов, ни один из представленных ВЭС не обладает свойствами, превосходящими современные жаропрочные сплавы на основе никеля. Жаропрочность ВЭС быстро снижается при температурах, превышающих  $\approx 800$  °C, аналогично жаропрочным сплавам на основе никеля. Кроме того, их способность выдерживать высокие температуры ограничена температурой плавления, которая незначительно отличается от температуры плавления коммерческих жаропрочных сплавов на основе никеля.

Тугоплавкие высокоэнтропийные сплавы (ТВЭС) представляют собой вторую группу ВЭС, разработанных О.Н. Сеньковым с соавторами [10] для высокотемпературных приложений. Данная категория сплавов с 2010 г. вызывает интерес специалистов благодаря их способности сохранять высокую статическую прочность до 1600 °С, а в перспективе и выше. Первый ТВЭС был получен из пяти тугоплавких компонентов (Мо, Nb, Ta, V и W), но более поздние сплавы были изготовлены из элементов IV группы (Ti, Zr и Hf), V группы (V, Nb и Ta) и VI группы (Cr, Mo и W) [10].

Тугоплавкие высокоэнтропийные сплавы перспективны для применения в конструкциях и изделиях, работающих при высоких температурах (выше 1000 °C), и рассматриваются на замену никелевым жаропрочным сплавам. В своем недавнем обзоре W. Xiong с соавторами [11] показали, что ВЭС обладают превосходными механическими свойствами в широком диапазоне температур и отличаются повышенной стойкостью к высокотемпературному окислению. В настоящее время наблюдается активный рост числа исследований в области ТВЭС, что подтверждается и увеличением числа обзоров ТВЭС, разрабатываемых для применения в атомном машиностроении [12; 13].

Традиционно для получения ВЭС [3] используют газофазные, жидкофазные и твердофазные методы. Методы порошковой металлургии (твердофазные методы) наиболее рациональны для получения ТВЭС для высокотемпературных приложений [14]. На рис. 1 представлена обобщенная технологическая схема процесса порошковой металлургии для производства ВЭС, позволяющая получать высококачественные заготовки с геометрией, соответствующей требованиям потребителей. Однако анализ новейших обзоров [11 – 13] в области ВЭС для высокотемпературных применений указывает на недостаток информации о работах по твердофазным процессам порошковой металлургии ВЭС с 2020 г.

Таким образом, актуальной становится оценка последних разработок и тенденций в области ВЭС для применения при высоких температурах. Поэтому в обзоре рассмотрены критерии отбора химических элементов для процесса твердофазной порошковой металлургии, а также способы консолидации, плотность, фазовый состав, механические свойства и будущие тенденции в отношении ВЭС.

#### Материалы и методы

С использованием критериев PRISMA (Preferred Reporting Items for Systematic Reviews and Meta-

Ivannikov A.Yu., Yusupov V.S. Recent development in powder metallurgy of high entropy alloys for high-temperature applications. Brief review



Fig. 1. Flow diagram of powder metallurgy

Analyses) [15] проанализированы российская и международные базы данных: elibrary.ru, mdpi.com, Springer.com и sciencedirect.com.

Отобранные исследования соответствовали следующим критериям:

 механические свойства при повышенной температуре;

- стойкость к окислению;

- температурная стабильность.

#### Результаты работы и их обсуждение

После проверки на соответствие критериям отобраны тридцать девять работ, посвященных порошковой металлургии высокоэнтропийных сплавов для высокотемпературных приложений. В таблице представлены данные о работах, содержащих результаты, отвечающие всем указанным выше критериям.



Рис. 2. Принципиальная схема системы сфероидизации плазмы

Химический состав

В новых исследованиях рассмотрены инновационные ТВЭС, дисперсно-упрочненные оксидами. Например, в работе [32] использовали 15 %  $Al_2O_3$  для изготовления легких тугоплавких сплавов на основе TaNbVTi. Zong L. и др. [33] использовали наноразмерные керамические частицы *m*-ZrO<sub>2</sub> для упрочнения тугоплавкого высокоэнтропийного сплава NbMoTaW, а в работе [34] для сплава WMoNbTaV. Аналогичным образом в работе [35] использовали наноразмерные частицы Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Новый дисперсно-упрочненный NbTaTiV TBЭС, содержащий 0,35 мас. %  $Al_2O_3$ , исследовали в работе [25].

Упрочнение ВЭС тугоплавкими наноразмерными оксидами может быть достигнуто только с помощью методов порошковой металлургии. Традиционные химические составы ВЭС, представленные в таблице, дублируют их химические составы, полученные ранее жидкофазным методом [2; 8; 10 – 12]. Следовательно, применение методов порошковой металлургии расширяет технологические возможности по производству ВЭС с самым широким диапазоном химических составов [36 – 39].

#### Приготовление порошков

В работах [40; 41] использовали подход по получению смеси порошков методом смешения без дополнительного размола. Наиболее распространенным методом получения порошка является механическое легирование в планетарной мельнице [42].

Для расширения сырьевой базы в исследовании [43] порошковая смесь синтезировалась с использованием смеси гидрида титана и элементных порошков. В работе [44] использовали порошок гидрида Nb и порошок гидрида Та. Выделение водорода при разложении гидридов способствует очищению поверхности металлических порошков от примесей.

Для агломерации мелкодисперсных порошков применяется распылительная сушка. В исследовании [45] для получения порошков ВЭС гранулы порошка после распылительной сушки обрабатывались в уста-

Fig. 2. Schematic diagram of plasma spheroidization system

#### Информация об исследованиях, включенных в обзор

#### Information on the reviewed studies

A. 2000	Химический состав	Подготовка порошка	Механические свойства при повышенной температуре		
Автор, год	Фазовый состав	Метод консолидации	Стойкость к окислению/температурная стабильность		
Сян и др., 2020 [16]	TaNbVTiAl <sub>x</sub> ( $x = 0,, 1, 0$ )	МЛ (механическое легирование)	Удельная прочность 88,37 МПа·см <sup>3</sup> /г, <i>T</i> = 900 °C; удельная прочность 16,03 МПа·см <sup>3</sup> /г, <i>T</i> = 1200 °C		
	ОЦК	ИПС (искровое плазменное спекание)	_		
Ли и др., 2020 [17]	$Co_{25}Cr_{21}Fe_{18}Ni_{23}Mo_7Nb_3WC_2$	МЛ	$\begin{split} T &= 600 \text{ °C}, \ \sigma_{0,2} &= 473 \text{ M}\Pi a^*, \ \sigma &= 741 \text{ M}\Pi a^*, \\ \epsilon &= 10,5 \%; \\ T &= 900 \text{ °C}, \ \sigma_{0,2} &= 142 \text{ M}\Pi a^*, \ \sigma &= 165 \text{ M}\Pi a^*, \ \epsilon &= 31,0 \% \end{split}$		
	ГЦК + $Me_6$ С	ГП (горячее прессование)	_		
Альваредо- Олмос и др.,	$\begin{array}{c} Fe_{1,5}Cr_{1}Al_{0,75}Mo_{0,1}Ti_{0,1}\\ Fe_{1,5}Cr_{1}Al_{0,75}Mo_{0,1}Ti_{0,1}Ni_{0,25} \end{array}$	ГА (газовая атомизация)	T = 400 °C, $HV = 6,1$ ГПа; T = 400 °C, $HV = 6,5$ ГПа		
2021 [18]	ОЦК-В2	ИПС	-		
Яньхай и др., 2021	CoCrFeMnNi	ГА	Сохранение наноструктуры (55 – 160 нм) после нагрева на 1100 °С		
[19]	ГЦК	ГП	-		
Чжанг и др.,	$Al_x CrTiMo (x = 0,25,, 1,00)$	МЛ	-		
2021 [20]	ОЦК	ИПС	Жаростойкость при температуре 1000 °С в течение 7 ч		
Лю и др.,	MoNbTaTiV	МЛ	$V = 0,5 \ s^{-1}, \ \sigma = 400 \ M\Pi a; \ V = 0,0005 \ s^{-1}, \ \sigma = 30 \ M\Pi a \ (T = 1300 \ ^{\circ}C \ B \ Bakyyme)$		
2021 [21]	ОЦК	ИПС	_		
Пэн и др., 2022 [22]	NbMoTaWV	МЛ	T = 1000 °C, σ = 1978 МПа, удельная прочность 170,51 МПа·см <sup>3</sup> /г; T = 1200 °C, σ = 1433 МПа, удельная прочность 123,53 МПа·см <sup>3</sup> /г		
	ОЦК + тетраэдрическая фаза	ИПС	_		
Гао и др.,	TiAlV <sub>0,5</sub> CrMo	МЛ	_		
2022 [23]	ОЦК + фазы Лавеса	_	Сохранение наноструктуры при температуре 1200 °С		
Уджа и др.,	$Ti_{20}Al_{16}V_{16}Fe_{16}Ni_{16}Cr_{16}$	МЛ	Механические свойства выше, чем у сплава Ті64		
2023 [24]	ГЦК + ОЦК	ИПС	-		
Чжанг и др.,	$NbTaTiV + 0,35Al_2O_3$	МЛ	$\sigma_{0,2} = 690 \text{ M}\Pi \text{a} (T = 1000 ^{\circ}\text{C})$		
2023 [25]	ОЦК $+ Al_2O_3$	ГП	-		
Кусков и др.,	$Co_{35}Ni_{10}Fe_{10}Cr_{10}Al_{35}$	МЛ + СВС	σ <sub>0,2</sub> = 1120 МПа, <i>T</i> = 600 °C, удельный предел текучести 167,66 МПа∙см <sup>3</sup> /г		
2023 [26]	$B2 + ОЦК + ГЦК + L1_2$	ИПС	_		
Бозтемур	WNbMoVTaCrAl	МЛ	_		
и др., 2023 [27]	OЦК + Ta <sub>2</sub> VO <sub>6</sub> + (Nb,Ta)C + + $W_2C_{0.85}$ + $Al_2O_3$	ИПС	Сохранение наноструктуры при температуре 1150 °С		
Дас и др.,	AlCoCuFeNi	МЛ	_		
2023 [28]	ГЦК+ОЦК	_	Сохранение наноструктуры при температуре 900 °С		
II	Ti-Nb-Mo-Ta-W-Ni-Zr	МЛ	_		
Цинь и др., 2023 [29]	ОЦК + вторичные фазы	ИПС	Размер зерна <150 нм после 5 ч отжига при температуре 1300 °С		
Гао и др., 2023 [30]	TiAlV <sub>0.5</sub> CrMo	МЛ	_		
	ОЦК1 + ОЦК2 + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ИПС	Сохранение наноструктуры при температуре 1200 °С		
Фуидр., 2023 [31]	Al – Fe – Co – Cr – Ni	ГА	$\sigma_{0,2} = 518 \text{ M}\Pi a \ (T = 600 \text{ °C})$		
	ГЦК + ОЦК	Горячая экструзия (коэффициент экструзии 7:1, температура 1150 °C)	_		
* Испытан	ие на растяжение				



Рис. 3. Схема установки получения сферических порошков распылением расплава инертным газом

Fig. 3. Scheme of the unit for obtaining spherical powders by spraying the melt with inert gas

новке плазменной сфероидизации (Tekna Nano-15). Индукционную термическую плазму (рис. 2) использовали и в работе [46] для сфероидизации порошка WTaMoNbZr из исходных порошков иррегулярной формы, полученных измельчением гидрированного слитка. Раскисление в процессе плазменной обработки способствовало рафинированию сплава.

В работе [47] гидрировали предварительно прокатанные пластины с известным размером зерна. Авторы указывают на экономическую эффективность метода механического измельчения, четкую взаимосвязь между размером зерна пластины и получаемыми порошками в широком диапазоне от 6 до 102 мкм.

Газовое распыление (рис. 3) является основным методом, используемым для получения сферических порошков. В работе [18] использовали метод распыления газом для изготовления ВЭС из 3d переходных

и тугоплавких элементов, в то время как в работе [19] применили тот же метод, но только для изготовления ВЭС из 3d переходных элементов. Такие порошки имеют однородный химический состав и подходят для различных технологических процессов в порошковой металлургии, а также для аддитивного производства [48]. Однако порошки, полученные газовым распылением, имеют сателлиты, которые ограничивают их компактность. Поэтому для получения порошков с высокой степенью сферичности используется технология центробежного распыления вращающегося электрода.

В работе [49] для получения порошков ТВЭС использовалось как индукционное газовое распыление электрода EIGA (*Electrode Inert Gas Atomization*, рис. 4, *a*), так и процесс центробежного распыления вращающегося электрода плазменной струей PREP (Plasma Rotating



Fig. 4. Schematic diagrams of EIGA (a) and PREP (b) systems

*Electrode Process*, рис. 4,  $\delta$ ). Результаты показали, что метод PREP позволяет получить порошки с высокой сферичностью и без сателлитов, но с большим размером частиц по сравнению с EIGA. Средние размеры частиц составили 65,9 и 51,8 мкм соответственно.

В работе [26] для получения порошков из механически активированного порошка был использован самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), что привело к изменению фазового состава материала. Данный подход расширяет перспективы получения новых свойств для известных химических составов ВЭС.

Комбинацию магниотермии и CBC применили в работе [50]. Авторы использовали смесь порошков  $WO_3$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $Ta_2O_3$  и  $MoO_3$  в сочетании с порошком чистого магния для CBC. Такой подход способствует расширению сырьевой базы при производстве TBЭC.

Расширение методов синтеза позволяет получать порошки с различными вариациями химических составов, морфологий и размеров. Это имеет решающее значение для следующего технологического цикла в порошковой металлургии, т. е. для процессов консолидации (уплотнения).

#### Процесс консолидации

Наиболее востребованным методом уплотнения является искровое плазменное спекание. В работах [51] и [52] реализовали максимальную температуру 1900 °С при давлении 50 МПа. Максимальное давление при ИПС 80 МПа применили в работе [53]. Ключевым фактором, ограничивающим давление, является использование графитовых пуансонов, которые применяются в ИПС.

Основным преимуществом метода ИПС является регулируемая скорость процесса, повышенная плотность образцов и фиксация метастабильной структуры за счет высоких скоростей охлаждения. Однако ИПС имеет ограничения для получения изделий сложной геометрии и большого размера.

Спекание методом ГП является широко используемой технологией в порошковой металлургии для изготовления изделий с минимальной остаточной пористостью. Основное отличие ГП от ИПС определяется скоростями нагрева и охлаждения. Кроме того, ГП предпочтителен для изготовления крупных деталей в промышленности [17; 19].

Холодное изостатическое прессование и спекание без давления – распространенные методы порошковой металлургии. В работе [44] максимальная температура спекания при использовании смеси  $H_2$  и Ar составила 1400 °C. В работе [54] использовали ту же атмосферу спекания, но максимальная температура достигала 1450 °C. Полученные данные о процессе спекания могут быть адаптированы для высокопроизводительной технологии литья металла под давлением MIM (*Metal Injection Moulding*) [55; 56].

Метод горячей экструзии перспективен для получения длинномерных изделий с высокими механическими свойствами. В работе [31] сферические порошки в контейнере из нержавеющей стали при температуре 1150 °С подвергали горячей экструзии (коэффициент экструзии 7:1). Получение длинномерных прутков и проволоки методом горячей экструзии может быть использовано как для изготовления стержневых конструкций, так и для аддитивного производства, такого как термическое напыление или дуговое аддитивное производство проволоки.

Среди рассмотренных работ в области порошковой металлургии ВЭС с 2020 г. не представлены методы получения заготовок по технологии литья металлов под давлением и горячего изостатического прессования (HIP) [57]. Однако эти методы позволяют изготавливать образцы сложной формы с высокой плотностью и перспективны для изготовления изделий из порошковых ВЭС. Следовательно, в ближайшие годы они будут адаптированы для производства изделий для применения при высоких температурах.

#### Фазовый состав

В проанализированных работах (см. таблицу) для ВЭС на основе 3*d* переходных металлов рентгенофазовый анализ выявляет преимущественно однофазный ГЦК твердый раствор, а для составов на основе только тугоплавких металлов однофазный ОЦК твердый раствор. Однако для композиций, содержащих как 3*d* переходные металлы, так и тугоплавкие металлы, рентгенофазовый анализ выявил наличие двух фаз ГЦК и ОЦК. Кроме того, в некоторых случаях обнаружено наличие карбидных, оксидных, сигма- и интерметаллических фаз, которые положительно влияют на высокотемпературные свойства разрабатываемых сплавов.

#### Плотность

Плотность является ключевым фактором для спеченных образцов, так как позволяет оценить эффективность метода консолидации.

Среди проанализированных работ наибольшее значение плотности было достигнуто для ТВЭС  $(W_{35}Ta_{35}Mo_{15}Nb_{15})_{95}Ni_5$  (14,55 г/см<sup>3</sup>) [58] и эквиатомного ТВЭС NbMoTaWRe (14,36 г/см<sup>3</sup>) [49] из-за содержания W, Ta, Nb, Mo и Re. Наименьшая плотность 5,98 г/см<sup>3</sup> получена для ВЭС TiAlV<sub>0,5</sub>CrMo [23]. В целом, химические составы, содержащие Al, имеют заметно более низкую плотность. Также для снижения плотности в композиции ВЭС вводят оксиды [32].

Плотность порошковых образцов учитывается при расчете удельной прочности, что позволяет сравнивать ВЭС разного химического состава и, следовательно, плотности.

Важно отметить, что плотность определяется и величиной остаточной пористости, которая максимальна для технологии спекания без давления и минимальна в случае ГП и ИПС.

## Механические характеристики при повышенных температурах

Только в 20 % рассмотренных работ приведены данные о свойствах порошковых ВЭС при повышенных температурах.

Авторы работы [16] обнаружили, что ТВЭС ТаNbVTiAl<sub>0,2</sub> обладает исключительной удельной прочностью как при комнатной температуре (207,11 МПа·см<sup>3</sup>/г), так и при высоких температурах (88,37 МПа·см<sup>3</sup>/г при 900 °С и 16,03 МПа·см<sup>3</sup>/г при 1200 °С), сохраняя при этом приемлемую пластичность. Такие ТВЭС потенциально могут быть использованы при температурах, превышающих 1200 °С. Высокие механические свойства определяются однородной микроструктурой и твердорастворным упрочнением.

В исследовании [17] сравнение результатов испытаний на растяжение при комнатной температуре и при 900 °С показало, что деформация увеличилась в 5,6 раза, а предел текучести снизился в 4 раза. По мнению авторов, зернограничное упрочнение при повышении температуры было доминирующим механизмом, при котором частицы карбида вносили значительный вклад в увеличение предела текучести за счет дислокационного и оровановского упрочнения.

В работе [18] наноиндентирование показало, что повышение температуры до 400 °С приводит к снижению твердости только на 10 %.

В работе [21] характеристики горячей деформации ультрамелкозернистого ТВЭС MoNbTaTiV были исследованы с использованием испытаний на изотермическое сжатие в диапазоне температур деформации от 1100 до 1300 °С и скоростей деформации от 0,0005 до 0,5 с<sup>-1</sup>. Обнаружено, что при высокой температуре и низкой скорости нагружения основным механизмом деформации становится скольжение по границам зерен, которое в некоторой степени подавляется ростом зерен и ультрадисперсными осажденными фазами, распределенными вдоль границ зерен.

В работе [22] отмечено, что высокая прочность сплава NbMoTaWV при повышенных температурах в основном обусловлена наличием второй фазы, которая предотвращает скольжение по границам зерен. Однако при повышенной температуре сплав становился менее пластичным, что, вероятно, связано с наличием второй фазы, приводящей к образованию трещин по границам зерен. При комнатной температуре спеченный NbMoTaWV демонстрировал более высокую прочность на сжатие и пластичность по сравнению с соответствующим литым ВЭС. Значительное увеличение прочности связано с выделением фазы (Ta, V)O<sub>2</sub> и упрочнением границ зерен ОЦК-матрицы.

В работе [25] получен новый сверхпрочный ТВЭС NbTaTiV, дисперсно-упрочненный 0,35 мас. %  $Al_2O_3$ . Двухфазный материал продемонстрировал высокий предел текучести (2075 МПа) и пластичность при сжатии (15 %), сохраняя высокую прочность в широком диапазоне температур (25 – 1000 °C). Сверхвысокой прочности двухфазного ТВЭС в основном способствовало дисперсное упрочнение, обусловленное высокой долей субмикронных частиц Ti-(O,N) и твердорастворным упрочнением. Эффективность сплавов может быть значительно улучшена путем упрочнения оксидами, что открывает новую перспективу для разработки высокоэффективных ТВЭС.

Высокотемпературные испытания, реализованные во всех опубликованных исследованиях, направлены на оценку статической прочности материалов при повышенных температурах (см. таблицу), но для практического применения потребуется оценка надежности таких материалов. Следовательно, будущие работы должны оценивать трещиностойкость, ползучесть, долговечность и т. д.

#### Стойкость к окислению и термическая стабильность

В 15 % рассмотренных работ приведены сведения о термической стабильности и/или стойкости к окислению.

Ключевой особенностью ТВЭС является высокотемпературная стабильность ультра-мелкозернистой структуры, полученная механическим легированием и последующим ИПС. Высокая температура рекристаллизации ТВЭС определяет сохранение наноструктур, сформированных в процессе подготовки порошковых смесей. Поэтому ТВЭС обладают высокой термостабильностью в сравнении с ВЭС на основе 3*d* элементов.

Введение в составы ТВЭС активных элементов Al и Cr обеспечивает формирование оксидных пленок, которые способствуют повышению жаростойкости [20; 30].

#### Выводы и перспективы развития

В обзоре рассмотрены новые и традиционные подходы, которые используются при изготовлении ВЭС для высокотемпературных применений. Основной целью твердофазных методов для производства ВЭС из тугоплавких элементов является создание доступных по цене компонентов с точной геометрией и свойствами, которые газо-, жидкофазными способами получить затруднительно или невозможно.

Новые исследования в области порошковой металлургии свидетельствуют о применении для получения порошков оксидов и гидридов, что существенно расширяет сырьевую базу для металлургии ВЭС. Для получения порошковых смесей применяются различные подходы, включая методы механического легирования, СВС, гидрирования, металлотермии, агломерации и сфероидизации, газового распыления, плазменного распыления центробежно вращающегося электрода.

Анализ методов спекания порошков показывает, что наиболее распространенным методом является искровое плазменное спекание. Однако этот метод имеет известные ограничения по форме и размеру изделий. Поэтому изучение процесса свободного спекания более важно для массового производства. Кроме того, для снижения пористости спеченных порошковых образцов следует применять горячее изостатическое прессование, активно используемое в аддитивном производстве для ответственных изделий.

Получение длинномерных прутков и проволоки из ВЭС методом горячей экструзии порошков может быть использовано как для изготовления стержневых конструкций, так и для аддитивного производства, такого как газотермическое напыление или дуговая проволочная наплавка.

Анализ химического состава высокоэнтропийных сплавов показывает, что ВЭС на основе 3*d* переходных элементов используются для температур до 1000 °С, ТВЭС – для более высоких температур. Введение алюминия направлено на снижение плотности ТВЭС, а также на повышение стойкости к окислению.

Одним из перспективных способов повышения прочности при высоких температурах является дисперсное упрочнение оксидами, но в некоторых случаях наночастицы химически взаимодействуют с матрицей и химический состав дисперсных частиц изменяется. Поэтому выбор упрочняющих наноразмерных порошков требует предварительного анализа.

Высокая термическая стабильность ТВЭС и сохранение наноразмерных зерен при температурах выше 1000 °С определяется высокой температурой рекристаллизации.

Результаты проведенного обзора подтверждают, что ВЭС обладают потенциалом для использования в высокотемпературных приложениях. Механические свойства спеченных образцов ТВЭС выше, чем у образцов аналогичного химического состава, но полученных жидкофазными методами. Однако необходимы дальнейшие исследования и разработки для повышения стойкости к окислению и механических характеристик порошковых ТВЭС при заданных температурах.

Важным результатом проведенного анализа исследовательских работ является выявление ограниченного набора методик по оценке высокотемпературных свойств (прочность на сжатие, растяжение, нанотвердость), что лимитирует возможности потребителей в оценке целесообразности использования новых сплавов и методов их производства для практического применения. Следовательно, актуальным является расширение подходов по оценке широкого круга эксплуатационных характеристик (трещиностойкости, жаростойкости, износостойкости, усталостной прочности) и долговечности.

Поэтому в будущих работах исследователи должны сосредоточиться на:

 – определении усталостных свойств, долговечности порошковых изделий для обеспечения их надежности в реальных инженерных приложениях;

 изготовлении крупногабаритных деталей сложной геометрии;

 – снижении пористости без заметного увеличения стоимости;

 – разработке методов низкотемпературной деформации;

 – создании экологически чистых и высокоточных производственных технологий.

При планировании новых исследований необходимо обращать внимание на масштабируемость, экономическую эффективность и практическую реализацию методов синтеза и консолидации порошков, чтобы способствовать их широкому внедрению в реальные инженерные проекты.

#### Список литературы / References

 Yeh J.W., Chen S.K., Lin S.J., Gan J.Y., Chin T.S., Shun T.T., Tsau C.H., Chang S.Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials*. 2004;6(5):299–303. https://doi.org/10.1002/adem.200300567

 Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering: A.* 2004;375–377: 213–218. https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257

- Murty B.S., Yeh J.W., Ranganathan S., Bhattacharjee P.P. High-Entropy Alloys. London: Elsevier; 2019:388. https://doi.org/10.1016/C2017-0-03317-7
- Jamieson B., Peter K. High-Entropy Materials: Theory, Experiments, and Applications. Switzerland: Springer Cham; 2021:774. https://doi.org/10.1007/978-3-030-77641-1
- 5. Behera A. Advanced Materials. Switzerland: Springer Cham; 2022:748. https://doi.org/10.1007/978-3-030-80359-9
- Liu F., Liaw P.K., Zhang Y. Recent progress with BCC-structured high-entropy alloys. *Metals*. 2022;12(3):501. https://doi.org/10.3390/met12030501
- Patel P., Roy A., Sharifi N., Stoyanov P., Chromik R.R., Moreau C. Tribological performance of high-entropy coatings (HECs): A review. *Materials*. 2022;15(10):3699. https://doi.org/10.3390/ma15103699
- Sonar T., Ivanov M., Trofimov E., Tingaev A., Suleymanova I. An overview of microstructure, mechanical properties and processing of high entropy alloys and its future perspectives in aeroengine applications. *Materials Science for Energy Technologies*. 2024;7:35–60. https://doi.org/10.1016/j.mset.2023.07.004
- 9. Senkov O.N., Miracle D.B., Chaput K.J., Couzinie J.-P. Development and exploration of refractory high entropy

alloys – A review. Journal of Materials Research. 2018;33: 3092–3128. https://doi.org/10.1557/jmr.2018.153

 Senkov O.N., Wilks G.B., Miracle D.B., Chuang C.P., Liaw P.K. Refractory high-entropy alloys. *Intermetallics*. 2010;18(9):1758–1765.

https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.05.014

- **11.** Xiong W., Guo A., Zhan S., Liu C., Cao S. Refractory highentropy alloys: A focused review of preparation methods and properties. *Journal of Materials Science and Technology*. 2023;142:196–215.
  - https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.08.046
- Wang X., Huang H., Shi J., Xu H., Meng D. Recent progress of tungsten-based high-entropy alloys in nuclear fusion. *Tungsten*. 2021;3:143–160. https://doi.org/10.1007/s42864-021-00092-8
- Shi T., Lei P., Yan X., Li J., Zhou Y., Wang Y., Su Z., Dou Y., He X., Yun D., Yang W., Lu C. Current development of bodycentered cubic high-entropy alloys for nuclear applications. *Tungsten*. 2021;3:197–217. https://doi.org/10.1007/s42864-021-00086-6
- Karan, Pachauri P., Kumar A., Maury M. Effect of powder metallurgy on high entropy alloy materials: A review. *Materials Today: Proceedings*. 2021;47(13):4026–4033. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.04.529
- 15. Page M.J., McKenzie J.E., Bossuyt P.M., Boutron I., Hoffmann T.C., Mulrow C.D., Tetzlaff J.M., Akl E.A., Brennan S.E., Chou R., etc. The PRISMA 2020 statement: An updated guideline for reporting systematic reviews. *BMJ*. 2021;372:n71. https://doi.org/10.1136/bmj.n71
- 16. Xiang L., Guo W., Liu B., Fu A., Li J., Fang Q., Liu Y. Microstructure and mechanical properties of TaNbVTiAl<sub>x</sub> refractory high-entropy alloys. *Entropy*. 2020;22(3):282. https://doi.org/10.3390/e22030282
- 17. Li H., Lin H., Liang X., He W., Liu B., Liu Y., Wang L. In situ development and high temperature features of CoCrFeNi-M<sub>6</sub>C<sub>p</sub> high entropy-alloy based hardmetal. *Metals*. 2020;10(3):408. https://doi.org/10.3390/met10030408
- Alvaredo-Olmos P., Molina-Aldareguía J., Vaz-Romero A., Prieto E., González-Julián J., Monclús M.A. Understanding the links between the composition-processing-properties in new formulations of HEAs sintered by SPS. *Metals*. 2021;11(6):888. https://doi.org/10.3390/met11060888
- Yang T., Cai B., Shi Y., Wang M., Zhang G. Preparation of nanostructured CoCrFeMnNi high entropy alloy by hot pressing sintering gas atomized powders. *Micron.* 2021;147:103082. *https://doi.org/10.1016/j.micron.2021.103082*
- 20. Zhang R., Meng J., Han J., etc. Oxidation resistance properties of refractory high-entropy alloys with varied Al<sub>x</sub>CrTiMo content. *Journal of Materials Science*. 2021;56:3551–3561. https://doi.org/10.1007/s10853-020-05480-y
- Liu Q., Wang G., Liu Y., Sui X., Chen Y., Luo S. Hot deformation behaviors of an ultrafine-grained MoNbTaTiV refractory high-entropy alloy fabricated by powder metallurgy. *Materials Science and Engineering: A.* 2021;809:140922. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140922
- Peng H., Kang Z., Long Y., Zhou L. A two-phase ultrafinegrained NbMoTaWV refractory high entropy alloy with prominent compressive properties. *Vacuum*. 2022;199:110930. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2022.110930
- 23. Gao F., Sun Y., Hu L., Shen J., Liu W., Ba M., Deng C. Microstructural evolution and thermal stability in a nanocrystal-

line lightweight  $TiAlV_{0.5}CrMo$  refractory high-entropy alloy synthesized by mechanical alloying. *Materials Characterization*. 2022;329:133179.

https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.133179

- 24. Ujah C., Popoola A., Popoola O., Afolab A., Uyor U. Mechanical and oxidation characteristics of Ti20-Al16-V16-Fe16-Ni16-Cr16 high-entropy alloy developed via spark plasma sintering for high-temperature/strength applications. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2023;32:18–28. https://doi.org/10.1007/s11665-022-07066-y
- 25. Zhang X., Li T., Cao Y., Liao T., Xie Z., Fu A., Li J., Fang Q., He Z., Liu B. Oxide dispersion strengthening mediated ultrahigh strength at wide temperature range in NbTaTiV refractory high-entropy alloys. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2023;116:106352. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2023.106352
- 26. Kuskov K.V., Nepapushev A.A., Aydinyan S., Shaysultanov D.G., Stepanov N.D., Nazaretyan K., Kharatyan S., Zakharova E.V., Belov D.S., Moskovskikh D.O. Combustion synthesis and reactive spark plasma sintering of non-equiatomic CoAl-based high entropy intermetallics. *Materials*. 2023;16(4):1490. https://doi.org/10.3390/ma16041490
- 27. Boztemur B., Bayrak K., Gökçe H., Ayas E., Balcı-Çağıran Ö., Derin B., Ağaoğulları D. Mechanically alloyed and spark plasma sintered WNbMoVTa refractory high entropy alloys: Effects of Cr and Al on the microstructural and mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;965:171415.

http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.171415

 Das S., Robi P. Processing and characterizations of powder of the AlCoCuFeNi high entropy alloy. *Emergent Materials*. 2023;6:987–997.

https://doi.org/10.1007/s42247-023-00466-3

**29.** Qin M., Shivakumar S., Luo J. Refractory high-entropy nanoalloys with exceptional high-temperature stability and enhanced sinterability. *Journal of Materials Science*. 2023;58:8548–8562.

https://doi.org/10.1007/s10853-023-08535-y

- 30. Gao F., Sun Y., Hu L., Shen J., Liu W., Ba M., Deng C. Microstructure and strengthening mechanisms of novel lightweight TiAlV<sub>0.5</sub>CrMo refractory high-entropy alloy fabricated by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;932:167659. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.167659
- **31.** Fu A., Cao Y., Xie Z., Wang J., Liu B. Microstructure and mechanical properties of Al-Fe-Co-Cr-Ni high entropy alloy fabricated via powder extrusion. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;943:169052.

https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169052

- 32. Fu A., Cao Y., Liu Y., Xu S. Microstructure and mechanical properties of novel lightweight TaNbVTi-based refractory high entropy alloys. *Materials*. 2022;15(1):355. https://doi.org/10.3390/ma15010355
- 33. Zong L., Xu L., Luo C., Jiao Z., Li X., Sun W., Wei S. Mechanical properties and strengthening mechanism of the nano-sized m-ZrO<sub>2</sub> ceramic particle reinforced NbMoTaW refractory high-entropy alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2023;113:106201. https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2023.106201
- Zong L., Xu L., Luo C., Li Z., Zhao Y., Xu Z., Zhu C., Wei S. Fabrication of nano-ZrO<sub>2</sub> strengthened WMoNbTaV refrac-

tory high-entropy alloy by spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering: A.* 2022;843:143113. https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143113

**35.** Liao T., Cao Y., Guo W., Fang Q., Li J., Liu B. Microstructure and mechanical property of NbTaTiV refractory highentropy alloy with different Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contents. *Rare Metals*. 2022;41:3504–3514.

#### https://doi.org/10.1007/s12598-022-02038-6

- 36. Moravcikova-Gouvea L., Moravcik I., Pouchly V., Kovacova Z., Kitzmantel M., Neubauer E., Dlouhy I. Tailoring a refractory high entropy alloy by powder metallurgy process optimization. *Materials*. 2021;14(19):5796. https://doi.org/10.3390/ma14195796
- 37. Liu Q., Wang G., Sui X., Xu Y., Liu Y., Yang J. Ultra-fine grain Ti<sub>x</sub>VNbMoTa refractory high-entropy alloys with superior mechanical properties fabricated by powder metallurgy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021;865:158592. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158592
- **38.** Salemi F., Karimzadeh F., Abbasi M. Evaluation of thermal and mechanical behavior of CuNiCoZnAl high-entropy alloy fabricated using mechanical alloying and spark plasma sintering. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2021;52:1947–1962.
- *https://doi.org/10.1007/s11661-021-06205-9* **39.** Li Y., Du Z., Fu Y., Sun H., Fan J., Han Y. Microstructures
- and mechanical properties of novel MoTaVW refractory high-entropy alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023;968:172165.

https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.172165

- 40. Wu Y., Liaw P.K., Zhang Y. Preparation of bulk TiZrNbMoV and NbTiAlTaV high-entropy alloys by powder sintering. *Metals*. 2021;11(11):1748. https://doi.org/10.3390/met11111748
- **41.** Shkodich N., Sedegov A., Kuskov K., Busurin S., Scheck Y., Vadchenko S., Moskovskikh D. Refractory high-entropy HfTaTiNbZr-based alloys by combined use of ball milling and spark plasma sintering: effect of milling intensity. *Metals*. 2020;10(9):1268. https://doi.org/10.3390/met10091268
- 42. Ivannikov A.Y., Grebennikov I.K., Klychevskikh Y.A., Mikhailova A.V., Sergienko K.V., Kaplan M.A., Lysenkov A.S., Sevostyanov M.A. Fabrication, microstructure, and physico-mechanical properties of Fe–Cr–Ni–Mo–W high-entropy alloys from elemental powders. *Metals*. 2022; 12(10):1764. https://doi.org/10.3390/met12101764
- 43. Sharma B., Nagano K., Saxena K.K., Fujiwara H., Ameyama K. Application of hydride process in achieving equimolar TiNbZrHfTa BCC refractory high entropy alloy. *Crystals*. 2020;10(11):1020. https://doi.org/10.3390/cryst10111020
- 44. Chen Y., Liu P., Dong Z., Liu H., Wang J., Guo X., Xia Y., Wang Q. Sintering, microstructure, and mechanical properties of TiTaNbZrHf high-entropy alloys prepared by cold isostatic pressing and pressure-less sintering of hydrides. *Materials*. 2023;16:1759. https://doi.org/10.3390/ma16051759
- **45.** Liu B., Duan H., Li L., Zhou C., He J., Wu H. Microstructure and mechanical properties of ultra-hard spherical refractory high-entropy alloy powders fabricated by plasma spheroidization. *Powder Technology*. 2021;382:550–555. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.01.021
- **46.** Xia M., Chen Y., Chen K., Tong Y., Liang X., Shen B. Synthesis of WTaMoNbZr refractory high-entropy alloy powder

by plasma spheroidization process for additive manufacturing. Journal of Alloys and Compounds. 2022;917:165501. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.165501

- **47.** Wang H., Niu Z., Chen C., Chen H., Zhu X., Zhou F., Zhang X., Liu X., Wu Y., Jiang S. Powder production of an equimolar NbTaTiZr high-entropy alloy via hydrogen embrittlement. *Materials Characterization*. 2022;193:112265. *https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112265*
- 48. Колмаков А.Г., Иванников А.Ю., Каплан М.А., Кирсанкин А.А., Севостьянов М.А. Коррозионностойкие стали в аддитивном производстве. Известия вузов. Черная металлургия. 2021;64(9):619–650. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-9-619-650

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

- https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-9-619-650
  49. Gao S., Fu A., Xie Z., Liao T., Cao Y., Liu B. Preparation and microstructure of high-activity spherical TaNbTiZr refractory high-entropy alloy powders. *Materials*. 2023;16(2):791. https://doi.org/10.3390/ma16020791
- 50. Moser M., Dine S., Vrel D., Perrière L., Pirès-Brazuna R., Couque H., Bernard F. Elaboration and characterization of WMoTaNb high entropy alloy prepared by powder metallurgy processes. *Materials*. 2022;15(15):5416. https://doi.org/10.3390/ma15155416
- 51. Gu T., Wang LM., Hu Q., Liang X., Fu D., Chen Y., Zhao X., Sheng Y. Effect of mechanical alloying and sintering behavior on the microstructure and properties of NbMoTaWRe refractory high entropy alloy. *Metals and Materials International*. 2022;28:2571–2582. https://doi.org/10.1007/s12540-021-01165-6
- 52. Liu J., Zhao X., Zhang S., Sheng Y., Hu Q. Microstructure and mechanical properties of MoNbTaW refractory highentropy alloy prepared by spark plasma sintering. *Journal of Materials Research*. 2023;38:484–496. https://doi.org/10.1557/s43578-022-00833-6
- 53. Maharana S., Prasad D., Seetharaman S., Sabat M. Effect of sintering parameters on phase evolution, microstructural development and mechanical behavior of Ni46Al-12Co18Cr8Fe12Mo4 high entropy alloy synthesized via mechanical alloying and spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering: A.* 2023;886:145695. https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145695
- **54.** Chen C., Chang C., Chen H. Investigation of Cr content, second phase, and sintering temperature on characteristics of WMoVTiCr refractory high entropy alloys. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2023;110:106034.

https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.106034

55. Zhang Y., Bian T., Shen X., Wang Z., Ye S., Feng S., Yu K., Ding C., Yu P. Sintering mechanism and microstructure evolution of a CoCrFeNiMn high entropy alloy fabricated by metal injection molding. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021;868:158711.

https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.158711

**56.** Anwer Z., Umer M., Adeel F., Hafeez M., Yaqoob K., Luo X., Ahmad I. Microstructure and mechanical properties of hot isostatic pressed tungsten heavy alloy with FeNiCoCrMn high entropy alloy binder. *Journal of Materials Research and Technology*. 2023;22:2897–2909. https://doi.org/10.1016/i.imrt.2022.12.078

57. Tang Z., Senkov O., Parish C., Zhang C., Zhang F., Santodonato L., Wang G., Zhao G., Yang F., Liaw P. Tensile ductility of an AlCoCrFeNi multi-phase high-entropy alloy through hot isostatic pressing (HIP) and homogenization. *Materials* 

#### Сведения об авторах / Information about the Authors

Александр Юрьевич Иванников, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории пластической деформации металлов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0003-1113-391X *E-mail:* aivannikov@imet.ac.ru

Владимир Сабитович Юсупов, д.т.н., главный научный сотрудник, заведующий лабораторией пластической деформации металлов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0002-0640-2217 *E-mail:* vsyusupov@mail.ru Aleksandr Yu. Ivannikov, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Plastic Deformation of Metals, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0003-1113-391X *E-mail:* aivannikov@imet.ac.ru

Science and Engineering: A. 2015;647:229-240.

58. Duan B., Yu Y., Liu X., Wang D., Wu Z. A novel non-equi-

atomic (W<sub>35</sub>Ta<sub>35</sub>Mo<sub>15</sub>Nb<sub>15</sub>)<sub>95</sub>Ni<sub>5</sub> refractory high entropy

alloy with high density fabricated by powder metallurgical

https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.08.078

process. Metals. 2020;10(11):1436.

https://doi.org/10.3390/met10111436

Vladimir S. Yusupov, Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Head of the Laboratory of Plastic Deformation of Metals, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-0640-2217 *E-mail:* vsyusupov@mail.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>А. Ю. Иванников</i> – подготовка текста статьи, поиск и анализ литературы. <i>В. С. Юсупов</i> – научное руководство, анализ статьи.	<ul> <li>A. Yu. Ivannikov – writing the text, search and analysis of literature.</li> <li>V. S. Yusupov – scientific guidance, article analysis.</li> </ul>
Поступила в редакцию 28.06.2024 После доработки 11.09.2024 Принята к публикации 23.09.2024	Received 28.06.2024 Revised 11.09.2024 Accepted 23.09.2024

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ / METALLURGICAL TECHNOLOGIES



**УДК** 669.1 **DOI** 10.17073/0368-0797-2024-5-520-530



Оригинальная статья Original article

## Оценка результативности применения технологических мероприятий по продлению кампании доменной печи № 5 ПАО «Северсталь» 2006 – 2024 гг. при исследовании ее рабочего пространства в период проведения капитального ремонта I разряда

А. А. Калько<sup>1</sup>, Л. И. Леонтьев<sup>2, 3</sup>, Е. А. Волков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ПАО «Северсталь» Череповецкий металлургический комбинат (Россия, 162608, Вологодская область, Череповец, ул. Мира, 30)

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

<sup>3</sup> Президиум РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 32а)

#### 🖂 aakalko@severstal.com

Аннотация. В работе представлен опыт изучения рабочего пространства доменной печи № 5 ПАО «Северсталь» по результатам кампании 2006 – 2024 гг. продолжительностью 17,46 лет, существенно превысившей нормативные сроки эксплуатации. Выполнена оценка результативности технологических мероприятий по продлению кампании доменной печи, применявшихся для защиты огнеупорной футеровки в критических зонах горна, нижней части шахты и верха заплечиков. Авторы провели анализ остаточной толщины огнеупорной футеровки шахты, горна и металлоприемника доменной печи, сформировали карты фактического разгара огнеупорной футеровки по различным сечениям. Измеренный максимальный износ огнеупорной футеровки шахты составил 344 мм или 37,4 % первоначальной величины, измеренный максимальный разгар углеродистых блоков в районе выгребных проемов – 313 мм или 23,4 % первоначального размера блока. В верхней части горна минимальная остаточная толщина огнеупоров с содержанием Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 43 % составила 220 мм или 31,9 % исходной величины. Представлены способы безопасного дистанционного измерения фактического профиля шахты доменной печи с помощью лазерного 3D сканирования в процессе выгребки остатков шихтовых материалов. Время выполнения 3D сканирования в рабочем пространстве печи составило 50 мин. В работе проведен сравнительный анализ фактической остаточной толщины футеровки в районе углеродистых блоков горна и лещади и высокоглиноземистых огнеупоров фурменной зоны с результатами оценок с использованием технологии ультразвукового зондирования эхо-методом (AU-E), выполнявшихся в период работы доменной печи. Приведено описание технологии распространения волн напряжения с использованием анализа данных в временном и частотном домене для определения толщины футеровки или для обнаружения аномалий. Авторы провели сравнение результатов предыдущей и текущей кампаний доменной печи по объему произведенного чугуна, количеству вышедших из строя элементов системы охлаждения, износу огнеупоров по всему рабочему пространству доменной печи. Суммарное производство чугуна в кампании 2006 – 2024 гг., отнесенное к площади горна, составило 420,0 тыс. т/м<sup>2</sup> и превысило показатель предыдущей кампании в 1,90 раза.

- Ключевые слова: доменная печь, 3D сканирование, остаточная толщина футеровки, разгар горна, продолжительность кампании, ПАО «Северсталь», горн, шахта, тотерман, промывка горна, гарнисажеобразование, удельный расход природного газа, расход твердого топлива на тонну чугуна, ультразвуковое зондирование эхо-методом, железорудные материалы, кокс, показатель CSR
- Для цитирования: Калько А.А., Леонтьев Л.И., Волков Е.А. Оценка результативности применения технологических мероприятий по продлению кампании доменной печи № 5 ПАО «Северсталь» 2006 – 2024 гг. при исследовании ее рабочего пространства в период проведения капитального ремонта I разряда. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):520–530. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-520-530

## ASSESSMENT OF THE EFFECTIVENESS OF TECHNOLOGICAL MEASURES TO EXTEND THE CAMPAIGN OF BLAST FURNACE NO. 5 OF PJSC SEVERSTAL (2006 – 2024) BASED ON AN EXAMINATION OF ITS WORKING SPACE DURING A FIRST-CATEGORY OVERHAUL

A. A. Kal'ko<sup>1</sup>, L. I. Leont'ev<sup>2, 3</sup>, E. A. Volkov<sup>1</sup>

<sup>1</sup> PJSC Severstal, Cherepovets Steel Mill (30 Mira Str., Cherepovets, Vologda Region 162608, Russian Federation)
 <sup>2</sup> I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy (23/9 Radio Str., Moscow 105005, Russian Federation)
 <sup>3</sup> Scientific Council on Metallurgy and Metal Science of Russian Academy of Sciences (Department of Chemistry and Material Sciences) (32a Leninskii Ave., Moscow 119991, Russian Federation)

#### 💌 aakalko@severstal.com

Abstract. The paper presents the findings from the study of the working space of blast furnace No. 5 of PJSC Severstal during its first-category overhaul in 2024 lasting 17.46 years, which significantly exceeded the standard service life. The effectiveness of technological measures taken to extend the furnace's campaign from 2006 to 2024, aimed at protecting the refractory lining in critical areas such as the hearth, lower shaft, and the upper bosh, was evaluated. The residual thickness of the refractory lining in the shaft, hearth, and metal receiver is analyzed, and maps showing the actual thickness of the lining across different sections are generated. The measured maximum wear of the shaft refractory lining is 344 mm (37.4 % of the original value); the measured maximum wear of carbon blocks in the area of cesspool openings - 313 mm (23.4 % of the original block size). In the upper part of the hearth, the minimum residual thickness of refractories with an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content of 43 % is 220 mm or 31.9 % of the initial value. The paper also discusses safe remote measurement methods, including 3D laser scanning of the furnace shaft during the removal of residual charge materials. It highlights the advantages of ground-based laser scanners in capturing dense, high-quality 3D geometric data. Additionally, the paper describes the experience of remotely measuring the residual thickness of carbon blocks around the raking openings. Comparisons are made between the actual residual thickness of the refractory lining in the hearth, bottom carbon blocks, and high-alumina refractories of the tuyere zone, and the results obtained using ultrasonic echo-sounding technology (AU-E) during the furnace's operation. The paper also includes a description of the stress wave propagation technology, which utilizes data analysis in the time and frequency domains to determine lining thickness and detect anomalies. The results of the current and previous blast furnace campaigns are compared in terms of pig iron production, the number of cooling system failures, and refractory wear across the entire working space of the furnace. The total production of pig iron in the 2006 - 2024 campaign, related to the furnace area, amounted to 420.0 thousand tons/m<sup>2</sup> and exceeded the figure for the previous campaign by 1.90 times.

- *Keywords:* blast furnace, 3D scanning, residual lining thickness, hearth erosion, campaign duration, PJSC Severstal, hearth, shaft, totterman, hearth washing, skull formation, specific natural gas consumption, solid fuel consumption per ton of pig iron, ultrasonic echo sounding, iron ore materials, coke, CSR indicator
- For citation: Kal'ko A.A., Leont'ev L.I., Volkov E.A. Assessment of the effectiveness of technological measures to extend the campaign of blast furnace No. 5 of PJSC Severstal (2006 – 2024) based on an examination of its working space during a first-category overhaul. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):520–530. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-520-530

#### Введение

Увеличение длительности кампании доменной печи (ДП), периода между капитальными ремонтами первого разряда, позволяет снизить себестоимость производства чугуна. Для повышения продолжительности межремонтного периода разрабатываются как технические, так и технологические мероприятия. Эффективность применения данных мероприятий оценивается, как правило, по результатам завершившейся кампании печи с учетом ее длительности и объема чугуна, произведенного в межремонтный период. При этом момент завершения кампании определяется в первую очередь достижением минимально допустимой остаточной толщины огнеупорной футеровки. Многие исследователи отмечают, что достижение длительной безопасной и безаварийной работы ДП в значительной мере определяется именно стойкостью лещади и горна [1-4]. Если замер остаточной толщины футеровки шахты ДП можно осуществлять периодически, на кратковременных остановках агрегата, при опускании уровня засыпи шихты, то непосредственные измерения толщин огнеупоров лещади и горна в течение кампании крайне затруднены, оценка износа может производится только методами неразрушающего контроля [5]. Тем более ценной становится информация о фактическом состоянии огнеупоров в рабочем пространстве печи, которую можно получить в период остановки агрегата на перефутеровку, как правило, при проведении капитального ремонта I разряда. Данная информация позволяет не только оценить адекватность применяемых в течение кампании печи методов неразрушающего контроля и расчетных моделей оценки толщины футеровки, но и дает возможность определить критические зоны, требующие защиты и корректировки технологии плавки в будущем.

В данной работе представлен опыт изучения рабочего пространства ДП № 5 ПАО «Северсталь» в период проведения капитального ремонта первого разряда в 2024 г. Печь отработала в кампании с 20.10.2006 по 02.04.2024 гг. 17,46 лет (далее по тексту – текущая кампания), существенно превысив нормативные сроки эксплуатации, характерные для ДП схожей конструкции. За кампанию на печи выплавлено более 75 млн т чугуна, что превышает суммарную выплавку чугуна за первые две кампании. Результаты достигнуты на ДП «классической» конструкции, без принципиальных капиталоемких изменений в огнеупорной футеровке шахты и горна доменной печи, за счет разработки новых способов ведения, контроля и корректировки технологии выплавки чугуна [6].

#### Предпосылки проведения исследований

По результатам исследования рабочего пространства ДП № 5, выдутой по окончанию предыдущей кампании 1995 – 2006 гг., на основании низких остаточных толщин огнеупоров и отсутствии (или малого количества) защитного гарнисажа были определены зоны, требующие защиты и корректировки технологии плавки в кампании 2006 – 2024 гг.: горн, нижняя часть шахты и верх заплечиков.

В текущей кампании печи был сформирован комплекс мероприятий по регулярной промывке горна от коксового мусора и флюсовых остатков, поддержанию устойчивого самообновляющегося гарнисажа в нижней части шахты, эффективному распределению различных видов твердого топлива по сечению печи, подробно описанный в работе [6]. Необходимость оценки результативности разработанных мероприятий стала основанием для реализации программы исследования рабочего пространства ДП № 5 в период капитального ремонта 2024 г. Следует отметить, что производительность ДП № 5 составляет до 40 % общего объема производства чугуна ПАО «Северсталь», что накладывает жесткие временные ограничения на сроки ремонта и продолжительность любых исследований, способствующих увеличению данных сроков. На этом основании было принято решение минимизировать нахождение людей в момент измерений в рабочем пространстве печи и максимально применять современные методы дистанционных измерений с помощью лазерных сканеров.

#### Измерение фактического износа футеровки шахты ДП № 5 с помощью сканера Leica RTC360

Наземные лазерные сканеры (НЛС) – это приборы, способные быстро получать плотные высококачественные трехмерные геометрические данные об окружающей среде. Они зарекомендовали себя как стандартный инструмент в многочисленных приложениях, например, моделирование по факту строительства, экологические и геологические науки, судебная экспертиза и инженерия. Из последних приложений фотограмметрия и геодезия являются инженерными областями с самыми высокими требованиями к точности, которые постоянно приводят к существенным улучшениям в этой измерительной технологии, делая ее конкурентоспособной даже в самых сложных измерительных задачах [7].

Сканирование было произведено 12.04.2024 г. в процессе выгребки печи с использованием сканера Leica RTC360. Измерения проводили с колошниковой площадки в трех точках и из выгребного проема на уровне литейного двора. Результаты сканирования представляют собой облако точек (117,5 млн). Для обработки точек использовалось программное обеспечение Leica TruView. В силу ограниченных возможностей прямой видимости всех участков внутренней поверхности печи присутствуют участки, частично не охваченные сканированием. Общий вид облака измеренных точек, представляющих собой внутреннюю поверхность ДП и расположение станций сканирования, показан на рис. 1. Проведены измерения фактических внутренних диаметров печи на различных горизонтах (отметки +43 900 мм, +41 350 мм, +40 500 мм, +39 500 мм, +38 500 мм, +37 500 мм, +36 500 мм, +35 500 мм,



*Рис.* 1. Общий вид результатов сканирования внутреннего пространства ДП № 5 с указанием расположения станций сканирования

*Fig. 1.* General view of the scanning results of the internal space of blast furnace No. 5, showing the location of the scanning stations

#### Таблица 1. Фактический износ огнеупорной футеровки шахты ДП № 5 по сечениям диаметрально противоположных леток

Table 1. Actual wear of the refractory lining in the shaft of blast furnace No. 5
by sections of diametrically opposite iron tapholes

	Измерения по сечению диаметрально противоположных леток					MM
Отметка Диаметр по высотная, мм чертежу, мм ле		чугунные летки 1 – 3	чугунные летки 2 – 4	средний остаточный диаметр на высотной отметке	отклонение остаточного диаметра факт-чертеж	износ футеровки
+43 900	11 200	11 163	11 102	11 133	-68	-34
+43 000	11 200	11 278	11 252	11 265	65	32
+42 000	11 200	11 284	11 283	11 283	83	42
+41 350	11 239	11 790	12 065	11 928	689	344
+40 500	11 460	11 937	11 950	11 944	484	242
+40 000	11 590	11 975	11 996	11 986	396	198
+39 500	11 720	12 061	12 125	12 093	373	187
+39 000	11 850	12 300	12 338	12 319	469	235
+38 500	11 979	12 363	12 308	12 336	356	178
+38 000	12 109	12 529	12 548	12 539	429	215
+37 500	12 239	12 654	12 539	12 597	357	179
+37 000	12 369	12 620	12 700	12 660	291	146
+36 500	12 499	12 751	12 749	12 750	251	125
+36 000	12 629	12 902	12 896	12 899	270	135
+35 500	12 759	12 939	13 042	12 991	232	116
+35 000	12 889	13 225	13 172	13 198	310	155
+34 500	13 019	13 200	13 325	13 263	244	122
+34 000	13 149	13 331	13 333	13 332	183	92
+33 500	13 278	13 503	13 392	13 448	169	85
+33 000	13 408	13 640	13 628	13 634	226	113
+32 500	13 538	13 663	13 748	13 706	167	84
+32 000	13 668	13 897	13 889	13 893	225	112

+34 500 мм, +33 500 мм, +32 500 мм). Для этого выполнены горизонтальные сечения областей сканирования на соответствующих высотных отметках. Пример измерения диаметра на отметке +43 900 мм с привязкой к расположению чугунных леток представлен на рис. 2.

Дополнительно были построены ортогональные проекции срезов результатов сканирования с шагом 1 м и начальным смещением 0,5 м от вышеприведенных высотных отметок (от +43 000 мм до +32 000 мм включительно), что позволило построить карту фактического износа огнеупорной футеровки шахты ДП № 5, представленную в табл. 1.

Отрицательное значение износа футеровки на высотной отметке +43 900 мм объясняется изменением положения (сдвигом) сегментов колошниковой защиты в результате длительной эксплуатации. Графически изменение величины износа огнеупорной футеровки в зависимости от высотной отметки шахты доменной печи представлено на рис. 3.



*Рис. 2.* Пример измерения диаметра внутреннего пространства ДП № 5 на отметке +43 900 мм (колошниковая защита) с привязкой к расположению чугунных леток

*Fig. 2.* Example of measuring the diameter of the internal space of blast furnace No. 5 at +43,900 mm (throat armour) with reference to the location of iron tapholes



Рис. 3. Изменение фактической величины износа огнеупорной футеровки (неохлаждаемая часть) в зависимости от высотной отметки шахты ДП № 5 по результатам кампании 2006 – 2024 гг.

*Fig. 3.* Variations in the actual wear of the refractory lining (uncooled section) based on the height of blast furnace shaft No. 5, according to the results of the 2006 – 2024 campaign

Таким образом, максимальный износ огнеупорной футеровки верхней неохлаждаемой части шахты ДП № 5 в кампании 2006 – 2024 гг. наблюдается в верхних рядах огнеупоров, непосредственно под сегментами колошниковой защиты и составляет 242 - 344 мм или 37,4 % первоначальной толщины футеровки. На более глубоких горизонтах, до – 10,0 м от уровня засыпи шихты, износ футеровки не превышает 100 – 150 мм или 11 – 16 % первоначальной толщины. По результатам предыдущей кампании печи 1996 – 2006 гг. фиксировалось значительное уменьшение толщины футеровки шахты – верхние ряды имели остаточную толщину 270 – 300 мм, а износ неохлаждаемой части шахты достигал 67 %, т. е. был в 1,8 раза больше, чем в текущей кампании.

Состояние охлаждаемой части шахты ДП № 5 по результатам текущей кампании представлено на рис. 4. Пунктирной линией (А – В) обозначена граница неохлаждаемой части шахты, ниже которой располагается комбинированная система охлаждения, состоящая из чередующихся рядов плитовых и горизонтальных холодильников. Ломаная линия (C - D - E - F ... - K)обозначает по вертикали скрытые под футеровкой ряды холодильников шахты печи, при этом отрезки C-D, E - F и т. д. соответствуют пространству, занятому рядами плитовых холодильников. Из рис. 4 следует, что футеровка в охлаждаемой части сохранилась по высоте от четырех до шести рядов плитовых холодильников. Достаточно интенсивный износ шахты зафиксирован на уровне ниже третьего от верха охлаждаемой части ряда плитовых холодильников или ниже отметки +30 500 мм. Износ составляет от 340 (по чертежу от исходной футеровки до рыльной части горизонтального холодильника шахты) до 510 мм (износ по результату 3D сканирования) в районах плитовых холодильников.

Следует отметить относительно удовлетворительное состояние элементов системы охлаждения шахты печи в текущей кампании. Четыре верхних ряда плитовых холодильников и до восьми верхних рядов горизонтальных холодильников по-прежнему защищены огнеупорной футеровкой. Расположенные ниже холодильники в достаточной мере сохранили свою работоспособность. Всего в текущей кампании было повреждено 146 шт. плитовых, 262 шт. горизонтальных холодильников шахты и 1 шт. холодильников заплечиков или 23,2, 45,2 и 0,01 % общего количества холодильников данных видов соответственно. Общее количество поврежденных горизонтальных, плитовых холодильников шахты и холодильников заплечиков в предыдущей компании 1995 – 2006 гг. составило 9 шт. плитовых, 221 шт. горизонтальных и 25 шт. заплечиков, или 1,4, 38,1 и 20,8 % общего количества холодильников данных видов соответственно. Производство чугуна ДП № 5 составило 75,18 млн т в текущей и 39,48 млн т в предыдущей кампаниях, а общее количество поврежденных элементов системы охлаждения печи выше фурм – 409 и 255 шт. соответственно. Таким образом, на один поврежденный элемент системы охлаждения заплечиков и шахты печи в текущей кампании выплавлено 183,8 тыс. т чугуна, что на 19 % превышает данный показатель в предыдущей кампании, составлявший 154,8 тыс. т чугуна.

Сравнение результатов предыдущей и текущей кампании печи позволяет сделать вывод о высокой эффективности применявшихся мероприятий по защите огнеупорной футеровки и элементов системы охлаждения заплечиков и шахты, включавших в себя:

 применение ранее разработанного способа обеспечения самообновления защитного гарнисажа в шахте ДП [8], включающий циклическую загрузку шихтовых



*Рис. 4.* Состояние огнеупорной футеровки в шахте ДП № 5 по результатам кампании 2006 – 2024 гг., охлаждаемая часть

*Fig. 4.* Condition of the refractory lining in the cooled section of blast furnace shaft No. 5, based on the results of the 2006 - 2024 campaign

материалов, в том числе гарнисажеобразующей смеси, состоящей из железной руды и агломерата, которая позволяет получать из нее первичный шлаковый расплав в количестве 20 – 25 % и с долей закиси железа в данном расплаве не более 15 %;

– разработку и применение в текущей кампании способов эффективного распределения различных видов твердого топлива по сечению печи, системы распределения шихтовых материалов, которая включает заданное распределение рудной нагрузки по сечению ДП, а также цикличное использование осевых, предпромывочных и промывочных порций, обеспечивающих центральный ход ДП в переменных шихтовых и газодутьевых условиях [6].

Необходимо отметить, что изучение состояния футеровки шахты ДП № 5 производилось в максимально сжатые сроки. Общее время сканирования на четырех станциях составило 50 мин, что позволило не замедлять темп работ, связанных с проведением ремонта печи.

#### Замер толщин огнеупорной футеровки в районе фурменного пояса и в горне ДП № 5

Замер толщин огнеупорной футеровки в районе горна и лещади производился в период выгребки остат-ков шихтовых материалов из рабочего пространства

ДП № 5. Для исключения нахождения людей в опасной зоне применяли метод дистанционного измерения, фиксируя фотографическое изображение элементов огнеупорной футеровки и сопоставляя в масштабе линейные размеры данных элементов с известными размерами конструкции печи, не подвергающихся изменениям в процессе эксплуатации (толщины кожуха, плитовых холодильников горна и лещади и т. д.). Данный способ позволяет не только выполнить замеры безопасно, но и существенно сократить время исследования, так как фотографическая фиксация происходит быстро в технологических паузах процесса выгребки, а математическая обработка результатов возможна в любой доступный момент. В данном исследовании процедура сравнения размеров объектов путем измерения длин зафиксированных на фотографии линий производилась в цифровом инструменте Visio. Известным линейным размером принималась толщина горнового холодильника, равная 160 мм.

Выгребка остатков шихтовых материалов производилась через два выгребных проема, оборудованных в кожухе печи на уровне фурменного пояса (верхний) и лещади (нижний). Карта расположения выгребных проемов в горизонтальном сечении горна ДП № 5 с привязкой к основным элементам конструкции представлена на рис. 5.



Рис. 5. Карта расположения выгребных проемов в горизонтальном сечении горна ДП № 5: КД – конвейер доменный; ПУ – расположение пылеуловителя; ГО 1, ГО 2, …ГО 8 – проекции расположения газоотводов; Т1, Т2, …Т16 – проекции расположения термопар измерения температуры периферийных газов; Ч.л. № 1, Ч.л. № 2, …Ч.л. № 4 – расположение чугунных леток

*Fig. 5.* Map showing the location of cesspools in the horizontal section of the hearth of blast furnace No. 5: KД – blast furnace pipeline; ПУ – dust collector; ГО 1, ГО 2, ... ГО 8 – projection of the gas uptakes locations; T1, T2, ... T16 – projection of the of thermocouple locations for measuring peripheral gas temperatures; Ч.л. № 1, Ч.л. № 2, ... Ч.л. № 4 – location of the iron tapholes Фурмы расположены по окружности через  $360/40 = 9^{\circ}$ . Правая часть нижнего выгребного проема, где производились замеры остаточной толщины углеродистых блоков, расположена левее на  $17,15^{\circ}$  от оси чугунной летки № 4, что соответствует району между воздушными фурмами 32 и 33 (9/2 + 9 =  $13,5^{\circ}$  и 9/2 + 9 + 9 =  $22,5^{\circ}$  соответственно). Левая часть нижнего выгребного проема, где производились замеры остаточной толщины углеродистых блоков, расположена левее на  $31,7 + 17,15 = 48,85^{\circ}$  от оси чугунной летки № 4, что соответствует району воздушный летки № 4, что соответствует району воздушной фурмы 36 (9/2 + 9 · 5 = 49,5^{\circ}).

Правая часть верхнего выгребного проема расположена левее на 18,15° от оси чугунной летки № 3, что соответствует району между воздушными фурмами 22 и 23 (9/2 + 9 = 13,5° и 9/2 + 9 + 9 = 22,5° соответственно). Левая часть верхнего выгребного проема расположена левее на 35,7 + 18,15 = 53,85° от оси чугунной летки № 3, что соответствует району между воздушными фурмами 26 и 27 (9/2 + 9·5 = 49,5° и 9/2 + 9·6 = 58,5° соответственно).

Пример использования инструмента Visio для измерения остаточной толщины углеродистых огнеупорных блоков в правой части нижнего выгребного проема (между воздушными фурмами 32 и 33) представлен на рис. 6. В данном примере с учетом масштаба фактический остаточный размер блока составляет

89,8888 · 160/7,4677 = 1926 мм,

где 89,8888 – размер блока на фотографии, мм; 160 – толщина холодильника по чертежу, мм; 7,4677 – толщина холодильника на фотографии, мм.

Результаты расчета остаточной толщины углеродистого блока хорошо согласуются с контрольным измерением, выполненным в период технологического перерыва процесса выгребки. Таким же способом была проведена оценка остаточной толщины огнеупоров по высоте нижнего и верхнего выгребных проемов.



*Рис. 6.* Пример применения инструмента Visio для определения остаточного линейного размера углеродистого огнеупорного блока (отрезок *A* – *B*) способом масштабирования известной толщины горнового холодильника (отрезок *C* – *D*)

*Fig.* 6. Example of using the Visio tool to determine the residual linear size of a carbon refractory block (segment A - B) by scaling the known thickness of a cast iron stave (segment C - D)

Выполненные измерения позволили сформировать карту фактического разгара углеродистых блоков в районе нижнего выгребного проема между воздушными фурмами 32 и 36, представленную в табл. 2.

Таким же способом, как при замере фактического износа углеродистых блоков в районе нижнего выгребного проема, был проведен замер остаточной толщины огнеупорной футеровки горна в районе верхнего выгребного проема. Это позволило сформировать линии разгара футеровки лещади и горна ДП № 5 по вертикальным сечениям в районе воздушных фурм 22, 26 и 32, 36 соответственно. Графическое изображение данных линий в сравнении с результатами ультразвукового зондирования эхо-методом (AU-E) представлены на рис. 7.

Таблица 2. Фактический износ углеродистых огнеупорных блоков горна ДП № 5 в районе нижнего выгребного проема между воздушными фурмами 32 и 36

Table 2. Actual wear of the carbon refractory blocks in the hearth of blast furnace No. 5in the lower cesspool area between tuyeres 32 and 36

Исходная	Блок слева от проема (район в/ф <i>36</i> )		Блок справа от проема (район в/ф <i>32</i> )		Средняя величина по ширине проема	
по чертежу, мм	остаточная толщина (по нижней грани блока), мм	разгар, мм	остаточная толщина (по верхней грани блока), мм	разгар, мм	остаточная толщина, мм	разгар, мм
1500	1267	233	1353	147	1310	190
1650	1337	313	1383	267	1360	290
1800	1521	279	1627	173	1574	226
1950	1870	80	1926	24	1898	52

#### IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2024;67(5):520–530. Kal'ko A.A., Leont'ev L.I., Volkov E.A. Assessment of the effectiveness of technological measures to extend the campaign of blast furnace No. 5...



*Рис.* 7. Графическое изображение линий фактического разгара огнеупорной футеровки горна и лещади в сравнении с данными ультразвукового зондирования методом AU-E в районах верхнего (*a*) и нижнего (*б*) выгребных проемов: *1* – толщина обнаруженной методом AU-E остаточной футеровки;

2 – толщина обнаруженной методом АО-Е остаточной футеровки,

3 – фактическая линия разгара огнеупорной футеровки, обнаруженная при проведении капитального ремонта

Fig. 7. Graphical representation of the actual erosion of the refractory lining in the hearth and bottom areas,

compared with the ultrasonic echo-sounding data (AU-E) in the regions of the upper (a) and lower ( $\delta$ ) cesspools:

*l* – thickness of the residual lining detected by the echo method (AU-E);

2 - thickness of the modified lining/scull detected by the echo method (AU-E);

3 – actual erosion line of the refractory lining, discovered during major repairs

Метод AU-Е является технологией распространения волн напряжения с использованием анализа данных во временном и частотном домене для определения толщины футеровки или для обнаружения аномалий, таких как трещины, пустоты или проникновение металла в футеровку [9-11]. Во время измерений механический удар по поверхности конструкции (молотком или ударно-механическим источником) образует импульс напряжения, который распространяется в слои футеровки. Волна частично отражается в результате изменений свойств слоя футеровки, но основная волновая энергия распространяется в слоях сплошной футеровки до полного рассеивания энергии. Волны сжатия поступают на датчики/принимающие устройства, и сигналы анализируются для качественной оценки футеровки. На волновую скорость сигнала влияние оказывают плотность, градиент температуры, фактор геометрической формы и свойства упругости. Резкое изменение плотности и/или свойств упругости материала приводит к частичному или полному отражению волны. Таким образом, сигналы отражаются границами раздела, такими как футеровка – расплав металла и поверхностями раздела между футеровочными блоками. Кроме того, зоны, свободные от напряжений, такие как трещины и пустоты, также приводят к частичному или полному отражению сигналов. Необходимо отметить, что при выполнении ультразвукового зондирования методом AU-E специалистами компании НАТСН делались существенные оговорки, в частности:

– с использованием метода AU-Е можно определить только те трещины, которые идут параллельно кожуху печи (т. е. перпендикулярно направлению сигнала от удара). Любые трещины или расслоения, параллельные направлению сигнала от удара (т. е. внутрь к центру печи), определить невозможно;

 устойчивая футеровка означает неизмененную футеровку, находящуюся в состоянии, почти как после изготовления. Тогда как измененная футеровка, вероятно, подверглась существенным изменениям или растрескалась.

Сравнивая представленные на рис. 7 изображения линий фактического разгара футеровки с результатами ультразвукового зондирования методом AU-E, можно сделать следующие выводы:

– в верхней части горна, футерованной огнеупорным кирпичом с содержанием  $Al_2O_3 = 43$  %, эхо-метод показывает удовлетворительную точность, фактические замеры минимальной остаточной толщины футеровки дают величину 220 – 330 мм (без гарнисажа), что соответствует результатам ультразвукового зондирования;

 в нижней части горна и лещади, футерованных углеродистыми блоками, результаты замеров специалистов НАТСН показали крайне низкие значения остаточной толщины футеровки (среднее значение по окружности и высоте горна 540 мм или 21 % первоначальной величины, минимальное значение 240 мм или 10 % исходной величины). Даже с учетом оговорок и представленной в отчетах линии «измененной футеровки с учетом гарнисажа», фактическая остаточная толщина углеродистых блоков, замеренная во время ремонта, превышала 80 %, т. е. была кратно выше.

Данные табл. 2 и рис. 7 позволяют произвести оценку результативности мероприятий, выполнявшихся в текущей кампании ДП № 5 для обеспечения сохранности огнеупорной футеровки горна и лещади. Известно, что факторами, определяющими износ огнеупорной футеровки, являются:

- абразивное действие потоков жидкого чугуна;
- химическое воздействие чугуна и шлака;

– инфильтрация и термомеханическое напряжение в футеровке [12 – 14]. При этом общепризнано, что срок службы футеровки горна в значительной степени определяется качеством загружаемого кокса, а износостойких конструкций горна в настоящее время не существует [15].

В первую очередь в текущей кампании были разработаны и применялись на постоянной основе мероприятия, предотвращающие развитие абразивного



Рис. 8. Карта фактического разгара футеровки ДП № 5 по завершению кампании 2006 – 2024 гг.

Fig. 8. Map of the actual erosion of the refractory lining of blast furnace No. 5 at the end of the 2006 – 2024 campaign

действия потоков жидкого чугуна в пристеночной зоне, т. е. обеспечивающие интенсивную фильтрацию жидких продуктов плавки через тотерман, а также хорошую газопроницаемость в центральной зоне печи. В реальных условиях эксплуатации ДП за счет колебания горячей прочности (CSR) кокса, попадания в горн воды из дефектных элементов системы охлаждения, поступления в горн локализованных масс тугоплавких составляющих доменной шихты, порозность тотермана может значительно снижаться. На постоянной основе был организован контроль проницаемости центральной зоны печи с помощью зондирования тотермана. Для очистки горна от тугоплавких флюсовых остатков и мелких фракций кокса введены комплексные промывки объема горна ДП. Для снижения химической эрозии углеродистых блоков горна и лещади из-за неравновесных химических составов чугуна разработан способ управления технологическим процессом через мониторинг отношения фактического содержания углерода в чугуне С<sub>ф</sub> к насыщенному содержанию С, путем регулирования расхода природного газа, вдуваемого в печь.

Сопоставляя результаты предыдущей кампании ДП № 5 (по ее завершению в 2006 г. в районе чугунных леток толщина огнеупора не превышала 200 – 250 мм, углеродистые периферийные блоки верхней лещади, находящиеся непосредственно под летками, были деформированы с образованием трещин и сколов в отдельных местах) с данными табл. 2, можно сделать вывод о высокой результативности применявшихся в текущей кампании мер, повышающих стойкость углеродистой футеровки горна и лещади.

В качестве численной оценки эффективности мероприятий продления кампании ДП № 5, в текущей кампании можно предложить суммарное производство чугуна, отнесенное к площади горна, которое составило 420,0 тыс. т/м<sup>2</sup> и превысило показатель предыдущей кампании 220,6 тыс. т/м<sup>2</sup> в 1,9 раза или на 90,4 %.

Вместе с тем, результаты проведенных исследований остаточной толщины футеровки позволяют определить зону в районе фурменного пояса, как требующую разработки дополнительных мероприятий по защите в следующей кампании печи.

#### Карта фактического разгара футеровки ДП № 5

По результатам выполненного исследования рабочего пространства ДП № 5 сформирована комплексная карта фактического разгара футеровки в период кампании 2006 – 2024 гг., представленная на рис. 8.

#### Выводы

В результате комплексных исследований, проведенных во время капитального ремонта I разряда ДП № 5, подтверждена эффективность разработанных и применявшихся в текущей кампании мероприятий по защите огнеупорной футеровки шахты, горна и металлоприемника ДП, позволивших увеличить срок службы агрегата в 1,75 раза и добиться его высокоэффективной работы в течение всей кампании 2006 – 2024 гг.

С помощью дистанционных измерений, включающих метод 3D лазерного сканирования, определен фактический профиль разгара огнеупорной футеровки ДП № 5 и выявлены зоны (повышенного разгара) низкой остаточной толщины футеровки по высоте ДП.

Анализ фактических остаточных толщин огнеупорной футеровки в горне ДП № 5 показал удовлетворительную точность ультразвукового зондирования методом AU-Е в области глиноземистой огнеупорной футеровки фурменного пояса и недостаточную точность при замерах углеродистых блоков.

#### Список литературы / References

 Курунов И.Ф., Логинов В.Н., Тихонов Д.Н. Методы продления кампании доменной печи. *Металлург.* 2006;(12): 34–39.

Kurunov I.F., Loginov V.N., Tikhonov D.N. Methods of extending a blast-furnace campaign. *Metallurgist*. 2006;50: 605–613. https://doi.org/10.1007/s11015-006-0131-5

- 2. Vinogradov E., Karimov M., Dmitriev A., etc. Blast furnace campaign extension at CherMK, Severstal. In: *AISTech 2018 Proceedings Iron and Steel Technology Conference and Exposition*. 2018:551–560.
- **3.** Можаренко Н.М., Канаев В.В., Панчоха Г.В. Влияние технологии плавки на футеровку металлоприемника доменных печей. *Металлургическая и горнорудная про-мышленность.* 2003;(5):5–8.

Mozharenko N.M., Kanaev V.V., Panchokha G.V. Influence of smelting technology on metal receiver lining of blast furnace. *Metallurgicheskaya i gornorudnaya promyshlennost'*. 2003;(5):5–8. (In Russ.).

**4.** Влияние производительности доменной печи на продолжительность ее кампании. *Новости черной металлургии за рубежом*. 2005;(1):21–24.

The influence of blast furnace productivity on the duration of its campaign. *Novosti chernoi metallurgii za rubezhom*. 2005;(1):21–24. (In Russ.).

5. Шульте М., Клима Р., Рингель Д., Фосс М. Контроль износа горна доменной печи с помощью датчиков теплового потока. *Черные металлы*. 1998;(4):17–22.

Shul'te M., Klima R., Ringel' D., Foss M. Monitoring the wear of the blast furnace hearth using heat flow sensors. *Chernye metally.* 1998;(4):17–22. (In Russ.).

 Калько А.А., Виноградов Е.Н., Калько О.А., Калько А.А. Разработка и внедрение технологических мероприятий по продлению кампании доменной печи № 5 ПАО «Северсталь». Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(3):260–269.

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-3-260-269
Kal'ko A.A., Vinogradov E.N., Kal'ko O.A., Kal'ko A.A. Development and implementation of technological measures to extend the campaign of blast furnace No. 5 of PJSC Severstal. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(3): 260–269. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-3-260-269

- 7. Medic M.Sc.T. Efficient calibration strategies for panoramic terrestrial laser scanners. Dissertation Zur Erlangung des akademischen Grades Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.–Ing.). Bonn: Institut für Geodäsie und Geoinformation der Universität Bonn; 2021.
- Пат. 2251575 RU. Способ создания защитного гарнисажа в шахте доменной печи / Логинов В.Н., Суханов М.Ю., Гуркин М.А., Васильев Л.Е., Каримов М.М., Большаков В.И., Нестеров А.С., Можаренко Н.М., Якушев В.С.; заявлено 21.04.2004; опубликовано 10.05.2005. Бюллетень № 13.
- **9.** Gebski P., Sadri A., Ying W. Development of the system for furnace integrity monitoring based on real-time continuous acoustic emission data acquisition and analysis. In: *Conf. of Metallurgists (COM), October 2–5, 2011, Montreal, Canada,* 2011.
- Vinogradov E., Kalko A., Chikinov S., Ivashov A., Balahonov D., Gurkin M., Karunova E., Gordon Y., Sadri A., Busser J. Development of strategy for sustaining, enhancement and cost reduction at Severstal's primary end. In: *Proceedings of the Iron & Steel Technology Conference. Association for Iron and Steel Technology*; 2020:178–186.

- 11. Vinogradov E., Karimov M., Dmitriev A. Careful control of refractory lining conditions to ensures prolonged campaign of blast furnace. In: 7<sup>th</sup> ECIC Proceedings, Linz, Austria, 2016.
- Каплун Л.И., Малыгин А.В., Онорин О.П., Пархачев А.В. Устройство и проектирование доменных печей: Учебное пособие. Екатеринбург: УрФУ; 2016:217.
- 13. Близнюков А.С., Фещенко С.А., Курунов И.Ф. и др. Исследование футеровки горна доменной печи. Сообщение ние 1. Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации. 2010;(9):31–36.

Bliznyukov A.S., Feshchenko S.A., Kurunov I.F., etc. Study of the blast furnace hearth lining. Message 1. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information.* 2010;(9):31–36. (In Russ.).

- 14. Большаков В.И., Гладков Н.А., Муравьева И.Г. и др. Структура нижней части столба шихты и роль ее элементов в организации процессов плавки. В сборнике научных трудов ИЧМ: Фундаментальные и прикладные проблемы черной металлургии. 2004;(8):12–119.
- 15. Ковальски В., Люнген Х.Б., Штриккер К.П. Стойкость доменных печей: современный уровень, развитие и мероприятия по развитию компании. *Черные металлы*. 1999;(9):26–35.

Koval'ski V., Lyungen Kh.B., Shtrikker K.P. Durability of blast furnaces: Current level, development and company development measures. *Chernye metally*. 1999;(9):26–35. (In Russ.).

# Сведения об авторах / Information about the Authors

Андрей Александрович Калько, руководитель Центра технологического развития Upstream, ПАО «Северсталь» Череповецкий металлургический комбинат *E-mail:* aakalko@severstal.com

Леопольд Игоревич Леонтьев, академик, советник, Президиум РАН; советник генерального директора, Центральный научноисследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина

*ORCID:* 0000-0002-4343-914X *E-mail:* leo@presidium.ras.ru

Евгений Александрович Волков, ведущий эксперт Центра технологического развития Upstream, ПАО «Северсталь» Череповецкий металлургический комбинат *E-mail:* eavolkov@severstal.com

#### Вклад авторов

*А. А. Калько* – анализ результатов измерений остаточных толщин футеровки доменной печи, определение проблемных зон, анализ эффективности мероприятий для повышения стойкости футеровки горна доменной печи и организации эффективной структуры столба шихты в доменной печи.

*Л. И. Леонтьев* – постановка задачи исследования, анализ результатов, формирование выводов по работе.

*Е. А. Волков* – анализ результатов измерений остаточных толщин футеровки доменной печи, сравнительные расчеты остаточных толщин футеровки различными методами.

Поступила в редакцию 26.08.2024 После доработки 28.09.2024 Принята к публикации 30.09.2024 Andrei A. Kal'ko, Head of Technological Development Center Upstream, PJSC Severstal, Cherepovets Steel Mill *E-mail:* aakalko@severstal.com

Leopol'd I. Leont'ev, Academician, Adviser, Russian Academy of Sciences; Advisor to the General Director, I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy ORCID: 0000-0002-4343-914X E-mail: leo@presidium.ras.ru

**Evgenii A. Volkov,** Leading Expert of Technological Development Center Upstream, PJSC Severstal, Cherepovets Steel Mill **E-mail:** eavolkov@severstal.com

## ов / Contribution of the Authors

**A. A. Kal'ko** – analysis of the results of measuring residual thickness of blast furnace lining, identification of problem areas, analysis of effectiveness of measures to increase the durability of blast furnace hearth lining and organization of an effective structure of the charge column in blast furnace.

*L. I. Leont'ev* – setting the research task, analysis of results, drawing conclusions on the work.

*E. A. Volkov* – analysis of the results of measuring residual thickness of blast furnace lining, conducting comparative calculations of lining residual thicknesses by various methods.

Received 26.08.2024 Revised 28.09.2024 Accepted 30.09.2024 МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ / METALLURGICAL TECHNOLOGIES



удк 669.054.83 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-531-541



Оригинальная статья Original article

# Исследование процессов переработки доменных пыли и шлама с использованием восстановительного обжига и магнитной сепарации

П. И. Грудинский<sup>1</sup>, А. А. Юртаева<sup>1</sup>, А. И. Волков<sup>2</sup>, В. Г. Дюбанов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119334, Москва, Ленинский пр. 49) <sup>2</sup> Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина (Россия, 105005, Москва, ул. Радио, 23/9)

#### pgrudinskiy@imet.ac.ru

Аннотация. Пыли и шламы доменного производства – техногенные материалы с высоким содержанием железа и углерода, в которых присутствует также цинк. Повышенное содержание цинка препятствует их рециклингу в аглодоменном переделе и приводит к накоплению этих материалов в отвалах. В настоящей работе исследованы различные варианты переработки образцов доменной пыли (ДП) и доменного шлама (ДШ) с извлечением ценных элементов на основе восстановительного обжига и магнитной сепарации. С помощью термодинамических расчетов и лабораторных экспериментов изучены три варианта реализации этого способа: магнитная сепарация без предварительного обжига, а также со стадиями обжига с восстановлением железа до магнетита при 800 °C и металлического железа при 1200 °C соответственно. Способы прямой магнитной сепарации без обжига и с предварительным обжигом при 800 °C позволяют получить из образцов ДП и ДШ магнитные концентраты с 49 – 63 % Fe, но содержание цинка в них остается повышенным. Лучшие результаты были получены с использованием восстановительного обжига при 1200 °C продолжительностью 120 мин, последующего размола образцов до –0,054 мм и магнитной сепарации при индукции магнитного поля 0,1 Tл. В результате из ДШ, содержащето 39,5 % Fe и 0,31 % Zn, получен металлизованный магнитный концентрат с содержанием 73,8 % Fe и 0,018 % Zn, а из ДП, содержащей 44,6 % Fe и 0,31 % Zn – металлизованный магнитный концентрат с содержанием 80 % Fe и 0,019 % Zn. Степень извлечения железа в концентрат для ДШ и ДП составила 92,8 и 89,7 % соответственно. Предложенный подход позволяет получать ценные материалы для черной и цветной металлургии из техногенного сырья, увеличить эффективность аглодоменного передела и избежать накопления отходов.

*Ключевые слова:* доменная пыль, доменный шлам, переработка, восстановительный обжиг, магнитная сепарация, карботермическое восстановление, железо, цинк

Благодарности: Работа выполнена по государственному заданию № 075-00320-24-00.

Для цитирования: Грудинский П.И., Юртаева А.А., Волков А.И., Дюбанов В.Г. Исследование процессов переработки доменных пыли и шлама с использованием восстановительного обжига и магнитной сепарации. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):531–541. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-531-541

# A STUDY ON PROCESSING OF BLAST FURNACE DUST AND SLUDGE USING REDUCTION ROASTING AND MAGNETIC SEPARATION

P. I. Grudinsky<sup>1</sup>, A. A. Yurtaeva<sup>1</sup>, A. I. Volkov<sup>2</sup>, V. G. Dyubanov<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Ave., Moscow 119334, Russian Federation)

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

#### 💌 pgrudinskiy@imet.ac.ru

Abstract. Blast furnace dust and sludge are by-products of ironmaking that contain high levels of iron and carbon, along with zinc. The increased zinc content complicates their recycling in the sintering and blast furnace processes, leading to their accumulation in waste dumps. This study investigates different treatment methods for recovering valuable elements from blast furnace dust (BFD) and blast furnace sludge (BFS) through reduction roasting and magnetic separation. Thermodynamic calculations and laboratory experiments were conducted to evaluate three approaches: magnetic separation without the roasting, as well as roasting stages to reduce iron to magnetite at 800 °C or metallic iron at 1200 °C, respectively. Direct magnetic separation without roasting and with the preliminary roasting at 800 °C resulted in magnetic concentrates of 49 – 63 % Fe from the BFD and BFS samples, but with elevated zinc content. The best results were achieved using reduction roasting at 1200 °C for 120 min,

followed by grinding the samples to -0.054 mm and magnetic separation with a magnetic field of 0.1 T. As a result, the metallized magnetic concentrate containing 73.8 % Fe and 0.048 % Zn was obtained from the BFS sample (initially containing 39.5 % Fe and 0.31 % Zn), while a concentrate containing 80 % Fe and 0.019 % Zn was produced from the BFD sample (initially containing 44.6 % Fe and 0.31 % Zn). The iron recovery into the concentrates for the BFS and BFD samples was 92.8 and 89.7 %, respectively. The proposed approach can produce valuable materials for ferrous and non-ferrous metallurgy from these by-products, increase the efficiency of sintering and blast furnace processes, and reduce waste accumulation.

Keywords: blast furnace dust, blast furnace sludge, processing, reduction roasting, magnetic separation, carbothermic reduction, iron, zinc

Acknowledgements: The work was performed according to a state assignment No. 075-00320-24-00.

For citation: Grudinsky P.I., Yurtaeva A.A., Volkov A.I., Dyubanov V.G. A study on processing of blast furnace dust and sludge using reduction roasting and magnetic separation. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):531–541. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-531-541

#### Введение

Пыли и шламы, образуемые в доменном производстве – вторичные материалы с высоким содержанием железа, собирающиеся в сухой и мокрой системах газоочистки доменных печей соответственно. Объем образования таких пылей и шламов может составлять 5,5-40 кг/т выплавляемого чугуна [1]. Стандартной практикой является их рециклинг в агломерационном процессе и возврат в доменную плавку. Однако в случае повышенного содержания цинка в этих материалах их рециклинг в аглодоменном переделе затруднен из-за технологических трудностей, возникающих при доменной плавке [2]. При содержании в пылях и шламах >0,05 % Zn их вторичное использование в агломерационном процессе осложнено, а при >0.3 - 0.5 % Zn практически невозможно [3]. В последнем случае пыли и шламы направляют в отвалы и классифицируют как отходы IV класса опасности. Накопление таких отходов оказывает негативное влияние на окружающую среду в местах их размещения.

Результаты ряда работ свидетельствуют, что доменные пыли и шламы можно утилизировать в производстве цемента [4], керамики [5], а также в дорожном строительстве [6; 7]. Однако в этих работах не исследована переработка таких пылей и шламов с повышенным содержанием цинка. Кроме того, известно о возможности применения этих пылей и шламов в качестве адсорбентов [8; 9], катализаторов [10; 11], а также получения коагулянтов [12]. Однако эти направления использования могут позволить утилизировать лишь незначительную часть накопленных и образующихся отходов. До настоящего времени были изучены различные подходы для переработки доменных пылей и шламов [13], включающие извлечение из них железа, углерода, цинка и других ценных элементов гидрометаллургическими, пирометаллургическими и обогатительными способами. Гидрометаллургические процессы с использованием различных растворителей зачастую характеризуются многостадийностью [14], низкой селективностью разделения цинка и железа [15] и невозможностью рециклинга железосодержащего остатка, поэтому являются неэффективными при содержании цинка менее 10 % [13]. Среди обогатительных способов переработки доменных пылей и шламов сообщалось о применении гравитационного обогащения [16], воздушной классификации [17], флотации [18], магнитной сепарации [19], а также их различных комбинаций [20; 21]. Эти способы позволяют селективно разделить углерод и железо, но выделить из доменной пыли цинк в отдельный продукт затруднительно. Напротив, пирометаллургические способы, основанные на восстановлении и испарении цинка, делают возможным проведение селективного отделения цинка от железа, при этом углерод пыли и шлама служит восстановителем [22]. Таким образом, совместное применение пирометаллургических и обогатительных методов является перспективным подходом для комплексного извлечения ценных элементов из доменных пыли и шлама.

В настоящей работе рассмотрен способ переработки доменных пыли и шлама на основе карботермического восстановительного обжига и магнитной сепарации, который показал высокую эффективность для других содержащих цинк и железо материалов [23; 24]. На основе термодинамических расчетов и лабораторных экспериментов выявлены особенности применения трех различных вариантов этого способа – без использования обжига, а также со стадиями обжига с восстановлением железа до магнетита и металла соответственно. По результатам исследований проведена оценка перспектив и направлений утилизации продуктов магнитной сепарации.

#### Материалы и методы исследований

Пробы доменного шлама (ДШ) и доменной пыли (ДП) получены от ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (НЛМК). Химический анализ проб проведен с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра PANalytical AXIOS<sup>mAX</sup> Advanced (Нидерланды). Содержание железа общего в пробах определено методом окислительно-восстановительного титрования по ГОСТ 32517–1–2013. Содержание углерода и серы определено с помощью анализатора LECO CS–400 (США).

Минералогический анализ проб исходных материалов проведен с помощью дифрактометра ДРОН 3 (Россия) с использованием излучения  $CuK_a$ , а полученных

продуктов магнитной сепарации – на дифрактометре Дифрей (Россия) с использованием излучения Сг $K_{\alpha}$ . Расшифровка полученных дифрактограмм осуществлена с помощью программы Match 3.15 (Германия) [25].

Количественное определение двухвалентного и металлического железа в пробах выполнено методами окислительно-восстановительного титрования по ГОСТ 23581.3–79 и 26482–90 соответственно. Долю трехвалентного железа рассчитывали как разницу между Fe<sub>общ</sub> и суммой Fe<sub>мет</sub> и Fe<sup>2+</sup>.

Термодинамические расчеты равновесных состояний соединений железа и цинка при температурах восстановительного обжига выполнены с помощью модуля Equilibrium composition программы HSC Chemistry 9.9 (Финляндия) [26]. Расчеты проведены для интервала температур 300 – 1400 °С и атмосферного давления с заданной инертной атмосферой азота на 100 кг ДШ или ДП.

Лабораторные эксперименты с ДШ и ДП проведены тремя способами: магнитная сепарация образцов без предварительного обжига, магнетизирующий обжиг при 800 °C с последующей магнитной сепарацией и магнетизирующий металлизирующий железо обжиг при 1200 °C с последующей магнитной сепарацией.

Магнитная сепарация размолотых до необходимой крупности образцов выполнена на мокром трубчатом магнитном сепараторе XCGS-50 (Китай) при индукции магнитного поля 0,1 Тл. Сепарация проведена при грубом (–1 мм) и тонком (–0,054 мм) помоле образцов. Навеску массой 10 г помещали в устройство, отделяли в проточной водопроводной воде, фильтровали пульпу с разделенными продуктами с помощью вакуумной фильтрации с использованием колб Бунзена и воронок Бюхнера и сушили полученные продукты при 100 °C в течение 120 мин, при необходимости измельчали полученные продукты для последующих аналитических исследований.

Магнетизирующий обжиг навесок массой 50 г ДШ и ДП при 800 °С проводили в муфельной печи в течение 30 мин. Навески насыпали в корундовые тигли, их переворачивали вверх дном и помещали в корундовый тигель большего размера. Продолжительность обжига была выбрана на основе литературных данных [27 – 29], которые свидетельствуют, что полное восстановление железа до магнетита в похожих материалах происходит не более 30 мин. После обжига образцы вынимали из печи и закаливали в воде для предотвращения вторичного окисления магнетита, фильтровали с помощью вакуумного насоса, колб Бунзена и воронок Бюхнера, сушили полученные продукты при 100 °С в течение 120 мин, измельчали и просеивали до необходимой крупности.

Металлизирующий обжиг проводили в муфельной печи при температуре 1200 °С в течение 120 мин в атмосфере азота. Навески массой 50 г насыпали в корундовые тигли на слой графита фракции +2,5 мм, сверху также насыпали слой графита. Температура и время выдержки были выбраны с запасом с целью полной металлизации железа и удаления цинка на основе литературных данных [30], где восстановление железа и удаление цинка до следовых содержаний из похожего образца ДП было достигнуто при 1200 °С за 100 мин. Образцы нагревали до 1200 °C со скоростью 5 °С/мин, выдерживали 120 мин и охлаждали вместе с печью до 200 °С в течение 900 мин. Нагрев, выдержку и охлаждение проводили в токе азота (≥99,6 % N<sub>2</sub> и ≤0,4 % O<sub>2</sub>) для предотвращения интенсивного вторичного окисления железа. С образцами ДШ и ДП выполнили по два опыта: без дополнительных присадок и с присадкой избытка углерода в количестве 15 % С. В качестве углеродсодержащего восстановителя применяли реактив особо чистого графита. После обжига образцы измельчали и просеивали до необходимой крупности для последующей магнитной сепарации.

Показатели эффективности обжига и магнитной сепарации определены по следующим формулам:

$$\gamma_c = \frac{m_c}{m_0} 100 \%;$$
 (1)

$$\gamma_t = \frac{m_t}{m_0} 100 \%;$$
 (2)

$$\varepsilon_c = \frac{m_c \% \text{Fe}_c}{m_0 \% \text{Fe}_0} 100 \%;$$
 (3)

$$\varepsilon_t = \frac{m_t \% \text{ Fe}_t}{m_0 \% \text{ Fe}_0} 100 \%; \tag{4}$$

$$\mu_0 = \frac{\% \operatorname{Fe}_{0(\mathrm{met})}}{\% \operatorname{Fe}_0} 100 \%; \tag{5}$$

$$\mu_c = \frac{\% \text{ Fe}_{c(\text{met})}}{\% \text{ Fe}_c} 100 \%; \tag{6}$$

$$\xi_{Zn} = \left(1 - \frac{m_r \% Zn_r}{m_w \% Zn_w}\right) 100 \%, \tag{7}$$

где  $\gamma_c$  и  $\gamma_t$  – выходы магнитной и немагнитной фракций соответственно, %;  $m_0$  – исходная масса образцов для магнитной сепарации, г;  $m_c$  и  $m_t$  – масса магнитной и немагнитной фракций, полученных после магнитной сепарации, г;  $\varepsilon_c$  и  $\varepsilon_t$  – степень извлечения железа в магнитную и немагнитную фракции соответственно, %; % Fe<sub>0</sub> – общее содержание железа в исходных образцах для магнитной сепарации, мас. %; % Fe<sub>c</sub> и % Fe<sub>t</sub> – общее содержание железа в магнитной и немагнитной фракции мас. %; % Fe<sub>c</sub> и % Fe<sub>t</sub> – общее содержание железа в магнитной и немагнитной фракция соответственно, мас. %;  $\mu_0$  и  $\mu_c$  – степень металлизации железа в исходных образцах для магнитной сепарации и магнитной фракции соответственно, %; % Fe<sub>0(met)</sub> и % Fe<sub>c(met)</sub> – содержание металлического железа в исходных образцах для магнитной сепарации и магнитной фракции соответственно, %;

удаления цинка при обжиге, %; % Zn<sub>r</sub> и % Zn<sub>w</sub> – содержание цинка в обожженных и исходных материалах соответственно, мас. %;  $m_r$  и  $m_w$  – масса обожженных и исходных материалов соответственно, г.

Определение содержания цинка в пробах выполнено с помощью атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой (ICP-AES) Vista Pro (Австралия). Содержание цинка в форме ZnO определено в соответствии с методикой, представленной в работе [31] с помощью растворения пробы в водном растворе  $NH_4Cl + NH_4OH$ . Образец весом 0,5 г помещали в коническую колбу, содержащую 50 мл смеси, приготовленной путем растворения 22 г  $NH_4Cl$  в смеси 80 мл  $NH_4OH$  плотностью 0,9 г/см<sup>3</sup> и 120 мл воды. Раствор с образцом перемешивали на магнитной мешалке при температуре 50 – 60 °C в течение 120 мин, затем отфильтровывали и в полученных фильтратах анализировали цинк методом ICP-AES.

#### Результаты исследования и их обсуждение

Элементный состав образцов ДШ и ДП представлен в табл. 1, а их дифрактограммы с обозначением расшифрованных фаз – на рис. 1.

Основные компоненты ДШ и ДП – железо и углерод. Содержание железа в ДП выше, чем в ДШ, тогда как содержание углерода ниже. Содержание фосфора и серы – основных вредных примесей черной металлургии, а также некоторых других нежелательных примесей (мышьяка, меди) находится на приемлемом для рециклинга в аглодоменном производстве уровне. Из приведенных данных следует, что повышенное содержание цинка – фактор, препятствующий рециклингу этих отходов в черной металлургии.

Как следует из приведенных дифрактограмм, преобладающие минералы обоих образцов – гематит и магнетит, являющиеся основными компонентами железорудной части шихты доменной печи. Металлическое железо и вюстит присутствуют в значительно меньшем количестве. Углерод в образцах в основном находится в виде графита, который переходит в отходы газоочистки из кокса, а также в составе небольшого количества кальцита. Высокое содержание графита в образцах благоприятно для применения восстановительного обжига. Следует отметить наличие аморфного гало на обеих дифрактограммах, что, скорее всего, связано с присутствием в этих отходах частиц доменного шлака. Доменный шлак содержит небольшое количество гидратных



Рис. 1. Дифрактограммы ДШ (*a*) и ДП (*б*): H – гематит (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); М – магнетит (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>); С – кальцит (CaCO<sub>3</sub>); G – графит (C); Q – кварц (SiO<sub>2</sub>); I – железо (α-Fe); W – вюстит (FeO); Е – эттрингит (Ca<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>12</sub>·26H<sub>2</sub>O); D – диопсид (CaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>); Р – периклаз (MgO); Z – цинкит (ZnO); S – гипс (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O)

**Fig 1.** XRD patterns of BFS (*a*) and BFD ( $\delta$ ): H – hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); M – magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>); C – calcite (CaCO<sub>3</sub>); G – graphite (C); Q – quartz (SiO<sub>2</sub>); I – iron ( $\alpha$ -Fe); W – wustite (FeO); E – ettringite (Ca<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>12</sub>·26H<sub>2</sub>O); D – diopside (CaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>); P – periclase (MgO); Z – zincite (ZnO); S – gypsum (CaSO<sub>4</sub>·2H2O)

минералов – эттрингита и гипса, предположительно образовавшихся в системе мокрой газоочистки.

Анализ распределения форм железа в ДШ и ДП показал, что основная часть железа в обоих образцах представлена трехвалентным  $Fe^{3+}$  в количестве 90,9 и 89,1 % соответственно, тогда как на двухвалентное  $Fe^{2+}$  приходится 6,1 и 7,7 %, а на  $Fe_{Met} - 3,0$  и 3,2 % соответственно. Таким образом, распределение форм железа в ДШ и ДП является количественно близким.

Таблица 1. Химический состав образцов ДШ и ДП, мас. %

Table 1. Chemical composition of the BFS and BFD samples, wt. %

Образец	Fe	Zn	Al	Ca	Si	Mg	K	Mn	Cr	Cu	Ti	Р	Pb	As	S	С
ДШ	39,5	0,31	0,75	5,61	2,86	0,69	0,01	0,19	0,02	0,011	0,066	0,049	0,198	0,02	0,24	23,0
ДП	44,6	0,06	0,59	5,29	3,12	0,80	0,05	0,21	0,02	_	0,048	0,048	_	0,01	0,17	16,4

Составы ДШ и ДП для термодинамического расчета были приведены в соответствии с результатами химического и минералогического анализов и приняты следующими, мас. %:

– ДШ: 44,27 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 9,94 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; 1,20 Fe; 21,43 C; 0,29 ZnO; 1,15 MgO; 6,11 SiO<sub>2</sub>; 0,93 CaSO<sub>4</sub>; 13,12 CaCO<sub>3</sub>; 0,60 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 0,26 ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>; 0,21 Ca(OH)<sub>2</sub>; 0,16 Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>; – ДП: 46,86 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; 14,32 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; 1,42 Fe; 14,97 C; 0,07 ZnO; 1,01 MgO; 5,75 SiO<sub>2</sub>; 1,67 CaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>; 11,91 CaCO<sub>3</sub>; 0,81 CaSO<sub>4</sub>; 1,11 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

На рис. 2 представлены равновесные количества соединений железа и цинка, а также графита в системе на основе ДШ и ДП при 300 – 1400 °С.

Согласно полученным данным, восстановление железа до металла и испарение металлического цинка термодинамически вероятно при температурах выше 700 °С. Следует отметить, что количество углерода в составе обоих образцов достаточно для восстановления железа и цинка, однако в системе на основе ДП остается небольшое количество сульфида железа (рис. 2,  $\varepsilon$ ). В системе на основе ДШ количество углерода более чем достаточно, о чем свидетельствует присутствие 7 – 10 кг избытка графита выше 700 °С.

Из литературных данных известно, что, вопреки термодинамическим расчетам, благоприятные кинетические условия для карботермического восстановления

железа до металла возникают лишь при температурах выше 1000 °C [32], а при 700 – 900 °C возможно провести магнетизирующий обжиг с карботермическим восстановлением железа до  $Fe_3O_4$  [29], что было использовано в экспериментах.

Результаты анализа обожженных образцов, полученных из ДШ и ДП, представлены в табл. 2.

Как видно из табл. 2, в образцах после обжига при 800 °С незначительно увеличилось содержание железа за счет удаления легко испаряемых компонентов. Содержание металлического железа уменьшилось за счет его окисления в ходе обжига. Степень удаления цинка в этих образцах близка к нулю, содержание цинка в виде ZnO изменилось незначительно.

В образцах после обжига при 1200 °С увеличилось содержание железа, при этом большая его часть перешла в металлическую форму. Содержание железа в образцах с присадкой дополнительного количества углерода меньше, чем в образцах без его дополнительной присадки из-за наличия в них остаточного непрореагировавшего графита. Степень металлизации железа в образцах составила 84 – 96 %, при этом в ДШ с присадкой углерода она немного уменьшилась, а в ДП – выросла. Степень удаления цинка при обжиге составила около 93 % для ДШ и 54 – 68 % для ДП. Остаточное содержание цинка в образцах после обжига находится



**Рис. 2.** Равновесные количества графита и соединений железа (*a*, *в*), а также соединений цинка (*б*, *г*) в ДШ (*a*, *б*) и ДП (*в*, *г*) при 300 – 1400 °С

*Fig. 2.* Equilibrium amounts of graphite and iron compounds (a, e), as well as zinc compounds  $(\delta, z)$  in the BFS  $(a, \delta)$  and BFD (e, z) at 300 - 1400 °C

Таблица 2. Химический состав ДШ и ДП и продуктов их обжига при 800 и 1200 °C, а также степень удаления из них цинка

05	V	Содер	жание, м	мас. %	Степень удаления	Степень металлизации	
Ооразец	условия оожига	Fe <sub>общ</sub>	Zn <sub>общ</sub>	Zn <sub>ZnO</sub>	$Zn (\xi_{Zn}), \%$	Fe (µ <sub>0</sub> ), %	
	Без обжига	39,48	0,310	0,230	_	3,03	
дш	800 °С, 30 мин	41,16	0,320	0,210	1,0	2,03	
	1200 °С, 120 мин	59,18	0,030	н/д	93,2	90,4	
	1200 °С, 120 мин, + 15 % С	49,26	0,023	н/д	93,5	88,4	
	Без обжига	44,56	0,060	0,055	—	3,19	
	800 °С, 30 мин	45,97	0,062	0,060	0,5	1,21	
ДП	1200 °С, 120 мин	63,92	0,039	н/д	54,3	84,5	
	1200 °С, 120 мин, + 15 % С	58,02	0,023	н/д	68,2	96,2	
Примечание: н/д – нет данных.							

# *Table 2.* Chemical composition of the BFS and BFD samples and the products of their roasting at 800 and 1200 °C, along with the zinc removal degree

в диапазоне 0,02 – 0,04 %, что свидетельствует о возможности использования даже обожженных образцов без последующей магнитной сепарации в качестве компонентов агломерационной шихты без каких-либо затруднений. Кроме того, восстановительный обжиг может позволить получить дополнительный ценный продукт – возгоны с высоким содержанием цинка.

Показатели магнитной сепарации ДШ и ДП и результаты анализа ее продуктов показаны в табл. 3.

Как следует из представленных данных, после всех видов обжига более тонкий помол (-0,054 мм) приводит к значительно большему содержанию железа в магнитном концентрате, чем при грубом помоле (-1 мм). В среднем для всех опытов содержание железа в магнитных концентратах, полученных после тонкого помола, больше на 11,2 % и это значение одинаково для ДП и ДШ. Однако важно отметить, что ввиду высокой стоимости операций тонкого измельчения и требуемых значительных капиталовложений в измельчительное оборудование [33] тонкий помол не всегда повышает общую эффективность схемы и для выбора параметров процесса нужно учитывать конкретные технико-экономические условия на предприятии.

Магнитная сепарация без предварительного обжига позволяет получить магнитные концентраты с содержанием железа 49-62 %, что несущественно отличается от качества концентратов с применением обжига. Однако выход концентратов и степень извлечения железа достаточно низкие, а содержание железа в немагнитных хвостах значительно выше, что связано с высоким содержанием гематита в исходных образцах. Гематит ожидаемо остается в хвостах, что не позволяет селективно выделить железо. В этом случае большая часть цинка переходит в хвосты, однако содержание цинка в магнитных концентратах лишь незначительно ниже, чем в исходных ДШ и ДП. Эти результаты совпадают с данными работы [19], где показана возможность увеличения степени извлечения железа в концентрат до 78 % путем прямой магнитной сепарации доменного шлама при повышении индукции магнитного поля до 0,3 Тл. Однако проблема повышенного содержания цинка в продуктах магнитной сепарации в данном исследовании не изучена.

Предварительный обжиг ДШ и ДП при 800 °С последующей магнитной сепарацией приводит к получению магнитных концентратов с содержанием железа 51 – 61 % и степенью его извлечения 92 – 97 %. Эти данные отличаются от результатов других работ, где проводили магнетизирующий обжиг доменной пыли с последующей магнитной сепарацией при 600 - 800 °С с опилками [34] и древесным углем [35]. По данным, представленным в этих работах, степень извлечения железа в концентрат составляет около 85 %, что ниже полученных в настоящей работе значений. Кроме того, показана возможность с помощью добавок опилок и древесного угля в ходе обжига добиться перехода большей части цинка в форму ZnO и в ходе магнитной сепарации получить концентрат с пониженным его содержанием на уровне 0,15 - 0,19 %. В настоящей работе, несмотря на более высокие показатели магнитной сепарации, не было обнаружено значительного перехода цинка в форму ZnO в ходе обжига (табл. 2). Также следует отметить переход основной части цинка в магнитный концентрат. Повышенное содержание цинка (0,39 – 0,43 % для ДШ) затрудняет использование полученных концентратов в аглодоменном переделе.

Таким образом, исследования показали, что ни прямая магнитная сепарация ДШ и ДП, ни обжиг-магнитный метод с их карботермическим восстановлением при 800 °С не приводят к решению ключевой проблемы переработки пылей и шламов доменного производства – повышенного содержания цинка. *Таблица 3.* Выход, степень извлечения и содержание Fe и Zn в магнитной и немагнитных фракциях, полученных из ДШ и ДП магнитным, а также обжиг-магнитным методами с обжигом при 800 и 1200 °C

*Table 3.* Yield, recovery degree and content of Fe and Zn in magnetic and non-magnetic fractions obtained from BFS and BFD using magnetic separation, as well as roasting at 800 and 1200 °C followed by magnetic separation

Образац	Veneral operation	Условия	Выход фракции (ү), %		Степень извле- чения Fe в фрак- цию (ε), %		Содержание в фракции, мас. %			Степень металлиза- ции Fe в	
Образец	эсловия обжига	сепарации					магн.		немагн.	магнитной	
			магн.	немагн.	магн.	немагн.	Fe <sub>общ</sub>	Zn	Fe <sub>общ</sub>	фракции (µ <sub>c</sub> ), %	
	For ofware	0,1 Тл, –1 мм	35,30	58,90	45,7	50,30	51,1	0,260	33,70	9,34	
	<b>Без оожига</b>	0,1 Тл, -0,054 мм	33,40	62,80	52,7	45,50	62,3	0,210	28,60	8,42	
	800 °C 20 mm	0,1 Тл, –1 мм	79,50	17,90	97,3	2,05	51,4	0,390	4,73	9,62	
дш	800 °С, 30 мин	0,1 Тл, -0,054 мм	63,80	32,30	94,6	3,45	61,0	0,430	4,40	8,25	
	1200 °С, 120 мин	0,1 Тл, –1 мм	84,20	14,00	90,8	1,91	63,8	н/д	8,04	94,60	
		0,1 Тл, -0,054 мм	74,40	22,50	92,8	4,00	73,8	0,048	10,50	88,90	
	1200 °С, 120 мин, + 15 % С	0,1 Тл, –1 мм	85,20	13,60	90,0	3,68	52,0	н/д	13,30	89,50	
		0,1 Тл, -0,054 мм	63,30	36,20	84,2	8,69	65,6	0,048	11,80	88,70	
	F	0,1 Тл, –1 мм	62,00	38,70	68,3	26,20	49,1	0,120	30,20	9,80	
	Без оожига	0,1 Тл, -0,054 мм	45,60	50,80	63,4	35,00	63,0	0,070	28,60	8,08	
	800 % 20	0,1 Тл, –1 мм	80,00	21,50	92,1	1,73	52,9	0,080	3,70	9,01	
	800 °С, 30 мин	0,1 Тл, -0,054 мм	71,20	22,80	92,6	5,74	61,0	0,100	11,60	7,97	
ДП	1200 % 120	0,1 Тл, –1 мм	91,40	8,86	97,2	2,18	68,7	н/д	15,80	89,00	
	1200 °С, 120 мин	0,1 Тл, -0,054 мм	77,80	18,90	93,5	4,93	76,9	0,066	16,60	89,40	
	1200 °С, 120 мин,	0,1 Тл, –1 мм	85,80	13,50	96,8	2,16	65,5	н/д	9,31	93,10	
	+ 15 % C	0,1 Тл, -0,054 мм	65,00	31,50	89,7	7,85	80,0	0,019	14,50	92,30	
Приме	ечание: н/д – нет да	нных								·	

Металлизирующий обжиг ДШ и ДП при 1200 °C с последующей магнитной сепарацией привел к получению магнитных концентратов с содержанием железа 52 - 80 % и степенью его металлизации 88,7 - 94,6 %, степень извлечения железа в концентраты составила 84,2 - 97,2 %. Содержание цинка в концентрате, полученном из ДП с присадкой углерода, меньше, чем в полученном из ДП без присадки углерода. Содержание цинка на уровне 0,048 % в обоих концентратах, полученных из ДШ, меньше предельного содержания в готовом агломерате (0,05 %) и позволяет без затруднений использовать их в аглодоменном производстве.

Присадка дополнительного количества углерода к ДШ не привела к увеличению степени извлечения и степени металлизации железа в концентрате, а также уменьшила содержание железа в нем за счет присутствия избытка непрореагировавшего углерода, что коррелирует с результатами расчетов (рис. 2, *a*). В противоположность этому, обработка ДП обжиг-магнитным способом с присадкой дополнительного количества углерода и размолом продукта обжига до размеров частиц –0,054 мм вызвала увеличение содержания и степени металлизации железа в полученном концентрате. Это может быть связано с недостаточным количеством

углерода для восстановления железа в исходной пыли вопреки расчетам, что косвенно подтверждается отсутствием остаточного количества графита в равновесном состоянии после восстановления железа, в отличие от случая с ДШ (рис. 2,  $\epsilon$ ). Содержание железа в хвостах находится в диапазоне 8,0 - 16,6 %, степень его перехода в хвосты -1,9 - 8,7 %, что свидетельствует об эффективности извлечения железа обжиг-магнитным методом из отходов доменного производства.

По результатам лабораторных экспериментов определены оптимальные условия для переработки ДШ и ДП: обжиг 1200 °С, 120 мин, размол образцов после обжига до -0,054 мм, магнитная сепарация при индукции магнитного поля 0,1 Тл. Лучшие показатели магнитной сепарации оказались у ДШ без присадки углерода и ДП с присадкой 15 % С. Химический состав этих магнитных концентратов представлен в табл. 4, а на рис. 3 – их дифрактограммы.

Как следует из полученных результатов, помимо металлического железа, магнитные концентраты содержат существенное количество различных силикатов – окерманита, геленита, мервинита, анортита, которые образовались в ходе обжига из исходных компонентов ДШ и ДП. Кроме того, в них присутствует небольшое Таблица 4. Химический состав магнитных концентратов, полученных из ДШ и ДП путем восстановительного обжига и магнитной сепарации (обжиг 1200 °C, 120 мин; размол –0,054 мм; магнитная сепарация при 0,1 Тл), мас. %

 Table 4. Chemical composition of magnetic concentrates obtained from BFS and BFD using reduction roasting and magnetic separation

(roasting at 1200 °C, 120 min; grinding to -0.054 mm; magnetic separation at 0.1 T), wt. %

Ofmanay	Содержание, мас. %										
Образец	Fe	Zn	Al	Са	Si	Mg	Р				
ДШ	73,8	0,048	0,72	6,29	2,93	0,96	0,060				
ДП + 15 % C	80,0	0,019	0,31	3,47	1,99	0,63	0,036				



 Рис. 3. Дифрактограммы магнитного концентрата и немагнитных хвостов, полученных из ДШ (a) и ДП с присадкой 15 % C (б) обжиг-магнитным методом (обжиг 1200 °C, 120 мин; размол –0,054 мм; магнитная сепарация при 0,1 Тл):

  $I - (\alpha$ -Fe); H – гематит (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); Y – маггемит (γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>);

 M – магнетит (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>); G – графит (C); A – окерманит (Ca<sub>2</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>);

 T – геленит (Ca<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>SiO<sub>7</sub>); R – мервинит (Ca<sub>3</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>8</sub>);

 V – анортит (CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>); C – кальцит (CaCO<sub>3</sub>);

 N – цементит (Fe<sub>3</sub>C)

*Fig. 3.* XRD patterns of magnetic concentrate and non-magnetic tailings obtained from BFS (*a*) and BFD with 15 % C (δ) by roasting–magnetic method (roasting at 1200 °C, 120 min; grinding to -0.054 mm; magnetic separation at 0.1 T): I – (α-Fe); H – hematite (α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); Y – maghemite (γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); M – magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>); G – graphite (C); A – okermanite (Ca<sub>2</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>); T – gehlenite (Ca<sub>2</sub>Al<sub>2</sub>SiO<sub>7</sub>); R – merwinite (Ca<sub>3</sub>MgSi<sub>2</sub>O<sub>8</sub>); V – anorthite (CaAl<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>); C – calcite (CaCO<sub>3</sub>); N – cementite (Fe<sub>3</sub>C)

количество карбида железа. Основная фаза хвостов – графит. В концентратах и хвостах присутствуют также незначительные количества оксидов железа – магнетита, маггемита, гематита, которые предположительно образовались при охлаждении образцов за счет вторичного окисления примесью кислорода, содержавшегося в инертном газе. Минералогический состав концентрата и хвостов, полученных из ДШ и ДП, отличаются незначительно.

После реализации обжиг-магнитного способа при вышеописанных условиях магнитный концентрат с низким содержанием цинка может быть направлен обратно в агломерационное производство в качестве компонента шихты. Цинксодержащие возгоны, полученные в ходе восстановительного обжига, могут быть рассмотрены как сырьевой материал для цинкового производства, а немагнитные хвосты, полученные в ходе магнитной сепарации, как сырье для производства строительных материалов. Другим вариантом переработки является исключение этапа магнитной сепарации после восстановительного обжига доменных пыли и шлама, что позволит избежать затратной стадии измельчения обожженного промпродукта и сразу же направить его в агломерационное производство. Однако это приведет к дополнительной загрузке доменной печи пустой породой. Существенным преимуществом полученных концентратов является высокое содержание железа в восстановленной форме, благодаря чему будет ускорен процесс агломерации. Применение таких концентратов в производстве агломерата позволит снизить расход кокса и извести, утилизировать отходы производства и экономить на закупках минерального железосодержащего сырья.

Следует отметить, что полученные металлизованные концентраты могут быть также рассмотрены и в качестве шихты для электродуговой плавки стали. Концентраты не достигают требований действующих предприятий [36], включающих  $Fe_{ofm} \ge 88\%$ ,  $Fe_{mer} \ge 79\%$ , степень металлизации железа  $\ge 90\%$ ,  $P \le 0,015\%$ ,  $Si \le 0,5\%$ . Для исследования возможности утилизации полученных концентратов в сталеплавильном производстве потребуются дополнительные испытания на предприятиях, корректировка требований

к металлизованному сырью для электродуговой плавки и совершенствование обжиг-магнитного способа переработки доменных пылей и шламов.

#### Выводы

Проведенными исследованиями установлено, что наилучшим решением для переработки ДШ и ДП является предварительный магнетизирующий обжиг при 1200 °C в течение 120 мин с последующими размолом образцов до -0,054 мм и магнитной сепарацией при индукции магнитного поля 0,1 Тл. В результате из ДШ получен обесцинкованный магнитный концентрат с содержанием железа 73,8 %, степенью его металлизации 88,9 %, степенью извлечения железа в концентрат 92,8 %. Из ДП, к которой было добавлено дополнительное количество восстановителя (15 % С), получен обесцинкованный магнитный концентрат с содержанием железа 80 %, степенью его металлизации 92,3 % и степенью извлечения железа 80 %, степенью его металлизации 92,3 % и степенью извлечения железа в концентрат 89,7 %.

#### Список литературы / References

- Omran M., Fabritius T., Paananen T. Effect of blast furnace sludge (BFS) characteristics on suitable recycling process determining. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 2017;5(4):185–197. https://doi.org/10.4236/jmmce.2017.54016
- Jiao K.X., Zhang J.L., Liu Z.J., Chen C.L., Liu F. Circulation and accumulation of harmful elements in blast furnace and their impact on the fuel consumption. *Ironmaking and Steelmaking*. 2017;44(5):344–350. https://doi.org/10.1080/03019233.2016.1210913
- 3. Летимин В.Н., Насыров Т.М., Макарова И.В. Оценка пирометаллургических способов обесцинкования пыли и шламов сталеплавильных цехов. *Теория и технология металлургического производства*. 2013;(1(13)):67–70.

Letimin V.N., Nasyrov T.M., Makarova I.V. Evaluation of pyrometallurgical methods for dezincification of dust and sludge from steelmaking workshops. *Teoriya i tekhnologiya metallurgicheskogo proizvodstva*. 2013;(1(13)):67–70. (In Russ.).

- Baidya R., Kumar Ghosh S., Parlikar U.V. Blast furnace flue dust co-processing in cement kiln – A pilot study. Waste Management and Research. 2019;37(3):261–267. https://doi.org/10.1177/0734242X18816791
- 5. Francis A.A. Crystallization kinetics of magnetic glassceramics prepared by the processing of waste materials. *Materials Research Bulletin*. 2006;41(6):1146–1154. *https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2005.11.002*
- López-Díaz A., Ochoa-Díaz R., Grimaldo-León G.E. Use of BOF slag and blast furnace dust in asphalt concrete: An alternative for the construction of pavements. *DYNA (Colombia)*. 2018;85(204):24–30.

#### https://doi.org/10.15446/dyna.v85n206.70404

 Díaz R.O., Rojas A.P., León G.G. Use of blast furnace dust in the production of asphalt concrete for pavements, performance and environmental contribution. *Journal of Sustainable Architecture and Civil Engineering*. 2023;32(1):224–232. https://doi.org/10.5755/j01.sace.32.1.32300

- Xie B., Geng N., Yu Q., He D., Wang F., Liu T., Gao J., Ning P., Song X., Jia L. Removal of SO<sub>2</sub> from flue gas using blast furnace dust as an adsorbent. *Environmental Science* and Pollution Research. 2022;29:15642–15653. https://doi.org/10.1007/s11356-021-16842-7
- Carrillo Pedroza F.R., Soria Aguilar M. de J., Sánchez Castillo M.A., Martínez Luévanos A., Picazo Rodríguez N.G. Adsorption of chromium from steel plating wastewater using blast furnace dust. *Revista Internacional de Contaminacion Ambiental*. 2017;33(4):591–603. https://doi.org/10.20937/RICA.2017.33.04.04
- Liu S., Zhou W., Niu S., Han K., Wang Y., Lu C, Li Y., Wang J. Insight into blast furnace dust for selective catalytic reduction of NO<sub>x</sub>: An experimental and DFT study. *Fuel*. 2023;344:128006. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2023.128006
- Mu Y., Liang X., Wu M., Li C., Xia T., Chen K., Li X. Utilizing blast-furnace dust as a novel persulfate catalyst for the efficient removal of petroleum contaminants from soil. *Journal of Cleaner Production*. 2024;434:140112. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.140112
- 12. Zhang Y., Li S., Wang X., Li X. Coagulation performance and mechanism of polyaluminum ferric chloride (PAFC) coagulant synthesized using blast furnace dust. *Separation and Purification Technology*. 2015;154:345–350. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2015.09.075
- Xiao X., Zhang S., Sher F., Chen J., Xin Y., You Z., Wen L., Hu M., Qui G. A Review on recycling and reutilization of blast furnace dust as a secondary resource. *Journal of Sustainable Metallurgy*. 2021;7:340–357. https://doi.org/10.1007/s40831-021-00377-9
- Zeydabadi B.A., Mowla D., Shariat M.H., Kalajahi J.F. Zinc recovery from blast furnace flue dust. *Hydrometallurgy*. 1997;47(1):113–125. https://doi.org/10.1016/S0304-386X(97)00039-X
- Soria-Aguilar M.D.J., Davila-Pulido G.I., Carrillo-Pedroza F.R., Gonzalez-Ibarra A.A., Picazo-Rodriguez N., Lopez-Saucedo F.D.J., Ramos-Cano, J. Oxidative leaching of zinc and alkalis from iron blast furnace sludge. *Metals* (*Basel*). 2019;9(9):1015. https://doi.org/10.3390/met9091015
- Zhang J.X., Niu F.S., Li L., Xie J. Beneficiability study of the blast furnace dust from Tangshan iron and steel company. *Advanced Materials Research*. 2013;712–715:420–423. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.712-715.420
- Lanzerstorfer C. Air classification of blast furnace dust catcher dust for zinc load reduction at the sinter plant. *International Journal of Environmental Science and Technology*. 2016;13:755–760.
  - https://doi.org/10.1007/s13762-015-0903-1
- Tripathy S.K., Jaiswal S., Rama Murthy Y., Nag S. Separation analysis of flotation to recover the carbon values from blast furnace gas cleaning plant sludge. *Metallurgical Research & Technology*. 2016;113(3):303. https://doi.org/10.1051/metal/2016011
- **19.** Jena M.K., Mahanta J., Mahapatra M.M., Baliarsingh M., Mishra S. Recovery of iron values from blast furnace gas cleaning process sludge by medium intensity magnetic separation method. In: *Recent Advances in Mechanical Engineering. Lecture Notes in Mechanical Engineering.* Pradhan P., Pattanayak B., Das H.C., Mahanta P. eds. Singapore: Springer; 2023:449–454.

https://doi.org/10.1007/978-981-16-9057-0\_48

- **20.** Das B., Prakash S., Reddy P.S.R., Biswal S.K., Misra V.N. Effective utilization of blast furnace flue dust of integrated steel plants. *The European Journal of Mineral Processing and Environmental Protection*. 2002;2(2):61–68.
- **21.** Yehia A., El-Rahiem F.H. Recovery and utilization of iron and carbon values from blast furnace flue dust. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy*. 2005;114(4):207–211. https://doi.org/10.1179/037195505X28519
- 22. Deng X., Huang R., Lv X., Yang J., Yang J. Separation and recovery of metallic zinc and iron concentrate from blast furnace dust by vacuum carbothermal reduction. *Process Safety* and Environmental Protection. 2022;162:746–751. https://doi.org/10.1016/j.psep.2022.04.050
- 23. Luo L., Zhang X., Wang H., Zheng B., Wei C. Comparing strategies for iron enrichment from Zn- and Pb-bearing refractory iron ore using reduction roasting-magnetic separation. *Powder Technology*. 2021;393:333–341. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.07.085
- 24. Xu X., Guo Z., Zhu D., Pan J., Yang C., Li S. Application of coal-based direct reduction-magnetic separation process for recycling of high-iron-content non-ferrous metallurgical wastes: Challenges and opportunities. *Process Safety and Environmental Protection*. 2024;183:59–76. https://doi.org/10.1016/j.psep.2023.12.057
- 25. Putz H., Brandenburg K. Match! Phase identification from powder diffraction, version 3.15, Crystal Impact, Bonn 2023. Available at URL: https://www.crystalimpact.de/match (Accessed 12.09.2024).
- **26.** Roine A. HSC Chemistry® software, version 9.9, Outotec, Pori, Finland 2019. Available at URL: https://www.outotec. com/HSC (Accessed 12.09.2024).
- 27. Sun Y., Zhu X., Han Y., Li Y. Green magnetization roasting technology for refractory iron ore using siderite as a reductant. *Journal of Cleaner Production*. 2019;206:40–50. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.09.113
- Li C., Sun H., Bai J., Li L. Innovative methodology for comprehensive utilization of iron ore tailings. Part 1. The recovery of iron from iron ore tailings using magnetic separation after magnetizing roasting. *Journal of Hazardous Materials*. 2010;174(1-3):71–77.

https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.09.018

#### Сведения об авторах

Павел Иванович Грудинский, младший научный сотрудник лаборатории проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0002-7358-150X

*E-mail:* pgrudinskiy@imet.ac.ru

Анфиса Александровна Юртаева, старший лаборант-исследователь лаборатории проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0009-0005-4449-2208 *E-mail:* anfisayurtaeva@mail.ru

Антон Иванович Волков, к.х.н., директор Научного центра комплексной переработки сырья им. Н.П. Лякишева, Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина ORCID: 0000-0003-1777-3889

*ORCID:* 0000-0003-1777-3889 *E-mail:* rhenium@list.ru

- 29. Zhao Q., Xue J., Chen W. A Novel self-magnetizing roasting process for recovering Fe from low-grade pyrite cinder and blast furnace sludge. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2019;72:2547–2556. https://doi.org/10.1007/s12666-019-01724-x
- Chen B., Yi X., Zhan W., Gao L., He Z., Zhang J. Pyrometallurgical recovery of zinc and valuable metals from hazardous blast furnace dust via self-reduction roasting: Phase transformations and morphological evolution. *Materials Today Sustainability*. 2023;24:100590. https://doi.org/10.1016/j.mtsust.2023.100590
- **31.** Филиппова Н.А. Фазовый анализ руд и продуктов их переработки. Москва: Химия; 1975:111.
- **32.** Roy S.K., Nayak D., Rath S.S. A review on the enrichment of iron values of low-grade Iron ore resources using reduction roasting-magnetic separation. *Powder Technology*. 2020;367:796–808.

https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.04.047

33. Ягупов А.В., Замыцкий В.С., Клыков Ю.Г., Замыцкий О.В. Повышение эффективности переработки руд. Горный информационно-аналитический бюллетень. 1997;(2):163–165.

Yagupov A.V., Zamytskii V.S., Klykov Yu.G., Zamytskii O.V. Increasing the efficiency of ore processing. *Gornyi informatsionno-analiticheskii byulleten*'. 1997;(2):163–165. (In Russ.).

- 34. Wang B., Feng Y., Li H., Ju J., Yang Y. Separation of iron and zinc values from blast furnace dust adopting reduction roasting-magnetic separation method by sawdust pyrolysis. *Mining, Metallurgy & Exploration.* 2023;40:1357–1368. https://doi.org/10.1007/s42461-023-00803-4
- **35.** Ju J., Feng Y., Li H., Zhang Q. Study of recycling blast furnace dust by magnetization roasting with straw charcoal as reductant. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*. 2022;58(3):149265.

https://doi.org/10.37190/ppmp/149265

36. Меденков С.А. Перспективное использование металлизированных окатышей в электрометаллургии. В кн.: Материалы 66-й научной конференции Наука ЮУрГУ. Секции технических наук. Челябинск: ИД ЮУрГУ; 2014:1404–1410.

#### Information about the Authors

Pavel I. Grudinsky, Junior Researcher of the Bardin Laboratory of Metallurgy of Complex Ores, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-7358-150X E-mail: pgrudinskiy@imet.ac.ru

Anfisa A. Yurtaeva, Senior Laboratory Research Assistant of the Bardin Laboratory of Metallurgy of Complex Ores, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0009-0005-4449-2208 E-mail: anfisayurtaeva@mail.ru

Anton I. Volkov, Cand. Sci. (Chem.), Director of N.P. Lyakishev Scientific Center of Complex Processing of Raw Materials, I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy ORCID: 0000-0003-1777-3889 E-mail: rhenium@list.ru Валерий Григорьевич Дюбанов, к.т.н., ведущий научный сотрудник лаборатории проблем металлургии комплексных руд им. академика И.П. Бардина, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0009-0001-5830-7799 *E-mail*: vdyubanov@imet.ac.ru Valerii G. Dyubanov, Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher of the Bardin Laboratory of Metallurgy of Complex Ores, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0009-0001-5830-7799 E-mail: vdyubanov@imet.ac.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
<b>П. И. Грудинский</b> – разработка концепции работы, написание текста статьи, выполнение термодинамических расчетов и лабораторных экспериментов, титриметрическое определение железа обработка и анализ результатов	<b>P. I. Grudinsky</b> – conceptualization, writing the text, conducting ther- modynamic calculations and laboratory experiments, titrimetric iron analysis, processing and analysis of the results.
<i>А.А. Юртаева</i> – выполнение лабораторных экспериментов, титриметрическое определение железа, редактирование текста статьи.	<i>A. A. Yurtaeva</i> – conducting laboratory experiments, titrimetric iron analysis, editing the text.
<i>А. И. Волков</i> – рентгенофлуоресцентный анализ, редактирование текста статьи.	<i>A. I. Volkov</i> – <i>X</i> -ray fluorescence analysis, editing the text.
<i>В.Г.Дюбанов</i> – научное руководство, редактирование текста статьи.	<i>V. G. Dyubanov</i> – scientific guidance, editing the text.
Поступила в редакцию 07.03.2024 После доработки 21.03.2023 Принята к публикации 23.08.2024	Received 07.03.2024 Revised 21.03.2023 Accepted 23.08.2024

## ЭКОЛОГИЯ И РАЦИОНАЛЬНОЕ ECOLOGY AND RATIONAL USE ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ OF NATURAL RESOURCES



удк 669.046:504.054 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-542-548



Оригинальная статья Original article

# Минералогический и гранулометрический составы почв, формирующихся на поверхности железорудных хвостохранилищ

# И. П. Беланов<sup>1</sup>, А. М. Шипилова<sup>2</sup>, О. П. Мезенцева<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт почвоведения и агрохимии Сибирского отделения РАН (Россия, 630099, Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 8/2)

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

#### 💌 asya\_nk77@mail.ru

Аннотация. Объектом исследования являются гидроотвалы складирования отходов первичного и вторичного обогащений железной руды (хвостохранилища). В ходе исследования получены данные минералогического состава образцов почвообразующей породы техногенных ландшафтов. Рассматриваемый показатель является одним из основных факторов почвообразования при изучении литологии на более низком иерархическом уровне. Минералогический состав оказывает влияние на содержание и соотношение в почвах элементов питания и токсикантов, процессы ионного обмена, устойчивость почв к деградации и общее плодородие почв. Он является матрицей формирования почв и регулирует трансформацию, миграцию и аккумуляцию в почве веществ, энергии и информации внешней среды и антропогенного воздействия. Гидроналивной способ складирования отходов оказывает влияние на пространственное распределение материала в хвостохранилищах. Прежде всего выделяется контрастное сложение по гранулометрическому составу из-за осаждения частиц в водных условиях под действием гравитационного поля. Скорость осаждения зависит от массы, размера, формы и плотности вещества частиц, вязкости и плотности среды, а также от ускорения, силы тяжести и действующих на частицы центробежных сил. Несмотря на значительное количество исследований по влиянию минералогического состава на развитие почв, данная проблема изучена недостаточно. Это определяет отсутствие общепринятых показателей скорости развития почв, формирующихся на техногенном минеральном субстрате, и степени накопления в таких почвах биофильных элементов.

Ключевые слова: минералогический состав, почвообразующие породы, хвостохранилище, почвы техногенных ландшафтов, гранулометрический состав

Для цитирования: Беланов И.П., Шипилова А.М., Мезенцева О.П. Минералогический и гранулометрический составы почв, формирующихся на поверхности железорудных хвостохранилищ. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):542–548. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-542-548

# MINERALOGICAL AND GRANULOMETRIC COMPOSITION OF SOILS FORMED ON THE SURFACE OF IRON ORE TAILINGS DUMPS

# I. P. Belanov<sup>1</sup>, A. M. Shipilova<sup>2</sup>, O. P. Mezentseva<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institute of Soil Science and Agrochemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (8/2 Akademika Lavrent'eva Ave., Novosibirsk 630099, Russian Federation)

<sup>2</sup> Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

#### 💌 asya\_nk77@mail.ru

*Abstract*. Hydraulic dumps for storing waste from primary and secondary iron ore processing (tailings dumps) were selected as objects for research. In the course of the study, data on the mineralogical composition of soil-forming rock samples of technogenic landscapes were obtained. This indicator is one of the main factors of soil formation when considering lithology at a lower hierarchical level. The mineralogical composition influences the content and ratio of nutrients and toxicants in soils, ion exchange processes, soil resistance to degradation and overall soil fertility. The mineralogical composition is the matrix of soil formation and regulates the transformation, migration and accumulation of matter, energy and information of the external environment and anthropogenic impact in the soil. The hydraulic filling method of waste storage has an impact on the spatial distribution of material in tailings dumps. First of all, a contrasting addition in terms of granulometric composition is distinguished due to the deposi-

tion of particles in aqueous conditions under the influence of a gravitational field. The deposition rate depends on the mass, size, shape and density of the particle substance, viscosity and density of the medium, as well as on acceleration, gravity and centrifugal forces acting on the particles. Despite a significant amount of research on the effect of mineralogical composition on soil development, this problem was not sufficiently studied. This determines the absence of generally accepted indicators of the development rate of soils formed on a man-made mineral substrate and the accumulation degree of biophilic elements in such soils.

Keywords: mineralogical composition, soil-forming rocks, tailings dump, soils of man-made landscapes, granulometric composition

For citation: Belanov I.P., Shipilova A.M., Mezentseva O.P. Mineralogical and granulometric composition of soils formed on the surface of iron ore tailings dumps. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):542–548. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-542-548

#### Введение

Кузбасс является одним из наиболее промышленно развитых регионов России. Высокая концентрация промышленных предприятий и нерациональное использование природных ресурсов привело к тому, что на месте когда-то плодородных земель сформированы техногенные ландшафты. На юге Кемеровской области – Кузбасса расположен АО «ЕВРАЗ Объединенный Западно-Сибирский металлургический комбинат» (ЕВРАЗ ЗСМК) – металлургический комбинат полного цикла, производящий металлопрокат для строительной, железнодорожной и других отраслей промышленности. Сырьем является железная руда, которая обогащается на Абагурской обогатительно-агломерационной фабрике (ранее на Мундыбашской обогатительной фабрике). В результате переработки руд образуются отходы (хвосты обогащения), которые складируются в хвостохранилища. Таким образом, на этой территории формируются техногенные ландшафты, на поверхности которых происходит формирование молодых почв.

Минералогический состав почв является одним из определяющих факторов, который оказывает непосредственное влияние на их физические и химические свойства, а также на протекающие в них процессы. Он является матрицей формирования свойств почв, регулирует трансформацию, миграцию и аккумуляцию веществ, энергии и информации внешней среды. В отличие от остальных факторов (климат, рельеф, растительность и др.), которые определяют механизм и темпы почвообразования, минеральный субстрат формирует вещественную основу, в массе которой возникает почвенный профиль [1; 2].

Изучение минералогического состава позволяет сформировать не только понимание свойств, но и понимание особенностей генезиса вновь формирующихся техногенных почв, так как он определяет предпосылки для вектора и интенсивности почвообразовательных процессов (гумусово-аккумулятивного, внутрипочвенного выветривания, лессиважа, оподзоливания, оглеения, буроземообразования и др.). Следовательно, требуются определение и учет минералогического состава при классификации почв [1; 3; 4].

Основной целью настоящей работы является исследование минералогического и гранулометрического составов пород в посттехногенный период хвостохранилищ первичного и вторичного обогащения железной руды, на поверхности которых в настоящее время протекает процесс формирования молодых почв (эмбриоземов).

#### Объекты и методы исследования

В качестве объектов исследования выступали хвостохранилища Мундыбашской (первичное) обогатительной (N53°13'28,90" Е86°16'04,01") и Абагурской (вторичное) обогатительно-агломерационной фабрик (N53°42'11,95" Е87°14'12,50").

Мундыбашская обогатительная фабрика (ОФ) была построена в 1931 – 1935 гг. для обогащения железной руды расположенного рядом Тельбесского рудника Кузнецкого металлургического комбината. Работа фабрики продолжалась до апреля 2015 г., после чего фабрика прекратила деятельность. Хвостохранилище предположительно не эксплуатируется с 2000 г.

Абагурская обогатительно-агломерационная фабрика перерабатывает первичные концентраты и получает вторичный концентрат. Потребителем продукции фабрики является EBPA3 3CMK. Производительность корпусов 1 и 2 по промпродукту составляет 3,560 млн т в год, по концентрату – 2,780 млн т (с рудников Горной Шории и Абаканского рудника). Производительность корпуса 3 по промпродукту – 2,858 млн т в год, по концентрату – 1,960 млн т (с Тейского рудника и 10 % с рудников Горной Шории). Исследуемое хвостохранилище не эксплуатируется с 2001 г.

На каждом из исследуемых хвостохранилищ железной руды выделяли четыре концентрические зоны, отличающиеся по степени дисперсности материала седиментации (приустьевая, основная, приядерная и ядерная). Верхняя часть седиментационного бассейна (приустьевая зона) характеризуется легким механическим составом и обладает высокой дренирующей способностью. Основная зона, сформированная частицами средней дисперсности, занимает большую часть территории гидроотвала. Аккумулятивным центром водосборной чаши (прудка) являются приядерная и ядерная зоны, характеризующиеся тиксотропным состоянием или покрыты водой. В каждой из зон отбирали образцы в слое 0 – 40 см ввиду того, что рассматриваемый слой потенциально может выступать слоем аккумуляции 90 % корневой массы.

Минералогический и петрографический составы проб из различных зон седиментации гидроотвалов изучали с помощью стереоскопического микроскопа МБС-10 (увеличение 8 – 16 крат) в отраженном свете. Проводили изучение внешних (макроскопических) признаков и физических свойств. В некоторых случаях применяли простейшие микрохимические капельные реакции, реакции в порошках [5; 6].

Гранулометрический состав как один из важных показателей почв, от которого зависят многие аспекты существования и функционирования почвы, анализировали по Качинскому пирофосфатным методом пробоподготовки. При анализе отбирали фракции физического песка и физической глины размером более 0,01 (до 1 мм) и менее 0,01 мм.

#### Результаты исследования

Гидроналивной способ складирования отходов обогащения руд оказывает влияние на пространственное распределение материала в хвостохранилищах. Прежде всего выделяется контрастное сложение по гранулометрическому составу из-за осаждения частиц в водных условиях под действием гравитационного поля. Скорость осаждения зависит от массы, размера, формы и плотности вещества частиц, вязкости и плотности среды, а также от ускорения, силы тяжести и действующих на частицы центробежных сил.

Для всех зон седиментации характерна пространственная неоднородность гранулометрического состава: увеличение содержания физической глины и снижение фракций песка от приустьевой зоны к ядерной (см. таблицу). Все образцы были представлены мелкоземом, фракция более 1 мм отсутствовала. Перераспределение фракций физической глины в зонах седиментации на всех объектах исследования носит схожий характер, по количеству от общего ее содержания в каждой из зон выстраивается следующий ряд: пыль мелкая (около 50 %) – пыль средняя (около 30 %) – ил (около 20 %). Перераспределение фракций, входящих в группу физического песка, на всех исследуемых объектах неоднородно и зависело от вида разрушаемых горных пород.

Приустьевая зона, расположенная по внешнему периметру гидроотвалов, характеризуется песчаным (Мундыбашская ОФ) или супесчаным (Абагурская аглофабрика) гранулометрическим составом. В рассматриваемой зоне на всех объектах наблюдения замедленное почвообразование, поэтому основу почвенного покрова составляют инициальные эмбриоземы. Растительный покров полностью отсутствует или представлен единичными экземплярами рудеральной растительности ксерофитной экогруппы. В составе физического песка гидроотвала ОФ «Мундыбашская» чуть менее 50 % приходится на фракцию мелкого песка, а оставшаяся часть равными долями разделяется на крупный-средний песок и крупную пыль. Похожая закономерность распределения по фракциям физического песка прослеживается на гидроотвале Абагурской аглофабрики. В целом стоит отметить, что на поверхности гидроотвалов в этой зоне отмечается наивысшая степень проявления дефляционных и эрозионных процессов.

#### Гранулометрический состав шламов хвостохранилищ

#### Granulometric composition of sludge from tailings dumps

			Кол	ичество	частиц	, %, диа	метром	, MM	
Зона седимен- тации	Преобладающий н-тип почвы		0,25 - 0,05	0,05 - 0,01	0,01 - 0,005	0,005 - 0,001	0,001 - 0,0001	Физ. глина менее 0,01	Физ. песок менее 0,01
Гидроотвал Мундыбашской обогатительной фабрики									
IV	Э. инициальный	23,31	42,35	24,77	3,41	4,63	1,52	9,6	90,4
III	Э. органо-аккумулятивный	0,42	6,60	65,52	10,15	13,32	3,99	27,5	72,5
III	Э. дерновый	3,94	19,67	36,42	14,55	20,20	5,21	40,0	60,0
Ι	Э. грубогумусово-аккумулятивный глеевый	0,49	0	43,04	21,10	28,03	7,34	56,5	43,5
	Гидроотвал Абагурской	і́ агломе	рацион	ной фаб	рики				
IV	Э. инициальный	22,67	33,41	19,61	8,96	12,44	2,91	24,3	75,7
III	Э. органо-аккумулятивный	28,91	16,40	26,03	9,11	14,23	5,32	28,7	71,3
III	Э. органо-аккумулятивный глеевый	4,10	0	25,54	28,42	34,65	7,30	70,4	29,6
Ι	Э. органо-аккумулятивный глеевый	0,96	0	26,05	27,35	36,94	8,71	73,0	27,0
Прим	и е ч а н и е. Э. – эмбриозем; <i>I</i> – ядерная; <i>II</i> – п	риядерн	ая; <i>III</i> –	основн	ая; <i>IV</i> –	приусть	евая.		

Минералогический состав представлен как первичными, так и вторичными минералами. Минеральный состав Мундыбашской ОФ характеризуется наличием обломков магнетита размером менее 0,5 мм (около 10%), реже до 1,5 мм; единичным вкраплением молибденита; множеством кристаллов кальцита, в том числе обломков мрамора размерами от 1,5 до 2,0 мм и мельче; серпентина (размер обломков от 1,5 до 2,0 мм) около 10-15 %; единичными чешуйками талька; пироксенов менее 5 % и единично кварца. Для Абагурской аглофабрики характерно наличие магнетитовой пыли (около 5-10%); единично железного шлака и халькопирита; единично пирита; кальцита (кристаллы) и доминирование обломков мрамора; кварца около 10 %; мусковита около 20 %; пироксенов около 1 - 3 %; единичное содержание амфиболы и гипса (селенита). Для хвостохранилищ в рассматриваемой зоне седиментации характерно наличие вторичных минералов, таких как гетит и гематит, которые встречаются единично.

По результатам наблюдений в основной зоне седиментации двух хвостохранилищ сформировались органо-аккумулятивные эмбриоземы [7; 8]. На поверхности присутствует рудеральная растительность ксерофитной экогруппы, общее проективное покрытие не превышает 2 – 5 %. Общее содержание физического песка для этой зоны составляет 71 – 90 %, при этом гранулометрический состав гидроотвалов соответствует легкому суглинку. Несмотря на это, на каждом из объектов перераспределение фракций песка не идентично: преобладающей группой на хвостохранилище Мундыбашской ОФ является 0,05 - 0,01 мм (примерно 90 %), Абагурской аглофабрики – 1,00 – 0,25 мм (примерно 39 %) и 0,05 – 0,01 мм (примерно 36 %). На поверхности развиты процессы эрозии, присутствуют промоины глубиной от 15 до 40 см, выражены следы дефляционных процессов.

Минералогический состав зоны Мундыбашской ОФ представлен обломками менее 0,5 мм (около 10 %) магнетита и железного шлака; доминированием кристаллов кальцита, обломков мрамора размером менее 0,5 мм (изредка 1,0-1,5 мм); обломками менее 0,5 мм (редко 1,0-1,5 мм) серпентина (около 5 %); единичными чешуйками талька и кварца; обломками пироксенов размером 1,0-1,5 мм и мельче (около 1-5 %). Из вторичных минералов присутствует единично гетит. Минералогический состав в основной зоне хвостохранилища идентичен приустьевой зоне, однако размеры обломков менее 0,5-1,0 мм; в пылеватой фракции: магнетит (около 5-10%), доминируют кальцит, кварц и мусковит, пироксены, вторичные минералы отсутствуют.

Приядерная зона выступает в качестве ярко-выраженной переходной границы по преобладанию или значительному увеличению физической глины в гранулометрическом составе. Такое увеличение обусловлено особенностями намыва гидроотвала и седиментации частиц породы, а также приносом фракции мелкой пыли в результате развития эрозионных процессов в момент выпадения дождей. Утяжеление гранулометрического состава от среднего суглинка до средней глины (см. таблицу) приводит к формированию на поверхности гидроотвалов дернового и органоаккумулятивного или органо-аккумулятивного глеевого (со следами оксидов железа из-за сезонного застоя влаги) эмбриоземов. В результате этого наблюдается разница в сформировавшихся экогруппах рудеральной растительности. В основной зоне преобладают мезоксерофитная или ксеромезофитная группы с площадью проективного покрытия до 10 %, на гидроотвале Мундыбашской ОФ – до 50 %.

Минералогический состав хвостохранилища ОФ представлен частицами менее 0,5 мм железного шлака и магнетита (около 10 %); обломками угля и шлака; кристаллами кальцита и обломками мрамора размером 1,0 – 0,5 мм и мельче (около 3 %); единично кварца и чешуйками талька; фрагментами современной растительности (много); вторичные минералы отсутствуют. Минералогический состав приядерной зоны хвостохранилища аглофабрики идентичен составу приустьевой зоны, однако имеет ряд некоторых особенностей: размеры обломков минералов менее 0,5 – 1,0 мм; количество магнетитовой пыли около 5 – 10 %; доминирование кварца и кальцита; содержание пирита около 0,5 %; вторичные минералы отсутствуют.

На каждом из исследуемых объектов ядерная зона является конечной зоной аккумуляции глинистых частиц. В проанализированных образцах содержание физической глины изменяется от 56 до 73 %. При этом соотношение фракций, относящихся к физической глине, остается условно неизменным, хотя можно предположить перераспределение долей в пользу более тонких частиц. В составе физического песка отсутствует фракция крупного-среднего и мелкого песка (1,00 - 0,05 мм), вся доля приходится на крупную пыль (0,05-0,01 мм). Тяжелый гранулометрический состав приводит к затруднению фильтрации и длительному застою талых снеговых и дождевых вод. На поверхности ядерной зоны в настоящий момент диагностировано два типа глеевых эмбриоземов (см. таблицу). Различие в формировании эмбриозема на том или ином объекте обусловлено длительностью посттехногенного периода, литогенными свойствами пород и продуктивностью растительных сообществ [9; 10]. Сформировавшиеся фитоценозы относятся к ксеромезофитной/мезофитной экогруппе, встречаются гигрофиты (камыш, осока и другие), но в период засухи (дефицита влаги) такие растения погибают или находятся в угнетенном состоянии.

Минералогический состав ядерной зоны хвостохранилища первичного обогащения представлен частицами железного шлака и магнетита размерами менее 0,01 мм (около 1-3%); неопределимыми минеральными частицами размером менее 0,01 мм, а также современными растительными фрагментами (около 15 %); вторичные минералы отсутствуют. Минералогический состав приядерной зоны хвостохранилища, сформированного при вторичном обогащении, характеризуется таким же составом, как и предыдущие, доминирующие по рельефу зоны. Тем не менее имеются свои особенности: преобладание обломков минералов размером менее 0,5 - 1,0 мм, наличие магнетитовой пыли около 5 - 10 % и доминирование кальцита и кварца; вторичные минералы отсутствуют, как и в предыдущих двух зонах седиментации.

#### Обсуждение полученных материалов

Несмотря на значительное количество исследований по влиянию минералогического состава на развитие почв, формирующихся на поверхностях хвостохранилищ железных руд, рассматриваемая проблема изучена недостаточно [11 – 14]. Это определяет отсутствие общепринятых показателей скорости развития почв, формирующихся на техногенном минеральном субстрате, и степени накопления в таких почвах биофильных элементов.

Наиболее распространенными первичными минералами, преобладающими в крупных фракциях естественных почв, являются кварц, кальцит, слюды. При этом стоит отметить, что такой набор минералов является индикатором благоприятного процесса почвообразования на поверхности техногенных ландшафтов [15-17]. От первичных минералов зависят физические свойства почв, они уже являются резервным источником зольных элементов питания растений, в результате их видоизменения образуются вторичные минералы (минералы простых солей, минералы оксидов и гидроксидов, глинистые минералы). Минералы простых солей (кальцит, магнезит, доломит, гипс и др.) определяют качественный и количественный составы засоления почв. Минералы оксидов и гидроксидов благодаря своей огромной поверхности поглощают много фосфора, делают его малодоступным растениям. Глинистые минералы (монтмориллонит, каолинит) и гидрослюды, преобладающие в тонкодисперсных фракциях, в сочетании с гумусовыми кислотами способствуют улучшению водно-физических свойств почв, являются источниками элементов минерального питания для растений, обусловливают поглотительную способность почв [8].

Важнейшим индикатором педогенных преобразований почв техногенных ландшафтов является кальцит [18; 19]. Наличие карбонатов по профилю хорошо отображает трансформацию исходного субстрата в процессе почвообразования. Наиболее высокие содержания кальцита наблюдаются в приустьевой, основной и приядерной зонах Мундыбашского хвостохранилища. Количество и разнообразие форм выделения кальцита достаточно хорошо отражает интенсивность процессов почвообразования и трансформации исходного субстрата. Содержание кальцита обусловлено, с одной стороны, более благоприятными гидрологическими условиями (промывной водный режим), а с другой – вероятно, продолжительным временем почвообразования на участках ввиду того, что ядерная зона подвержена периодическому затоплению.

Наличие вторичных минералов (гетита), сформировавшегося в результате окисления пироксена и гематита (дегидратации гетита в приустьевой и основной зонах хвостохранилищ), свидетельствует об интенсивности и скорости процессов выветривания. Можно предположить, что почти все содержащие железо минералы после изменения в результате воздействия воды и гумусовых кислот преобразуются в лимонит. Кроме того, выветривание оксидов железа (магнетит, гематит, гетит), встречающихся в минеральном составе рассматриваемых хвостохранилищ, может приводить к выделению железа в поровые воды и осаждению в виде ферригидрита [20 – 22], а также к образованию в воде и осаждении в водоносных породах гидроксида железа. Ферригидрит в дальнейшем трансформируется в гематит, также может образовываться и гетит. Тип конечного минерала зависит от физических и химических факторов в процессе функционирования гидроотвалов из отходов обогащения железных руд (температуры, величины pH, концентрации Fe(III) в растворе, природы и количества сопутствующих анионов). Доля гематита достигает максимума в слабощелочной среде, а минимума – в умеренно кислой. Рост температуры и снижение влажности приводят к более быстрой трансформации ферригидрита и увеличению отношения гематит: гетит [22]. При контакте с водой, содержащей сульфиды, происходит образование гидросульфида железа, который, в свою очередь, может адсорбироваться на поверхности частиц минеральных зерен и превращаться в оксиды железа, причем в более сложных процессах может участвовать и оксид железа FeO<sub>2</sub>.

По своей сути минеральный скелет почв, состоящий в основном из кварца, кальцита и железистых первичных и вторичных минералов, является основой, внутри которой протекает основная часть химических, физикохимических и биохимических процессов, составляющих сущность почвообразования на поверхности исследуемых хвостохранилищ. Почвообразование как форма биологического выветривания приводит к трансформации в гранулометрическом составе, а периодическое промачивание – к перераспределению и изменению соотношения фракций. Так, например, зимнее промачивание в серых лесных почвах приводит к усреднению фракций до 0,01 мм и повышает подвижность ила, что усиливает преобразование почвообразующих пород [23].

Более интенсивный почвообразовательный процесс в настоящее время наблюдается на поверхности минерального субстрата гидроотвала Мундыбашской обогатительной фабрики. Так, за прагматически приемлемый период там сформировались грубогумусовые-аккумулятивные и дерновые эмбриоземы. Это обусловлено более сбалансированным гранулометрическим составом пород, состоящим не более чем на 60 % из физической глины, непрепятствующей сезонному промачиванию корнеобитаемой толщи и фильтрации избытка влаги в нижележащие горизонты. При превышении содержания физической глины более чем на 60 % как в приядерной, так и ядерной зонах гидроотвала Абагурской аглофабрики наблюдается процесс формирования водоупорного слоя практически на поверхности минеральной части (в слое 10-30 см), что приводит к застою влаги, особенно в весенний и осенний периоды. Это явление приводит к замедлению процессов почвообразования на поверхности хвостохранилищ. Так, на рассматриваемых территориях за длительный период времени сформировались лишь органо-аккумулятивные эмбриоземы, что говорит о неудовлетворительном почвенно-экологическом состоянии при застойном водном режиме.

#### Выводы

Минеральные преобразования динамичны в почвах техногенных ландшафтов, сформированных из отходов первичного и вторичного обогащений руд черных металлов. Минеральная часть почвообразующей породы, сформированной отходами первичного обогащения, представлена в основном магнетитом, кальцитом, кварцем и чешуйками талька и незначительно изменяется от одной зоны седиментации частиц к другой. В хвостохранилище вторичного обогащения минеральная часть более однородна от зоны к зоне и состоит в основном из мусковита, кварца, кальцита и магнетитовой пыли. Для основной и приустьвой зон седиментации обоих хвостохранилищ характерно формирование вторичных минералов (гетит и гематит). Предположительно образование гематита происходит в результате дегидратации гидроксидов железа. Гематит образуется через фазу ферригидрита – путь, характерный для почв (особенно в гумидных регионах), а при определенных гидротермических условиях может формироваться гетит.

Даже при благоприятном минералогическом составе почвообразующих пород отмечается замедление почвообразовательного процесса вследствие особенностей гранулометрического состава хвостохранилищ железных руд. При содержании физической глины в породах более 60 % за прагматически приемлемый срок (не менее 20 лет) на поверхности формируются лишь органо-аккумулятивные эмбриоземы.

#### Список литературы / References

1. Соколов И.А. Теоретическая проблема генетического почвоведения. Новосибирск: Наука; 2004:288.

- Фридланд В.М. Основные принципы и элементы базовой классификации почв и программа работ по ее созданию. Москва: Почв. ин-т им. В.В. Докучаева; 1982:150.
- Vassilev S.V., Vassileva C.G. Mineralogy of combustion wastes from coal-fired power station. *Fuel Processing Technology*. 1996;47(3):261–280. https://doi.org/10.1016/0378-3820(96)01016-8
- **4.** Долинский В.А. Фабрики для обогащения железных руд. Новокузнецк: ИЦ СибГИУ; 2007:144.
- 5. Сазонов А.М. Оптическое определение породообразующих минералов. Красноярск: СФУ; 2017:100.
- 6. Gromoglasov A.A., Kopylov A.F., Pilschikov A.P. Water Preparation: Processes and Devices. Moscow: Energoatomizdat; 1990:99.
- Подземные органы растений в травяных экосистемах / А.А. Титлянова, Н.П. Косых, Н.П. Миронычева-Токарева, И.П. Романова. Новосибирск: Наука; 1996:125.
- Скрябина О.А. Минералогический состав почв и почвообразующих пород. Пермь: ФГОУ ВПО «Пермская ГСХА»; 2010:120.
- Андроханов В.А., Куляпина В.Д., Курачев В.М. Почвы техногенных ландшафтов: генезис и эволюция. Новосибирск: Изд-во СО РАН; 2004:50–51.
- Carras J.N., Day S.J., Saghafi A., Williams D.J. Greenhouse gas emissions from low-temperature oxidation and spontaneous combustion at open-cut coal mines in Australia. *International Journal of Coal Geology*. 2009;78(2):161–168. http://dx.doi.org/10.1016/j.coal.2008.12.001
- 11. Deng Y., Flury M., Harsh J.B., Felmy A.R., Qafoku O. Cancrinite and sodalite formation in the presence of cesium, potassium, magnesium, calcium and strontium in Hanford tank waste simulants. *Applied Geochemistry*. 2006; 21(12):2049–2063.

http://dx.doi.org/10.1016/j.apgeochem.2006.06.019

- Ram L.C., Tripathi P.S.M., Mishra S.P. Mossbauer spectroscopic studies on the transformations of iron-bearing minerals during combustion of coals: Correlation with fouling and slagging. *Fuel Processing Technology*. 1995;42(1):47–60. https://doi.org/10.1016/0378-3820(94)00111-6
- **13.** Reed S.J.B. Electron Microscope Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology. Cambridge University Press; 2005:206.
- **14.** Манаков Ю.А. Нарушенные земли Кузбасса. Путь решения проблемы фонд рекультивации. *Промышленная экология*. 2008;(4):29 34.

Manakov Yu.A. The disturbed lands of Kuzbass. The way to solve the problem is the reclamation fund. *Promyshlennaya ekologiya*. 2008;(4):29–34. (In Russ.).

 Новоселов А.А. Индикаторы почвообразования на техногенных субстратах золоотвалов. Российский журнал прикладной экологии. 2019;(3(19)):46–50.

Novoselov A.A. Indicators of soil formation on technogenic substrates of ash dumps. *Rossiiskii zhurnal prikladnoi ekologii*. 2019;(3(19)):46–50. (In Russ.).

16. Querol X., Izquierdo M., Monfort E., Alvarez E., Font O., Moreno T., Alastuey A., Zhuang X., Lud W., Wang Y. Environmental characterization of burnt coal gangue banks at Yangquan, Shanxi Province, China. *International Journal of Coal Geology*. 2008;75(2):93–104. https://doi.org/10.1016/j.coal.2008.04.003

- Finkelman R.B. Potential health impacts of burning coal beds and waste banks. *International Journal of Coal Geology*. 2004;59(1-2):19–24. https://doi.org/10.1016/j.coal.2003.11.002
- Uzarowicz Ł., Skiba S. Technogenic soils developed on mine spoils containing iron sulphides: Mineral transformations as an indicator of pedogenesis. *Geoderma*. 2011;163(1-2):95–108. http://dx.doi.org/10.1016/j.geoderma.2011.04.008
- Uzarowicz Ł., Skiba S., Leue M., Zagórski Z., Gąsiński A. Technogenic soils (Technosols) developed from fly ash and bottom ash from thermal power stations combusting bituminous coal and lignite. Part II. Mineral transformations and soil evolution. *Catena*. 2018:62(1):255–259. http://dx.doi.org/10.1016/j.catena.2017.11.005
- **20.** Warren C.J., Dudas M.J. Formation of secondary minerals in artificially weathered fly ash. *Journal of Environmental Quality*. 1985;14(3):405–410.

https://doi.org/10.2134/JEQ1985.00472425001400030019X

- 21. Zevenbergen C., Bradley J.P., Van Reeuwijk L.P., Shyam A.K., Hjelmar O., Comans R.N.J. Clay formation and metal fixation during weathering of coal fly ash. *Environmental Monitoring and Assessment*. 1999;33(19):3405–3409. http://dx.doi.org/10.1021/es9900151
- **22.** Водяницкий Ю.Н. Соединения железа и их роль в охране почв. Москва: Почв. ин-т им. В.В. Докучаева; 2010:155.
- Дюкарев А.Г. Ландшафтно-динамические аспекты таежного почвообразования в Западной Сибири. Томск: Издво Научно-технической литературы; 2005:283.

## Сведения об авторах / Information about the Authors

Иван Петрович Беланов, к.б.н., старший научный сотрудник Лаборатории рекультивации почв, Институт почвоведения и агрохимии Сибирского отделения РАН *E-mail:* bel ivan@rambler.ru

Ася Максимовна Шипилова, к.с-х.н., доцент кафедры геологии, геодезии и безопасности жизнедеятельности, Сибирский государственный индустриальный университет *E-mail:* asya\_nk77@mail.ru

Ольга Петровна Мезенцева, к.г.-м.н., доцент кафедры геологии, геодезии и безопасности жизнедеятельности, Сибирский государственный индустриальный университет *E-mail:* mesentsevaop@yandex.ru Ivan P. Belanov, Cand. Sci. (Biological)., Senior Researcher of the Laboratory of Soil Reclamation, Institute of Soil Science and Agrochemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences *E-mail*: bel\_ivan@rambler.ru

Asya M. Shipilova, Cand. Sci. (Agricultural)., Assist. Prof. of the Chair of Geology, Geodesy and Life Safety, Siberian State Industrial University

E-mail: asya\_nk77@mail.ru

Accepted 21.08.2024

*Ol'ga P. Mezentseva*, *Cand. Sci. (Geol.-Mineralogical), Assist. Prof. of the Chair of Geology, Geodesy and Life Safety,* Siberian State Industrial University

E-mail: mesentsevaop@yandex.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>И. П. Беланов</i> – отбор проб, написание статьи. <i>А. М. Шипилова</i> – обработка и анализ проб. <i>О. П. Мезенцева</i> – обработка и анализ проб.	<ul> <li><i>I. P. Belanov</i> – sampling, writing the text.</li> <li><i>A. M. Shipilova</i> – sample processing and analysis.</li> <li><i>O. P. Mezentseva</i> – sample processing and analysis.</li> </ul>
Поступила в редакцию 30.10.2023 После доработки 01.07.2024	Received 30.10.2023 Revised 01.07.2024

Принята к публикации 21.08.2024

## МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



**УДК** 669.18 **DOI** 10.17073/0368-0797-2024-5-549-555



Оригинальная статья Original article

# ФОРМИРОВАНИЕ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ 08X18H10T

# А. Ю. Ем<sup>1</sup><sup>©</sup>, О. А. Комолова<sup>1, 2</sup>, К. В. Григорович<sup>1, 2</sup>, С. Б. Румянцева<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 49) <sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

#### 💌 tony.yem1994@gmail.com

Аннотация. Коррозионностойкие стали востребованы в современном мире из-за их высоких эксплуатационных свойств и широкого спектра применения. К таким областям применения относятся кухонная утварь, мебель, медицинское оборудование, ядерные реакторы, космические аппараты и т. д. Кислород в стали, особенно в коррозионностойкой, является одним из самых вредных элементов. Оксидные включения нарушают гомогенность металла, отрицательно влияют на пластичность, вязкость разрушения, усталостную прочность и коррозионную стойкость стали. В коррозионностойких сталях неметаллические включения (НВ) приводят к образованию дефектов в холоднокатаном листе. Включения алюминатов также приводят к засорению сталеразливочного оборудования. В работе выполнен анализ технологии производства коррозионностойкой стали 08X8H10T с целью определения причин образования HB, влияющих на разливаемость стали и ее качество. В ходе исследований определено содержание общего кислорода и азота, а также кислорода, связанного в различные НВ на стадиях ковшевой обработки и непрерывной разливки стали. После введения в расплав титановой проволоки общее содержание азота снижается за счет образования и последующего удаления нитридов титана. При этом увеличивается содержание оксидов титана в расплаве. Показано, что причинами засорения сталеразливочных стаканов при непрерывной разливке являются комплексные НВ на основе оксидов титана, которые осаждались на внутренней поверхности разливочного стакана-дозатора. В работе даны рекомендации по корректировке технологии выплавки стали в ДСП и ковшевой обработки. По результатам электронно-микроскопического анализа установлено, что перемешивание рафинирующего жидкоподвижного шлака в агрегатах ковшевой обработки стали способствовало ассимиляции НВ шлаком и уменьшению их размеров в металле. После внедрения корректирующих рекомендаций засорения сталеразливочных стаканов при непрерывной разливке не наблюдалось.

Ключевые слова: коррозионностойкая сталь, фракционный газовый анализ, оксидные неметаллические включения, качество стали

Для цитирования: Ем А.Ю., Комолова О.А., Григорович К.В., Румянцева С.Б. Формирование неметаллических включений при производстве коррозионностойкой стали 08X18H10T. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):549–555. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-549-555

# FORMATION OF NON-METALLIC INCLUSIONS IN PRODUCTION OF 08KH18N10T CORROSION-RESISTANT STEEL

# A. Yu. Em<sup>1</sup>, O. A. Komolova<sup>1, 2</sup>, K. V. Grigorovich<sup>1, 2</sup>, S. B. Rumyantseva<sup>1</sup>

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

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

#### 💌 tony.yem1994@gmail.com

*Abstract.* Corrosion-resistant steels are in demand in the modern world due to their high performance properties and a wide range of applications. Such areas of application include kitchenware, furniture, medical equipment, nuclear reactors, spacecraft, etc. Oxygen in steel, especially in corrosion-resistant steel, is one of the most harmful elements. Oxide inclusions disrupt the homogeneity of the metal, negatively affect the ductility, fracture toughness, fatigue strength and corrosion resistance of steel. In corrosion-resistant steels, non-metallic inclusions (NI) lead to the formation of defects in cold-rolled sheets. Aluminate inclusions also lead to clogging of steel-casting equipment. An analysis of the production technology of corrosion-resistant steel 08Kh8N10T was carried out in order to determine the causes of NI formation that affect the pourability of steel and its quality. The studies determined the content of total oxygen and nitrogen, as well as oxygen bound in various non-metallic inclusions at the stages of ladle processing and continuous steel casting. It was shown that after the introduction of titanium wire into the melt, the total nitrogen content decreases due to the formation and subsequent removal of titanium nitrides. At the same time, the content of titanium oxides in the melt increases. It was shown that the causes of clogging of steel-pouring nozzles during continuous casting are complex non-metallic inclusions based on titanium

oxides, which were deposited on the inner surface of the pouring nozzle-doser. Recommendations were made to adjust the technology of steel melting in EAF and ladle processing. Based on the results of electron microscopic analysis, it was established that mixing of refining liquid-mobile slag in ladle steel processing units contributed to the assimilation of non-metallic inclusions by slag and a decrease in their sizes in the metal. After the implementation of the corrective recommendations, clogging of steel-pouring nozzles during continuous casting was not observed.

Keywords: corrosion-resistant steel, fractional gas analysis, non-metallic oxide inclusions, steel quality

For citation: Em A.Yu., Komolova O.A., Grigorovich K.V., Rumyantseva S.B. Formation of non-metallic inclusions in production of 08Kh18N10T corrosion-resistant steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):549–555. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-549-555

#### Введение

В 2023 г. общий объем производства стали в мире составил 1,489 млрд т, при этом на долю коррозионностойких марок сталей приходилось около 60 млн т. Коррозионностойкие стали играют одну из ключевых ролей в промышленности из-за их высоких эксплуатационных свойств и различных областей применения [1 – 3].

В период с 2015 по 2019 гг. производство коррозионностойкой стали непрерывно увеличивалось. Снижение производства в 2020 г. объясняется пандемией коронавируса в первой половине 2020 г., так как во многих странах был объявлен локдаун. Однако после восстановления мировой экономики в 2021 г. мировое производство коррозионностойкой стали выросло на 11,6 % по отношению к 2020 г., что позволило не только вернуться к самым высоким показателям (52,2 млн т за 2019 г.), но и увеличить их до отметки 56,8 млн т в год [4].

Производство коррозионностойкой стали в России в период с 2015 по 2023 гг. непрерывно возрастало и достигло отметки 278,2 тыс. т в год. В то же время потребление коррозионностойкой стали в России практически в 2,5 раза превышало производство. Вопрос об увеличение объема производства коррозионностойкой стали в России является весьма актуальным [4].

При выплавке коррозионностойкой стали марки 08X18H10T производители сталкиваются с такими проблемами, как зарастание сталеразливочных стакановдозаторов, низкий выход годного, а также образование дефектов поверхности [5-8]. Содержание кислорода в стали и, особенно, в коррозионностойкой, является одним из главных показателей качества готового продукта [9-11]. Растворенный кислород в металле взаимодействует с раскислителями и образует неметаллические включения (HB). Неметаллические включения нарушают целостность металла, неблагоприятно влияют на пластичность, ударную вязкость, усталостную прочность и коррозионную стойкость стали [12-14]. В коррозионностойких сталях НВ являются причиной образования дефектов в виде «задиров» в холоднокатаном листе, включения Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> приводят также к «зарастанию» сталеразливочной оснастки в процессе разливки [15 – 17].

Глубокие поверхностные дефекты в стали формируются из-за высокого содержания НВ, таких как оксиды хрома, марганца, кремния, алюминия, титана, а также нитридов титана. В работах [11 – 12] авторы утверждают, что глубокие поверхностные дефекты появляются за счет попадания грубых шлаковых корок, находящихся в кристаллизаторе, в металл. Причиной образования грубых шлакометаллических корок являются оксиды и нитриды титана. Они образуются в результате взаимодействия растворенных в металле кислорода и азота с титаном, который является легирующим элементом [18].

В работе проведен анализ технологии выплавки, ковшевой обработки и разливки коррозионностойкой стали 08X18H10T с целью выявления факторов, оказывающих неблагоприятное влияние на качество стали и образование HB.

#### Материалы и методы исследования

Для определения причин загрязнения коррозионностойкой стали 08Х18Н10Т различными НВ был выполнен анализ информации из паспортов промышленных плавок и производственных данных, отобраны пробы металла по всей технологической цепочке ковшевой обработки стали и проведены их исследования. Контроль изменения содержания основных типов оксидных НВ в пробах металла, отобранных на всех этапах ковшевой обработки, разливки и от непрерывнолитой заготовки (НЛЗ) осуществляли методом фракционного газового анализа (ФГА). Исследование проводили на газоанализаторе LECO TC600 с использованием оригинального программного обеспечения OxSeP Pro. Фракционный газовый анализ представляет собой модификацию метода восстановительного плавления исследуемого образца в графитовом тигле в токе несущего газа при заданной линейной скорости нагрева [19-21].

Для определения морфологии и химического состава основных типов HB, встречающихся в отобранных пробах металла, использовали растровый электронный микроскоп с рентгеновским микроанализом Jeol JXA-iSP100 EPMA, оснащенный энерго- и волновыми дисперсионными спектрометрами.

#### Результаты работы и их обсуждение

В ходе проведения работы были проанализированы пробы металла, отобранные по всей технологической цепочке производства для двух плавок коррозионностойкой стали 08Х18Н10Т:

**IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2024;67(5):549–555.** *Em A.Yu., Komolova O.A., etc.* Formation of non-metallic inclusions in production of 08Kh18N10T corrosion-resistant steel



 – плавка 1 до изменения технологических параметров производства стали;

плавка 2 после проведения корректирующих действий.

На рис. 1 показаны результаты определения содержания общего кислорода и азота (правая вертикальная ось) и кислорода, содержащегося в различных типах оксидных НВ (левая вертикальная ось) в отобранных пробах металла.

В процессе разливки стали на плавке l наблюдали зарастание сталеразливочных стаканов. Исследование методом ФГА образцов, отобранных от нароста на сталеразливочном стакане (рис. 2), показало высокие содержания общего кислорода и азота, а также алюмо-



Рис. 2. Результаты ФІ А образцов проб металла, отобранных от нароста в сталеразливочном стакане: — оксиды титана; — алюминаты; — – шпинели; 1 – общий О; 2 – общий N

Fig. 2. FGA results of metal samples taken from the clogging in pouring nozzle:
− titanium oxides; – aluminates; – spinels; *l* - total O; 2 - total N силикатов кальция и шпинелей, оксидов титана, модифицированных кальцием и магнием.

На технологическом этапе агрегат ковш-печь (АКП) 4 – вакуумный дегазатор (ВД) 2 плавки *l* наблюдали уменьшение общего содержания кислорода и азота в расплаве и увеличение содержания оксидов титана. В пробе ВД 3 плавки *l* были обнаружены оксиды хрома, оксиды титана, а также алюминаты.

В пробах металла, отобранных из промежуточного ковша машины непрерывной разливки стали (МНРС) 1 плавки 1, были обнаружены в основном оксиды титана. Нужно отметить, что содержание азота в пробе, отобранной с установки непрерывной разливки стали (УНРС) 1 плавки 1 увеличивалось на 20 ррт по сравнению с содержанием азота в пробе металла, отобранной на вакууматоре (проба ВД 3 плавки 1). При этом содержание общего кислорода уменьшалось с 60 ррт (проба ВД 3 на плавке *1*) до 30 – 40 ppm (проба УНРС 1 плавки 1). Увеличение содержания азота в пробе УНРС 1 может быть объяснено влиянием процесса вторичного окисления металла во время разливки. В процессе вторичного окисления происходит взаимодействие расплава с атмосферным воздухом. Предел растворимости кислорода в металле, раскисленном алюминием, не превышает 0,0005 %, остальной кислород находится в оксидных включениях, которые частично удаляются в шлак при разливке. Предел растворимости азота в металлическом расплаве при данной температуре определяется концентрацией легирующих элементов и значительно выше, чем его фактическая концентрация. Это приводит к увеличению содержания растворенного и общего азота в металлическом расплаве при вторичном окислении.

Результаты исследований проб металла на электронном микроскопе подтверждают результаты ФГА. На этапе разливки в пробах металла плавки *1* обнаружены оксидные плены размером более 400 мкм (рис. 3).



Покоролоти	Химический состав, %									
Показатель	0	Al	Si	Ca	Ti	Cr				
Спектр 6	44,88	3,52	9,10	1,33	34,70	6,47				
Спектр 9	37,78	0,59	-	-	52,59	9,04				
Средн. знач.	41,33	2,05	9,10	1,33	43,64	7,76				
Стандарт. откл.	3,55	1,46	_	_	8,95	1,28				

Рис. 3. Комплексное оксидное НВ в отобранных пробах металла



На рис. 4 показаны результаты металлографических исследований химического состава образцов, отобранных от нароста на внутренней поверхности сталеразливочного стакана. Исследование показало:

 высокое содержание оксидов титана, модифицированных кальцием;

 наличие конгломератов из оксидов кальция, кремния, алюминия и титана;

 – частички не растворившегося феррохрома, нитриды титана;

 оксиды хрома, модифицированные титаном, кремнием и алюминием;

 – алюмосиликаты кальция и шпинели, оксиды титана, модифицированные кальцием и магнием.

Вероятно, пленочные конгломераты HB оксидов титана, оксидов титана с кальцием и алюминием, а также нитриды титана, осаждающиеся из расплава на стенках разливочного стакана, образовывали каркас, на котором формировались настыли металла и затрудняли процесс разливки. Высокая загрязненность металла оксидами и нитридами титана свидетельствует о том, что действующая на предприятии технология раскисления металла не является оптимальной. Значительное увеличение содержания азота в расплаве на этапе разливки, наличие в расплаве оксидных пленок и строчечных включений оксидов титана, присутствие в готовом металле большого количества нитридов титана может говорить о влиянии процессов вторичного окисления металла во время разливки.

В процессе исследования были даны рекомендации по корректировке технологии внепечной обработки стали, а именно перенос легирования расплава никелем с АКП на ДСП, наведение рафинировочного жидкоподвижного шлака, проведение мягкой продувки расплава инертным газом после отдачи SiCa не менее 15 мин. На предприятии проведена опытная плавка 2 с учетом выданных рекомендаций. При проведении опытной плавки были отобраны пробы металла. Результаты определения общего содержания кислорода и азота, и кислорода, содержащегося в различных типах оксидных НВ в пробах металла, отобранных по всей технологической схеме производства стали, показаны на рис. 5.

По данным рис. 5 видно, что в пробе ВД 1 плавки 2 основным видом НВ являются алюминаты. В пробе ВД 2 после отдачи титановой порошковой проволоки и силикокальция наблюдали снижение содержания алюминатов, в то же время происходило увеличение содержания оксидов хрома, марганца, титана и силикатов. В пробах ВД 3 и УНРС наблюдали увеличение содержания общего кислорода и азота, что может говорить о процессе вторичного окисления металла. В пробах НЛЗ основным типом НВ являются оксиды титана, также в небольшом количестве присутствуют алюминаты, силикаты и шпинели.

Анализ отобранных проб на электронном микроскопе подтвердил результаты ФГА по основным группам оксидных НВ. Один из результатов элементного



Поноротота	Химический состав, %										
показатель	0	Al	Si	Ca	Ti	Cr	Mn	Всего			
Спектр 15	45,82	2,02	25,63	0,74	7,53	18,26	-	100,00			
Спектр 16	43,20	1,32	5,32	0,41	2,86	46,12	-	100,00			
Спектр 17	38,94	0,52	0,79	-	4,65	54,79	-	100,00			
Спектр 18	34,89	0,42	-	-	6,83	38,97	18,89	100,00			
Спектр 19	48,32	1,54	19,11	5,34	6,79	18,12	-	100,00			
Средн. знач.	42,24	1,16	12,71	2,16	5,73	35,25	18,89	_			
Стандарт. отклон.	4,81	0,61	10,06	2,25	1,73	18,80	_	_			

*Рис.* 4. Комплексное оксидное НВ в отобранных пробах металла от нароста на поверхности разливочного стакана

Fig. 4. Complex NMI in metal samples taken from the clogging on pouring nozzle surface



Рис. 6. Комплексное оксидное НВ в металле

Fig. 6. Complex oxide NMI in selected metal sample

картирования НВ в пробе металла методом микрорентгеноспектрального анализа представлен на рис. 6.

Перенос операции легирования расплава никелем с АКП на ДСП позволил сократить время ковшевой обработки примерно на один час. Уменьшение времени обработки металла на АКП привело к сокращению времени работы электрических дуг, которые являются важным источником поступления азота в металлический расплав. Это также привело к снижению износа футеровки и уменьшению загрязнения расплава продуктами разрушения футеровки. По результатам исследований на электронном микроскопе определено, что наведение жидкоподвижного рафинировочного шлака привело к удалению НВ и уменьшению их размеров – включения стали мельче (плавка 2). Зарастания сталеразливочных стаканов на опытной плавке после введения корректирующих действий не наблюдалось.

#### Выводы

Выполнен анализ технологии производства коррозионностойкой стали 08X18H10T для определения причин образования HB, которые оказывают влияние на разливаемость и качество металла. В ходе работы определено содержание общего кислорода и азота, а также кислорода, который содержится в различных типах оксидных HB на этапах ковшевой обработки и разливки стали. Результаты исследования на электронном микроскопе подтвердили результаты ФГА, а именно преобладание НВ, неблагоприятных для коррозионностойких сталей: оксидов и нитридов титана, и алюминатов. Показано, что после присадки титановой проволоки снижалось содержание общего азота за счет образования нитридов титана и последующего их удаления в шлак. В то же время наблюдали увеличение содержания оксидов титана. Было показано, что причиной зарастания сталеразливочной оснастки является образование комплексных НВ на основе оксида титана, которые «налипают» на поверхность сталеразливочного стакана-дозатора во время разливки стали.

Даны рекомендации по корректировке технологии ковшевой обработки стали. По результатам исследований на электронном микроскопе определено, что наведение рафинировочного жидкоподвижного шлака способствовало ассимиляции НВ и уменьшению их размеров (плавка 2). После внедрения корректирующих мероприятий зарастания сталеразливочной оснастки не наблюдалось.

#### Список литературы / References

- Beddoes J., Parr J.G. Introduction to Stainless Steels. 3<sup>rd</sup> ed. Materials Park, OH, USA: ASM International; 1999:315.
- Novak C.J., Peckner D., Bernstein I.M. Handbook of Stainless Steels. New York: McGraw-Hill; 1977:1120.
- **3.** Lakshmi A.A., Rao Ch.S., Gangadhar J., Srinivasu Ch., Singh S.K. Review of processing maps and development of qualitative processing maps. *Materials Today: Proceedings*. 2017;4(2):946–956.

https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.01.106

- Волкова А.В. Рынок нержавеющего металлопроката 2021. Высшая школа экономики; 2021:76.
- Токовой О.К., Шабуров Д.В. Исследование дефекта «корж» в непрерывнолитой нержавеющей аустенитной стали X18H10T. Сообщение 1. Известия вузов. Черная металлургия. 2013;56(7):19–22.

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2013-7-19-22

Tokovoy O.K., Shaburov D.V. Study of "cake" defect in continuously cast austenitic stainless steel 18Cr-10Ni-1Ti. Report 1. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2013;56(7):19–22. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2013-7-19-22

 Сургаева Е.В., Еланский Г.Н., Галкин М.П., Ячменева Н.А. Исследование шлакометаллической корочки, образующейся в кристаллизаторе при непрерывной разливке стали 08Х17Т. Электрометаллургия. 2002; (5):22–25.

Surgaeva E.V., Elanskii G.N., Galkin M.P., Yachmeneva N.A. Investigation of slag-metal crust formed in the mold during continuous casting of 08Kh17T steel. *Elektro-metallurgiya*. 2002;(5):22–25. (In Russ.).

- Сургаева Е.В., Галкин М.П., Еланский Г.Н. Работа шлакообразующей смеси в кристаллизаторе при разливке на УНРС коррозионностойких титаносодержащих сталей. Труды седьмого конгресса сталеплавильщиков. 2002:524–529.
- 8. Еланский Г.Н., Падерин С.Н., Сургаева Е.В. Причины возникновения пленок и шлакометаллических корочек

при разливке титаносодержащих коррозионностойких сталей. Сталь. 2005;(9):17–19.

Elanskii G.N., Paderin S.N., Surgaeva E.V. The causes of captivity and slag-metal crusts during casting of titanium-containing corrosion-resistant steels. *Stal*'. 2005;(9):17–19. (In Russ.).

- Sowa L., Bokota A. Numerical model of thermal and flow phenomena the process growing of the CC slab. Archives of Metallurgy and Materials. 2011;56(2):359–366. https://doi.org/10.2478/v10172-011-0038-4
- Wegrzyn T., Miroslawski J., Silva A.P., Pinto D.G., Miros M. Oxide inclusions in steel welds of car body. *Materials Science Forum*. 2010;636–637:585–591. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.636-637.585
- Hashimoto K., Fujimatsu T., Tsunekage N., Hiraoka K., Kida K., Costa Santos E. Study of rolling contact fatigue of bearing steels in relation to various oxide inclusions. *Materials & Design*. 2011;32(3):1605–1611. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.08.052
- Zhang L., Thomas B.G. State of the art in the control of inclusions during steel ingot casting. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2006;37(5):733–761. https://doi.org/10.1007/s11663-006-0057-0
- Zhang L. Indirect methods of detecting and evaluating inclusions in steel A review. *Journal of Iron and Steel Research International*. 2006;13(4):1–8. https://doi.org/10.1016/s1006-706x(06)60067-8
- Zhang L. Nucleation, growth, transport, and entrapment of inclusions during steel casting. JOM. 2013;65(9):1138–1144. https://doi.org/10.1007/s11837-013-0688-y
- **15.** Gao Y., Sorimachi K. Formation of clogging materials in an immersed nozzle during continuous casting of titanium stabilized stainless steel. *ISIJ International*. 1993;33(2):291–297. https://doi.org/10.2355/isijinternational.33.291
- Sasai K., Mizukami Y. Mechanism of alumina adhesion to continuous caster nozzle with reoxidation of molten steel. *ISIJ International*. 2001;41(11):1331–1339. https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.1331
- Long M., Zhang L., Zuo X., Chen D. Kinetic modeling on nozzle clogging during steel billet continuous casting. *ISIJ International*. 2010;50(5):712–720. https://doi.org/10.2355/isijinternational.50.712
- 18. Лозовский Е.П., Ушаков С.Н., Юречко Д.В. Изучение причин образования дефекта «плена» из-за неметаллических включений в слябах на прокате. *Сталь*. 2009;(10):26–28.

Lozovskii E.P., Ushakov S.N., Yurechko D.V. Causes of formation of a "captivity" defect due to non-metallic inclusions in slabs on rolled products. *Stal*'. 2009;(10):26–28. (In Russ.).

- Григорович К.В, Красовский П.В., Исаков С.А., Горохов А.А., Крылов А.С. Обработка и интерпретация результатов фракционного газового анализа. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2002;68(9):3–9. Grigorovich K.V., Krasovskii P.V., Isakov S.A., Gorokhov A.A., Krylov A.S. Processing and interpretation of the results of fractional gas analysis. Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov. 2002;68(9):3–9. (In Russ.).
- Grigorovich K., Komolova O., Terebikina D. Analysis and optimization of ladle treatment technology of steels processing. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 2015;50(6):574–580.

Шибаев С.С., Красовский П.В., Григорович К.В. Определение форм нахождения кислорода в нержавеющих сталях методом восстановительного плавления. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2006;72(6):10–16.

#### Сведения об авторах

Антон Юрьевич Ем, младший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0002-9743-5996 *E-mail:* tony.yem1994@gmail.com

Ольга Александровна Комолова, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН; доцент кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

**ORCID:** 0000-0001-9517-8263 *E-mail:* o.a.komolova@gmail.com

Константин Всеволодович Григорович, академик РАН, д.т.н., заведующий лабораторией диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН; профессор кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

**ORCID:** 0000-0002-5669-4262 *E-mail:* grigorov@imet.ac.ru

Софья Борисовна Румянцева, к.т.н, научный сотрудник лаборатории диагностики материалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН *E-mail:* sbyarlamoya@gmail.com Shibaev S.S., Krasovskii P.V., Grigorovich K.V. Determination of oxygen concentrations in stainless steels by the method of reducing melting. *Zavodskaya laboratoriya*. *Diagnostika materialov*. 2006;72(6):10–16. (In Russ.).

#### Information about the Authors

Anton Yu. Em, Junior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-9743-5996
E-mail: tony.yem1994@gmail.com

*Ol'ga A. Komolova*, *Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Materials Diagnostics*, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences; *Assist. Prof. of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection*, National University of Science and Technology "MISIS" *ORCID*: 0000-0001-9517-8263

E-mail: o.a.komolova@gmail.com

Konstantin V. Grigorovich, Academician, Dr. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences; Prof. of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection, National University of Science and Technology "MISIS" ORCID: 0000-0002-5669-4262 E-mail: grigorov@imet.ac.ru

Sof'ya B. Rumyantseva, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory of Materials Diagnostics, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences E-mail: sbvarlamova@gmail.com

Вклад авторов	Contribution of the Authors				
<i>А. Ю. Ем</i> – отбор проб металла, анализ паспортов плавок произ- водства коррозионностойкой стали, проведение газового ана- лиза.	<i>A. Yu. Em</i> – metal sampling, analysis of melting certificates for corrosion-resistant steel production, gas analysis.				
<b>О. А. Комолова</b> – постановка задачи, проведение термодинами-	<b>O. A. Komolova</b> – problem statement, thermodynamic calculations.				
ческих расчетов. <i>К. В. Григорович</i> – формирование результатов и выводов. <i>С. Б. Румянцева</i> – проведение микрорентгеноспектрального ана- лиза.	<ul> <li>K. V. Grigorovich – formation of results and conclusions.</li> <li>S. B. Rumyantseva – conducting a microrentgenospectral analysis.</li> </ul>				
Поступила в редакцию 17.07.2024 После доработки 22.08.2024 Принята к публикации 26.08.2024	Received 17.07.2024 Revised 22.08.2024 Accepted 26.08.2024				

## МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



удк 539.213.27:539.24:620.186.4 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-556-562



Оригинальная статья Original article

# Деформация и разрушение термически обработанных лент аморфного сплава системы Co – Fe – Cr – Si – В при индентировании

## И. Е. Пермякова 🖻, М. В. Костина

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

#### 🖂 inga\_perm@mail.ru

Аннотация. Индентирование является привлекательным методом для изучения деформационного поведения аморфных сплавов по ряду причин: не будучи специфичными к размеру образца, эти испытания просты в выполнении и не приводят к макроразрушению; пластическая деформация в материале ограничена локально, что облегчает изучение пластического течения в зонах окружающих и находящихся под индентором; прямое сравнение результатов индентирования с откликами, например, на изгиб или растяжение дополнительно делает метод индентирования эффективным «зондом» для понимания физики пластической деформации и разрушения аморфных сплавов. В настоящей работе представлены результаты исследований морфологии микроотпечатков после индентирования на эластичной подложке лент быстрозакаленных аморфных сплавов Co<sub>70.5</sub>Fe<sub>0.5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub>, подвергнутых термической обработке в широком диапазоне температур. Структурно-фазовые превращения контролировались проведением рентгеноструктурного анализа и дифференциально-сканирующей калориметрией. Обнаружены характерные видоизменения картин их деформации и разрушения при переходе из аморфного в кристаллическое состояние. Установлены три температурных интервала с характерными зонами деформирования на поверхности исследуемых образцов. При T<sub>комн</sub> < T<sub>f</sub> аморфный сплав демонстрируют уникальную пластичность, при максимальной нагрузке на индентор появляются только полосы сдвига вокруг отпечатка. Интервал  $T_f \leq T_{an} \leq T_{sb}$  – переходный, так как при более низких температурах не образуются трещины, а при более высоких нет полос сдвига. Сплав находится в аморфном, но охрупченном состоянии, поэтому наблюдаются радиальные и кольцевые трещины, а также отколы. Интервал  $T_{sb} < T_{an} \leq T_{crys}$  соответствует окончательной трансформации сплава в кристаллическое состояние, формируются симметричные картины разрушения, состоящие из квадратных сеток трещин. Таким образом, на основании составленного с учетом соответствующих температурных интервалов «атласа» зон локального нагружения (наличие/отсутствие полос сдвига, трещин, их взаимное расположение) при разных нагрузках возможно дать приближенную экспресс-оценку структурного состояния аморфных сплавов.

- *Ключевые слова:* аморфный сплав, трещина, полоса сдвига, индентирование, отпечаток, структурное состояние, охрупчивание, деформация, разрушение, термическая обработка
- *Для цитирования:* Пермякова И.Е., Костина М.В. Деформация и разрушение термически обработанных лент аморфного сплава системы Co – Fe – Cr – Si – В при индентировании. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2024;67(5):556–562. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-556-562

# Deformation and fracture of heat treated ribbon of amorphous Co – Fe – Cr – Si – B alloy during indentation

# I. E. Permyakova <sup>©</sup>, M. V. Kostina

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

#### 💌 inga\_perm@mail.ru

**Abstract**. Indentation is an attractive method for studying the deformation behavior of amorphous alloys for a number of reasons: not being specific to the sample size, these tests are easy to perform and do not lead to macrofracture; plastic deformation in the material is locally limited, which facilitates the study of plastic flow in the zones surrounding and located under the indenter; direct comparison of indentation results with responses, for example, to bending or tension further makes the indentation method an effective "probe" for understanding the physics of plastic deformation and fracture of amorphous alloys. The morphology of microprints of melt-quenched ribbon of  $\text{Co}_{70.5}\text{Fe}_{0.5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{18}$  amorphous alloys subjected to heat treatment in a wide range of temperatures was studied after indentation on an elastic substrate. Structural-phase transformations were controlled by X-ray structural analysis and differential scanning calorimetry. We discovered characteristic modifications in the patterns of their deformation and fracture during the transition from amorphous to crystalline state. Three temperature ranges with characteristic deformation zones on the surface

of the studied samples were established. At  $T_{room} < T_f$ , amorphous alloy demonstrates unique plasticity. The shear bands appear around the imprint only at the maximum load on the indenter.  $T_f \le T_{an} \le T_{sb}$  is a transitional interval, since cracks do not form at lower temperatures, and there are no shear bands at higher temperatures. The alloy is in an amorphous but brittle state, so radial and ring cracks, as well as spalls, are observed. The interval  $T_{sb} < T_{an} \le T_{crys}$  corresponds to the final transformation of the alloy into a crystalline state; symmetrical patterns of fracture are formed, consisting of square crack networks. It is possible to give an approximate express assessment of the structural state of amorphous alloys based on an "atlas" of local loading zones (presence/absence of shear bands, cracks, their relative position) compiled taking into account the corresponding temperature intervals under different loads.

Keywords: amorphous alloy, crack, shear band, indentation, imprint, structural state, embrittlement, deformation, fracture, heat treatment

For citation: Permyakova I.E., Kostina M.V. Deformation and fracture of heat treated ribbon of amorphous Co-Fe-Cr-Si-B alloy during indentation. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):556–562. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-556-562

#### Введение

Процесс аморфизации, осуществляемый сверхбыстрой закалкой из жидкого состояния, дает возможность получать однородные по составу многокомпонентные аморфные сплавы (АС). Изменение условий закалки из расплава позволяет значительно расширить область взаимной растворимости элементов, в результате чего можно варьировать свойства АС в более широких пределах, чем свойства кристаллических материалов [1-4]. Если к этому добавить термообработку, с помощью которой возможно получить множество промежуточных состояний от «чисто» аморфного, аморфно-нанокристаллического и полностью кристаллического, то появляется возможность создания уникальных и разнообразных аморфных систем (метастабильные формы существования двойных, тройных, многокомпонентных сплавов) [5-7]. При варьировании состава и контролируемого нагрева можно получать полезные и наперед заданные физические свойства, расширяя границы применения АС в технике и промышленности в качестве конструкционных и функциональных материалов [8 – 11]. Отличные магнитные характеристики АС дополняются другими весьма ценными свойствами: высокими значениями прочности, твердости, электросопротивления, коррозионной стойкости, удовлетворительной пластичности и т. д. Однако при практическом использовании остро стоят вопросы термической стабильности АС, охрупчивания, спонтанной кристаллизации в условиях повышенных температур [12 – 14]. Для оценки структурно-фазового состояния АС привлекается комплекс методов исследования (например, просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), рентгеноструктурный и дифференциально-термический анализ и др.). Часть из них требуют многоэтапную пробоподготовку, длительный и трудоемкий процесс идентификации фаз. А в случае, если АС был подвергнут обработке при температурах ниже кристаллизации и находится в аморфном состоянии, существуют серьезные трудности в методологии изучения аморфной структуры. Даже ПЭМ высокого разрешения и EXAFS-спектроскопия (Extended X-Ray Absorption Fine Structure) не способны однозначно представить данные о расположении атомов, смене их позиций при релаксации. На помощь приходит изучение структурно-чувствительного отклика свойств (механических, электрических, химических, магнитных), что позволяет анализировать процессы структурной релаксации [15 – 17].

В настоящее время информативным методом исследования механических характеристик быстрозакаленных АС (твердости, модуля Юнга, трещиностойкости) является метод микро- и наноиндентирования [18-22]. Привлекателен он и для понимания микромеханизмов их деформации, так как можно визуализировать картину деформации, оценить протяженность, форму деформационных зон в сопоставлении со структурным состоянием АС. Испытания на вдавливание являются отличным средством для таких исследований, особенно требующих лишь небольшого объема материала. Деформация при вдавливании по своей сути стабильна, по крайней мере, макроскопически, поскольку площадь контакта между индентором и деформируемым материалом увеличивается в ходе вдавливания, чтобы выдерживать любую приложенную нагрузку. Однако локальное нагружение АС имеет ряд специфических особенностей, связанных, в частности, с их особой геометрией – малой толщиной лент АС и имеющимся качественным различием контактной (прилегающей к закалочному барабану при получении) и свободной сторон ленты [23]. Кроме того, пластическое течение в АС при высоких напряжениях и низких температурах происходит неоднородно, локализуясь в полосах сдвига вдоль плоскостей максимального сдвига [24; 25]. Их образование связано с локализованными атомными перестройками, коррелирующими с областями избыточного свободного объема [26 – 28]. Полосы сдвига имеют решающее значение для деформационного поведения АС. Контроль над ними вполне эквивалентен управлению пластичностью и разрушением АС.

Целью данной работы является изучение механического поведения термически обработанных тонких лент AC при микроиндентировании, а именно выявление закономерностей видоизменения зон деформации и микроразрушения поверхности AC вокруг отпечатков, сформированных пирамидой Виккерса, по мере увеличения температуры отжига.

#### Материалы и методы их исследования

В качестве объектов исследования выбран AC  $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$  (ат. %), полученный методом спиннингования, в виде ленты толщиной 30 мкм и шириной 20 мм. Образцы сплава размером  $15 \times 20$  мм подвергали вакуумному отжигу в интервале температур  $T_{an} = 538 - 823$  К с выдержкой 10 мин. Далее они были закреплены с помощью эластичной подложки – клея «Момент» (20.52.10.190 ОКПД 2 / ГОСТ 22345-77) толщиной  $\approx 1,0 - 1,5$  мм на стальную пластину. В итоге была сформирована композитная заготовка (рис. 1, *a*).

Индентирование осуществлялось на свободной стороне лент AC в широком диапазоне нагрузок (0,3 – 2,0 H) с использованием микротвердомера ПМТ-3М (ЛОМО). Следует отметить, что локальное нагружение на твердой подложке (например, на шпатлевке) имеет принципиально неустранимую трудность: трещины могут образовываться первоначально в подложке и инициировать разрушение покрытия – AC.

Поведение макропластичности AC исследовали *U*-методом на изгиб. Для этого образец помещали между двумя плоскопараллельными пластинами и при их сближении с постоянной скоростью определяли расстояние *d*, при котором изогнутый образец разрушался (рис. 1,  $\delta$ ). За меру пластичности  $\varepsilon_f$  принималось отношение

$$\varepsilon_f = \frac{h}{d-h},$$

где *h* – толщина ленты.

Температура вязко-хрупкого перехода  $T_f$ рассчитывалась как средняя температура от  $T_1$  и  $T_2^{},$  где  $T_1-$ 



Рис. 1. Схема механических испытаний лент АС: *а* – микроиндентирование (1 – стальная основа, 2 – подложка, 3 – образец АС, 4 – отпечаток, 5 – пирамида Виккерса); *б* – *U*-метод (1 и 2 – неподвижная и подвижная пластины, 3 – образец АС)

Fig. 1. Scheme of mechanical tests of ribbon of amorphous alloys:a - microindentation (1 – steel base, 2 – substrate,3 - sample of amorphous alloy, 4 – imprint, 5 – Vickers pyramid); $\delta - U$ -method (1 and 2 – fixed and movable plates,3 - sample of amorphous alloy)

наибольшая температура отжига, при которой еще  $\varepsilon_f = 1, T_2$  – наиболее низкая фиксируемая температура, при которой происходит резкий спад пластичности ( $\varepsilon_f \rightarrow 0$ ).

Оценку температуры кристаллизации осуществляли, применяя дифференциально-сканирующую калориметрию, на анализаторе DSC 8271 (Rigaku). Перевод аморфного состояния в кристаллическое при термической обработке контролировался проведением рентгеноструктурного анализа (PCA) на многофункциональном дифрактометре ULTIMA IV (Rigaku).

#### Результаты исследования и их обсуждение

Как показал эксперимент, в процессе индентирования исследованных АС Со<sub>70,5</sub>Fe<sub>0,5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub>, по мере перехода из аморфного в кристаллическое состояние при отжиге, происходит существенная эволюция микрокартин их деформации и разрушения. На рис. 2 представлено разнообразие морфологических модификаций поверхности АС после внедрения индентора при локальном нагружении с разной нагрузкой.

По мере нагрева АС можно наблюдать определенные закономерности в формировании зон деформации. В температурном диапазоне  $T_{_{\rm KOMH}} < 613$  К при малых нагрузках наблюдается типовой отпечаток от индентора, а при больших нагрузках – отпечаток окружен полосами сдвига (рис. 2, а, б). Полосы сдвига – это явление пластической нестабильности, которое локализует большие сдвиговые деформации в относительно тонкой полосе при деформации материала. В интервале температур 613 К  $\leq T_{an} \leq$  748 К в области локального нагружения АС образуются прямые радиальные трещины (рис. 2, в). Некоторые из них могут пересекаться с кольцевыми трещинами (рис. 2, г). Несмотря на охрупчивание, возможны пластические деформации AC (наличие редких полос сдвига) до  $T_{an} = 748$  К. И, наконец, в интервале нагрева 748 К <  $T_{an} \le 803$  К преимущественно формируются отпечатки, представляющие сетку трещин, ориентированных параллельно граням пирамиды (рис. 2, д). Наряду с ними могут образовываться кольцевые трещины по мере удаления от зоны индентирования (рис. 2, е).

После индентирования максимальной нагрузкой P = 2 Н определена температура отжига  $T_{cr}$ , при которой в образцах АС формируются и распространяются первые трещины с вероятностью не меньше 0,5:  $T_{cr} = 628$  К [29]. Установленная  $T_{cr}$  на эластичной подложке является фактически температурой вязко-хрупкого перехода АС, которая близко совпадает с данными независимых исследований при испытаниях аморфных лент на изгиб *U*-методом –  $T_f = 613$  К (рис. 3).

Далее внимание было обращено к калориметрическим и структурным исследованиям для выяснения температурных диапазонов фазовых превращений, которые претерпевает АС Со<sub>70.5</sub>Fe<sub>0.5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub>. По дан-



**Рис. 2.** Атлас картин деформации и разрушения отожженных AC  $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$  при индентировании на эластичной подложке:  $a - T_{an} = 573$  K, P = 0.5 H;  $\delta - T_{an} = 573$  K, P = 1.5 H;  $e - T_{an} = 673$  K, P = 1.2 H;  $e - T_{an} = 728$  K, P = 1.0 H;  $\partial - T_{an} = 773$  K, P = 1.1 H;  $e - T_{an} = 800$  K, P = 1.3 H

*Fig. 2.* Atlas of deformation and fracture patterns of annealed  $\text{Co}_{70.5}\text{Fe}_{0.5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{18}$  amorphous alloy during indentation on an elastic substrate:  $a - T_{an} = 573 \text{ K}, P = 0.5 \text{ H}; 6 - T_{an} = 573 \text{ K}, P = 1.5 \text{ H}; e - T_{an} = 673 \text{ K}, P = 1.2 \text{ H};$  $c - T_{an} = 728 \text{ K}, P = 1.0 \text{ H}; 0 - T_{an} = 773 \text{ K}, P = 1.1 \text{ H}; e - T_{an} = 800 \text{ K}, P = 1.3 \text{ H}$ 

ным ДСК температура кристаллизации исследуемого AC  $T_{crvs} = 803$  К (рис. 4).

По результатам структурных исследований выделение первых нанокристаллов в аморфной матрице, соответствующих  $\alpha$ -Со с ГПУ решеткой (a = b = 2,514 Å, c = 4,105 Å), происходит после отжига свыше 688 К [30]. Далее по мере роста температуры зафиксировано увеличение интенсивности протекания процессов кристаллизации и увеличение объемной доли кристаллических фаз. Наряду с  $\alpha$ -Со появляется фаза  $\beta$ -Со с ГЦК решеткой (a = b = c = 3,554 Å), а также соединения Со<sub>2</sub>Si, Со<sub>4</sub>B, Со<sub>3</sub>B, Со<sub>5</sub>B (рис. 5).

Сопоставив морфологический атлас поверхности отожженного AC системы Co-Fe-Cr-Si-B после индентирования (рис. 2) с результатами его структурных изменений (рис. 4, 5), можно выделить три температурных диапазона. При переходе от одного к другому происходит смена характерных картин деформирова-





*Fig. 3.* Plasticity behavior of  $Co_{70.5}Fe_{0.5}Cr_4Si_7B_{18}$  amorphous alloy during heat treatment



*Рис. 4.* Кривая ДСК АС Со<sub>70,5</sub> Fe<sub>0,5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub> при нагреве со скоростью 20 °С/мин

*Fig. 4.* DSC curve of Co<sub>70.5</sub>Fe<sub>0.5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub> amorphous alloy during heating at a rate of 20 °C/min



**Рис. 5.** Рентгеновские спектры АС Со<sub>70,5</sub>Fe<sub>0,5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub> после отжига (Со*K*<sub>a</sub>-излучение) при температуре: 823 К (*1*); 763 К (*2*); 723 К (*3*); 623 К (*4*); без отжига (*5*)

*Fig. 5.* X-ray spectra of  $\text{Co}_{70.5}\text{Fe}_{0.5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{18}$  amorphous alloy after annealing ( $\text{Co}K_a$ -radiation): 823 K (1); 763 K (2); 723 K (3); 623 K (4); without annealing (5)

ния и разрушения, что является следствием протекающих процессов структурной релаксации и последующей кристаллизации [31].

• При  $T_{\text{комн}} < T_f$  АС демонстрируют свою уникальную пластичность, когда даже максимальная нагрузка на индентор может вызвать проявление только сильно локализованной пластической деформации в виде полос сдвига вокруг отпечатка.

• Интервал температур  $T_f \leq T_{an} \leq T_{sb}$  является переходным, так как при более низких температурах не образуются трещины (для  $\text{Co}_{70,5}\text{Fe}_{0,5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{18}$  температура отпускной хрупкости  $T_f = 613$  K), а при более высоких полосы сдвига отсутствуют (температура их полного исчезновения для  $\text{Co}_{70,5}\text{Fe}_{0,5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{18}$  $T_{sb} = 748$  K). В данном интервале температур AC находится все еще в аморфном, но охрупченном состоянии по причине явления вязко-хрупкого перехода. Именно поэтому наблюдаются масштабные радиальные и кольцевые трещины, а также отколы.

• Интервал  $T_{sb} < T_{crys}$  соответствует окончательной трансформации AC в кристаллическое состояние (для  $\text{Co}_{70,5}\text{Fe}_{0,5}\text{Cr}_4\text{Si}_7\text{B}_{18}$   $T_{crys}$  = 803 K). Его отличительной чертой является формирование достаточно симметричных картин разрушения, состоящих из квадратных сеток трещин, вложенных друг в друга.

#### Выводы

На примере быстрозакаленных лент АС системы Co-Fe-Cr-Si-B показано, что индентирование на эластичной подложке с разными нагрузками позволяет осуществить приближенную экспресс-оценку структурного состояния АС, вследствие того, что образующиеся под индентором области деформации и разрушения (наличие/отсутствие полос сдвига, трещин, их взаимное расположение) весьма структурно-чувствительны и имеют характерные отличительные черты в определенных температурных диапазонах отжига.

В целом, испытание на индентирование является привлекательным методом для изучения деформационного поведения AC по следующим причинам. Вопервых, не будучи специфичными к размеру образца, эти испытания просты в выполнении и не приводят к макроразрушению. Во-вторых, пластическая деформация в материале ограничена локально, что облегчает изучение пластического течения AC в зонах, окружающих и находящихся под индентором. Кроме того, прямое сравнение результатов индентирования с откликами, например, на изгиб или растяжение дополнительно делает метод индентирования эффективным «зондом» для понимания физики пластической деформации и разрушения AC.

#### Список литературы / References

- Amorphous and Nanocrystalline Materials: Preparation, Properties, and Applications. Inoue A., Hashimoto K. eds. Berlin, Heidelberg, Germany: Springer; 2001:206. https://doi.org/10.1007/978-3-662-04426-1
- Chen H.S. Glass temperature, formation and stability of Fe, Co, Ni, Pd and Pt based glasses. *Materials Science and Engineering*. 1976;23(2–3):151–154. https://doi.org/10.1016/0025-5416(76)90185-3
- 3. Inoue A. Stabilization of metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys. *Acta Materialia*. 2000;48(1):279–306. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00300-6
- Louzguine-Luzgin D.V. Structural changes in metallic glass-forming liquids on cooling and subsequent vitrification in relationship with their properties. *Materials*. 2022;15(20):7285. https://doi.org/10.3390/ma15207285
- Li F.C., Liu T., Zhang J.Y., Shuang S., Wang Q., Wang A.D., Wang J.G., Yang Y. Amorphous-nanocrystalline alloys: Fabrication, properties, and applications. *Materials Today Advances*. 2019;4:100027. https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2019.100027

- Glezer A.M., Permyakova I.E. Melt-Quenched Nanocrystals. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, Taylor & Francis Group; 2013:369. https://doi.org/10.1201/b15028
- Halim Q., Mohamed N.A.N., Rejab M.R.M., Naim W.N.W.A., Ma Q. Metallic glass properties, processing method and development perspective: A review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2021;112(5–6): 1231–1258. https://doi.org/10.1007/s00170-020-06515-z
- 8. Абросимова Г.Е., Матвеев Д.В., Аронин А.С. Формирование наноструктур в гомогенной и гетерогенной аморфной фазе. *Успехи физических наук*. 2022;192(3):247–266. https://doi.org/10.3367/UFNr.2021.04.038974

Abrosimova G.E., Matveev D.V., Aronin A.S. Nanocrystal formation in homogeneous and heterogeneous amorphous phases. *Physics-Uspekhi*. 2022;65:227–244. (In Russ.). *https://doi.org/10.3367/UFNe.2021.04.038974* 

- 9. Permyakova I., Glezer A. Mechanical behavior of Fe- and Co-based amorphous alloys after thermal action. *Metals*. 2022;12(2):297. *https://doi.org/10.3390/met12020297*
- McHenry M.E., Willard M.A., Laughlin D.E. Amorphous and nanocrystalline materials for application as soft magnet. *Progress in Materials Science*. 1999;44(4):291–433. https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00002-X
- Gheiratmand T., Madaah Hosseini H.R. Finemet nanocrystalline soft magnetic alloy: Investigation of glass forming ability, crystallization mechanism, production techniques, magnetic softness and the effect of replacing the main constituents by other elements. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2016;408(19):177–192. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.02.057
- Glezer A.M., Potekaev A.I., Cheretaeva A.O. Thermal and Time Stability of Amorphous Alloys. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, Taylor & Francis Group; 2017:180. https://doi.org/10.1201/9781315158112
- **13.** Schuh C.A., Hufnagel T.C., Ramamurty U. Mechanical behavior of amorphous alloys. *Acta Materialia*. 2007;55(12): 4067–4109.
  - https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.01.052
- Trexler M.M., Thadhani N.N. Mechanical properties of bulk metallic glasses. *Progress in Materials Science*. 2010; 55(8):759–839.

https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2010.04.002

- Khonik V., Kobelev N. Metallic glasses: A new approach to the understanding of the defect structure and physical properties. *Metals*. 2019;9(5):605. https://doi.org/10.3390/met9050605
- Алехин В.П., Хоник В.А. Структура и физические закономерности деформации аморфных сплавов. Москва: Металлургия; 1992:248.
- Кекало И.Б. Процессы структурной релаксации и физические свойства аморфных сплавов. Москва: Издательский дом МИСиС; 2016;2:834.
- Burgess T., Ferry M. Nanoindentation of metallic glasses. Materials Today. 2009;12(1–2):24–32. https://doi.org/10.1016/S1369-7021(09)70039-2
- Golovin Yu.I., Ivolgin V.I., Khonik V.A., Kitagawa K., Tyurin A.I. Serrated plastic flow during nanoindentation of a bulk metallic glass. *Scripta Materialia*. 2001;45(8):947–952. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(01)01116-2
- **20.** Jain A., Prabhu Y., Gunderov D., Ubyivovk E.V., Bhatt J. Study of micro indentation assisted deformation on HPT

processed Zr<sub>62</sub>Cu<sub>22</sub>Al<sub>10</sub>Fe<sub>5</sub>Dy<sub>1</sub> bulk metallic glass. *Journal* of Non-Crystalline Solids. 2021;566(12):120877. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2021.120877

 Jana S., Ramamurty U., Chattopadhyay K., Kawamura Y. Subsurface deformation during Vickers indentation of bulk metallic glasses. *Materials Science and Engineering: A.* 2004;375–377:1191–1195.

https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.068

- Schuh C.A., Nieh T.G. A survey of instrumented indentation studies on metallic glasses. *Journal of Materials Research*. 2004;19(1):46–57. https://doi.org/10.1557/jmr.2004.19.1.46
- 23. Глезер А.М., Пермякова И.Е. Современные представления о методах исследования механических свойств металлических стекол (ОБЗОР). Деформация и разрушение материалов. 2006;(3):2–11.

Glezer A.M., Permyakova I.E. Modern concepts of methods for studying mechanical properties of metallic glasses (REVIEW). *Deformatsiya i razrushenie materialov*. 2006;(3):2–11. (In Russ.).

- 24. Greer A.L., Cheng Y.Q., Ma E. Shear bands in metallic glasses. *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2013;74(4):71–132. https://doi.org/10.1016/j.mser.2013.04.001
- 25. Axinte E.M., Wang Y., Tabacaru L.L., Radwan N. Shear banding in metallic glasses: major weakness or potential advantage? *Recent Patents on Materials Science*. 2016;9(1):2–19. https://doi.org/10.2174/1874464809666160407212236
- 26. Wilde G., Rösner H. Nanocrystallization in a shear band: An *in situ* investigation. *Applied Physics Letters*. 2011; 98(25):251904. https://doi.org/10.1063/1.3602315
- Jiang M.Q., Wilde G., Dai L.H. Shear band dilatation in amorphous alloys. *Scripta Materialia*. 2017;127:54–57. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.08.038
- Bhowmick R., Raghavan R., Chattopadhyay K., Ramamurty U. Plastic flow softening in a bulk metallic glass. *Acta Materialia*. 2006;54(16):4221–4228. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.05.011
- **29.** Feodorov V., Permyakova I., Ushakov I. Evolution of mechanical characteristics of a metallic glass Co–Fe–Cr–Si at annealing. *Proceedings of SPIE (The International Society for Optical Engineering)*. 2005;5831:143–147. https://doi.org/10.1117/12.619685
- **30.** Пермякова И.Е., Глезер А.М., Савченко Е.С., Щетинин И.В. Влияние внешних воздействий на магнитные свойства и коррозионную стойкость аморфного сплава Co<sub>70.5</sub>Fe<sub>0.5</sub>Cr<sub>4</sub>Si<sub>7</sub>B<sub>18</sub>. Известия Российской академии наук. Серия физическая. 2017;81(11):1458–1465. https://doi.org/10.7868/S0367676517110059

Permyakova I.E., Glezer A.M., Savchenko E.S., Shchetinin I.V. Effect of external actions on magnetic properties and corrosion resistance of  $Co_{70.5}Fe_{0.5}Cr_4Si_7B_{18}$  amorphous alloy. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2017;81(11):1310–1316. (In Russ.). *https://doi.org/10.3103/S1062873817110144* 

31. Пермякова И.Е. Эволюция структуры, свойства аморфных сплавов и аморфно-нанокристаллических композитных материалов при внешних воздействиях: Диссертация ... доктора физико-математических наук. Москва: ИМЕТ РАН; 2023:267.

Сведения об авторах	Information about the Authors
Инга Евгеньевна Пермякова, д.фм.н., ведущий научный сотруд-	Inga E. Permyakova, Dr. Sci. (PhysMath.), Senior Researcher of the
ник лаборатории физикохимии и механики металлических мате-	Laboratory "Physicochemistry and Mechanics of Metallic Materials",
риалов, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Бай-	Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy
кова РАН	of Sciences
ORCID: 0000-0002-1163-3888	ORCID: 0000-0002-1163-3888
E-mail: inga_perm@mail.ru	E-mail: inga_perm@mail.ru
Мария Владимировна Костина, д.т.н., доцент, ведущий научный	Mariya V. Kostina, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Senior Researcher, Head
сотрудник, заведующий лабораторией физикохимии и механики	of the Laboratory "Physicochemistry and Mechanics of Metallic Mate-
металлических материалов, Институт металлургии и материа-	rials", Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian
ловедения им. А.А. Байкова РАН	Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-2136-5792	ORCID: 0000-0002-2136-5792
E-mail: mvkst@yandex.ru	E-mail: mvkst@yandex.ru
Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>И. Е. Пермякова</i> – проведение исследований, подготовка текста статьи, обработка экспериментальных результатов. <i>М. В. Костина</i> – доработка текста, корректировка выводов.	<i>I. E. Permyakova</i> – researching, writing the text, processing the experimental results. <i>M. V. Kostina</i> – finalization of the text, correction of conclusions.
Поступила в редакцию 11.08.2024	Received 11.08.2024
После доработки 14.08.2024	Revised 14.08.2024
Принята к публикации 22.08.2024	Accepted 22.08.2024

## МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



удк 621.791.92:621.727:620.178 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-563-566



Краткое сообщение Short Report

# Структурно-фазовые состояния и свойства быстрорежущей наплавки после отпуска и электронно-пучковой обработки

# В. Е. Громов , А. С. Чапайкин, Л. П. Бащенко

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

#### gromov@physics.sibsiu.ru

Аннотация. В работе авторы методами современного физического материаловедения исследовали структуру, дефектную субструктуру, фазовый состав, трибологические и механические свойства наплавки, подвергнутой высокотемпературному отпуску при 580 °C и последующей электронно-пучковой обработке. Наплавленные слои толщиной до 10 мм формируются плазменной наплавкой порошковой проволокой ПП-18Ю в среде азота. По фазовому составу наплавленные слои состоят из  $\alpha$ -Fe и карбидов состава  $Me_6$ C. После отпуска поликристаллическая структура наплавленного слоя содержит зерна размером 7,0 – 22,5 мкм с прослойками второй фазы по границам и в стыках зерен составов  $V_4C_3$ ,  $Cr_7C_3$ ,  $Fe_3C$ ,  $Cr_{23}C_6$ ,  $WC_{1-x}$ . Электронно-пучковая обработка формирует тонкий поверхностный слой (30 – 50 мкм) с зернами ячеистой (зеренной) структуры высокоскоростной кристаллизации субмикронного (100 – 250 мм) размера. В объеме зерен и по границам выявлены частицы второй фазы наноразмерного диапазона глобулярной и ограненной форм.

Ключевые слова: быстрорежущая сталь, структура, фазовый состав, электронная микроскопия, механические и трибологические свойства

- *Благодарности:* Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда № 23-19-00186, https://rscf.ru/project/23-19-00186/). Выражаем признательность д.ф.-м.н. профессору И.Ю. Литовченко за помощь в проведении электронно-микроскопических исследований и д.т.н. доценту Н.Н. Малушину за предоставленные образцы.
- Для цитирования: Громов В.Е., Чапайкин А.С., Бащенко Л.П. Структурно-фазовые состояния и свойства быстрорежущей наплавки после отпуска и электронно-пучковой обработки. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):563–566. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-563-566

# STRUCTURAL-PHASE STATES AND PROPERTIES OF HIGH-SPEED SURFACING AFTER TEMPERING AND ELECTRON BEAM PROCESSING

# V. E. Gromov<sup>®</sup>, A. S. Chapaikin, L. P. Bashchenko

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

#### 💌 gromov@physics.sibsiu.ru

**Abstract**. In this work, the authors used the methods of modern physical materials science to investigate the structure, defective substructure, phase composition, tribological and mechanical properties of the surfacing subjected to high-temperature tempering at 580 °C and subsequent electron beam processing. The deposited layers up to 10 mm thick are formed by plasma surfacing with PP-18YU powder wire in a nitrogen medium. According to the phase composition, the deposited layers consist of  $\alpha$ -Fe and carbides of  $Me_6C$  composition. After tempering, the polycrystalline structure of the deposited layer contains grains of 7.0 – 22.5 µm in size with layers of the second phase along the boundaries and at the joints of grains with composition  $V_4C_3$ ,  $Cr_7C_3$ ,  $Fe_3C$ ,  $Cr_{23}C_6$ ,  $WC_{1-x}$ . Electron beam processing forms a thin surface layer (30 – 50 µm) with grains of cellular (columnar) structure of high-speed crystallization of submicron (100 – 250 nm) size. Particles of the second phase of the nanoscale range of globular and faceted shapes were detected in the volume of grains and along the boundaries.

Keywords: high-speed steel, structure, phase composition, electron microscopy, mechanical and tribological properties

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 23-19-00186, https://rscf.ru/project/23-19-00186/. Authors express their gratitude to Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. I.Y. Litovchenko for his assistance in conducting electron microscopic studies and Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof. N.N. Malushin for the samples provided. For citation: Gromov V.E., Chapaikin A.S., Bashchenko L.P. Structural-phase states and properties of high-speed surfacing after tempering and electron beam processing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):563–566. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-563-566

#### Введение

В горнодобывающей, металлургической и строительной отраслях промышленности для защиты изделий от различных видов износа, коррозии, статических и динамических нагрузок применяется наплавка, которая обеспечивает высокие функциональные свойства [1; 2].

В последнее время активно развиваются научные исследования и практические разработки в области плазменной наплавки высокой твердости (P18, P6M5, P2M9 и другие) с применением азота в качестве легирующего элемента [1]. При выборе материала наплавки, соответствующего условиям его эксплуатации, необходимо проведение тщательных исследований структуры, фазового состава, механических и трибологических свойств и их эволюции при последующей термообработке [3].

Важно отметить, что особую роль выполняют поверхностные слои, образование микродефектов в которых способно привести к макроразрушению. В этой связи актуальной становится разработка высокоэффективных способов формирования поверхностных слоев с высокими эксплуатационными характеристиками на рабочих поверхностях. Проблема может быть решена традиционными способами упрочнения (химико-термические, механические, физические и др.) [3], однако в ряде случаев эти способы не обеспечивают хорошей адгезии с матрицей. С этой точки зрения эффективной является электронно-пучковая обработка (ЭПО), при применении которой значительно повышаются механические свойства всего материала за счет оптимизации структурно-фазовых состояний поверхностных слоев [4]. Применение ЭПО значительно эффективнее традиционных видов обработки материалов.

Целью настоящей работы является исследование структурно-фазовых состояний и свойств сформированной в защитно-легирующей среде азота наплавки из быстрорежущей стали Р18Ю при последующих высокотемпературном отпуске и ЭПО.

#### Материал и методы исследования

Материалом исследования являлись образцы стали 30ХГСА с наплавленным слоем стали Р18Ю. Наплавленный слой получали плазменной наплавкой в среде азота нетоковедущей порошковой проволокой ПП-Р18Ю. Химический состав стали марки Р18Ю (мас. %): С 0,87; Сг 4,41; W 17,00; Мо 0,10; V 1,50; Ті 0,35; Al 1,15; N 0,06; остальное – железо. При плазменной наплавке расход защитного газа (азота)  $Q_{3анц}$  составлял 20 – 22 л/мин; расход плазмообразующего

газа (аргона)  $Q_{\text{плазм}} - 6 - 8$  л/мин. Методика плазменной наплавки и обоснование выбора режима приведены в работах [1; 2]. Исследования проводили в состоянии после наплавки, высокотемпературного отпуска при температуре нагрева 580 °С (время выдержки 1 ч, количество отпусков 4) и ЭПО. Облучение осуществляли при плотности энергии пучка электронов 30 Дж/см<sup>2</sup>. Длительность импульса составляла 50 мкс, количество импульсов облучения – 5, частота следования импульсов – 0,3 с<sup>-1</sup>.

Исследования структуры, дефектной субструктуры, фазового и элементного составов осуществляли методами сканирующей (прибор КҮКҮ-ЕМ 6900) и просвечивающей (прибор JEM-2100 JEOL) электронной микроскопии [5 – 7]. Микротвердость измерялась методом Виккерса (прибор HVS-1000) при нагрузке на индентор 1 H, трибологические свойства – на трибометре Pin on Disc and Oscillating Tribotester.

#### Результаты и их обсуждение

Плазменная наплавка формирует слой, основными фазами которого являются  $\alpha$ -Fe и карбиды состава  $Me_6$ C, формирующие карбидную сетку и являющиеся основной упрочняющей фазой. В процессе образования наплавки в объеме зерен формируются наноразмерные частицы карбидной фазы. Значения микротвердости  $H_{\mu}$ , параметра износа V и коэффициента трения k приведены в таблице.

После высокотемпературного отпуска размер зерен составляет 7,0 – 22,5 мкм. Результаты изучения элементного состава, выполненного методами картирования каркасной сетки наплавленного слоя, свидетельствуют о том, что зерна сетки обогащены атомами вольфрама, железа, хрома (см. рисунок). Анализ микроэлектронограмм позволяет установить, что каркас образован карбидами сложного состава  $Fe_3W_3C$  ( $Fe_2W_4C$ ). Размеры зерен карбидной фазы изменяются в пределах 80 – 350 нм. Для зерен твердого раствора на основе  $\alpha$ -Fe методом картирования показано наличие

#### Микротвердость и трибологические параметры наплавленного слоя

Microhardness	and	tribolog	gical	parameters
of th	ie de	posited	laye	r

Состояние	<i>Η</i> <sub>µ</sub> , ГПа	<i>V</i> ·10 <sup>6</sup> , мм³/(Н∙м)	k
Наплавка	4,7	8,9	0,70
Наплавка + отпуск	5,3	9,9	0,65
Наплавка + отпуск + ЭПО	5,3	3,3	0,58



Электронно-микроскопическое изображение участка каркасной сетки наплавленного слоя: *a* – светлое поле; *б* – *д* – изображения данного участка фольги, полученные в характеристическом рентгеновском излучении атомов W (*б*), Fe (*в*), Cr (*г*), C (*д*)

атомов вольфрама, хрома, ванадия, железа и углерода, что позволяет предположить наличие наноразмерных частиц карбидной фазы сложного состава. Эти частицы имеют округлую или ограненную формы, размеры составляют 10 – 18 нм.

Анализ соответствующих микроэлектронограмм показывает, что частицы глобулярной формы, расположенные хаотически в объеме зерен  $\alpha$ -Fe, являются карбидами составов V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> или Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. Частицы ограненной формы являются карбидами составов Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ( $Me_{23}C_6$ ), Fe<sub>3</sub>C или WC<sub>1-x</sub>.

После отпуска микротвердость увеличивается на 13 % и достигает 5,3 ГПа, параметр износа увеличивается на 12,3 %, коэффициент трения снижается на 7 % (см. таблицу).

Электронно-пучковая обработка отпущенного наплавленного слоя формирует тонкий (30-50 мкм) поверхностный слой с ячеистой (зеренной) структурой высокоскоростной кристаллизации субмикронного размера (100 – 250 нм). По границам ячеек кристаллизации располагаются частицы второй фазы с поперечными размерами 10-15 нм. В отдельных случаях на границах и в объеме ячеек выявляются частицы ограненной или глобулярной формы, размеры которых достигают 45 нм. Частицы второй фазы наблюдаются также и в объеме ячеек, размеры таких частиц составляют 5-10 нм. Анализ микроэлектронограмм показал, что это карбиды сложного состава  $Me_6C$ ,  $Me_{23}C_6$ , *Me*<sub>3</sub>C, *Me*<sub>7</sub>C<sub>3</sub> (здесь *Me* обозначены химические элементы хром, железо, вольфрам). Электронно-пучковая обработка сопровождается кратным (в три и более раз) повышением износостойкости материала, снижением коэффициента трения при неизменной микротвердости.

## Выводы

Методами современного физического материаловедения проведены исследования структуры, элементного и фазового составов, состояния дефектной субструктуры, механических и трибологических свойств слоя наплавки быстрорежущей стали Р18Ю в защитно-легирующей среде азота, подвергнутого высокотемпературному отпуску и дополнительному облучению импульсным электронным пучком в режиме высокоскоростного плавления тонкого поверхностного слоя.

#### Список литературы / References

- 1. Упрочнение теплостойких сплавов плазмой в среде азота / Н.Н. Малушин, В.Е. Громов, Д.А. Романов, Л.П. Бащенко. Новокузнецк: Полиграфист; 2022:232.
- Износостойкие наплавки на сталь: структура, фазовый состав и свойства: монография / С.В. Райков, В.Е. Кормышев, В.Е. Громов, Ю.Ф. Иванов, С.В. Коновалов. Новокузнецк: ИЦ СибГИУ; 2017:318.
- 3. Chaus A.S., Murgas M., Latyshev I.V., Tot R. Heat treatment of cast carburising high-speed steel alloyed with Ti, Nb and V. *Metal Science and Heat treatment*. 2001;43:220–223. http://doi.org/10.1023/A:1012317911735
- Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки / Под общ. ред. Н.Н. Коваля и Ю.Ф. Иванова. Томск: Изд-во НТЛ; 2016:304.
- 5. Egerton F.R. Physical Principles of Electron Microscopy. Basel: Springer International Publishing; 2016:196.
- Kumar C.S.S.R. Transmission Electron Microscopy. Characterization of Nanomaterials. New York: Springer; 2014:717. http://doi.org/10.1007/978-3-642-38934-4
- Carter C.B., Williams D.B. Transmission Electron Microscopy. Berlin: Springer International Publishing; 2016:518. http://doi.org/10.1017/S1431927618000296

Electron microscopic image of a frame mesh section of the deposited layer:

a – light field;  $\delta - \partial$  – images of the foil section obtained in characteristic X-ray radiation of atoms W ( $\delta$ ), Fe ( $\delta$ ), Cr (z), C ( $\partial$ )
Сведения об авторах	Information about the Authors
Виктор Евгеньевич Громов, д.фм.н., профессор, заведую- щий кафедрой естественнонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля, Сибирский государственный индустриальный уни- верситет ORCID: 0000-0002-5147-5343 E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru	Viktor E. Gromov, Dr. Sci. (PhysMath.), 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
Александр Сергеевич Чапайкин, аспирант кафедры естест- веннонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля, Сибирский государственный индустриальный университет <i>E-mail:</i> thapajkin.as@yandex.ru	Aleksandr S. Chapaikin, Postgraduate of the Chair of Science named after V.M. Finkel', Siberian State Industrial University <i>E-mail:</i> thapajkin.as@yandex.ru
Людмила Петровна Бащенко, к.т.н., доцент кафедры тепло- энергетики и экологии, Сибирский государственный индуст- риальный университет ORCID: 0000-0003-1878-909X E-mail: luda.baschenko@gmail.com	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
Вклад авторов	Contribution of the Authors
В. Е. Громов – концепция работы, научное руководство, написа- ние текста. А. С. Чапайкин – обзор литературы, проведение механических ис- пытаний, подготовка образцов для ПЭМ. Л. П. Бащенко – обсуждение результатов, редактирование текста.	<ul> <li>V. E. Gromov – work conceptualization, scientific guidance, writing the text.</li> <li>A. S. Chapaikin – literary review, conducting mechanical tests, preparing samples for TEM.</li> <li>L. P. Baschenko – discussion of the results, editing the text.</li> </ul>

Поступила в редакцию 12.10.2023 Re После доработки 20.05.2024 R Принята к публикации 21.08.2024 Ac

Received 12.10.2023 Revised 20.05.2024 Accepted 21.08.2024

## МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



**УДК** 538.911 **DOI** 10.17073/0368-0797-2024-5-567-572



Оригинальная статья Original article

## Моделирование структурных изменений в металле при высокоинтенсивном внешнем воздействии

А. Н. Гостевская<sup>1</sup>, А. В. Маркидонов<sup>1, 2</sup>,

## М. Д. Старостенков<sup>3</sup>, Д. А. Лубяной<sup>4</sup>

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

<sup>2</sup> Кузбасский гуманитарно-педагогический институт Кемеровского государственного университета (Россия, 654041, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Циолковского, 23)

<sup>3</sup> Алтайский государственный технический университет имени И.И. Ползунова (Россия, 656038, Алтайский край, Барнаул, пр. Ленина, 46)

<sup>4</sup> Филиал Кузбасского государственного технического университета имени Т.Ф. Горбачева в г. Прокопьевске (Россия, 653039, Кемеровская обл. – Кузбасс, Прокопьевск, ул. Ноградская, 32)

### 🖂 lokon1296@mail.ru

Аннотация. На сегодняшний день перед исследователями и промышленностью стоит задача улучшения физико-механических свойств различных металлических изделий. Для упрочнения конструкций существуют различные технологии обработки поверхности материала путем высокотемпературного воздействия. Большой интерес при этом вызывает применение лазерных технологий. Высокоско-ростной локальный лазерный нагрев поверхности материала с последующим быстрым охлаждением путем отвода тепла в глубь объема, а также отсутствие механического воздействия позволяют получить уникальные неравновесные структуры с широким набором свойств. Очевидно, что развитие этих технологий требует глубоких фундаментальных исследований. В настоящей работе методом молекулярной динамики выявлялись особенности структурных изменений поверхностных слоев кристалла железа при высокотемпературном воздействии. Выбор такого метода обусловлен тем, что рассматриваемые явления затруднительно изучать путем реальных экспериментов и прямых наблюдений. Условия компьютерного эксперимента были заданы таким образом, чтобы после прохождения точки температуры плавления в моделируемой системе происходил фазовый переход, при котором осуществляется отрыв частиц от поверхности жидкой фазы. В результате проведенного исследования выполнена оценка пороговой температуры эжектирования частиц и проведено исследование механизмов образования кластеров частиц. При нагреве происходит увеличение количества кластеров, а при охлаждении – его уменьшение, но при этом размеры кластеров увеличиваются, что свидетельствует о реализации механизма конденсации продуктов абляции. Дополнительно проведено исследование влияния внешнего давления на моделируемую систему частиц. Показано, что при увеличении давления количество кластеров уменьшается.

Ключевые слова: кристалл, модель, температура, поверхность, абляция, кластер

*Благодарности:* Исследование проводилось в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации № 075-00087-2401.

Для цитирования: Гостевская А.Н., Маркидонов А.В., Старостенков М.Д., Лубяной Д.А. Моделирование структурных изменений в металле при высокоинтенсивном внешнем воздействии. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):567–572. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-567-572

## SIMULATION OF STRUCTURAL CHANGES IN METAL UNDER HIGH-INTENSITY EXTERNAL INFLUENCE

### A. N. Gostevskaya<sup>1</sup>, A. V. Markidonov<sup>1, 2</sup>,

## M. D. Starostenkov<sup>3</sup>, D. A. Lubyanoi<sup>4</sup>

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

<sup>3</sup> Polzunov Altai State Technical University (46 Lenina Ave., Barnaul, Altai Territory 656038, Russian Federation)
 <sup>4</sup> Prokopyevsk Branch of the Kuzbass State Technical University named after T.F. Gorbachev (32 Nogradskaya Str., Pro-

kop'evsk, Kemerovo Region – Kuzbass 653039, Russian Federation)

### 🖂 lokon1296@mail.ru

*Abstract.* Today, researchers and industry are faced with the task of improving the physical and mechanical properties of various metal products. To strengthen the structures, there are various technologies for processing the material surface by high-temperature exposure. At the same time, the use of laser technologies is of great interest. High-speed local laser heating of the material surface followed by rapid cooling with heat removal into the volume depth, as well as the absence of mechanical action, allows us to obtain unique nonequilibrium structures with a wide range of properties. Obviously, the development of these technologies requires deep fundamental research. In this work, the molecular dynamics method revealed the features of structural changes in the surface layers of an iron crystal under high-temperature exposure. The choice of such a method is due to the fact that the phenomena under consideration are difficult to study through real experiments and direct observations. Conditions of the computer experiment were set in such a way that after the melting point is reached, a phase transition occurs in the simulated system, during which particles are separated from the surface of the liquid phase. As a result of the study, the threshold temperature of particle ejection was estimated and the mechanisms of particle cluster formation were investigated. When heated, the number of clusters increases, and when cooled, it decreases, but at the same time their sizes increase, which indicates the implementation of the condensation mechanism of ablation products. Additionally, the influence of external pressure on the simulated particle system was studied. It is shown that as the pressure increases, the number of clusters decreases.

Keywords: crystal, model, temperature, surface, ablation, cluster

Acknowledgements: The study was conducted within the framework of the state assignment of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation No. 075-00087-2401.

For citation: Gostevskaya A.N., Markidonov A.V., Starostenkov M.D., Lubyanoi D.A. Simulation of structural changes in metal under high-intensity external influence. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):567–572. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-567-572

### Введение

Под воздействием высоких температур структура материала претерпевает изменения. Изучение влияния высоких температур на структурные изменения металлов в области механики конденсированных сред ставит множество задач, связанных с основными свойствами и структурными изменениями материалов. Следует отметить, что в последнее время наблюдается рост интереса к методам получения наночастиц путем распыления материала при высокотемпературном воздействии. Облучение ультракороткими лазерными импульсами имеет практический интерес [1; 2], поэтому ему посвящены как экспериментальные, так и теоретические исследования [3-5]. В настоящее время существуют теоретические методы, которые основываются на построении тепловых моделей [6], разбросе баланса энергии испускания лазера [7]. Это позволяет оценить воздействие лазерного облучения на изменение поверхностного строения. Следует отметить, что характерные для лазерного облучения материалов явления абляции и десорбции исследовали с использованием метода молекулярнодинамического моделирования [8; 9]. Применительно к твердым телам молекулярная динамика может показать различия десорбции от абляции, предсказать распределение кластеров в образцах [10 – 12], распределение частиц по радиальной и осевой скоростям и объяснить зависимость абляции от свойств лазера [13 – 15], таких как плотность энергии и длительность импульса [16; 17]. Известно, что для многих материалов процесс абляции сопровождается формированием кластеров частиц. В качестве механизма их образования рассматриваются процессы конденсации облака эжектированных частиц, фазовый взрыв, гидродинамическое распыление и фотомеханические эффекты [18; 19]. В рамках настоящей работы было выполнено исследование механизмов образования кластеров частиц.

#### Методика исследования

Для реализации численного эксперимента был выбран метод молекулярной динамики, позволяющий реализовать моделирование различных статистических ансамблей частиц, а также выполнить сопоставление полученных результатов в реальном времени.

Реализация моделирования по методу молекулярной динамики во многом зависит от потенциала межчастичного взаимодействия. При вычислении потенциала применяли модель «погруженного атома», базирующуюся на теории расчета электронной структуры многих систем частиц в физике.

При расчете системы частиц, моделируемой в исследовании, строили ячейки металла (ОЦК решетки) с параметром решетки  $a_0 = 2,855$  Å, которые транслировали вдоль осей x, y, z. Полученная расчетная ячейка имитировала кристалл железа и включала в себя 30 000 частиц. Бесконечную протяженность кристалла получили при использовании периодических граничных условий, а для создания поверхности вдоль оси ординат применяли свободные граничные условия.

В ходе моделирования расчетную ячейку разбивали на области, в каждой из которых задавали определенную температуру, убывающую по мере удаления от поверхности. При использовании модели полубесконечного твердого тела аналитически точное решение тепловой задачи можно получить путем интегральных преобразований [20]. При этом, если интенсивность источника постоянна, то распределение температуры по глубине образца на стадии нагрева определяется как функция координат по формуле:

$$T(y, t) = \frac{2Aq}{\lambda} \sqrt{at} \operatorname{ierfc}\left(\frac{y}{2\sqrt{at}}\right), \tag{1}$$

где A = 0,68 – поглощательная способность;  $q = 3,5 \div 6,5$  МВт/см<sup>2</sup> – плотность энергии;  $\lambda = 80$  Вт/(м·К) – коэффициент теплопроводности;  $a = 2,621 \cdot 10^{-5}$  м<sup>2</sup>/с – температуропроводность;  $\tau = 10 \cdot 10^{-12}$  с – длительность воздействия.

Функция ierfc(x) является интегралом от функции интеграла вероятности:

$$\operatorname{ierfc}(x) = \int_{x}^{\infty} \operatorname{erfc}(x) dx.$$
 (2)

После того, как лазерное воздействие прекращается, наступает стадия охлаждения, распределение температуры определяется по следующей формуле:

$$T(y, t) = \frac{2Aq}{\lambda} \left[ \sqrt{at} \operatorname{ierfc}\left(\frac{y}{2\sqrt{at}}\right) - \sqrt{a(t-\tau)} \operatorname{ierfc}\left(\frac{y}{2\sqrt{a(t-\tau)}}\right) \right].$$
 (3)

#### Результаты исследований и их обсуждение

Для выявления кластеров систему частиц разбивали на несвязанные группы на основе критерия расстояния, принятого равным удвоенному значению параметра решетки. Под отдельным кластером будем понимать группу частиц, каждая из которых удалена от одной или нескольких частиц той же группы на расстояние, не превышающее радиус обрезания. После выявления кластеров частиц они раскрашиваются в определенный



**Рис. 1.** Визуализация идентифицируемых кластеров через 10 (*a*) и 18 пс (δ) модельного времени (*q* = 5 MBt/cм<sup>2</sup>; цветовая визуализация соответствует размерам кластеров)

*Fig. 1.* Visualization of identified clusters after 10 (*a*) and 18 ps ( $\delta$ ) of model time ( $q = 5 \text{ MW/cm}^2$ ; color visualization matches sizes of clusters)

цвет в зависимости от его размеров. Цветовая гамма менялась с фиолетовой на красную по мере увеличения количества частиц, принадлежащих кластеру.

Проведенное исследование показало, что в процессе нагрева идентифицируется постепенно увеличивающееся количество кластеров, которые, как правило, представляют собой одиночные частицы (рис. 1, a). В процессе охлаждения количество идентифицируемых кластеров уменьшается, а их размеры увеличиваются, то есть ранее эжектированные частицы начинают объединяться в группы (рис. 1,  $\delta$ ). В рассмотренной модели реализуется механизм конденсации продуктов абляции.

Идентифицированные кластеры при различной плотности лазерного излучения представлены на рис. 2.



Рис. 2. Визуализация идентифицируемых кластеров через 20 пс модельного времени при плотности энергии лазерного излучения 3,5; 5,0 и 6,5 МВт/см<sup>2</sup> (*a* – *в*) (цветовая визуализация соответствует размерам кластеров)

*Fig. 2.* Visualization of identified clusters after 20 ps of model time at a laser radiation energy density of 3.5; 5,0 and 6.5 MW/cm<sup>2</sup> (a - e) (color visualization matches sizes of clusters)



**Рис. 3.** Визуализация идентифицируемых кластеров через 20 пс модельного времени при давлении 1, 2 и 3 ГПа (*a* – *в*) (*q* = 5 MBт/см<sup>2</sup>; цветовая визуализация соответствует размерам кластеров)

*Fig. 3.* Visualization of identified clusters after 20 ps of model time at pressures of 1, 2 and 3 GPa (a - e) (q = 5 MW/cm<sup>2</sup>; color visualization matches sizes of clusters)



*Рис.* 4. Изменение количества кластеров при моделировании при различном давлении (*q* = 5 MBT/см<sup>2</sup>)

*Fig. 4.* Change in the number of clusters during simulation at different pressures ( $q = 5 \text{ MW/cm}^2$ )

Большая плотность энергии лазерного излучения способствует образованию большего количества кластеров (для q = 3,5, 5,0 и 6,5 MBt/cm<sup>2</sup> составляет 6, 23 и 38 соответственно).

Было проведено исследование влияния давления в системе на количество формирующихся кластеров. Алгоритм баростатирования, применяемый при моделировании, заключается в том, что объем системы становится переменной величиной, значение которой меняется, чтобы давление в системе оставалось постоянным [20]. Кластеры при различном давлении представлены на рис. 3. Количество кластеров при увеличении давления уменьшается. Изменение их числа в процессе моделирования представлено на рис. 4.

## Выводы

В результате проведенного исследования была построена модель с помощью метода молекулярной динамики, которая дала возможность изучить процесс лазерной абляции, протекающий под влиянием коротких импульсов с малой плотностью. Проведено исследование формирования кластеров частиц при абляции. Построена числовая зависимость количества сформированных кластеров от воздействующего на них давления.

### Список литературы / References

- Гостевская А.Н. Воздействие ультракоротких сверхмощных лазерных импульсов на твердое тело. В кн.: Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов. Сб. тезисов докладов XXVI Уральской школы металловедов-термистов. Екатеринбург. 2022:259–261.
- Мажукин В.И., Мажукин А.В., Демин М.М., Шапранов А.В. Эффекты неравновесности при воздействии импульсного лазерного излучения на металлы. Оптический журнал. 2011;78(8):29–37.

Mazhukin V.I., Mazhukin A.V., Demin M.M., Shapranov A.V. Nonequilibrium effects accompanying the action of pulsed laser radiation on metals. *Journal of Optical Technology*. 2011;78(8):491–497.

https://doi.org/10.1364/JOT.78.000491

- Zhigilei L.V., Kodali P.B.S., Garrison B.J. Molecular dynamics model for laser ablation and desorption of organic solids. *The Journal of Physical Chemistry B*. 1997;101(11): 2028–2037. https://doi.org/10.1021/jp9634013
- Tabetah M., Matei A., Constantinescu C. The minimum amount of "matrix" needed for matrix-assisted pulsed laser deposition of biomolecules. *The Journal of Physical Chemistry B*. 2014;118(46):13290–13299. http://dx.doi.org/10.1021/jp508284n
- 5. Bauerle D. Laser Processing and Chemistry. Luxembourg: Springer Science Business Media; 2011:851.
- 6. Гостевская А.Н., Маркидонов А.В. Изменение внутреннего строения металлов при воздействии лазерных импульсов. В кн.: Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении. Материалы 5-й Всероссийской научно-практической конференции с международным участием. Пермь: Изд-во Пермского нац. исслед. политехн. ун-та; 2021:60–63.
- Гостевская А.Н., Маркидонов А.В., Коваленко В.В. Молекулярно-динамическое моделирование лазерной абляции. В кн.: Перспективные материалы и технологии: материалы международного симпозиума, Минск, 23–27 августа 2021 г. / Под. ред. В.В. Рубаника. Минск: Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации; 2021:21.
- **8.** Willis D.A., Grosu V. The effect of melting-induced volumetric expansion on initiation of laser-induced forward transfer.

*Applied Surface Science*. 2007;253(10):4759–4763. *https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.10.046* 

- Fardel R., Nagel M., Nuesch F. Energy balance in a laserinduced forward transfer process studied by shadowgraphy. *Journal of Physical Chemistry C*. 2009;113(27):11628–11633. http://dx.doi.org/10.1021/jp901340s
- Zhigilei L. Yingling Ya., Itina T., Schoolcraft T., Garrison B. Molecular dynamics simulations of matrix-assisted laser desorption-connections to experiment. *International Journal* of Mass Spectrometry. 2003;226(1):85–106. https://doi.org/10.1016/S1387-3806(02)00962-4
- Анисимов С.И., Лукьянчук Б.С. Избранные задачи теории лазерной абляции. Успехи физических наук. 2007; 45(3):293. https://doi.org/10.3367/ufnr.0172.200203b.0301

Anisimov S.I., Luk'yanchuk B.S. Selected problems of laser ablation theory. *Physics – Uspekhi*. 2007;45(3):293. (In Russ.). *https://doi.org/10.1070/pu2002v045n03abeh000966* 

 Завьялова М.А. Поверхностная модификация кварцевого стекла импульсами пикосекундного лазера. Компьютерная оптика. 2016;40(6):863–870. https://doi.org/10.18287/2412-6179-2016-40-6-863-870

Zavyalova M.A. Surface modification of quartz glass by picosecond laser pulses. *Computer Optics*. 2016;40(6): 863–870. (In Russ.).

https://doi.org/10.18287/2412-6179-2016-40-6-863-870

- Кузнецов П.М., Федоров В.А. Формирование рельефа кратера при воздействии лазерного излучения на поверхность сплава Fe – Si. Вестник ТГУ. 2010;15(6):1790–1793. Kuznetsov P.M., Fedorov V.A. Formation of crater relief under laser radiation on Fe – Si alloy surface. Vestnik TGU. 2010;15(6):1790–1793. (In Russ.).
- 14. Явтушенко Т.О., Кадочников А.С., Новиков С.Г., Беринцев А.В., Столяров Д.А. Экспериментальное исследова-

ние процесса структурирования поверхности металла фемтосекундными лазерными импульсами высокой мощности. Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2013;15(4-5):1033–1037.

Yavtushenko T.O., Kadochnikov A.S., Novikov S.G., Berintsev A.V., Stolyarov D.A. Experimental research of metal surface structuring via high power femtosecond laser pulses. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiiskoi akademii nauk*. 2013;15(4-5):1033–1037. (In Russ.).

15. Kuo J.-K., Huang P.-H., Chien S.-K., Huang K.-Y., Chen K.-T. Molecular dynamics simulations of crater formation induced by laser ablation on the surface of α-Fe substrate. *MATEC Web of Conferences*. 2018;167:03011. https://doi.org/10.1051/matecconf/201816703011

16. Gong X.-F., Yang G.-X., Li P., Wang Y., Ning X.-J. Molecular dynamics simulation of pulsed laser ablation. *International Journal of Modern Physics B*. 2011;25(4):543–550. http://dx.doi.org/10.1142/S0217979211058122

- Cheng C., Wu A.Q., Xu X. Molecular dynamics simulation of ultrafast laser ablation of fused silica. *Journal of Physics: Conference Series*. 2007;59:100–104. http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/59/1/022
- Рыкалкин Н.Н., Углов А.А., Зуев И.В., Кокора А.Н. Лазерная и электронно-лучевая обработка материалов. Москва: Машиностроение; 1985:496.
- 19. Жигилей Л.В., Левегль Э., Иванов Д.С., Лин Ж., Волков А.Н. Моделирование короткоимпульсной лазерной абляции методом молекулярной динамики: механизмы эжекции материала и формирования наночастиц. Новосибирск: ИТ СО РАН. 2009:147–220.
- Andersen H.C. Molecular dynamics simulations at constant pressure and/or temperature. *The Journal of Chemical Physics*. 1980;72(4):2384–2393. *https://doi.org/10.1063/1.439486*

## Сведения об авторах / Information about the Authors

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

Артем Владимирович Маркидонов, д.ф.-м.н., доцент кафедры естественнонаучных дисциплин имени В.М. Финкеля, Сибирский государственный индустриальный университет; заведующий кафедрой информатики и вычислительной техники им. В.К. Буторина, Кузбасский гуманитарно-педагогический институт Кемеровского государственного университета ORCID: 0000-0002-4566-528X

### E-mail: markidonov\_artem@mail.ru

*Михаил Дмитриевич Старостенков, д.ф.-м.н., профессор, заведующий кафедрой физики,* Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова *ORCID:* 0000-0002-6326-7613 *E-mail:* genphys@mail.ru

Дмитрий Анатольевич Лубяной, к.т.н., доцент кафедры технологии и комплексной механизации горных работ, Филиал Кузбасского государственного технического университета им. Т.Ф. Горбачева в г. Прокопьевск ORCID: 0000-0001-9773-3558 *E-mail:* lubjanoy@yandex.ru Anastasia N. Gostevskaya, Postgraduate of Chair of Science named after V.M. Finkel', Siberian State Industrial University ORCID: 0000-0002-7328-5444 E-mail: lokon1296@mail.ru

Artem V. Markidonov, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Assist. Prof. of the Chair of Science named after V.M. Finkel', Siberian State Industrial University; Head of the Chair of Informatics and Computer Engineering named after V.C. Butorin, Kuzbass Humanitarian Pedagogical Institute of Kemerovo State University

ORCID: 0000-0002-4566-528X E-mail: markidonov\_artem@mail.ru

Mikhail D. Starostenkov, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Head of the Chair of Physics, Polzunov Altai State Technical University ORCID: 0000-0002-6326-7613 *E-mail:* genphys@mail.ru

*Dmitrii A. Lubyanoi, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Technology and Integrated Mechanization of Mining,* Prokopyevsk Branch of the Kuzbass State Technical University named after T.F. Gorbachev *ORCID:* 0000-0001-9773-3558 *E-mail:* lubjanoy@yandex.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors	
<i>А. Н. Гостевская</i> – постановка и проведение вычислительных экспериментов, обзор литературы, написание текста статьи. <i>А. В. Маркидонов</i> – построение компьютерной модели, написание программного кода, визуализация и анализ результатов молелирования.	<ul> <li>A. N. Gostevskaya – formulation and implementation of computational results, literature review, writing the text.</li> <li>A. V. Markidonov – building a computer model, writing a program code, visualizing and analyzing the simulation results.</li> </ul>	
<i>М. Д. Старостенков</i> – формулирование концепции исследования, обсуждение результатов. <i>Д. А. Лубяной</i> – обсуждение результатов.	<ul> <li><i>M. D. Starostenkov</i> – formulation of the research concept, discus of the results.</li> <li><i>D. A. Lubyanoi</i> – discussion of the results.</li> </ul>	
Поступила в редакцию 27.10.2023 После доработки 28.03.2024 Принята к публикации 21.08.2024	Received 27.10.2023 Revised 30.03.2024 Accepted 21.08.2024	

Goikhenberg Yu.N., Polukhin D.S. Effect of silicon and vanadium on corrosion-mechanical properties of high-nitrogen Cr – Mn steels

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES



**УДК** 669:620.19+669.15-194.56 **DOI** 10.17073/0368-0797-2024-5-573-578



Оригинальная статья Original article

## Влияние кремния и ванадия на коррозионно-механические свойства высокоазотистых Cr – Mn сталей

## Ю. Н. Гойхенберг<sup>1</sup>, Д. С. Полухин<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Южно-Уральский государственный университет (Россия, 454080, Челябинск, пр. Ленина, 76) <sup>2</sup> ООО «Научно-технический центр Конар» (Россия, 454010, Челябинск, Енисейская ул., 8)

### 💌 poluhin.dmitriy@konar.ru

Аннотация. Исследованы фазовый состав, параметры кристаллической решетки, механические свойства и коррозионная стойкость под напряжением высокоазотистых аустенитных и аустенито-ферритных Cr-Mn сталей после гомогенизирующей обработки, старения и холодной пластической деформации. Установлено, что легирование Cr-Mn сталей кремнием и ванадием может приводить к образованию разных количеств ферромагнитного б-феррита и уже с малых его содержаний к существенному упрочнению, обусловленному зернограничным эффектом. Присутствие б-феррита оказывает упрочняющий эффект как после гомогенизирующей обработки, так и при холодной пластической деформации. В легированных ванадием Cr–Mn сталях даже после аустенитизирующей обработки при 1250 °C сохраняется более мелкое зерно аустенита 8-9 номера, чем у сталей, легированных кремнием, имеющих после закалки от более низкой температуры (1150 - 1170 °C) большее по размеру зерно 6 - 7 балла. Образование даже небольших количеств б-феррита приводит к снижению сопротивления коррозионному растрескиванию высокоазотистых хромомарганцевых сталей. При этом сопротивление коррозионному растрескиванию высокоазотистых сталей с δ-ферритом оказывается значительно ниже, чем у содержащих 0.4 % азота и более однофазных Cr-Mn аустенитных сталей. Старение вызывает существенное упрочнение высокоазотистых, легированных как кремнием, так и ванадием, Cr–Mn сталей с δ-ферритом и сопровождается потерей ферромагнетизма при значительном уменьшении ударной вязкости и пластичности. Исчезновение ферромагнетизма, по-видимому, обусловлено тем, что происходит распад δ-феррита на σ-фазу и парамагнитный азотсодержащий аустенит. Микроструктурные и рентгеноструктурные исследования свидетельствуют о том, что старение стали с δ-ферритом протекает по непрерывному механизму, сопровождающемуся монотонным снижением параметра решетки аустенита в связи с выделением из него нитридов. Старение двухфазных сталей, приводящее к исчезновению δ-феррита и ферромагнетизма, вызвало катастрофическое снижение стойкости против коррозионного растрескивания.

Ключевые слова: высокоазотистые Cr – Mn стали, δ-феррит, микроструктура, механические свойства, коррозионная стойкость под напряжением

Для цитирования: Гойхенберг Ю.Н., Полухин Д.С. Влияние кремния и ванадия на коррозионно-механические свойства высокоазотистых Cr – Mn сталей. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):573–578. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-573-578

## EFFECT OF SILICON AND VANADIUM ON CORROSION-MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH-NITROGEN Cr – Mn STEELS

## Yu. N. Goikhenberg<sup>1</sup>, D. S. Polukhin<sup>2</sup>

<sup>1</sup> South Ural State University (76 Lenina Ave., Chelyabinsk 454080, Russian Federation)
 <sup>2</sup> LLC "Scientific and Technical Centre KONAR" (8 Eniseiskaya Str., Chelyabinsk 455030, Russian Federation)

#### poluhin.dmitriy@konar.ru

*Abstract.* The authors studied the phase composition, crystal lattice parameters, mechanical properties and stress corrosion resistance of high-nitrogen austenitic and austenitic-ferritic Cr–Mn steels after homogenizing treatment, aging and cold plastic deformation. It was established that alloying of Cr–Mn steels with silicon and vanadium can lead to the formation of different amounts of ferromagnetic δ-ferrite and, from its low content, to significant hardening due to the grain-boundary effect. The presence of δ-ferrite has a hardening effect both after homogenizing treatment and during cold plastic deformation. In vanadium-alloyed Cr–Mn steels, even after austenitization treatment at 1250 °C, a finer grain of austenite of 8 – 9 numbers is retained than those of steels alloyed with silicon, having after quenching from a lower temperature (1150 – 1170 °C) larger grain

of 6-7 numbers. Formation of even small amounts of  $\delta$ -ferrite leads to a decrease in corrosion cracking resistance of high-nitrogen chromium-manganese steels. At the same time, corrosion resistance of high-nitrogen steels with  $\delta$ -ferrite is significantly lower than that of austenitic steels containing 0.4 % nitrogen and more single-phase Cr-Mn. Aging causes significant hardening of high-nitrogen, alloyed with both silicon and vanadium, Cr-Mn steels with  $\delta$ -ferrite and is accompanied by a loss of ferromagnetism with a significant decrease in toughness and ductility. Disappearance of ferromagnetism seems to be due to the fact that  $\delta$ -ferrite disintegrates into a  $\sigma$ -phase and a paramagnetic nitrogen-containing austenite. Microstructural and *X*-ray diffraction studies indicate that the aging of steel with  $\delta$ -ferrite proceeds by a continuous mechanism, accompanied by a monotonous decrease in the lattice parameter of austenite due to the release of nitrides from it. Aging of two-phase steels, leading to the disappearance of  $\delta$ -ferrite and ferromagnetism, caused a catastrophic decrease in corrosion cracking resistance.

Keywords: high-nitrogen Cr – Mn steels, δ-ferrite, microstructure, mechanical properties, stress corrosion resistance

*For citation:* Goikhenberg Yu.N., Polukhin D.S. Effect of silicon and vanadium on corrosion-mechanical properties of high-nitrogen Cr – Mn steels. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):573–578. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-573-578

### Введение

При оценке перспектив, последовательности освоения и результатов использования безуглеродных технологий в металлургии отмечается [1], что альтернативой углероду, как упрочняющему сталь элементу, может быть азот, который ее упрочняет в большей мере, чем углерод в традиционных сталях [2; 3]. Разработаны коррозионностойкие высокоазотистые стали, содержащие не менее 12 мас. % хрома и имеющие высокую статическую и циклическую прочность, износостойкость, повышенную способность к пластической деформации при сохранении хорошей пластичности и ударной вязкости [4; 5]. Известно, что аустенитные Cr-Ni и Cr-Mn стали, а также коррозионностойкие мартенситные и аустенито-мартенситные стали имеют низкое сопротивление коррозионному растрескиванию (КР) под напряжением [6]. Более высокие значения предела длительной коррозионной стойкости наблюдаются у сталей ферритного и аустенито-ферритного классов. Не подверженными коррозионному растрескиванию в различных средах оказались аустенитные высокоазотистые Cr-Mn стали, которые обладают еще высокой стойкостью против водородной хрупкости и высокой коррозионно-усталостной прочностью [7-10].

В работах [10; 11] рассмотрено влияние кремния на тонкую структуру и износостойкость высокоазотистых Cr-Mn сталей в условиях сухого трения скольжения. Установлено, что легирование кремнием повышает сопротивление адгезионному изнашиванию при сохранении низких значений коэффициента трения (f = 0,25 - 0,33). Влияние кремния на трибологические свойства этих сталей связано с активизацией планарного скольжения дислокаций. В работе [10] также отмечается, что хромомарганцевые метастабильные аустенитные стали, легированные 0,15 - 0,25 мас. % азота, обладают повышенным сопротивлением кавитационноэрозионному разрушению [12] и абразивному изнашиванию [13], которое во многом объясняется образованием при контактном нагружении  $\alpha$ -мартенсита деформации. Высокое сопротивление стали Nitronic 60 адгезионному изнашиванию авторы [14; 15] связывают с низкой энергией дефектов упаковки аустенита, способностью стали к интенсивному деформационному упрочнению и образованию на поверхности трения окисных пленок, препятствующих схватыванию.

Представляет интерес оценить сопротивление КР азотсодержащих Cr-Mn сталей с аустенито-ферритной структурой. Целью работы является изучение влияния некоторых ферритообразующих элементов (таких как кремний и ванадий) на коррозионно-механические свойства Cr-Mn сталей.

### Материал и методика исследования

Стали выплавляли в обычных условиях при атмосферном давлении в 60-кг индукционной печи. Химический состав изученных сталей приведен в табл. 1. Содержание серы и фосфора во всех выплавленных сталях не превышало 0,01 и 0,04 мас. % соответственно. Слитки азотсодержащих сталей гомогенизировали при 1150 °С в течение 8 – 15 ч и проковывали на

Таблица 1. Химический состав высокоазотистых Cr – Мп сталей и содержание в них б-феррита

*Table 1.* Chemical composition of high-nitrogen Cr – Mn steels and content of  $\delta$ -ferrite in them

Manua atau	Содержание элементов, вес. %						Количество
марка стали	N	Si	V	Cr	Mn	С	δ-феррита, %
10Х16Г17С4А0,3	0,28	4,50	0,09	16,0	17,1	0,11	3
12Х19Г19С2А0,5	0,50	2,37	0,13	19,3	19,4	0,13	0
10Х19Г20С4А0,5	0,52	4,30	0,18	19,6	20,3	0,10	32
07Х18Г19ФА0,4	0,42	0,49	1,04	17,5	18,9	0,07	5
07Х19Г18ФА0,7	0,73	0,35	1,07	18,8	18,0	0,07	0

прутки сечением  $20 \times 20 \text{ мм}^2$ , из которых для определения механических свойств изготавливали стандартные пятикратные разрывные образцы диаметром рабочей части 5 мм и стандартные образцы сечением  $10 \times 10 \text{ мm}^2$  с *U*-образным надрезом для испытаний на ударную вязкость.

Предел прочности и условный предел текучести сталей определяли с погрешностью ±5 МПа, относительное удлинение – с точностью 0,1 %. Испытания на КР проводили по специально разработанной методике [16] в 20 %-ном водном растворе поваренной соли в дистиллированной воде при комнатной температуре и напряжениях 0,80 – 0,95 от предела текучести.

Микроструктуру изучали на оптическом микроскопе Axio Observer.D1m. Магнитометрические измерения осуществляли на α-фазометре, фиксирующем содержание δ-феррита.

Рентгеноструктурные исследования выполняли на дифрактометре ДРОН–4–07 в железном излучении. Качественный и количественный фазовый анализ осуществляли по методу Ритвельда [17] после оптимизации интерференционных максимумов. Точность количественного фазового анализа составляла ±5 %. Прецизионные измерения параметра решетки аустенита проводили по последним интерференционным линиям 311<sub>а1</sub> и 222<sub>а1</sub>, снятым в дискретном режиме с шагом 0,02° [18; 19].

### Результаты исследования и их обсуждение

Рентгеноструктурный и магнитометрический фазовый анализ свидетельствуют о том, что Cr–Mn стали 12X19Г19C2A0,5 и 07X19Г18ФА0,7 находятся в аустенитном состоянии (табл. 1). В сталях с меньшим содержанием азота дополнительно присутствует незначительное количество (3 – 5 %) ферромагнитной фазы δ-феррита, а в стали с 4 % кремния содержание δ-феррита достигает 32 %. Дисперсные зерна δ-феррита разной формы и размеров располагаются, в основном, по границам зерен аустенита (рис. 1). Стали, легированные кремнием, после гомогенизирующей обработки при 1150 – 1170 °С имели одинаковый размер аустенитного зерна, соответствующий 6 – 7 баллу. В легированных ванадием сталях даже после аустенитизирующей обработки при 1250 °С сохраняется более мелкое зерно аустенита 8 – 9 номера.

Механические свойства сталей после гомогенизирующей обработки приведены в табл. 2. Для сравнения в нижней части таблицы показаны механические свойства подобных Cr–Mn аустенитных сталей с близкой концентрацией азота, но не легированных кремнием или ванадием. Видно, что при равной концентрации азота стали, содержащие δ-феррит, имеют более высокие прочностные свойства и более низкие значения относительного сужения и ударной вязкости, чем аустенитные стали, не легированные кремнием или ванадием, которые способствуют образованию феррита.

Высокоазотистые Cr–Mn стали, содержащие  $\delta$ -феррит, как и аналогичные аустенитные стали, интенсивно упрочняются в процессе холодной пластической деформации при сохранении хорошей пластичности. Степень упрочнения ( $\Delta\sigma/\Delta\varepsilon$ ) сталей с разной концентрацией азота и кремния, а также критическая степень холодной деформации ( $e_{\rm kp}$ ), необходимая для достижения у некоторых ответственных изделий (например, бандажных колец мощных турбогенераторов) предела текучести 1200 Н/мм<sup>2</sup>, приведены в табл. 3.

По этим параметрам аустенито-ферритные стали, содержащие 0,3 - 0,5 % азота и 4 % кремния, оказались близки к сталям, не легированным кремнием и содержащим большее количество азота. В то же время легирование 2 % кремния аустенитной стали 12Х19Г19С2А0,5 практически не повлияло на степень упрочнения и критическую степень деформации  $e_{\rm kp}$ . Эти параметры оказались такими же, как у стали 08Х18Г18А0,5. Отсюда, по-видимому, следует, что присутствие δ-феррита оказывает упрочняющий эффект (зернограничное упрочнение) как после гомогенизи-



*Рис.* 1. Микроструктура закаленной от 1100 °C стали 10Х19Г20С4А0,5 с δ-ферритом

**Fig. 1.** Microstructure of quenched from 1100 °C 10Kh19G20S4A0.5 steel with δ-ferrite

Таблица 2. Механические свойства высокоазотистых сталей после гомогенизирующей обработки

# Table 2. Mechanical properties of high-nitrogen steels after homogenizing treatment

Марка стали	σ <sub>0,2</sub> , Н/мм <sup>2</sup>	σ <sub>в</sub> , Н/мм <sup>2</sup>	δ, %	Ψ, %	<i>КСU</i> , Дж/см <sup>2</sup>
10Х16Г17С4А0,3	465	908	66	63	287
12Х19Г19С2А0,5	522	924	65	72	_
10Х19Г20С4А0,5	590	982	52	61	_
07Х18Г19ФА0,4	530	890	46	63	122
07Х19Г18ФА0,7	720	1100	43	62	181
05X14Г20A0,3	350	720	68	74	_
08X18Г18A0,5	530	910	67	73	360
08Х19Г19А0,7	570	990	63	72	300

Таблица З. Степень упрочнения (Δσ/Δε) при холодной пластической деформации на 15, 30, 40 % и критическая степень деформации ( $e_{_{\rm KP}}$ ) для разных Cr – Mn сталей

*Table 3.* Hardening degree  $(\Delta\sigma/\Delta\epsilon)$  during cold plastic deformation by 15, 30, 40 % and critical deformation degree  $(e_{\rm srn})$  for different Cr – Mn steels

Δσ/Δε для различных степеней           Марка стали         деформации, %		Δσ/Δε для различ- ных степеней деформации, %			Время испытания на КР. ч
	15	30	40		, -
10Х16Г17С4А0,3	56,0	36,2	30,5	37	$450-500 \ \lor$
12Х19Г19С2А0,5	56,0	37,0	31,2	36	3000 ^
10Х19Г20С4А0,5	65,4	41,6	34,2	27	$300-2000 \lor$
05Х14Г20А0,3	42,0	29,0	24,7	50	430 − 550 V
08X18Г18A0,5	55,0	36,7	31,0	36	5000 ^
08Х19Г19А0,7	66,0	42,0	34,7	26	5300 ^
Примечание: ∨ – образцы разрушились при испы- таниях на КР: ∧ – образцы сняты с испытаний без спелов КР					

рующей обработки, так и при холодной пластической деформации.

В тоже время образование даже небольших количеств б-феррита снижает сопротивление коррозионному растрескиванию высокоазотистых Cr-Mn сталей. Так, если образование 3 % б-феррита в стали 10Х16Г17С4А0,3 не оказало заметного влияния на стойкость против КР по сравнению с аналогичной бескремнистой аустенитной сталью 05Х14Г20Н4А0,3, имеющей низкую стойкость, то присутствие 32 % δ-феррита в стали 10Х19Г20С4А0,5 катастрофически понизило ее сопротивление коррозионному растрескиванию по сравнению с аустенитной сталью 08X18Г18А0,5, не подверженной коррозионному растрескиванию [20-22] (табл. 3). В случае легирования кремнием и сохранения аустенитной структуры (сталь 12X19Г19С2А0,5) уменьшения стойкости против КР не наблюдается. Аналогичным образом присутст-



Рис. 2. Изменение содержания δ-феррита в стали 10Х19Г20С4А0,5 в зависимости от продолжительности старения при 700 °С

*Fig. 2.* Change in the content of δ-ferrite in 10Kh19G20S4A0.5 steel depending on duration of aging at 700 °C

вие  $\delta$ -феррита сказывается и на сталях, легированных ванадием. Так двухфазная сталь 07Х18Г19ФА0,4 подвержена коррозионному растрескиванию в течение 250 – 750 ч при напряжениях 1050 – 1150 Н/мм<sup>2</sup>, а аустенитная сталь 07Х19Г18ФА0,7 при том же уровне напряжений снималась с испытаний в течение 5000 ч без каких-либо следов коррозионного растрескивания.

существенное Старение вызывает упрочнение высокоазотистых, легированных как кремнием, так и ванадием, Cr-Mn сталей с б-ферритом, переводя их в немагнитное состояние. Так, предел текучести ванадийсодержащей высокоазотистой стали 07Х18Г19ФА0,4 с 5 % б-феррита после 16 ч выдержки при 650 °С увеличивается на 290 Н/мм<sup>2</sup>, а аустенитной 07Х19Г18ФА0,7 – лишь на 190 Н/мм² по сравнению с гомогенизирующей обработкой при значительном уменьшении ударной вязкости и пластичности у обеих сталей. Отрицательное влияние ванадия и кремния на пластичность и ударную вязкость отмечается также для стареющих углеродсодержащих аустенитных сталей [23]. Заметим, что в высокоазотистой стали, легированной кремнием и содержащей 32 % б-феррита, твердость после 2-4 ч выдержки при 700 °С увеличивается до 35-37 HRC, что сопоставимо с твердостью высокоотпущенных легированных сталей с 0,4 % С.

Необходимо отметить, что после старения стали с  $\delta$ -ферритом становятся немагнитными, по-видимому, в результате его распада (согласно диаграмме состояния) на  $\sigma$ -фазу и парамагнитный азотсодержащий аустенит. При этом содержание  $\delta$ -феррита монотонно уменьшается с увеличением длительности старения (рис. 2). Микроструктурные и рентгеноструктурные исследования свидетельствуют о том (рис. 3), что старение стали с  $\delta$ -ферритом протекает по непрерывному механизму, сопровождающемуся монотонным снижением параметра решетки аустенита в связи с выделе-



*Рис. 3.* Зависимость параметра решетки аустенита сталей 10Х16Г17С4А0,3 (*1*) и 10Х19Г20С4А0,5 (*2*) от продолжительности старения при 700 °С:



нием из него нитридов. В то же время в высокоазотистых Cr-Mn сталях аустенитного класса, содержащих более 0,3 % азота и не легированных кремнием, при старении получает существенное развитие прерывистый распад аустенита [24].

Старение двухфазных сталей, приводящее к исчезновению δ-феррита, вызвало катастрофическое снижение стойкости против КР, при этом состаренные образцы испытывали коррозионное растрескивание при выбранных условиях испытания уже в течение 10 – 70 ч.

## Выводы

Легирование высокоазотистых Cr-Mn сталей кремнием или ванадием приводит к образованию δ-феррита и существенному упрочнению как после гомогенизирующей обработки, так и при холодной пластической деформации, что обусловлено зернограничным эффектом.

В легированных ванадием Cr-Mn сталях даже после аустенитизирующей обработки при 1250 °C сохраняется более мелкое зерно аустенита (8 – 9 балла), чем у сталей, легированных кремнием, имеющих уже после обработки при 1150 - 1170 °C более крупное зерно 6 – 7 номера.

Образование даже небольших количеств (3-5%) δ-феррита в высокоазотистых Cr-Mn аустенитных сталях одновременно с упрочнением приводит к снижению сопротивления коррозионному растрескиванию под напряжением.

Старение сопровождается дополнительным снижением коррозионной стойкости под напряжением, исчезновением намагниченности и существенным упрочнением высокоазотистых Cr–Mn сталей с δ-ферритом, что обусловлено его распадом, по-видимому, на σ-фазу и азотсодержащий парамагнитный аустенит, а также выделением нитридов.

## Список литературы / References

1. Рощин В.Е., Рощин А.В., Кузнецов Ю.С., Гойхенберг Ю.Н. Технологические и материаловедческие аспекты перехода в черной металлургии на безуглеродные процессы. *Черные металлы*. 2021;(11):10–17. https://doi.org/10.17580/chm.2021.11.02

Roshchin V.E., Roshchin A.V., Kuznetsov Yu.S., Goikhenberg Yu.N. Technological and materials science aspects of the transition in ferrous metallurgy to carbon-free processes. *Chernye metally*. 2021;(11):10–17. (In Russ.). *https://doi.org/10.17580/chm.2021.11.02* 

- Рашев Ц.В. Высокоазотистые стали. Металлургия под давлением. София: Издательство Болгарской АН «Проф. Марин Дримов»; 1995:268.
- **3.** Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В. Азот как легирующий элемент в сплавах на основе железа. В сборнике научных трудов: *Фазовые и структурные превращения в*

*сталях. Выпуск 3.* Под ред. В.Н. Урцева. Магнитогорск; 2003:576.

 Костина М.В., Ригина Л.Г. Азотсодержащие 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

- Singhal L.K. Characteristics, distinctive advantages & wide ranging applications of chrome-manganese stainless steels. *Advanced Materials Research*. 2013;794:103–116. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.794.103
- 6. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. Москва: Металлургия; 1985:270–271.
- Stein G. Generator-Kappenringe aus nichtmagnetisierbaren Stählen ihre mechanisch-technologischen Werkstoffkennwerte und ihr Widerstand gegen Korrosion. VGB Kraftwerkstechnik. 1985;65(11):1069–1074. (In Germ.).
- Speidel M.O. Nichtmagnetisierbare Stahle fur Generator-Kappenringe, ihr Widerstand gegen Korrosionsermüdung. VGB Kraftwerktechnik. 1981;61(12):1048–1053. (In Germ.).
- Гойхенберг Ю.Н., Журавлев Л.Г., Мирзаев Д.А., Журавлева В.В., Силина Е.П., Внуков В.Ю. Исследование коррозионного растрескивания, структуры и свойств упрочненных Сг–Мп аустенитных сталей с азотом. Физика металлов и металловедение. 1988;65(6):1131–1137.

Goikhenberg Yu.N., Zhuravlev L.G., Mirzaev D.A., Zhuravleva V.V., Silina E.P., Vnukov V.Yu. Investigation of corrosion cracking, structure and properties of Cr–Mn hardened austenitic steels with nitrogen. *Fizika metallov i metallovedenie*. 1988;65(6):1131–1137. (In Russ.).

Коршунов Л.Г., Гойхенберг Ю.Н., Черненко Н.Л. Влияние кремния на структуру, трибологические и механические свойства азотсодержащих хромомарганцевых аустенитных сталей. *Физика металлов и металловедение*. 2003;96(5):100–110.

Korshunov L.G., Goikhenberg Yu.N., Chernenko N.L. Effect of silicon on the structure, tribological behavior, and mechanical properties of nitrogen-containing chromiummanganese austenitic steels. *Physics of Metals and Metallography*. 2003;96(5):535–544.

- 11. Коршунов Л.Г., Гойхенберг Ю.Н., Черненко Н.Л. Микроструктура, трибологические и механические свойства азотсодержащих нержавеющих аустенитных сталей на хромомарганцевой основе. В сборнике научных трудов: Фазовые и структурные превращения в сталях. Выпуск 3. Под ред. В.Н. Урцева. Магнитогорск; 2003:215–242.
- **12.** Богачев И.Н. Кавитационное разрушение и кавитационно-стойкие сплавы. Москва: Металлургия; 1972:189.
- Lenel U.R., Knott B.R. Structure and properties of corrosion and wear resistant Cr–Mn–N steels. *Metallurgical Transactions A*. 1987;18:847–855. https://doi.org/10.1007/BF02646926
- 14. Schumacher W.J. Stainless steel alternative to cobalt wear alloys. *Chemical Engineering*. 1981;88(19):149–152.
- 15. Ohriner R.K., Wada T., Whelan E.P., Ocken H. The chemistry and structure of wear-resistant, iron-base hardfacing alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1991;22(5): 983–991. https://doi.org/10.1007/BF02661091

- 16. Журавлев Л.Г., Журавлева В.В., Гойхенберг Ю.Н., Мирзаев Д.А. Методика ускоренных испытаний пластичных леформированных металлов на коррозионное растрескивание. Заводская лаборатория. 1992;58(3):44-46. Zhuravlev L.G., Zhuravleva V.V., Goikhenberg Yu.N., Mirzaev D.A. Methodology of accelerated testing of plastic deformed metals for corrosion cracking. Zavodskava laboratoriya. 1992;58(3):44-46.
- 17. Кржижановская М.Г., Фирсова В.А., Бубнова Р.С. Применение метода Ритвельда для решения задач порошковой дифрактометрии: Учебное пособие. Санкт-Петербургский университет; 2016:67.
- 18. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Москва: Металлургия; 1980.
- 19. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Москва: МИСИС; 1994:328.
- 20. Speidel M.O. Nitrogen containing austenitic stainless steels. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 2006; 37(10):875-880. https://doi.org/10.1002/mawe.200600068
- 21. Рашев Ц.В., Елисеев А.В., Жекова Л.Ц., Богев П.В. Высокоазотистые стали. Известия вузов. Черная металлургия.

### 2019;62(7):503-510. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-7-503-510

Rashev Ts.V., Eliseev A.V., Zhekova L.Ts., Bogev P.V. High nitrogen steels. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2019;62(7):503-510. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-7-503-510

- 22. Oldfield J.W. Crevice corrosion resistance of commercial and high purity experimental stainless steels in marine environments - the influence of N, Mn, and S. Corrosion. 1990;46(7):574-581. https://doi.org/10.5006/1.3585151
- 23. Банных О.А., Блинов В.М. Дисперсионно-твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали. Москва: Наука; 1980:189.
- 24. Гойхенберг Ю.Н., Мирзаев Д.А., Мирмельштейн В.А., Внуков В.Ю., Лобанова Т.Г. Структура и коррозионно-механические свойства высокоазотистых Cr-Mn сталей с ванадием, упрочненных старением и холодной деформацией. Физика металлов и металловедение. 1991;(8):176-182.

Goikhenberg Yu.N., Mirzaev D.A., Mirmel'stein V.A., Vnukov V.Yu., Lobanova T.G. Structure and corrosion-mechanical properties of high-nitrogen Cr-Mn steels with vanadium hardened by aging and cold deformation. Fizika metallov i metallovedenie. 1991;(8):176-182.

Сведения об авторах	Information about the Authors
Юрий Нафтулович Гойхенберг, д.т.н., старший научный сотруд-	Yurii N. Goikhenberg, Dr. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Prof. of the
ник, профессор кафедры «Материаловедение и физико-химия	Chair of Materials Science and Physical Chemistry of Materials, South
материалов», Южно-Уральский государственный университет	Ural State University
<i>E-mail:</i> goikhenbergyn@susu.ru	E-mail: goikhenbergyn@susu.ru
<b>Дмитрий Сергеевич Полухин,</b> к.т.н., исполнительный директор,	<b>Dmitrii S. Polukhin,</b> Cand. Sci. (Eng.), Executive Director, LLC "Scien-
000 «Научно-технический центр КОНАР»	tific and Technical Centre KONAR"
<b>E-mail:</b> polukhin.dmitriy@konar.ru	<b>E-mail:</b> polukhin.dmitriy@konar.ru
Поступила в редакцию 20.03.2024	Received 20.03.2024

После доработки 02.04.2024 Revised 02.04.2024 Принята к публикации 23.08.2024 Accepted 23.08.2024 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES



удк 669.017: 669.162.275.12 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-579-592



Оригинальная статья Original article

## Микрогетерогенное строение жидких чугунов ИЧХ28Н2, ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР

В. С. Цепелев<sup>1</sup>, Н. И. Синицин<sup>1</sup>, О. А. Чикова<sup>1</sup>,

М. Г. Потапов<sup>2</sup>, В. В. Вьюхин<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup> Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова (Россия, 455000, Челябинская обл., Магнитогорск, пр. Ленина, 38)

### 🖂 chik63@mail.ru

Аннотация. Приведены оригинальные экспериментальные данные о вязкости и удельном электросопротивлении жидких чугунов ИЧХ28Н2, ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР. Результаты измерений рассмотрены в рамках представлений о микрогетерогенности металлических расплавов. Жидкий чугун в микрогетерогенном состоянии понимался как дисперсная система, состоящая из дисперсных частиц Fe – 30 % Cr, распределенных в дисперсионной среде Fe – 3 % С. Представления о коллоидной микронеоднородности (микрогетерогенности) расплавов Fe – С впервые сформулированы А.А. Вертманом и А.М. Самариным более 80 лет назад и нашли еще одно подтверждение в данной работе. Привнесение теоретических подходов реологии дисперсных систем в анализ температурных зависимостей вязкости микрогетерогенных расплавов позволило оценить параметры микрогетерогенности: объемную долю и их размер. Определение объемной доли дисперсных частиц проводилось по уравнению Тейлора для вязкости дисперсных систем и размера дисперсных частиц в рамках представлений теории абсолютных скоростей реакций. Анализ температурных зависимостей удельного электросопротивления микрогетерогенных расплавов в рамках теории явлений переноса (в данном случае проводимости) в неоднородных средах (микрогетерогенных расплавах) дал возможность оценки объемной доли дисперсных частиц. Объемную долю дисперсных частиц по данным об удельном электросопротивлении жидких чугунов определяли из уравнения Оделевского для проводимости неоднородных сред. Установлены размер кластера из соотношения величин удельного электросопротивления расплава при температуре ликвидус и температуре анализа с учетом известных данных для длины свободного пробега и коэффициент рассеяния электронов жидкого железа. Величина объемной доли дисперсных частиц в жидких чугунах составила 0,2-0,1 вблизи температуры ликвидус. С повышением температуры объемная доля дисперсных частиц уменьшается. Размер кластера в жидком чугуне составил около 3 нм вблизи температуры ликвидус, с повышением температуры размер кластера снижается до 1-2 нм. Полученные результаты имеют практическое значение: повышение эксплуатационных свойств отливок из чугунов возможно путем высокотемпературной обработки расплава (ВТОР) с целью изменения условий кристаллизации и получения модифицированной структуры. Исследования микрогетерогенного строения жидких чугунов и оценка параметров микрогетерогенности позволит обосновать и предложить оптимальный режим ВТОР с целью повышения эксплуатационных характеристик изделий из износостойких чугунов, легированных хромом.

*Ключевые слова:* расплав, чугуны, микрогетерогенность, проводимость неоднородных сред, вязкость дисперсий, дисперсные частицы, температурная обработка расплава, кинематическая вязкость, удельное электросопротивление

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

Для цитирования: Цепелев В.С., Синицин Н.И., Чикова О.А., Потапов М.Г., Вьюхин В.В. Микрогетерогенное строение жидких чугунов ИЧХ28H2, ИЧ310Х24М2Ф4TP. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):579–592. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-579-592

## MICROHETEROGENEOUS STRUCTURE OF LIQUID CAST IRONS ICHKH28N2 AND ICH310KH24M2F4TR

## V. S. Tsepelev<sup>1</sup>, N. I. Sinitsin<sup>1</sup>, O. A. Chikova<sup>1</sup>

M. G. Potapov<sup>2</sup>, V. V. V'yukhin<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup> Nosov Magnitogorsk State Technical University (38 Lenina Ave., Magnitogorsk, Chelyabinsk Region 455000, Russian Federation)

#### 💌 chik63@mail.ru

Abstract. The paper presents original experimental data on the viscosity and electrical resistivity of liquid cast irons IChKh28N2 and ICh310Kh24M2F4TR. The authors discuss the measurement results within the framework of the concept of metal melts microheterogeneity. Liquid cast iron in a microheterogeneous state is considered as a dispersed system consisting of dispersed Fe - 30 % Cr particles distributed in a Fe - 3 % C dispersion medium. The concept of colloidal microheterogeneity (microheterogeneity) of Fe-C melts was first formulated by Wertman & Samarin more than 80 years ago and found another confirmation in this work. The introduction of theoretical approaches to the rheology of dispersed systems into the analysis of the temperature dependences of the viscosity of microheterogeneous melts made it possible to estimate the parameters of microheterogeneity: the volume fraction and size of dispersed particles. The volume fraction of dispersed particles was determined using the Taylor equation for the viscosity of dispersed systems and size of dispersed particles - within the framework of the theory of absolute reaction rates. Analysis of the temperature dependences of microheterogeneous melts electrical resistivity within the framework of the theory of transport phenomena (in this case, conductivity) in inhomogeneous media (microheterogeneous melts) made it possible to estimate the volume fraction of dispersed particles. The volume fraction of dispersed particles based on data on the electrical resistivity of liquid cast iron was determined using the Odelevsky equation for the inhomogeneous media conductivity. The cluster size was determined by the ratio of the melt electrical resistivity at the liquidus temperature and the analysis temperature, taking into account the known data for the mean free path and the electron scattering coefficient of liquid iron. The volume fraction of dispersed particles in liquid cast iron was 0.2 - 0.1 at the liquidus temperature. With increasing temperature, the volume fraction of dispersed particles decreases. The cluster size in liquid cast iron was about 3 nm at the liquidus temperature, and with increasing temperature the cluster size decreased to 1 - 2 nm. The results obtained are of practical importance: increasing the performance properties of cast iron castings is possible by high-temperature melt treatment (HTMT) in order to change the crystallization conditions and obtain a modified structure. Studies of the microheterogeneous structure of liquid cast irons and assessment of microheterogeneity parameters make it possible to substantiate and propose the optimal HTMT mode in order to improve the performance characteristics of products made of wear-resistant cast irons alloyed with chromium.

*Keywords:* melt, cast iron, microheterogeneity, conductivity of inhomogeneous media, viscosity of dispersions, dispersed particles, melt temperature treatment, kinematic viscosity, electrical resistivity

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

For citation: Tsepelev V.S., Sinitsin N.I., Chikova O.A., Potapov M.G., V'yukhin V.V. Microheterogeneous structure of liquid cast irons IChKh28N2 and ICh310Kh24M2F4TR. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):579–592. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-579-592

### Введение

Развитие представлений о микронеоднородном строении металлических сложнолегированных расплавов с практической точки зрения актуально для научного обоснования выбора режима температурновременной обработки. Обсуждение структурных переходов, связанных с необратимым разрушением микронеоднородностей при нагреве расплава до определенной для каждого состава температуры T\*, делает это обоснование возможным. Измерение температурных зависимостей вязкости, плотности, электросопротивления и поверхностного натяжения расплава позволяет определить температуру  $T^*$ , объяснив ее структурным переходом, обусловленным разрушением микронеоднородностей. Многочисленными экспериментами установлено, что после структурного перехода при последующем охлаждении и кристаллизации формируется слиток со структурой, подобной модифицированной, обладающий лучшими механическими характеристиками. Механизм структурных переходов

в жидких сложнолегированных металлических расплавах заключается в разрушении микронеоднородности не только структуры, но и химического состава. Аномалии температурных и концентрационных зависимостей структурно чувствительных свойств металлических расплавов - вязкости, плотности, электросопротивления и поверхностного натяжения вызваны изменением структуры расплава. Микронеоднородности, которые возникают вследствие преобладающего взаимодействия односортных или разносортных атомов, соответствуют нарушению ближнего порядка в расположении атомов (SRO) и диапазону 2 – 5 Å. Микронеоднородное состояние металлических расплавов, которое обусловлено сегрегацией атомов флуктуационной природы без четких межфазных границ (кластерами), связано с нарушением среднего порядка (MRO) и диапазоном 5-20 Å. Микрогетерогенное состояние расплава, которое характеризуется наличием дисперсных частиц, обогащенных одним из компонентов, которые взвешены в окружающей среде иного состава с четкой межфазной поверхностью, соответствует нарушению дальнего

порядка (LRO) и диапазону более 20 Å [1]. В работе [2] основное внимание уделяется изучению примесных эффектов, соответствующих SRO в сложнолегированных расплавах, в том числе проводятся исследования структуры и свойств расплавов на основе железа с целью использования для совершенствования технологий получения чугунов и сталей. С методологической точки зрения, наряду с прямым дифракционным исследованием структуры, здесь большой объем информации дают измерения таких физических свойств, как магнитная восприимчивость, удельное электросопротивление, вязкость, плотность. Например, магнитная восприимчивость вместе с удельным электросопротивлением составляет пару электронно-чувствительных свойств, которые позволяют оценить характер ближнего порядка в системе, распределение примесей и легирующие эффекты. Изучение всего комплекса свойств позволяет воздействовать на расплав, применяя малые добавки. Осциллирующий характер их влияния способствует достижению существенных эффектов при помощи малых изменений концентрации. Кроме того, появляется возможность управления структурой расплава и процессом первичной кристаллизации.

Представлены результаты расчета радиусов микрогруппировок вокруг атомов углерода в железе и электронных характеристик разбавленных сплавов Fe-C-O [2]. Представления о кластерном строении металлической жидкости, которое обусловлено сегрегацией атомов флуктуационной природы без четких межфазных границ (кластерами), связано с нарушением MRO и диапазоном 5 – 20 Å, последовательно развиваются Тягуновым Г.В. Кластерное строение металлической жидкости может быть описано в физических терминах, если известны количество, состав и размеры кластеров, число атомов, входящих в кластеры, время жизни кластеров и т. д., при этом кластеры обладают значительными размерами  $R_{\rm km} \ge (10 - 25) \cdot 10^{-10}$  м [3].

Представления о коллоидном, т. е. микрогетерогенном строении жидких расплавов, которое характеризуется наличием дисперсных частиц, обогащенных одним из компонентов, которые взвешены в окружающей среде иного состава с четкой межфазной поверхностью, соответствуют LRO и диапазону более 20 Å, в отношении эвтектических и монотектических расплавов последовательно развиваются Попелем П.С. [4]. Идея о коллоидном строении эвтектических расплавов впервые предложена Клячко Ю.А. [5], затем ее развивали Залкин В.М., Вертман А.А. и Самарин А.М. с сотрудниками [6-9]. Они рассматривали эвтектические расплавы как классические коллоидные системы с дисперсностью частиц порядка 1-10 нм. В таком случае, с точки зрения физической химии, расплав представляет собой микрогетерогенную систему. Термины «микрорасслоенное» и «коллоидное состояние» также используются в том же смысле. Залкин В.М. понимал эвтектические сплавы в жидком состоянии как термодинамически устойчивое двухфазное состояние (микроэмульсии), обусловленное замедленным растворением одного из компонентов, и постепенно переходящее в состояние истинного (гомогенного) раствора, т. е. как лиофильные двухфазные системы [7]. Переход из состояния микроэмульсии при этом носит обратимый характер: при охлаждении истинного раствора исходная микрогетерогенность восстанавливается. Существование устойчивой двухфазной области вызывало возражения Вертмана А.А. в связи с нарушением правила фаз в эвтектической точке [6]. Однако на несостоятельность этого утверждения указывал еще Френкель Я.И. [10]. В случае, если происходит диспергирование одной из фаз до коллоидного масштаба, появляется дополнительная степень свободы – давление внутри дисперсных частиц или их радиус [11].

Гипотеза о коллоидной микронеоднородности (микрогетерогенности) расплавов Fe-C была сформулирована на основании данных седиментационного эксперимента Вертманом А.А. и Самариным А.М. Проведенные ими совместно с и Якобсоном А.М. опыты по центрифугированию жидкого чугуна показали, что радиус группировок атомов углерода близок к 10 нм [12]. В работах Вертмана А.А. и Самарина А.М. коллоидная микронеоднородность (микрогетерогенность) расплава связывается с присутствием неравновесной дисперсной фазы, постепенно растворяющейся в дисперсионной среде [6]. Такая динамическая (флуктуационная) микронеоднородность обладает наследственной структурой ближнего порядка твердых эвтектических фаз, ее время жизни соизмеримо со временем релаксации в расположении атомов. Исследование микронеоднородного (коллоидного) состояния жидких чугунов привело Вертмана А.А. и Самарина А.М. к выводу о неравновесности такого состояния, что объясняло ветвление температурных зависимостей их физических свойств, полученных в режимах нагрева и последующего охлаждения расплава [13]. Залкиным В.М. предполагается ограниченная растворимость углерода в жидком железе, не превышающая 6,5 – 8,5 ат. % [7]. При более высокой концентрации углерода в расплаве самопроизвольно образуются обогащенные углеродом упорядоченные группировки разносортных атомов, близкие по строению к цементиту и являющиеся отдельными фазами. Образование дисперсных частиц цементита в жидких сплавах в этом интервале температур происходит при плавлении сплавов как с цементитом, так и с графитом в исходной структуре, а также при растворении графита в жидком железе. Увеличение содержания углерода в расплаве до более, чем 12,4 – 14,2 ат. %, приводит к появлению субмикрогруппировок атомов углерода, упорядоченных по типу графита [14]. В дальнейшем представления о микрогетерогенном состоянии расплавов Fe-C развивались как о временном, неравновесном состоянии, постепенно переходящем в равновесное

состояние истинного раствора [15]. Представления о микрогетерогенности расплавов Fe-C позволяют провести анализ причин расхождения температурных зависимостей их кинематической вязкости и удельного электросопротивления на основе представлений теории явлений переноса в неоднородной среде. Как показали эксперименты, размер микрообластей, обогащенных одноименными атомами, достигает десятков нанометров, что существенно превышает масштаб ближнего упорядочения в расплавах и позволяет применять к расчету свойств мирогетерогенных расплавов известные зависимости теории явлений переноса в неоднородной среде [16]. Авторами ранее использован данный подход для определения температур перехода расплавов Fe-Mn-C от модели изолированных включений к модели взаимопроникающих включений [17], а также температур перехода от гетерогенной системы к однородному раствору [18].

На основе представлений о микрогетерогенном строении расплавов возможно применение теории о вязкости суспензий для анализа температурных зависимостей кинематической вязкости. Вязкость среды, содержащей дисперсные включения, превышает вязкость чистой жидкости вследствие появления напряжений при движении частиц. В этом случае говорят об эффективной вязкости среды. В случае разбавленных дисперсных систем можно считать, что сила межфазного взаимодействия при медленных режимах обтекания представляет собой силу Стокса, умноженную на число частиц в заданном объеме. Такой подход и использовался Эйнштейном [19; 20] для определения вязкости разбавленных дисперсных систем, содержащих твердые частицы, а так же Тейлором [19] для дисперсии из капель и пузырьков. В другом предельном случае, когда концентрация частиц настолько велика, что реализуется режим плотной упаковки, используют методы теории фильтрования, в основе которых лежит закон Дарси [21; 22].

Применительно к жидким металлам теория Эйнштейна была впервые использована для анализа явления послеплавления [23]. Уравнение Эйнштейна неоднократно использовалось при обсуждении вискозиметрического эксперимента с расплавами металлургического производства. Автор работы [24] отмечает, что повышение вязкости при охлаждении можно отнести на счет укрупнения единиц вязкого течения и кристаллизации. Вязкость суспензии определяется размером частиц дисперсии фазы и ее количеством в расплаве. Применительно к жидким сталям и чугунам было обнаружено, что наличие включений в расплаве оказывает существенное влияние на его вязкость [25] и сопротивление [26].

Сплавы с высоким содержанием углерода (до 4 %) и хрома (до 30 %) характеризуются повышенными прочностными характеристиками, в то же время детали из этих сплавов обладают большим сопротивлением износу и окислению, поэтому их относят к классу износостойких чугунов. Высокие характеристики этих сплавов обусловлены наличием большого количества карбидов хрома, которые обладают высокой твердостью. Именно размер, тип и морфология этих карбидов определяют износостойкость и ударную вязкость. Необходимые микроструктурные характеристики износостойких чугунов достигаются путем изменения химического состава, скорости кристаллизации или специальной термической обработкой [27].

В результате исследования влияния ванадия и хрома на микроструктуры белых чугунов, легированных Cr, V, Mn и Ni, выявлено, что ванадий и хром увеличивают общую карбидную долю и количество аустенита в матрице, карбиды ванадия (VC) являются центрами зарождения карбидной эвтектики [28]. Исследование влияния температуры обработки сплава привело авторов работы [29] к выводу, что повышение температуры до 850 °С способствует образованию в микроструктуре вторичных карбидов и мартенсита, что, в свою очередь, и обеспечивает высокие значения твердости. Авторами работы [30] показана рациональность использования термовременной обработки стали и чугуна в жидком состоянии при производстве ответственных отливок с высокой абразивной и ударно-абразивной износостойкостью. В частности, для стали 4X5B2ФСЛ высокотемпературная обработка расплава способствует повышению прочностных свойств на 36 % с одновременным высоким значением износостойкости. Однако для чугуна ИЧХ28Н2 наибольшей абразивной и ударно-абразивной износостойкостью обладает сплав, выдержанный при температуре 1420 °С. Выдержка при температуре 1520 °С приводит к уменьшению микротвердости основы и эвтектики и повышению микротвердости на 400 HV отдельных карбидов хрома.

Предложен рациональный режим получения чугуна ИЧХ28Н2: нагрев расплава до температуры 1470 °С, выдержка в течение 15 мин, охлаждение расплава до температуры заливки, ввод (Ca, Sr)CO<sub>3</sub>, а затем лигатуры БФТ-1 в количествах 3 и 4 кг/т соответственно. Применение разработанного метода обработки расплава чугуна оказывает также положительное влияние на жидкотекучесть – основное литейное свойство. Изучено влияние бора на условия кристаллизации жаростойких и износостойких чугунов Fe-C-Cr-Mn-Ni-Ti-Al-Nb [31].

Обнаружено увеличение твердости матрицы высокохромистых чугунов после термической обработки в результате совмещения выделения вторичных карбидов  $Me_{23}C_6$  при дестабилизации и аустенитно-мартенситного превращения при закалке. Кинетические расчеты процесса дестабилизации показали, что при нагреве первыми выделяются вторичные карбиды  $Me_7C_3$ , достигающие максимума при 850 °C. При последующих нагреве до 980 °C и выдержке при этой температуре они полностью превращаются в  $Me_{23}C_6$  [32]. При повышении температуры дестабилизации до 1000 °С увеличиваются количество, объем и размер вторичных карбидов (до 2,22 мкм). При 1050 °С и времени выдержки 3 ч размер вторичных карбидов значительно уменьшается с высокой плотностью распределения в матричной фазе, при этом образцы характеризуются лучшей коррозионной стойкостью [33]. Содержание углерода в матрице в зависимости от температуры дестабилизации и последующего растворения эвтектического карбида контролирует температуру начала образования мартенсита и оказывает доминирующее влияние на объемную твердость [34].

В работе [35] приведены данные о фазовом составе и структурообразовании сплавов и оксидных слоев, о распределении элементов по структурным компонентам сплава и поверхности окисления по глубине оксидного и подоксидного слоев, об изменении износостойкости, окалиностойкости, повышении стабильности и механических свойств чугуна системы Cr-Mn-Ni-Ti-Al-Nb в зависимости от различного содержания алюминия и ниобия и теплоаккумулирующей способности литейной формы.

Перегрев жидкого чугуна выше температуры 1500 °С приводит к уменьшению размеров первичных карбидов, при этом в интервале температур между линиями ликвидуса и солидуса обнаружена рекристаллизация первичных карбидов (Cr, Fe)<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, что приводит к значительному уменьшению содержания хрома и увеличению содержания в них железа [36]. Обнаружено изменение структуры и свойств заэвтектических хромистых чугунов после температурной обработки, которое, как полагают авторы работы [36], связано с существованием композиционно стабильных кластеров в расплаве в интервале от температуры плавления до ≈1500 °C. Это связано с высоким сродством хрома и углерода и наличием тугоплавкого карбида Cr<sub>2</sub>C<sub>3</sub>. Обнаружено, что термообработка расплава в области температур 1260 – 1320 °С (между линиями ликвидус и солидус) приводит к повышению износостойкости, повышение же температуры обработки приводит к снижению износостойкости слитков. Термообработка мелкокристаллических отливок из заэвтектического хромистого железа в диапазоне температур между ликвидусом и солидусом вызывает перекристаллизацию первичных кристаллов карбида (Cr, Fe)<sub>7</sub>C<sub>3</sub> с изменением их состава, формы и незначительным увеличением размера. В этом случае доля первичных карбидов увеличивается, а доля эвтектических карбидов уменьшается с понижением температуры термобработки.

Микроструктура слитков Fe-Cr-C включает первичные и вторичные дендриты твердого раствора Fe-Cr, декорированные сложными карбидами  $Me_{23}C_6$ и  $Me_7C_3$  [37]. Микроструктура сплава Fe – 34Cr – 4,5C представляет собой обогащенную хромом аустенитную матрицу с карбидами  $Me_7C_3$ , которая сохранятся до температур чуть выше 1150 °C и имеет метастабильный характер [38]. Исходя из этого предполагается, что в жидком состоянии расплав Fe-Cr-C в контексте микрогетерогенного строения можно понимать как дисперсные частицы Fe-Cr, распределенные в дисперсионной среде Fe-C.

Таким образом, жидкий чугун можно рассматривать как коллоидную систему, состоящую из дисперсионной среды и включений. В этом случае к таким системам применимы представления теории явлений переноса в неоднородных средах, а также представления теории о вязкости суспензий. В данной работе поставлена цель из анализа экспериментальных данных о кинематической вязкости и удельном электросопротивлении определить объемную долю дисперсных частиц в расплавах чугунов ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР. Для определения объемной доли дисперсных частиц предполагается использовать известные представления теории вязкого течения суспензий и теории явлений переноса в неоднородных средах.

### Методы исследования

### Экспериментальные методы исследования

В качестве объектов исследования были отобраны образцы промышленных сплавов износостойкого чугуна ИЧХ28Н2, легированного Cr и Ni, а также ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР, легированного Cr, Mo, V и Ti, полученные в лабораторных условиях с соблюдением технологии выплавки износостойких чугунов. Химический состав образцов определен с помощью спектрометра с искровым источником возбуждения спектра (SPECTROMAXx, SPECTRO Analytical Instruments GmbH, Германия) и приведен в таблице. В лабораторных условиях исследовано удельное электросопротивление и кинематическая вязкость данных образцов.

#### Химический состав образцов

#### Chemical composition of the samples

Ofmanay			Сод	ержани	е элемеі	нтов, ма	c. %		
Ооразец	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	Fe	Ост.
ИЧХ28Н2	3,8	0,6	0,7	25,1	<0,01	2,0	<0,01	66,5	1,3
ИЧ310Х24М2Ф4ТР	2,8	0,6	0,3	23,5	0,4	<0,01	3,7	68,0	0,7

Удельное электросопротивление  $\rho$  сплавов износостойких чугунов в жидком состоянии измеряли методом Регеля по углу закручивания контейнера с исследуемым образцом под действием вращающего магнитного поля при отношении высоты образца к диаметру  $h/d \approx 1$ . Регель А.Р. показал, что угол закручивания подвесной системы  $\phi$  пропорционален удельной проводимости металла, если радиус цилиндрического образца соизмерим с высотой [39 – 41]. Измерения удельного электросопротивления проводили на оригинальной установке, описанной в работе [42].

Кинематическую вязкость v износостойких чугунов в жидком состоянии измеряли методом крутильных колебаний тигля с расплавом в одном торцевом варианте [43; 44]. Кинематическую вязкость определяли по затухающим крутильным колебаниям тигля с расплавом путем регистрации периода колебаний и логарифмического декремента затухания, затем расчетным путем определяли величину кинематической вязкости исследуемого расплава. При этом высота жидкого сплава должна составлять  $2H \ge 1,85R$  относительно радиуса тигля с расплавом для обеспечения полного затухания вязких волн, распространяющихся от дна тигля к свободной поверхности.

Измерение удельного электросопротивления и кинематической вязкости проведены в интервале температур от  $T_L$  до 1650 °C. Рабочую камеру предварительно вакуумировали до 0,001 Па. Затем запускали гелий до давления ~10<sup>5</sup> Па. Образцы выдерживали в камере с инертной средой в течение 10 – 15 мин при температуре  $T_L$ , затем производили нагрев до 1650 °C с шагом 30 – 40 °C. Систематическая погрешность измерения  $\rho$  и v составляла 3 %, а случайная погрешность, определяющая разброс точек в ходе одного опыта, при доверительной вероятности p = 0,95 не превышала 1,5 %.

Температуру ликвидус определяли по данным вискозиметрического исследования по резкому изменению логарифмического декремента затухающих крутильных колебаний тигля с расплавом по методике, описанной в работе [45].

## Расчет объемной доли микрогетерогенных включений

Для определения объемной доли включений в жидких чугунах применялся подход на основании теории проводимости неоднородных сред и теоретических представлений о вязкости суспензий. Для этого жидкий чугун понимался как микрогетерогенная система, в которой дисперсные частицы распределены в дисперсионной среде. Для сплавов ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР в жидком состоянии в качестве дисперсионной среды предполагается расплав Fe – 3 % C, а дисперсными частицами является расплав Fe – 30 % Cr. При анализе результатов вискозиметрического эксперимента жидких чугунов для оценки объемной доли дисперсной фазы  $\varphi$  в расплавах применяли уравнение Тейлора [19], полученное для дисперсии, состоящей из капелек и пузырьков:

$$\eta_{\varphi} = \eta_2 \left[ 1 + 2,5\varphi \left( \frac{\eta_1 + 0, 4\eta_2}{\eta_1 + \eta_2} \right) \right],$$
 (1)

где  $\eta_{\phi}$  – эффективная вязкость дисперсии;  $\eta_1$  и  $\eta_2$  – вязкость дисперсной и сплошной фаз соответственно.

По полученным экспериментальным данным о температурной зависимости кинематической вязкости vопределяли динамическую вязкость  $\eta$  жидкого чугуна из выражения  $\eta = vd$ . Плотность d жидкого чугуна определялась из аддитивной зависимости от содержания компонента в расплаве  $X_i$  и его температурной зависимости плотности  $d_i$ .

В жидком состоянии расплав понимался как микрогетерогенная система, состоящая из дисперсных частиц Fe – 30 % Cr и дисперсионной среды Fe – 3 % C. Динамическую вязкость такой системы можно оценить по уравнению Тейлора (1)

$$\eta_{ef} = \eta_{Fe-C} \left[ 1 + 2,5\varphi \left( \frac{\eta_{Fe-Cr} + 0, 4\eta_{Fe-C}}{\eta_{Fe-C} + \eta_{Fe-Cr}} \right) \right], \qquad (2)$$

где  $\eta_{\it e\!f}-$ вязкость жидкого чугуна;  $\eta_{Fe-C}-$ вязкость расплава Fe-C;  $\eta_{Fe-Cr}-$ вязкость расплава Fe-Cr.

Экспериментальные данные о вязкости расплавов Fe-C с содержанием C до 5 % были получены в работе [46] и смоделированы методами молекулярной динамики в работе [47]. Вязкость расплавов системы Fe-Cr до 40 ат. % и Fe<sub>85-x</sub>Cr<sub>15</sub>C<sub>x</sub> (x = 10 - 17 ат. %) была изучена авторами в работах [48; 49]. Известные экспериментальные данные о температурных зависимостях вязкости расплавов Fe-C, Fe-Cr и жидких чугунов аппроксимировались экспоненциальным выражением вида

$$\eta = A \exp\left(\frac{b}{T}\right). \tag{3}$$

Для определения объемной доли дисперсных частиц Fe-C в жидком чугуне было составлено уравнение

$$\eta_{ef} - \eta_{Fe-C} \left[ 1 + 2,5\phi \left( \frac{\eta_{Fe-Cr} + 0,4\eta_{Fe-C}}{\eta_{Fe-C} + \eta_{Fe-Cr}} \right) \right] = 0.$$
 (4)

При анализе результатов резистометрического эксперимента с расплавами чугунов для оценки объемной доли дисперсной фазы  $\varphi$  в расплавах применяли уравнение Оделевского [50], связывающее электропроводность двухфазной системы  $\sigma$  с электропроводностями растворителя  $\sigma_s$  и дисперсных частиц  $\sigma_p$ :

$$\sigma = \frac{2\sigma_s - \sigma_p + \varphi(3\sigma_p + \sigma_s)}{4} + \sqrt{\left(\frac{2\sigma_s - \sigma_p + \varphi(3\sigma_p + \sigma_s)}{4}\right)^2 + \frac{\sigma_s\sigma_p}{2}}.$$
 (5)

Экспериментальные данные об удельном электросопротивлении расплавов Fe-C с содержанием до 4,2 % C были получены авторами работы [51]. Экспериментальные данные о сопротивлении расплавов Fe-Cr в широком диапазоне составов исследованы в работе [52]. Известные экспериментальные данные о температурной зависимости удельного электросопротивления расплавов аппроксимировались линейными зависимостями.

Для определения объемной доли дисперсных частиц Fe-C в жидком чугуне было составлено уравнение

$$\sigma_{ef} - \frac{2\sigma_s - \sigma_p + \varphi(3\sigma_p + \sigma_s)}{4} + \sqrt{\left(\frac{2\sigma_s - \sigma_p + \varphi(3\sigma_p + \sigma_s)}{4}\right)^2 + \frac{\sigma_s\sigma_p}{2}} = 0, \quad (6)$$

где  $\sigma_{ef} = \frac{1}{\rho_{ef}}$  – проводимость жидкого чугуна;  $\sigma_s = \frac{1}{\rho_{Fe-C}}$  – проводимость расплава Fe-C;  $\sigma_p = \frac{1}{\rho_{Fe-Cr}}$  – проводимость расплава Fe-Cr.

Уравнения (4) и (6) при известных данных о свойствах двойных систем Fe-C ( $\eta_{Fe-C}, \sigma_s$ ), Fe-Cr ( $\eta_{Fe-Cr}, \sigma_p$ ) и жидкого чугуна ( $\eta_{ef}, \sigma_{ef}$ ) решались относительно объемной доли включений ( $\varphi$ ) методом fsolve библиотеки SciPy в интервале температур 1310 – 1650 °C.

Мольную долю дисперсных частиц определяли, исходя из полученных данных об объемной доле включений по выражению

$$m_i = \frac{n_i}{n_{\Sigma}}, \ n_i = \frac{\varphi_i}{M_i} d_i, (7)$$

где  $m_i, n_i, \varphi_i, M_i, d_i$  – мольная доля, число молей на единицу объема, объемная доля, молярная масса и плотность *i*-го компонента соответственно.

#### Результаты работы и их обсуждение

Результаты экспериментального исследования кинематической вязкости в интервале температур от  $T_L$  до 1650 °С для жидких чугунов ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР представлены на рис. 1. Полученные в данной работе значения кинематической вязкости согласуются с данными о вязкости расплава Fe – 15 ат. % Cr – 10 ат. % С авторов работы [48]. На правой оси того же графика (рис. 1) представлены значения динамической вязкости. Под температурной зависимостью кинематической вязкости приведены экспериментальные и расчетные данные об объемной (правая ось графика) и мольной (левая ось графика)



*Рис.* 1. Температурные зависимости кинематической вязкости (ν), динамической вязкости (η), объемной (φ) и мольной доли (*m*) гетерогенных включений в жидких чугунах ИЧХ28Н2 (*a*) и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР (*б*):

 – данная работа;
 – Fe – 15 % Cr – 4 % C [49];
 ▲ – Fe – 30 % Cr [48];
 ▼ – Fe – 3 % C [46; 47];
 *l* – аппроксимация; *2* – расчет по уравнению (4)

долях гетерогенных включений в жидких чугунах. По результатам вискозиметрического исследования определены температуры ликвидус для жидких чугунов по методике, описанной в работе [45]. Температуры ликвидус нанесены на температурные зависимости кинематической вязкости.

При анализе результатов вискозиметрического эксперимента с жидкими чугунами для оценки объемной доли дисперсной фазы о в расплавах применяли подход, предложенный Эйнштейном А. для описания вязкости дисперсных систем [19; 20]. Им рассмотрен случай стесненного обтекания системы сферических частиц потоком жидкости и вводит понятие эффективной вязкости среды. Скорость движения частиц в стесненном потоке зависит не только от их размера, формы, физико-химических свойств среды, но и от объемной концентрации ф. Зависимость от объемной концентрации обусловлена гидродинамическим взаимодействием между частицами. Скорость частицы в стесненном потоке, как правило, меньше скорости изолированной частицы. Вязкость среды, содержащей дисперсные включения, превышает вязкость чистой жидкости вследствие появления напряжений при движении частиц. В этом случае говорят об эффективной вязкости среды. Строгого описания закономерностей стесненного движения частиц в вязком потоке до сих пор не существует. Для случая разбавленных дисперсных систем такой подход использовался Эйнштейном [19] для определения эффективной вязкости среды, содержащей твердые частицы, а так же Тейлором [19] для определения дисперсии из капель и пузырьков. Расплав, как микрогетерогенная система, понимался как дисперсные частицы, обогащенные Cr (Fe - 30 % Cr), распределенные в дисперсионной среде Fe – 3 % C. По известным значениям вязкости расплавов Fe-Cr и Fe-C [46-48] и полученным экспериментальным данным о вязкости дисперсной системы из решения уравнения (4) получены значения объемной доли дисперсных частиц (Fe - 30 % Cr) в жидких чугунах. Расчетные значения объемной доли включений (рис. 1) получены из аппроксимированных уравнением (3) температурных зависимостей кинематической вязкости расплавов Fe-3 % C, Fe-30 % Cr и жидких чугунов. Значения объемной доли дисперсных частиц, отмеченные символом • на рис. 1, получены из экспериментальных значений о кинематической вязкости жидких чугунов и аппроксимированных уравнением (3) значений кинематической вязкости дисперсных частиц (Fe – 30 % Cr) и дисперсионной среды (Fe – 3 % С). Мольную долю дисперсных частиц определяли по полученным данным об объемной доле из уравнения (7).

Зависимость кинематической вязкости от температуры для жидкого чугуна ИЧХ28Н2 в интервале от  $T_L$ до 1504 °C подчиняется экспоненциальному закону и согласуется с уравнением Аррениуса. В этом же интервале температур объемная и мольная доли снижаются с 0,28 (0,30) до 0,08 (0,08). Однако при температуре выше 1504 °С обнаружено аномальное возрастание кинематической вязкости с повышением температуры (отмеченно символом  $\bigcirc$  на рис. 1, *a*), которое сопровождается также аномальным повышением объемной доли дисперсных частиц в жидком чугуне, отклоняющееся от расчетной кривой. Такое поведение может быть связано со структурными изменениями в расплаве. При растворении дисперсных частиц расплав переходит в состояние более однородного раствора, при этом изменяется химический состав дисперсной фазы, что и приводит к аномальному увеличению вязкости. В этом случае уравнение (4) неприменимо для описания вязкого течения однородной системы.

Кинематическая вязкость для жидкого чугуна ИЧ310Х24М2Ф4ТР монотонно снижается при повышении температуры, также монотонно снижается и объемная (мольная) доля гетерогенных включений в жидком чугуне с 0,10 (0,10) при температуре ликвидус до 0,01 (0,01). Это свидетельствует о растворении гетерогенных включений в расплаве с повышением температуры.

По данным вискозиметрического эксперимента проведена оценка размера структурной единицы вязкого течения расплавов чугунов ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР. Использован метод, предложенный в работе [53] для определения размера структурной единицы вязкого течения. Температурная зависимость кинематической вязкости представлена в виде

$$\nu = \frac{BT^{1/2}}{s^{1/2}} \exp\left(\frac{\varepsilon}{kT}\right),\tag{8}$$

где  $B = \frac{\pi}{4} \left(\frac{k}{3d}\right)^{1/2}$ ; *s* – размер дисперсных частиц.

Получено, что для расплава ИЧХ28Н2 s = 1,3 нм, для расплава ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР s = 1,4 нм, что по порядку величины согласуется с данными работы [54], полученными для жидкой стали 110Г13Л.

Результаты резистометрического исследования жидких чугунов ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР представлены на рис. 2. Значения удельного электросопротивления показаны на левой оси графика, на правой оси – значения удельной проводимости жидких чугунов. Ниже под экспериментальными данными об удельном электросопротивлении (проводимости) представлены полученные значения объемной (левая ось) и мольной (правая ось) доли дисперсных частиц для жидких чугунов.

Анализ результатов измерения удельного электросопротивления производился на основании представлений теории проводимости неоднородных сред. Жидкий чугун понимался как дисперсные частицы, обогащенные Cr (Fe – 30 % Cr), распределенные в дисперсионной среде Fe – 3 % C. В рамках представлений о прово-





**Fig. 2.** Temperature dependences of electrical resistivity ( $\rho$ ), conductivity ( $\sigma$ ), volume ( $\phi$ )

and molar fraction (m) of heterogeneous inclusions, as well as the cluster size determined by equation (8)

in liquid cast irons IChKh28N2 (*a*) and ICh310Kh24M2F4TR (*δ*):

● - this work; ■ - Fe - 3 % C; *I* - approximation; 2- calculation by equation (6); 3 - calculation by equation (8)

димости неоднородных средств определена объемная доля дисперсных частиц в жидких чугунах из решения уравнения (6) по известным данным о проводимости (1/р) дисперсных частиц (Fe – 30 % Cr) [52], дисперсионной среды (Fe – 3 % C) [51] и экспериментальным данным о проводимости жидкого чугуна. Расчетные значения объемной доли (рис. 2) получены из аппроксимированных прямолинейной зависимостью известных экспериментальных данных о температурных зависимостях проводимости Fe-3 % C, Fe-30 % Cr и жидких чугунов. Значения объемной доли дисперсных частиц на рис. 2 получены из экспериментальных данных о проводимости жидких чугунов и аппроксимированных прямолинейной зависимостью значений проводимости дисперсных частиц (Fe – 30 % Cr) [52] и дисперсионной среды (Fe – 3 % C) [51]. Вблизи температуры плавления объемная (мольная) доля дисперсных частиц составляет 0,18 (0,19) для ИЧХ28Н2 и 0,21 (0,22) для ИЧ310Х24М2Ф4ТР. С повышением температуры объемная (мольная) дисперсных частиц снижается незначительно.

В работе [55] для микронеоднородных металлических расплавов предложено следующее выражение:

$$\ln\left(\frac{\rho}{\rho_L}\right) = \frac{l_{\pi}}{D_{\kappa \pi}} \ln\left(\frac{1}{r}\right),\tag{9}$$

где  $\rho_L$ ,  $\rho$  – удельное электросопротивление жидкого железа при температуре ликвидус и температуре анализа соответственно;  $l_{x}$  – длина свободного пробега электронов жидкого железа;  $D_{\kappa\pi}$  – диаметр кластера; r – коэффициент рассеяния электронов проводимости.

Длина свободного пробега электронов в жидком железе уменьшается от 4,63 до 4,28 Å при нагреве расплава от 1400 до 1600 °С. Поскольку коэффициент рассеяния изменяется в пределах 0 < r < 1, то из выражения (4) следует, что с уменьшением размера кластеров электросопротивление расплава должно расти. Выполненные расчеты показали, что при  $t = 1600 \ ^{\circ}\text{C}$ величина r = 0.97, а при t = 1800 °C r = 0.86, т. е. при нагреве r уменьшается, а р растет. Определенный по уравнению (8) размер кластера (рис. 2) для ИЧХ28Н2 при температуре 1400 °C составляет 3,4 нм и при температуре выше 1600 °С уменьшается до 1,7 нм, а для ИЧ310Х24М2Ф4ТР при температуре 1400 °C составляет 1,7 нм и при температуре выше 1600 °C уменьшается до 1,2 нм. Следовательно, наблюдаемый экспериментально рост электросопротивления жидкого железа при повышении температуры, по-видимому, не связан с изменениями структуры расплава на атомном уровне, а определяется уменьшением количества электронов проводимости. Последнее объясняется увеличением числа электронов, участвующих в укреплении межатомных связей, и обеспечением устойчивости кластеров при их измельчении с ростом температуры.

В итоге, по результатам вискозиметрического и резистометрического исследования установлено, что жидкие чугуны представляют собой дисперсную систему, содержащую вблизи температуры плавления объемную долю дисперсных частиц от 0,28 и 0,10 по данным вискозиметрии для жидких чугунов ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР соответственно, что соответствует размерам дисперсных частиц от 100 до 10 нм. По данным резистометрии объемная доля дисперсных частиц составляет около 0,20 для жидких чугунов и с повышением температуры существенно не изменяется. Объемной доли 0,20 отвечают дисперсные частицы, имеющие размер около 10 нм. Согласно оценок авторов работы [56], сделанных в рамках квазихимической модели микронеоднородного строения сложнолегированных расплавов [1], мольная доля кластеров в жидких чугунах ИЧХ28Н2 и ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР составляет 0.43 при температуре ликвидус, что значительно выше значений, полученных в данной работе. Исходя из этого можно рассматривать жидкий чугун в качестве микрогетерогенной системы. Повышение температуры приводит к снижению объемной доли дисперсных частиц, что соответствует представлению о разрушении микрогетерогенного состояния с перегревом жидкого расплава выше некоторой температуры.

### Выводы

В работе приведены экспериментальные данные температурных зависимостей кинематической вязкости и удельного электросопротивления жидких чугунов в интервале от температуры ликвидус  $T_L$  до 1650 °C. Жидкий чугун рассматривался как микрогетерогенная система, характеризующаяся наличием дисперсных частиц, обогащенных одним из компонентов.

По данным о кинематической вязкости жидких чугунов определена объемная доля гетерогенных включений в рамках представлений вязкого течения разбавленных дисперсных систем. Обнаружено, что объемная доля дисперсных частиц в жидких чугунах вблизи температуры плавления составляет 0,28 для ИЧХ28Н2 и 0,1 для ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР. Объемная доля 0,28 соответствует размеру дисперсных частиц ~100 нм, а 0,1 соответствует размеру ~10 нм. Полученный размер дисперсных частиц согласуется с представлениями о микрогетерогенном строении жидких чугунов. С повышением температуры объемная доля дисперсных частиц монотонно снижается до значений 0,08 – 0,01.

Также объемная доля дисперсных частиц определена по данным об удельном электросопротивлении жидких чугунов, которая составила 0,18 для ИЧХ28Н2 и 0,21 для ИЧЗ10Х24М2Ф4ТР. Полученные значения объемной доли соответствуют размеру дисперсных частиц ~10 нм. С увеличением температуры объемная доля дисперсных частиц снижается незначительно.

Известно, что температурная обработка расплава с целью разрушения микрогетерогенного строения приводит к модифицированию структуры закристаллизованного слитка за счет изменения условий кристаллизации. Однако авторами работ [30; 36] обнаружено, что перегрев расплавов хромистых чугунов приводит к понижению износостойкости слитков. В работе [36]

отмечено, что перегрев расплава выше 1500 °С приводит к разрушению композиционно стабильных кластеров в расплаве, что приводит к изменению структуры и свойств заэвтектических хромистых чугунов после температурной обработки. С целью повышения эксплуатационных свойств в работе [30] предлагается введение дополнительных модификаторов перед выпуском чугуна после термо-временной обработки расплава, а в работе [36] показано, что повысить износостойкость можно температурной обработкой между температурами ликвидус и солидус. Таким образом, исследование расплавов хромистых чугунов в жидком состоянии с точки зрения их микронеоднородного строения позволит приблизится к пониманию процессов, протекающих в жидком состоянии, и выработать оптимальный режим термообработки расплава с целью повышения его эксплуатационных характеристик.

## Список литературы / References

- Чикова О.А. О структурных переходах в сложнолегированных расплавах. Известия вузов. Черная металлургия. 2020;63(3–4):261–270. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-3-4-261-270
   Chikova O.A. Structural transitions in complexly alloyed melts. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2020;63(3–4): 261–270. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-3-4-261-270
- 2. Сидоров В.Е., Сон Л.Д. Исследование расплавов как основа совершенствования технологий черной металлургии. *Черные металлы.* 2023;(3):58–64. https://doi.org/10.17580/chm.2023.03.10

Sidorov V.E., Son L.D. Research of melts as a basis for improvement of technologies of ferrous metallurgy. *Chernye Metally*. 2023;(3):58–64. (In Russ.). *https://doi.org/10.17580/chm.2023.03.10* 

3. Тягунов Г.В., Барышев Е.Е., Тягунов А.Г., Мушников В.С., Костина Т.К. О некоторых особенностях структурирования металлических жидкостей. Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Металлургия. 2018;18(3):16–25. https://doi.org/10.14529/met180302

Tyagunov G.V., Baryshev E.E., Tyagunov A.G., Mushnikov V.S., Kostina T.K. On some structuring features of metallic fluids. *Bulletin of South Ural state university. Series "Metallurgy"*. 2018;18(3):16–25. (In Russ.). https://doi.org/10.14529/met180302

4. Попель П.С. Метастабильная микрогетерогенность расплавов в системах с эвтектикой и монотектикой и ее влияние на структуру сплава после затвердевания. *Расплавы*. 2005;(1):22–48.

Popel P.S. Metastable microheterogenicity of melts in systems with eutectic and monotectic and its effect on the alloy structure after solidification. *Rasplavy*. 2005(1):22–48. (In Russ.).

5. Клячко Ю.А. Опыт коллоидно-химического исследования металлов. Москва: Издательство Академии им. К.Е. Ворошилова; 1935:92. 6. Вертман А.А. Микрогетерогенность металлических расплавов и проблема регулирования свойств отливок. *Физика и химия обработки материалов*. 1967;(3):132–141.

Vertman A.A. Microheterogenicity of metal melts regulation of castings properties. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*. 1967;(3):132–141. (In Russ.).

- Залкин В.М. Природа эвтектических сплавов и эффект контактного плавления. Москва: Металлургия; 1987:152.
- Залкин В.М. О двух теориях начальной стадии контактного плавления. *Расплавы*. 2004;(2):93–95.
   Zalkin V.M. On two theories describing the initial stage of

Zalkin V.M. On two theories describing the initial stage of contact melting. *Rasplavy*. 2004;(2):93–95. (In Russ.).

9. Залкин В.М. О микрогетерогенном строении эвтектических сплавов (растворов) в жидком состоянии. *Журнал физической химии*. 2005; 79(4):763–765.

Zalkin V.M. On microheterogeneous structure of eutectic alloys (solutions) in liquid state (on the 120<sup>th</sup> anniversary of the term "eutectic"). *Journal of Physical Chemistry.* 2005;79(4):763–765. (In Russ.).

- **10.** Френкель Я.И. Статистическая физика. Москва: Издательство АН СССР; 1948:760.
- **11.** Морохов Д.И., Трусов Л.И., Лаповок В.Н. Физические явления в ультрадисперсных средах. Москва: Энергоатомиздат; 1984:224.
- **12.** Вертман А.А., Самарин А.М., Якобсон А.М. О строении жидких эвтектик. Известия АН СССР. ОТН. Металлургия и топливо. 1960;(3):17–21.

Vertman A.A., Samarin A.M., Yakobson A.M. On structure of liquid eutectic. *Izv. AS USSR. OTN. Metallurgiya i toplivo*. 1960;(3):17–21. (In Russ.).

**13.** Вертман А.А., Самарин А.М., Туровский Б.М. Строение жидких сплавов системы железо-углерод. *Известия АН СССР. ОТН. Металлургия и топливо.* 1960;(6):123–129.

Vertman A.A., Samarin A.M., Turovskii B.M. Structure of liquid alloys of ironcarbon system. *Izv. AS USSR. OTN. Metallurgiya i toplivo.* 1960;(6):123–129. (In Russ.).

- **14.** Вертман А.А., Самарин А.М. Свойства расплавов железа. Москва: Наука; 1969:197.
- 15. Бродова И.Г., Замятин В.М., Попель П.С., Есин В.О., Баум Б.А., Моисеев А.И., Коршунов И.П., Топчий А.Л., Тихомиров Ю.Г., Поленц И.В. Условия формирования метастабильных фаз при кристаллизации сплавов Al-Zr. *Расплавы*. 1988;(6–2):23–27.

Brodova I.G., Zamyatin V.M., Popel' P.S., Esin V.O., Baum B.A., Moiseev A.I., Korshunov I.P., Topchii A.L., Tikhomirov Y.G., Polents I.V. Conditions of metastable phases formation during solidification of Al-Zr alloys. *Rasplavy*. 1988;(6–2):23–27. (In Russ.).

- Дульнев Г.Н., Новиков В.В. Процессы переноса в неоднородных средах. Ленинград: Энергоатомиздат; 1991:248.
- Синицин Н.И., Чикова О.А., Вьюхин В.В. Удельное электросопротивление расплавов Fe–Mn–C. *Неоргани*ческие материалы. 2021;57(1):89–97. https://doi.org/10.31857/S0002337X21010127

Sinitsin N.I., Chikova O.A., V'yukhin V.V. Resistivity of Fe-Mn-C melts. *Inorganic Materials*. 2021;57(1):86–93. https://doi.org/10.1134/S002016852101012X

18. Чикова О.А., Синицин Н.И., Вьюхин В.В. Электросопротивление сплавов Fe-Mn в жидком состоянии. Известия вузов. Физика. 2021;64(6):68–75. https://doi.org/10.17223/00213411/64/6/68

Chikova O.A., Sinitsin N.I., V'yukhin V.V. Electrical resistivity of liquid Fe–Mn alloys. *Russian Physics Journal*. 2021;64:1039–1046.

https://doi.org/10.1007/s11182-021-02426-y

- **19.** Бибик Е.Е. Реология дисперсных систем. Ленинград: Издательство Ленинградского университета; 1981:172.
- **20.** Хаппель Дж., Бреннер Г. Гидродинамика при малых числах Рейнольдса. Москва: Мир; 1976:630.

Happel J., Brenner H. Low Reynolds Number Hydrodynamics. Springer Dordrecht; 1983:553.

https://doi.org/10.1007/978-94-009-8352-6

- **21.** Урьев Н.П. Высококонцентрированнные дисперсные системы. Москва: Химия; 1980:149.
- Реология: Теория и приложения. Пер. с англ. / Под ред. Ф. Эйриха; Под общ. ред. Ю.Н. Работнова и П.А. Ребиндера. Москва: Издательство иностранной литературы; 1962:824.

Rheology. Theory and Applications. Eirich F.R. ed. Vol. 1. New York: Acad. Press; 1956:540.

**23.** Глазов В.М., Тимошенко В.И. Анализ явления послеплавления в расплавах полупроводников на основе кластерной модели. *Журнал физической химии*. 1981;55(6): 1148–1452.

Glazov V.M., Timoshenko V.I. Analysis of the phenomenon of post-melting in semiconductor melts based on the cluster model. *Journal of Physical Chemistry*. 1981;55(6):1148–1452. (In Russ.).

- Морозов А.А. Технологические свойства и строение титанатных расплавов. Цветные металлы. 2002;(8):60–63.
   Morozov A.A. Technological properties and structure of titanate melts. *Tsvetnye metally*. 2002;(8):60–63. (In Russ.).
- 25. Боровых М.А., Вьюхин В.В., Чикова О.А., Цепелев В.С. О влиянии дефектов на вязкость жидких сталей 32Г1 и 32Г2. Известия вузов. Черная металлургия. 2015;58(6): 402–406. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2015-6-402-406 Borovykh M.A., V'yukhin V.V., Chikova O.A., Tsepelev V.S. The influence of defects on the ductility of liquid steel 32G1 and 32G2. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2015;58(6): 402–406. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2015-6-402-406

26. Боровых М.А., Чикова О.А., Цепелев В.С., Вьюхин В.В. О влиянии режима термообработки на удельное электросопротивление расплава стали 35ХГФ. Известия вузов. Черная металлургия. 2018;61(3):237–243. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2018-3-237-243 Borovykh M.A., Chikova O.A., Tsepelev V.S., V'yukhin V.V.

Effect of heat treatment conditions on electrical resistivity of 35KhGF molten steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2018;61(3):237–243. (In Russ.). *https://doi.org/10.17073/0368-0797-2018-3-237-243* 

- 27. Abdel-Aziz K., El-Shennawy M., Omar A. Microstructural characteristics and mechanical properties of heat treated high-Cr white cast iron alloys. *International Journal of Applied Engineering Research*. 2017;12(14):4675–4686.
- 28. Efremenko V.G., Shimizu K., Cheiliakh A.P., Kozarevskaya T.V., Kusumoto K., Yamamoto K. Effect of vanadium and chromium on the microstructural features of V-Cr-Mn-Ni spheroidal carbide cast irons. *International Journal of Mine-*

*rals Metallurgy and Materials*. 2014;21(11):1096–1108. *https://doi.org/10.1007/s12613-014-1014-6* 

- 29. Karantzalis A.E., Lekatou A., Kapoglou A., Mavros H., Dracopoulos V. Phase transformations and microstructural observations during subcritical heat treatments of a highchromium cast iron. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2012;21(6):1030–1039. https://doi.org/10.1007/s11665-011-9995-z
- 30. Колокольцев В.М., Михалкина И.В., Шевченко А.В. Высокотемпературная обработка расплавов специальных сталей и чугунов. *Литейщик России*. 2016;(9):18–23. Kolokoltsev V.M., Mikhalkina I.V., Shevchenko A.V. High temperature treatment of special steel and cast iron melts.
- *Liteishchik Rossii*. 2016;(9):18–23. (In Russ.).
   Колокольцев В.М., Петроченко Е.В., Молочкова О.С. Влияние бора и температурных режимов охлаждения металла в литейной форме на структурно-фазовое
  - состояние жароизносостойких белых чугунов. Известия вузов. Черная металлургия. 2019;62(11):887–893. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-11-887-893

Kolokol'tsev V.M., Petrochenko E.V., Molochkova O.S. Influence of boron modification and cooling conditions during solidification on structural and phase state of heat- and wear-resistant white cast iron. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2019;62(11):887–893. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-11-887-893

**32.** Guitar M.A., Nayak U.P., Britz D., Mücklich F. The effect of thermal processing and chemical composition on secondary carbide precipitation and hardness in high-chromium cast irons. *International Journal of Metalcasting*. 2020;14(3):755–765.

https://doi.org/10.1007/s40962-020-00407-4

- **33.** Quyen Hoang Thi Ngoc, Ngoc Tran Vu Diem, Viet Nguyen Hoang, Hai Nguyen Hong, Ha Le Thu, Nam Nguyen Duong. Effect of residual stress distribution on the formation, growth and coalescence of voids of 27Cr white cast iron under impact loading. *Materials Transactions*. 2022;63(2):170–175. https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2021161
- 34. Le Nué C., Corujeira Gallo S., Vahid A., Wang J., Taherishargh M., Attar H., Fabijanic D., Barnett M. Destabilization treatment and its influence on microstructure and matrix hardness of high-Cr cast iron. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2023;54(12):4952–4965. https://doi.org/10.1007/s11661-023-07216-4
- 35. Kolokoltsev V.M., Petrochenko E.V., Molochkova O.S. Influence of aluminium and niobium alloying on phase composition, structure and properties of heat- and wear-resistant cast iron of Cr-Mn-Ni-Ti system. CIS Iron and Steel Review. 2021;(2):55–60. https://doi.org/10.17580/cisisr.2021.02.10
- 36. Panichkin A., Wieleba W., Kenzhegulov A., Uskenbayeva A., Mamaeva A., Imbarova A., Kvyatkovskii S., Kasenova B. Effect of thermal treatment of chromium iron melts on the structure and properties of castings. *Materials Research Express.* 2023;10(8):086502. https://doi.org/10.1088/2053-1591/acead7
- Wieczerzak K.K., Bała P., Stępień M., Cios G., Kozieł T. The Characterization of Cast Fe-Cr-C Alloy. Archives of Metallurgy and Materials. 2015;60(2):779–782. https://doi.org/10.1515/amm-2015-0206
- **38.** Svensson L.-E., Gretoft B., Ulander B., Bhadeshia H.K.D.H. Fe-Cr-C hardfacing alloys for high-temperature applications.

Journal of Materials Sci. 1986;21(3):1015–1019. https://doi.org/10.1007/BF01117388

- **39.** Цепелев В.С. Физика аморфных и нанокристалличеких металлических расплавов: методология анализа: Монография. Екатеринбург: Издательство Уральского университета; 2023:208.
- 40. Регель А.Р. Безэлектродный метод измерения электропроводности и возможности его применения для задач физико-химического анализа. Журнал неорганической химии. 1956;1(6):1271–1277.

Regel A.R. An electrodeless method for measuring electrical conductivity and possibility of its application to problems of physico-chemical analysis. *Journal of Inorganic Chemistry*. 1956;1(6):1271–1277. (In Russ.).

**41.** Рябина А.В., Кононенко В.И., Ражабов А.А. Безэлектродный метод измерения электросопротивления металлов в твердом и жидком состояниях и установка для его реализации. *Расплавы*. 2009(1):36–42.

Ryabina A.V., Kononenko V.I., Razhabov A.A. Nonelectrode method of measurement electrical resistivity of metals in solid and liquid states and installation for its realization. *Rasplavy*. 2009(1):36–42. (In Russ.).

42. Тягунов Г.В., Баум Б.А., Цепелев В.С., Тягунов А.Г., Влох А.Н. Измерение удельного электрического сопротивления методом вращающегося магнитного поля. Заводская лаборатория. 2003;69(2):36–38. Туаgunov G.V., Baum B.A., Tsepelev V.S., Tyagunov A.G.,

Iyagunov G.V., Baum B.A., Isepelev V.S., Iyagunov A.G., Vlokh A.N. Measurement of electrical resistivity by rotating magnetic field method. *Zavodskaya laboratoriya*. 2003;69(2):36–38. (In Russ.).

- **43.** Швидковский Е.Г. Некоторые вопросы вязкости расплавленных металлов. Москва: Гостехиздат; 1955:206.
- 44. Конашков В.В., Цепелев В.С., Вьюхин В.В., Поводатор А.М., Подольская А.И. Автоматизированная установка для изучения кинематической вязкости высокотемпературных металлических расплавов. *Приборы и техника эксперимента.* 2011;(2):149–150.

Konashkov V.V., Tsepelev V.S., V'yukhin V.V., Povodator A.M., Podol'skaya A.I. A computer-aided plant for studying the kinematic viscosity of high-temperature metallic melts. *Instruments and Experimental Techniques*. 2011;54(2):284–285.

https://doi.org/10.1134/S0020441211020187

**45.** Чикова О.А., Шмакова К.Ю., Цепелев В.С. Определение температур фазовых равновесий высокоэнтропийных металлических сплавов вискозиметрическим методом. *Металлы*. 2016;(2):54–59.

Chikova O.A., Shmakova K.Yu., Tsepelev V.S. Determination of phase equilibrium temperatures of high-entropy metal alloys by the viscometric method. *Metaly*. 2016;(2):54–59. (In Russ.).

- **46.** Tanaka T., Hara S. Surface tension and viscosity of liquid iron alloys. *Materia Japan*. 1997;36(1):47–54.
- **47.** Feng G., Jiao K., Zhang J., Gao S. High-temperature viscosity of iron-carbon melts based on liquid structure: The effect of carbon content and temperature. *Journal of Molecular Liquids*. 2021;330:115603.

https://doi.org/10.1016/j.molliq.2021.115603

48. Kamaeva L.V., Sterkhova I.V., Lad'yanov V.I. Viscosity and supercooling of Fe-Cr (≤40 at % Cr) melts. *Inorganic Mate*-

rials. 2012;48(3):318–324. https://doi.org/10.1134/S0020168512030089

- **49.** Sterkhova I.V., Kamaeva L.V., Lad'yanov V.I. Viscosity of the eutectic  $Fe_{85-x}Cr_{15}C_x$  (x = 10-17) melts. *Physics and Chemistry of Liquids*. 2020;58(5):559–565. https://doi.org/10.1080/00319104.2019.1616194
- 50. Оделевский В.И. Расчет обобщенной проводимости гетерогенных систем. *Журнал технической физики*. 1951;21(6):667–685. Odelevskii V.I. Calculation of generalized conductivity of heterogeneous systems. *Journal of Technical Physic*.
- 1951;21(6):667–685. (In Russ.).
  51. Ono Y., Hirayama K., Furukawa K. Electric resistivity of molten Fe-C, Fe-Si, and Fe-C-Si alloys. *Tetsu-to-Hagane*. 1974;60(14):2110–2118.

https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.60.14\_2110 52. Кудрявцева Е.Д., Сингер В.В., Радовский И.З. Электрон-

ная структура жидких сплавов железа с марганцем, хромом и ванадием. Известия вузов. Физика. 1983;(1):55–58. Kudryavtseva E.D., Singer V.V., Radovskii I.Z. Electronic structure of liquid alloys of iron with manganese, chromium and vanadium. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 1983;(1):55–58. (In Russ.).

53. Чикова О.А., Цепелев В.С., Московских О.П. Оценка параметров микрогетерогенной структуры металлических расплавов из результатов вискозиметрического эксперимента на основе представлений теории абсолютных скоростей реакций. *Журнал физической химии*. 2017;91(6):925–930.

Chikova O.A., Tsepelev V.S., Moskovskikh O.P. Estimating the parameters of the microheterogeneous structure of metal

### Сведения об авторах

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

Николай Иванович Синицин, к.ф.-м.н., доцент кафедры физики, старший научный сотрудник Исследовательского центра физики металлических жидкостей, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-6264-6523 *E-mail*: n.i.sinitsin@urfu.ru

Ольга Анатольевна Чикова, д.ф.-м.н., профессор кафедры физики, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-3347-9148 *E-mail:* chik63@mail.ru

*Михаил Геннадьевич Потапов,* к.т.н., доцент кафедры литейных процессов и материаловедения, Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова *ORCID:* 0000-0002-2818-6535 *E-mail:* potapovmg@mail.ru

Владимир Викторович Вьюхин, старший научный сотрудник Исследовательского центра физики металлических жидкостей, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-0772-8155 E-mail: v.v.yukhin@urfu.ru melts according to viscometric experimental data in terms of the absolute reaction rate theory. *Russian Journal of Physical Chemistry A*. 2017;91(6):979–983.

https://doi.org/10.7868/S0044453717060073

54. Чикова О.А., Синицин Н.И., Вьюхин В.В. Параметры микрогетерогенной структуры жидкой стали 110Г13Л. *Журнал физической химии*. 2019;93(8):1138–1146. https://doi.org/10.1134/S0044453719080065

Chikova O.A., Sinitsin N.I., V'yukhin V.V. Parameters of the microheterogeneous structure of liquid 110G13L steel. *Russian Journal of Physical Chemistry A*. 2019;93(8): 1435–1442. https://doi.org/10.1134/S0044453719080065

55. Тягунов Г.В., Барышев Е.Е., Вандышева И.В., Зайцева Н.В., Хоменко А.О. Структура и свойства жидкого железа. Вестник ЮУрГУ. Серия "Металлургия". 2019;19(3):13–23.

Tyagunov G.V., Baryshev E.E., Vandysheva I.V., Zaitseva N.V., Khomenko A.O. Structure and properties of liquid iron. *Bulletin of SUSU. Series "Metallurgy"*. 2019;19(3): 13–23. (In Russ.).

56. Потапов М.Г., Юмабаев А.А., Гуляев Ю.Е. Классификация комплексно-легированных чугунов по температуре разупорядочения кластеров расплава при разработке режимов ВТОР. Актуальные проблемы современной науки, техники и образования. 2022;13(1):31–35.

Potapov M.G., Babaev A.A., Gulyaev Yu.E. Classification of complex-alloyed cast irons by the temperature of melt clusters disordering during development of TTM. *Actual problems of modern science, technology and education*. 2022;13(1):31–35. (In Russ.).

## Information about the Authors

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

Nikolai I. Sinitsin, Cand. Sci. (Phys.–Math.), Assist. Prof. of the Chair of Physics, Senior Researcher of the Research Center of Physics of Metallic Liquids, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin ORCID: 0000-0002-6264-6523 *E-mail*: n.i.sinitsin@urfu.ru

*Ol'ga A. Chikova, Dr. Sci. (Phys.–Math.), Prof. of the Chair of Physics*, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin *ORCID:* 0000-0002-3347-9148 *E-mail:* chik63@mail.ru

Mikhail G. Potapov, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Foundry Processes and Materials Science", Nosov Magnitogorsk State Technical University ORCID: 0000-0002-2818-6535 E-mail: potapovmg@mail.ru

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

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

В. С. Цепелев – теоретическое обоснование исследования металлических расплавов в жидком состоянии, методология исследований кинематической вязкости и удельного электросопротивления жидких чугунов, планирование эксперимента, анализ и интерпретация полученных результатов, предоставление финансовых ресурсов и необходимых материалов для проведения высокотемпературных экспериментов, научное редактирование текста статьи.

*Н. И. Синицин* – проведение экспериментального исследования жидких чугунов на установке по измерению удельного электросопротивления, первичная обработка полученных данных.

**О. А. Чикова** – теоретическое обоснование исследования расплавов хромистых чугунов в жидком состоянии с точки зрения их микронеоднородного строения, написание статьи.

*М. Г. Потапов* – инициатива проведения исследования, формулирование цели и задач исследования, подготовка и аттестация материалов.

**В. В. Выохин** – проведение экспериментального исследования жидких чугунов на установке по измерению кинематической вязкости, первичная обработка полученных данных.

Поступила в редакцию 28.02.2024 После доработки 19.03.2024 Принята к публикации 23.08.2024 *V. S. Tsepelev* – theoretical justification for the study of liquid metal melts, methodology for studying the kinematic viscosity and specific electrical resistance of liquid cast iron, experimental planning, analysis and interpretation of results, provision of financial resources and necessary materials for conducting high-temperature experiments, scientific editing of the text.

*N. I. Sinitsin* – conducting an experimental study of liquid cast iron using a unit for measuring specific electrical resistance, primary processing of the obtained data.

**O. A. Chikova** – theoretical substantiation of the study of liquid chromium cast iron from the point of their micro-heterogeneous structure, writing the text.

*M. G. Potapov* – initiating the research, formulating the research goal and objectives, preparation and certification of materials.

*V. V. V'yukhin* – conducting an experimental study of liquid cast iron using a unit for measuring kinematic viscosity, primary processing of the obtained data.

Received 28.02.2024 Revised 19.03.2024 Accepted 23.08.2024 Инновации в металлургическом промышленном и лабораторном оборудовании, технологиях и материалах INNOVATION IN METALLURGICAL INDUSTRIAL AND LABORATORY EQUIPMENT, TECHNOLOGIES AND MATERIALS



**УДК** 621.74.045:53.09 **DOI** 10.17073/0368-0797-2024-5-593-603



Оригинальная статья Original article

## Влияние режимов уплотнения воскообразных порошков на напряженно-деформированное состояние прессовок, применяемых в точном литье

Н. А. Богданова 🖻, С. Г. Жилин

**Институт машиноведения и металлургии Хабаровского Федерального исследовательского центра Дальневосточного отделения РАН** (Россия, 681005, Хабаровский край, Комсомольск-на-Амуре, ул. Металлургов, 1)

### 🖂 joyful289@inbox.ru

Аннотация. Высокие требования, предъявляемые к качеству поверхности и сложности геометрии металлоизделий, конструкций и узлов деталей, получаемых из широкой линейки цветных и черных сплавов, определяют востребованность литья по выплавляемым моделям (ЛВМ) как метода, обеспечивающего номенклатуру изделий ответственного назначения для нужд авиа-, судо-, и машиностроения. К ряду «узких» мест в реализации процессов ЛВМ можно отнести значительное число технологических операций, каждая из которых сопровождается явлениями теплофизической природы, требующих коррекции, что в конченом итоге определяет высокую стоимость литья. Сложность представляют такие явления, как усадка модельного материала, его температурное расширение на стадиях выплавления из керамической формы, определяющее проникновение модельной массы в поры керамики и способное повлиять на появление поверхностных дефектов, химический состав и структуру сплава будущей отливки. На устранение отмеченных недостатков направлен процесс формирования пористой поверхности выплавляемой модели без усадочных дефектов путем прессования порошков воскообразных модельных материала, на стадии его выплавления. Широкому распространению метода препятствует недостаток сведений об особенностях управления на пряжениями в теле прессовки, определяющими величину упругого отклика уплотняемого материала, который на порядок меньше, чем тепловая усадка. В работе представлены результаты экспериментального определения влияния скорости уплотнения порошковых модельных материалов на напряжению, представлены результаты экспериментального определения выплавляемых моделей, формированное состояние прессованных выплавляемых моделей, формируемых в закрытой матрице, а также на прочность таких прессовок.

- *Ключевые слова:* экспериментальное моделирование, машиностроительные процессы, литье по выплавляемым моделям, напряженно-деформированное состояние, прессовка, пористость, упругий отклик, прочность
- *Благодарности:* Работа выполнена в рамках государственного задания Института машиноведения и металлургии Хабаровского Федерального исследовательского центра ДВО РАН. В работе использованы фото Фирсова С.В.
- Для цитирования: Богданова Н.А., Жилин С.Г. Влияние режимов уплотнения воскообразных порошков на напряженно-деформированное состояние прессовок, применяемых в точном литье. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):593–603. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-593-603

## INFLUENCE OF COMPRESSION MODES OF WAXY POWDERS ON STRESS-STRAIN STATE OF COMPACTS USED IN PRECISION CASTING

## N. A. Bogdanova <sup>©</sup>, S. G. Zhilin

Institute of Metallurgy and Mechanical Engineering of the Khabarovsk Federal Research Center, Far-Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences (1 Metallurgov Str., Komsomolsk-on-Amur, Khabarovsk Territory 681005, Russian Federation)

### 🖂 joyful289@inbox.ru

*Abstract*. The high demands placed on the surface quality and geometric complexity of metal products, structures and parts produced from a wide range of non-ferrous and ferrous alloys determine the demand for investment casting as a method that provides a range of critical products for the needs of aircraft, ship building and mechanical engineering industries. A number of "bottlenecks" in the implementation of investment casting processes include a significant number of technological operations, each of them is accompanied by phenomena of a thermophysical nature that require

correction, and it ultimately determines the high cost of casting. The difficulties arise from phenomena such as shrinkage of the pattern material, its thermal expansion during melting from a ceramic mold, which determines penetration of pattern mass into ceramic pores and can affect the appearance of surface defects, the chemical composition and structure of the alloy of future casting. The process of forming a porous surface on wax patterns without shrinkage defects by pressing powders of waxy materials is aimed at eliminating the noted shortcomings, which ensures the required geometry of the compacts and absence of deformation effects on ceramics of the model material at the stage of its melting. Widespread use of the method is hampered by the lack of information about the features of stress control in the compact body determining the magnitude of elastic response of the compacted material, which is an order of magnitude less than thermal shrinkage. The paper presents the results of an experimental study of influence of the compression rate of powder materials on the stress-strain state of pressed wax patterns formed in a closed matrix, as well as on the strength of these compacts.

Keywords: experimental modeling, mechanical engineering processes, investment casting, stress-strain state, pressing, porosity, elastic response, strength

- Acknowledgements: The work was performed within the framework of a state assignment of the Khabarovsk Federal Research Center, Far-Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences. The authors used photos by Firsov S.V.
- For citation: Bogdanova N.A., Zhilin S.G. Influence of compression modes of waxy powders on stress-strain state of compacts used in precision casting. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):593–603. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-593-603

### Введение

Современной особенностью функционирования промышленных предприятий, специализирующихся на выпуске изделий, предназначенных для нужд авто-, авиа- и судостроения является высокий спрос на металлы и рост объемов производства качественных литых изделий с требуемым набором характеристик, обуславливаемый применением энерго- и материалоэффективных технологий [1 – 4].

В отмеченных отраслях важным представляется сокращение издержек на всех этапах технологического цикла формирования литья деталей повышенной точности и сложной конфигурации из широкой номенклатуры сплавов [5].

Одним из востребованных методов получения точных литых заготовок из широкой номенклатуры конструкционных сталей и сплавов является литье по выплавляемым моделям (ЛВМ), получение сложной конфигурации изделий в котором обеспечивается возможностью объединения отдельных деталей в цельнолитые узлы [6; 7]. Универсальность такого метода обеспечивает его использование как для получения тонкостенных отливок относительно небольшой массы, так и для литых изделий с линейными размерами до 500 мм [8 – 10].

Поверхность такой отливки может быть выполнена с шероховатостью до  $R_a = 1,25$  мкм, соответствовать 11 - 16 квалитетам при допусках на размеры рабочей полости пресс-формы не более 8 - 9 квалитетов согласно ГОСТ 25347-82 «Основные нормы взаимозаменяемости. Единая система допусков и посадок. Поля допусков и рекомендуемые посадки».

Как и любая технологическая последовательность, ЛВМ имеет свои недостатки, во многом обусловленные большим числом операций, характеризующеся определенной долей неисправимого брака, который в сумме приводит к росту стоимости конечного продукта, сложности расчета и моделирования результатов реализации процессов ЛВМ [11].

Наибольшее распространение в процессах ЛВМ получила следующая последовательность операций [12]:  изготовление выплавляемых моделей и элементов литниково-питающей системы запрессовкой расплава (или пасты) модельной композиции в соответствующую пресс-форму с последующей сборкой всех элементов в модельные блоки;

 послойное нанесение на модельный блок и сушка керамической оболочки;

 – выплавление материала модельного блока из керамической оболочковой формы с дальнейшей ее прокалкой и заливкой расплавом металла.

Существенную проблему представляет негативное влияние теплофизических явлений, представляющих изменение объема материалов в результате их теплового расширения или усадки, сопровождающих значительную часть отмеченных выше технологических операций. Борьба с усадочными дефектами, характерными для процессов ЛВМ, проявляющимися как в сплавах тела отливки [13; 14], так и на стадии получения восковой выплавляемой модели [15; 16], определяет ряд технологических проблем, решение которых преимущественно сводится к обеспечению узкого интервала температуры заливки и контроля условий затвердевания как жидкого металла, так и расплава модельной массы.

Так, на этапе охлаждения восковой массы при формировании выплавляемой модели величина объемной усадки может достигать 14 % и проявляться на поверхности в виде раковин, складок, волнистости, что требует затрат на исправление такого рода дефектов [17]. Предотвратить появление подобных дефектов удается лишь отчасти за счет оптимизации процессов на стадии проектирования, строго контроля температуры запрессовки модельных масс и улучшения их составов, что позволяет снизить значение коэффициента термического расширения [18-21]. Нарушение геометрии литья возможно также ввиду низкой смачиваемости поверхности выплавляемой модели материалами формирующейся керамической оболочки [22]. Тепловое расширение нагреваемого во время выплавления модельного материала из оболочки также является причиной нарушения целостности последней [23]. Проблему низкой стойкости керамики к образованию трещин иногда удается решить путем ее армирования различными материалами и вставками [24]. После формирования требуемой толщины керамики оболочковые формы нередко подвергают процедуре депарафинизации, осуществляемой посредством их помещения в автоклав. Эта операция также несет определенные риски повреждения внутренних слоев ввиду теплового расширения модельного материала, проникающего в поры керамики на стадии выплавления [25]. Остатки воскового материала в слоях керамики могут повлиять на формирование структуры и свойств поверхности отливки. Отмеченные проблемы приводят к необходимости увеличения припусков на механическую обработку, провоцируя повышенный расход металла.

Сотрудниками лаборатории проблем создания и обработки материалов и изделий Хабаровского Федерального исследовательского центра Дальневосточного отделения РАН предлагается комплексное решение отмеченных выше проблем, связанных с тепловым расширением модельных материалов. Оно заключается в формировании выплавляемых моделей целиком или их поверхности (при получении выплавляемых моделей биметаллических отливок, когда ее поверхность формируется напрессовкой порошка модельного состава на стальной каркас) путем холодного прессования фракций воскообразных модельных материалов. Это позволяет получить структуру прессовки с пористостью до 12 %, конфигурация наружной поверхности которой соответствует формообразующей полости пресс-формы [26; 27].

Такой вариант формирования выплавляемых моделей обеспечивает возможность проникновения модельного материала в сложные формообразующие полости пресс-матрицы и требуемую плотность участков прессовки [28; 29]. Прессованные выплавляемые модели отличает отсутствие таких литейных дефектов, как усадка, волнистость, нарушение геометрии. На стадии выплавления из керамики такие модели не деформируют оболочку, модельный материал не проникает в ее структуру, обеспечивая трещиностойкость последней. Отсутствие модельного материала в порах керамики обеспечивает прогнозируемые структуру и свойства поверхности итоговой отливки.

Недостатком представленного процесса является вероятность изменения размеров прессовки, обусловленная разгрузкой модельного материала и высвобождением воздуха, стесненного в ходе уплотнения. Величина упругого отклика материала прессовки после снятия нагрузки в направлении оси прессования может достигать 0,7 - 1,2%, а в поперечном направлении 0,4 - 0,5%, что безусловно существенно меньше значений объемной усадки и требует разработки специального подхода к устранению этого явления [30]. Механическая прочность пористых прессованных выплавляемых моделей уступает традиционным, но компенсируется более высокой теплоустойчивостью.

Величина упругой разгрузки уплотняемого материала во многом зависит от его реологических характеристик: упругости, пластичности, прочности, вязкости и т. д. При уплотнении пластичного порошкового тела без внешних источников тепла в локальных участках материала прессовки происходит повышение температуры, следовательно снижение значений упругой разгрузки материала зависит как от скорости его уплотнения, так и от времени релаксации напряжений [31; 32]. В связи с отмеченным выше, получение прессованных выплавляемых моделей или их элементов с прогнозируемыми размерами и минимальными искажениями геометрии относительно полости прессованны представляется актуальной задачей при прессовании порошков воскообразных модельных материалов.

В предшествующих работах [33; 34] рассматривались варианты решения ряда вопросов, связанных с режимами формирования прессовок, обеспечивающими достижение релаксации напряжений в них и, как следствие, меньшую величину упругого последействия уплотненного материала. Рассмотрение комплексного влияния скоростных режимов уплотнения воскообразных порошковых материалов в закрытой пресс-матрице на напряженно-деформированное состояние прессовок, а также на итоговую прочность прессовок и характер их разрушения предлагается впервые.

Таким образом, целью настоящей работы является определение влияния скорости перемещения пресспуансона при деформировании порошковых тел, состоящих из воскообразных модельных материалов, на напряженно-деформированное состояние прессовок, формируемых в закрытой матрице.

В рамках поставленной цели в работе решались следующие задачи:

– экспериментальное определение зависимостей напряжений, сопровождающих стадии уплотнения и разгрузки прессовок с пористостью 0 – 10 % от времени при различных скоростях перемещения пресс-пуансона и фракций порошковых воскообразных материалов;

– экспериментальное получение зависимостей пределов прочности на сжатие от пористости образцов, сформированных из фракций порошковых воскообразных материалов при различных скоростях перемещения пресс-пуансона, и оценка влияния условий формирования прессовок на характер их разрушения.

### Методы проведения исследования

В ходе выполнения экспериментальной части работы, связанной с формированием прессовок и регистрацией напряжений при их прессовании и разрушении, достоверность значений определяемых напряжений позволило обеспечить использование тестовой машины AG-X plus Shimadzu, к заявленным (регламентированным производителем) характеристикам которой относится величина допустимого отклонения значений 0,03 % при нагрузке 100 кН и деформации 10 мм. На рис. 1. представлены рабочая зона тестовой машины, заключенная между неподвижной нижней опорой 1 с размещенной на ней пресс-матрицей 2 (которая снабжена пуансоном), и перемещающимся штоком 3. Прессматрица выполнена из стали 45 в виде полого глуходонного цилиндра с внутренним диаметром d = 44 мм и толщиной стенок 4 мм, что позволяет в рамках данного эксперимента принять ее недеформируемой. Полость пресс-матрицы заполняли рассчитанной дозой порошка воскообразного материала, требующегося для каждого эксперимента. Для решения экспериментальных задач в работе в качестве воскообразных порошков использованы материалы, широко распространенные в ЛВМ-процессах, соответствующие первой классификационной группе модельных составов [6]:

– парафин очищенный марки T1, имеющий температуру плавления 60 °C и плотность в литом состоянии  $\rho_{T1} = 0.86 \ \Gamma/cm^3$ ;

– ПС50/50 (представляющий собой сплав парафина и стеарина в соотношении 1/1), имеющий температуру плавления 52 °С и плотность в литом состоянии  $\rho_{\Pi C50/50} = 0.935$  г/см<sup>3</sup>.

Важное значение для достоверности экспериментальных данных имеют такие параметры материалов, как температура плавления и плотность в литом состоянии, значения которых несколько отличаются от значений характеристик, регламентированных требованиями соответствующих ГОСТов (например, ГОСТ 23683–89 «Парафины нефтяные твердые. Технические условия») и определены экспериментально. Температуру



Рис. 1. Пресс-матрица и рабочая зона тестовой машины

Fig. 1. Press matrix and working area of the testing machine

плавления Т1 и ПС50/50 предварительно определяли при помощи дифференциально-термического анализатора Shimadzu DTG-60H в ходе нагрева указанных материалов со скоростью 2 °С/мин [17]. Поскольку используемые в исследованиях материалы являются легкоплавкими, то эксперимент осуществляли в условиях, отвечающих температуре окружающей среды  $20 \pm 2$  °C. Используемые в эксперименте порошковые фракции указанных выше воскообразных материалов получены рассевом на ситах модели 026 в технологически предпочтительном диапазоне стандартных значений 0,63 – 2,5 мм [33]. Применение меньших фракций нецелесообразно ввиду высокой склонности материала к слеживанию, а использование фракций более 2,5 мм в ряде случаев может привести к образованию «арок» во внутренних участках пресс-форм сложной конфигурации, неравномерному распределению материала и, как следствие, получению прессовок с зонами локального переуплотнения. Значения насыпной плотности р<sub>нас</sub> зависят от вида и фракции материалов и составляют: для T1 фракции 2,5 мм  $\rho_{\text{нас}} = 0,360$  г/см<sup>3</sup>; для T1 фракции 0,63 мм  $\rho_{\rm Hac} = 0,320 \ {\rm г/cm^3};$  для ПС50/50 фракции 2,5 мм  $\rho_{\text{нас}} = 0,340 \text{ г/см}^3;$  для ПС50/50 фракции  $0,63 \text{ MM } \rho_{\text{Hac}} = 0,310 \text{ г/cm}^3.$ 

Для снижения влияния трения материала о внутреннюю поверхность пресс-матрицы на значения напряжений, возникающих при уплотнении, формообразующую полость последней обрабатывали керосином. Равномерность распределения материала в объеме порошкового тела, помещенного в пресс-матрицу, достигалась его предварительной утряской в течение 5 мин при частоте 3,5 Гц. По завершении утряски производилось уплотнение экспериментальных материалов при значениях скорости движения пресс-пуансона 0,5 мм/с и 1,5 мм/с, обеспечиваемых перемещением траверсы универсальной испытательной машиной AG-X plus Shimadzu. В результате одноосного перемещения пуансона в нижней части пресс-матрицы формировали прессовку, конечные размеры которой удовлетворяют условию: d = h = 0,44 м (где h – конечная высота прессовки).

Доза порошка воскообразного материала определялась конечной пористостью прессовок, которая в эксперименте изменялась с шагом 2 % в диапазоне значений 0 %  $\leq \Pi \leq 10$  %, что обуславливается механическими характеристиками прессовок. Так, например, в ходе предварительных экспериментов установлено, что прессовки с пористостью  $\Pi > 10$  % обладают меньшей прочностью.

Пористость прессовки рассчитывали по формуле

$$\Pi = \left(1 - \frac{\rho_{\pi}}{\rho_{\pi}}\right) 100 \%, \tag{1}$$

где  $\rho_{\pi}$  – плотность прессованного образца, кг/м³;  $\rho_{\pi}$  – плотность литого материала, кг/м³.

### Значения масс и насыпной плотности порошков воскообразных материалов

Values of masses and	bulk density	v of waxy	materials	powders

Порис-	Масса засыпки, г / насыпная плотность, г/см		
тость, %	T1	ПС 50/50	
0	57,51/0,8600	62,52/0,9350	
2	56,36/0,8428	61,27/0,9163	
4	55,21/0,8256	60,02/0,8976	
6	54,06/0,8084	58,77/0,8789	
8	52,91/0,7912	57,52/0,8602	
10	51,76/0,7740	56,27/0,8415	

Очевидно, что прессовки, характеризующиеся значением  $\Pi = 0$  %, будут иметь плотность, равную плотности материала в состоянии свободной заливки, что для материалов марок T1 и ПС50/50 соответственно составляет  $\rho_{\pi T1} = 0.86$  г/см<sup>3</sup> и  $\rho_{\pi \Pi C50/50} = 0.935$  г/см<sup>3</sup>.

Массу *М* дозы порошка воскообразного материала для формирования прессовки требуемой пористости определяли, исходя из условия

$$M = h\rho_{\pi} \left( 1 - \frac{\Pi}{100} \right) \left( \frac{\pi d^2}{4} \right). \tag{2}$$

В таблице представлены значения масс и насыпной плотности порошковых материалов марок T1 и ПС50/50, используемых в эксперименте для формирования прессовок с конечной пористостью, принадлежащей диапазону значений 0 %  $\leq \Pi \leq 10$  %.

Из данных, представленных в таблице, видно, что значения конечной пористости прессовок, в рассматриваемом случае замкнутых в объеме цилиндрической полости со значениями диаметра основания и высоты, равными 44 мм, определяют значения масс и насыпной плотности используемых в эксперименте порошковых материалов. Эти обстоятельства в совокупности с фракцией материалов обуславливают разную высоту их засыпки в формообразующей полости пресс-матрицы и, следовательно, различия в значениях деформаций уплотняемых порошковых тел. Таким образом, очевидно, что при равных скоростях перемещения пресспуансона время получения прессовок с различным значением конечной пористости будет неодинаковым.

На рис. 2 представлены экспериментальные зависимости деформации порошковых тел, состоящих из материалов T1 и ПС50/50 фракций 0,63 и 2,5 мм, от времени их уплотнения до значений пористости  $0 \% \le \Pi \le 10 \%$  при перемещении пресс-пуансона со скоростью 1,5 мм/с (*a*) и 0,5 мм/с (*б*). Эти зависимости показаны в различном цветовом исполнении. В таком же цветовом исполнении представлены уравнения, помещенные на графическом поле. При этом для каждой кривой, размещенной на графиках, представленных на рис. 2, характерно убывание значений пористости с 10 до 0 % в направлении роста времени уплотнения (т. е. слева направо).

Из рис. 2 видно, что величина деформации уплотняемых порошковых тел для прессовок со всеми значениями пористости не превышает 60 %. При этом для более крупных фракций однородных материалов характерны более высокие значения насыпной плотности и, как следствие, несколько меньшие итоговые значения деформации.

По достижении положения *h* траверсу тестовой машины фиксировали и регистрировали напряжения на ней. Одним из факторов, влияющих на геометрию получаемых пористых выплавляемых моделей, явля-



Рис. 2. Зависимости деформации порошкового тела от времени его уплотнения при перемещении пресс-пуансона со скоростью 1,5 мм/с (*a*) и 0,5 мм/с (*b*): *l* – T1, фракция 0,63 мм; 2 – ПС50/50, фракция 0,63 мм; 3 – T1, фракция 2,5 мм; 4 – ПС50/50, фракция 2,5 мм

*Fig. 2.* Dependence of powder body deformation on time of its compaction when moving the press punch at a rate of 1.5 mm/s (*a*) and 0.5 mm/s (*b*):

1-T1, fraction 0.63 mm; 2-PS50/50, fraction 0.63 mm; 3-T1, fraction 2.5 mm; 4-PS50/50, fraction 2.5 mm

ется величина остаточных напряжений в материале прессовки, поэтому после завершения процесса уплотнения образцы выдерживались под нагрузкой при сомкнутых элементах пресс-формы в течение 15 мин. Предварительными экспериментами установлено, что данного количества времени достаточно для релаксации напряжений до 90 % и более [33].

Далее, чтобы определить наибольшие напряжения, соответствующие разрушению образцов, а также характер их разрушения, полученные прессовки подвергались испытанию на сжатие, как показано на рис. 3.

Напряжения, возникающие при определении прочности на сжатие экспериментальных прессованных цилиндрических образцов, также регистрировали при помощи тестовой машины AG-X plus Shimadzu. Поскольку воскообразные порошковые материалы не являются конструкционными, то ввиду отсутствия стандартов на подобного рода испытания с учетом высоты образцов выбрана скорость перемещения траверсы тестовой машины, равная 22 мм/мин, удовлетворяющая требованиям ГОСТ 4651–2014 «Пластмассы. Метод испытания на сжатие».

По полученным в ходе серии экспериментов данным строились зависимости напряжений, сопровождающих стадии уплотнения и разгрузки материала от времени, а также напряжений, возникающих при сжатии в ходе определения прочности, от пористости образцов, сформированных при различных скоростях деформирования.

### Результаты исследования и их обсуждение

Воскообразные модельные композиции, использованные в настоящем эксперименте, обладают относительно высоким пределом текучести [34], что, безусловно, оказывает влияние на характер процесса уплотнения порошкового тела и формирование свойств конечной прессовки. При формовке материалов, обладающих значительной пластичностью, стадии про-



*Рис. 3.* Размещение экспериментального цилиндрического образца в тестовой машине при испытании на сжатие

*Fig. 3.* Placing an experimental cylindrical sample in the testing machine during a compression test

цесса прессования протекают одновременно, а участки кривых, которые характеризуют стадии уплотнения, взаимно накладываются друг на друга. Так, в рассматриваемом случае это стадии процесса формовки в закрытой пресс-матрице (характерные для последовательных этапов идеального уплотнения), как структурная деформация порошкового тела, рост давления без увеличения плотности прессовки и следующая за этим пластическая деформация, распределяющаяся на весь ее объем, не имеют четких границ.

В результате эксперимента определены зависимости напряжений, сопровождающих стадии уплотнения и разгрузки прессовок, с итоговыми значениями пористости  $\Pi = 0 - 10$ % от времени формируемых при различных скоростях перемещения пресс-пуансона прессовок из фракций порошковых воскообразных материалов.

На рис. 4 представлены зависимости напряжений, сопровождающих стадии уплотнения до значения



Рис. 4. Зависимости напряжений, сопровождающих стадии уплотнения до значения пористости 0 % и разгрузки от времени прессовок из материалов марок Т1 и ПС50/50 фракций 0,63 мм (*a*) и 2,5 мм (*б*): *l* − T1, скорость 1,5 мм/с; *2* − ПС50/50, скорость 1,5 мм/с;

3 – T1, скорость 0,5 мм/с; 4 – ПС50/50, скорость 0,5 мм/с

Fig. 4. Dependences of the stresses accompanying the stages of compaction to a porosity of 0 % and outloading of compacts from materials of grades T1 and PS50/50 with a fraction of:
 0.63 mm (a) and 2.5 mm (δ) on time:

- (0) = 0.05 mm(a) and 2.5 mm(0) on time:
- *I* T1, rate 1.5 mm/s; *2* PS50/50, rate 1.5 mm/s; *3* T1, rate 0.5 mm/s; *4* PS50/50, rate 0.5 mm/s

пористости 0 % и разгрузки от времени прессовок из материалов марок Т1 и ПС50/50 фракции 0,63 мм (*a*) и фракции 2,5 мм ( $\delta$ ). На рис. 5 представлены зависимости напряжений, построенные аналогично зависимостям, представленным на рис. 4, но характерные для процессов формирования прессовок с пористостью  $\Pi = 10$  %.

Представленные на рис. 4, 5 участки зависимостей, лежащие в зоне отрицательных значений времени, характеризуют процессы уплотнения воскообразных порошковых тел. Цифрами на графическом поле показаны пиковые значения напряжений, возникающих при уплотнении порошковых тел.

Из рис. 4 видно, что при увеличении скорости перемещения пресс-пуансона происходит увеличение значений напряжений, требующихся для формирования прессовок. При этом уплотнение порошка материала марки T1 характеризуется несколько большими значе-



Рис. 5. Зависимости напряжений, сопровождающих стадии уплотнения до значения пористости 10 % и разгрузки от времени прессовок, формируемых из материалов марок Т1 и ПС50/50 фракций 0,63 мм (а) и 2,5 мм (б):
 *I* – T1, скорость 1,5 мм/с; 2 – ПС50/50, скорость 1,5 мм/с; 3 – T1, скорость 0,5 мм/с; 4 – ПС50/50, скорость 0,5 мм/с

Fig. 5. Dependences of the stresses accompanying the stages of compaction to a porosity of 10 % and outloading of compacts from materials of grades T1 and PS50/50 with a fraction of 0.63 mm (a) and 2.5 mm (\vec{o}) on time: *I* - T1, rate 1.5 mm/s; 2 - PS50/50, rate 1.5 mm/s; 3 - T1, rate 0.5 mm/s; 4 - PS50/50, rate 0.5 mm/s

ниями напряжений, чем при уплотнении порошка парафино-стеаринового материала ПС50/50, обладающего большей пластичностью. На значение напряжений, возникающих при уплотнении порошкового тела, фракция модельного материала (при скоростях перемещения пресс-пуансона, применяемых в рамках настоящего эксперимента) существенное влияние оказывает преимущественно для условий прессования тел с малыми значениями пористости. Таким образом, наибольшие значения напряжений, возникающих при уплотнении рассматриваемых в эксперименте порошковых тел, определяются условиями, при которых порошковое тело состоит из наиболее крупной фракции, уплотнение происходит с большими значениями скорости перемещения пресс-пуансона, а требуемое значение конечной пористости минимальное.

Очевидно, что при более высокой скорости перемещения пресс-пуансона время деформирования сокращается. Однако снижение значений остаточных напряжений не находится в прямой зависимости от скорости перемещения пресс-пуансона при уплотнении экспериментальных порошковых тел.

В результате совместного анализа данных, представленных на рис. 4 и 5, можно заключить, что с увеличением пористости до 10 % происходит снижение необходимых для уплотнения прессовок напряжений. При этом изменение представленных на рис. 5 значений напряжений в зависимости от материала, скорости перемещения пресс-пуансона и фракции порошка происходит аналогично зависимостям, представленным на рис. 4. Также видно, что релаксация остаточных напряжений более чем на 90 % характерна для всех вариантов уплотнения уже по истечении 10 мин выдержки в стесненном состоянии. В целом следует отметить, что значения остаточных напряжений по завершении 15 мин выдержки прессовки в нагруженном состоянии не превышают 0,25 МПа для прессовок с  $\Pi = 0$  % и 0,12 МПа для прессовок с конечной пористостью  $\Pi = 10$  %.

Согласно полученным ранее результатам экспериментальных исследований [33], направленных на определение значений напряжений, возникающих в ходе разрушения экспериментальных образцов, от значений их пористости установлено, что напряжения при разрушении прессовок тем больше, чем меньше их пористость и чем больше фракция материала, из которого получены прессовки. При этом вопросы влияния скорости уплотнения при получении прессовок и фракции материала на значение сопротивления сжатию и характер разрушения образцов не рассматривались.

В ходе эксперимента, связанного с определением пределов прочности на сжатие необходимо было установить зависимость этого параметра от пористости образцов, полученных деформированием порошковых тел, составленных из фракций воскообразных материалов Т1 и ПС50/50 при различных скоростях пере-



Рис. 6. Зависимости предела прочности на сжатие от пористости образцов, сформированных из фракций материалов марок Т1 (*a*) и ПС50/50 (б) при различных скоростях перемещения пресс-пуансона: 1 – фракция 2,5 мм, скорость 1,5 мм/с; 2 – фракция 0,63 мм, скорость 1,5 мм/с;

3 – фракция 2,5 мм, скорость 0,5 мм/с; 4 – фракция 0,63 мм, скорость 0,5 мм/с

Fig. 6. Dependences of ultimate compression strength on porosity of the samples from fractions of materials of grades T1 (a) and PS50/50 (δ) at different rate of press punch movement: *I* – fraction 2.5 mm, rate 1.5 mm/s; 2 – fraction 0.63 MM, rate 1.5 mm/s; 3 – fraction 2.5 mm, rate 0.5 mm/s; 4 – fraction 0.63 MM, rate 0.5 mm/s

мещения пресс-пуансона в неподвижной матрице. На рис. 6 представлены полиноминальные зависимости третьего порядка определяемого параметра от пористости образцов, сформированных при различных скоростях перемещения пресс-пуансона. Символами  $R_i^2$  помечены значения величины достоверности аппроксимации полиноминальных зависимостей пределов прочности образцов на сжатие.

Анализ данных, представленных на рис. 6, позволяет установить, что напряжения, возникающие при разрушении экспериментальных образцов сжатием пребывают в зависимости от максимальных значений напряжений, необходимых для уплотнения прессовок. Таким образом, чем выше скорость перемещения пресс-пуансона и крупнее фракция материала (при одинаковых заранее заданных значениях конечной пористости прессовки), тем выше значение напряжения при прессовании и, как следствие, выше значение предела прочности при разрушении образца.

В ходе эксперимента также проведена визуальная оценка характера разрушения экспериментальных прессовок и определено влияние таких факторов, как скорость прессования, фракция используемых в эксперименте материалов и конечная пористость прессовки. Стоит отметить, что в ходе визуального наблюдения деформирования прессовок при сжатии отмечается незначительное влияние фракции материалов и скорости перемещения пресс-пуансона при их формировании на картину процесса разрушения. На рис. 7 представлены наиболее характерные варианты разрушений образцов прессовок с минимальным и максимальным значениями пористости, получаемых из материала ПС50/50.

Из рис. 7 видно, что при сжатии образца с пористостью 0 % характерна бочкообразная форма деформации с более вязким типом разрушения. Образцы с пористостью 10 % разрушаются, принимая характерный для них вид трапеции. В последнем случае образование трещин происходит при углах их наклона к горизонтальному основанию около 60°, что свидетельствует о более хрупком варианте разрушения.

В целом можно утверждать, что, хотя прессовки, сформированные из материала T1, сопротивляются сжатию лучше, чем прессовки, сформированные из ПС50/50, последние имеют достаточную технологическую прочность для сопротивления сжимающим нагрузкам, возникающим в ходе нанесения первых (незатвердевших) слоев огнеупорной оболочки. Полученные в ходе эксперимента данные о характере разрушения экспериментальных прессовок направлены на реализацию возможности определения конструкции, массы и габаритов выплавляемых моделей и/или их элементов, выполняемых методами формовки порошковых модельных материалов.



*Рис.* 7. Характер разрушения образцов прессовок, сформированных при скорости перемещения пресс-пуансона 0,5 мм/с:  $a - \Pi C50/50, \Pi = 0$  %, фракция 0,63 мм;  $\delta - \Pi C50/50, \Pi = 10$  %, фракция 0,63 мм

Fig.7. Nature of destruction of compacts formed at a rate of press punch movement of 0.5 mm/sec: a - PS50/50, P = 0 %, fraction 0.63;  $\delta - PS50/50, P = 10$  %, fraction 0.63

### Выводы

В результате серии экспериментов, состоящих из процессов нагружения воскообразных порошковых материалов, выдержки сформированных прессовок в стесненном состоянии, а также их разрушения определено влияние скорости перемещения пресс-пуансона на напряженно-деформированное состояние прессовок, формируемых в закрытой матрице.

Экспериментальным определением зависимостей напряжений, сопровождающих стадии уплотнения и разгрузки прессовок с пористостью 0 – 10 % от времени, при различных скоростях перемещения пресспуансона и фракций порошковых воскообразных материалов установлено:

– снижение задаваемых значений конечной пористости прессовок обеспечивает рост напряжений, возникающих при уплотнении воскообразных порошковых тел, а также определяется использованием более крупных фракций материалов, уплотнением при больших значениях скорости их прессовании;

– на величину остаточных напряжений прессовок, пребывающих в стесненном состоянии после уплотнения, фактор скорости перемещения пресс-пуансона играет менее значимую роль, чем конечная пористость прессовок, в связи с чем при уплотнении экспериментальных порошковых тел значения остаточных напряжений по завершении 15 мин выдержки прессовки в нагруженном состоянии не превышают 0,25 МПа для прессовок с П = 0 % и 0,12 МПа для прессовок с конечной пористостью П = 10 %.

В ходе анализа экспериментальных данных установлено, что рост скорости перемещения пресс-пуансона и увеличение фракции материала, подвергающегося прессованию, определяют рост значений напряжений, возникающих при разрушении экспериментальных образцов сжатием. Итоговая пористость прессовок и природа уплотняемого материала в большей степени влияют на вязкий или хрупкий характер разрушения прессовок, чем фракция материалов и скорость их прессования.

Результаты исследований направлены на реализацию возможности определения конструкции, массы и габаритов выплавляемых моделей и/или их элементов, выполняемых методами формовки порошковых модельных материалов, что, в конечном итоге, позволит повысить размерную и геометрическую точность отливок.

### Список литературы / References

 Wang B., Zhang Z., Xu G., Zeng X., Hu W., Matsubae K. Wrought and cast aluminum flows in China in the context of electric vehicle diffusion and automotive lightweighting. *Resources, Conservation and Recycling.* 2023;191:106877. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2023.106877  Lim S.S., Mun J.C., Kim T.W., Kang C.G. Development of low-temperature high-strength integral steel castings for offshore construction by casting process engineering. *International Journal of Naval Architecture and Ocean Engineering*. 2014;6(4):922–934.

## https://doi.org/10.2478/IJNAOE-2013-0222

**3.** Yang X., Zhang C., Li X., Cao Z., Wang P., Wang H., Liu G., Xia Z., Zhu D., Chen W.Q. Multinational dynamic steel cycle analysis reveals sequential decoupling between material use and economic growth. *Ecological Economics*. 2024;217:108092.

https://doi.org/10.1016/j.ecolecon.2023.108092

- Sata A., Ravi B. Bayesian inference-based investment-casting defect analysis system for industrial application. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2017;90(9–12):3301–3315.
  - https://doi.org/10.1007/s00170-016-9614-0
- Rodriguez A., López de Lacalle L.N., Calleja A., Lamikiz A.F. Maximal reduction of steps for iron casting one-ofa-kind parts. *Journal of Cleaner Production*. 2012;24:48–55. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.11.054
- Гаранин В.Ф., Иванов В.Н., Казеннов С.А. и др. Литье по выплавляемым моделям. Под общ. ред. В.А. Озерова. 4-е издание, переработанное и дополненное. Москва: Машиностроение; 1994:448.
- Dong R.Z., Wang W.H., Zhang T.R., Jiang R.S., Yang Z.N., Cui K., Wan Y.B. Ensemble learning-enabled early prediction of dimensional accuracy for complex products during investment casting. *Journal of Manufacturing Processes*. 2024;113:291–306.

https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2024.01.072

- 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
- Kapranos P., Carney C., Pola A., Jolly M. Advanced casting methodologies: investment casting, centrifugal casting, squeeze casting, metal spinning, and batch casting. *Refe*rence Module in Materials Science and Materials Engineering. Comprehensive Materials Processing. 2014;5:39–67. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.00539-2
- Yarlagadda P.K.D.V., Hock T.S. Statistical analysis on accuracy of wax patterns used in investment casting process. *Journal of Materials Processing Technology*. 2003;138(1–3): 75–81. https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00052-9
- Zhilin S.G., Komarov O.N., Bogdanova N.A. Production of the steel casting with improved dimensional and geometrical accuracy using complex models. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;709(3):033104. https://doi.org/10.1088/1757-899X/709/3/033104
- Vidyarthee G., Gupta N. New development in investment casting process. *International Journal of Scientific & Engineering Research*. 2017;8(12):529–540.
- 13. Huang P.H., Shih L.K.L., Lin H.M., Chu C.I., Chou C.S. Novel approach to investment casting of heat-resistant steel turbine blades for aircraft engines. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2019;104: 2911–2923. https://doi.org/10.1007/s00170-019-04178-z
- 14. Chen T.Y., Wang Y.C, Huang C.F., Liu Y.C., Lee S.C., Chan C.W., Fuh Y.K. Formation mechanism and improved remedy of thermal property of cold shut surface defects in
Vortex Flow Meters: Numerical simulation and experimental verification in investment casting of 316 L stainless steel. *Journal of Manufacturing Processes*. 2024;120:542–554. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2024.04.052

- **15.** Chica E., Agudelo S., Sierra N. Lost wax casting process of the runner of a propeller turbine for small hydroelectric power plants. *Renewable Energy*. 2013;60:739–745. https://doi.org/10.1016/j.renene.2013.06.030
- 16. Thakre P., Chauhan A.S., Satyanarayana A., Kumar E.R., Pradyumna R. Estimation of shrinkage & distortion in Wax-Injection using Moldex3D simulation. *Materials Today: Proceedings*. 2018;5(9–3):19410–19417. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.06.301
- 17. Жилин С.Г., Богданова Н.А., Комаров О.Н. Влияние гранулометрического состава и скорости выдавливания воскообразной композиции на геометрию длинномерной прессовки при мундштучном экструдировании. Вестник Чувашского государственного педагогического университета им. И.Я. Яковлева. Серия: Механика предельного состояния. 2018;(4(38)):54–64.

### https://doi.org/10.37972/chgpu.2020.11.35.024

Zhilin S.G., Bogdanova N.A., Komarov O.N. Influence of granulometric composition and extrusion ratio of the waxy materials on the geometry of extended compact by extruding forming. *Bulletin of the Yakovlev Chuvash State Pedagogical University. Series: Mechanics of Limit State.* 2018;(4(38)):54–64.

https://doi.org/10.37972/chgpu.2020.11.35.024

- Tacioglu S., Akar N. Conversion of an investment casting sprue wax to a pattern wax by chemical agents. *Materials* and Manufacturing Processes. 2003;18(5):753–768. https://doi.org/10.1081/AMP-120024973
- Abualigah L., Abd Elaziz M., Khasawneh A.M., Alshinwan M., Ibrahim R.A., Al-qaness M.A.A., Mirjalili S., Sumari P., Gandomi A.H. Meta-heuristic optimization algorithms for solving real-world mechanical engineering design problems: A comprehensive survey, applications, comparative analysis, and results. *Neural Computing & Applications*. 2022;34:4081–4110.

https://doi.org/10.1007/s00521-021-06747-4

- 20. Xu M., Lekakh S.N., Richards V.L. Thermal property database for investment casting shells. *International Journal of Metalcasting*. 2016;10:329–337. https://doi.org/10.1007/s40962-016-0052-4
- 21. Perry M.C. Investment casting. Advanced Materials & Processes. 2008;166(6):31–33.
- Foggia M.D., D'Addona D.M. Identification of critical key parameters and their impact to zero-defect manufacturing in the investment casting process. *Procedia CIRP*. 2013;12: 264–269. https://doi.org/10.1016/j.procir.2013.09.046
- **23.** Дубровин В.К., Заславская О.М., Карпинский А.В. Производство отливок из цветных сплавов в объемные формы по выплавляемым моделям. Известия вузов. Цветная металлургия. 2011;(2):34–39.

Dubrovin V.K., Zaslavskaya O.M., Karpinskii A.V. Casting production from non-ferrous alloys in bulk molds of consumable patterns. *Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya*. 2011;(2):34–39. (In Russ.).

24. Harun Z., Kamarudin N.H., Badarulzaman N.A., Wahab M.S. Shell mould composite with rice husk. *Key Engineering*  Materials. 2011;471-472:922–927. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.471-472.922

- 25. Aguilar J., Schievenbusch A., Kättlitz O. Investment casting technology for production of TiAl low pressure turbine blades Process engineering and parameter analysis. *Intermetallics*. 2011;19(6):757–761. https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.11.014
- 26. Sosnin A.A., Bogdanova N.A., Zhilin S.G., Komarov O.N. Finite element modeling of the stress-strain state of waxy compacts. *AIP Conference Proceedings*. 2019;2176(1):030017. https://doi.org/10.1063/1.5135141
- 27. Богданова Н.А., Жилин С.Г., Комаров О.Н. Способ получения биметаллической отливки. Патент на изобретение RU 2696118, опубл. 31.07.2019. Бюллетень № 22.
- Zhilin S.G., Komarov O.N., Bogdanova N.A., Amosov O.S. Mathematical modelling of forming processes in the conditions of uniaxial compaction of powder wax-like materials. In: CEUR Workshop Proceedings. 6 ITHPC 2021 – Short Paper Proceedings of the 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Information Technologies and High-Performance Computing. 2021:148–154.
- 29. Винокуров Г.Г., Попов О.Н. Статистическое моделирование корреляции локальной плотности макроструктуры при одностороннем прессовании порошковых материалов. Известия Самарского научного центра РАН. 2011;13(1–3):553–557.

Vinokurov G.G., Popov O.N. Statistical modeling of the correlation of local macrostructure density during one-sided pressing of powder materials. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra RAN*. 2011;13(1–3):553–557. (In Russ.).

- **30.** Zhilin S.G., Bogdanova N.A., Komarov O.N., Sosnin A.A. Decrease in the elastic response in compacting a paraffin-stearin powder composition. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021;2021(4):459–463. 10.1134/S0036029521040376
- **31.** Krairi A., Matouš K., Salvadori A. A poro-viscoplastic constitutive model for cold compacted powders at finite strains. *International Journal of Solids and Structures.* 2018;135: 289–300. https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2017.11.027
- **32.** Малкин А.Я., Исаев А.И. Реология. Концепции, методы, приложения. Москва: Профессия; 2007:560.
- 33. Жилин С.Г., Богданова Н.А., Комаров О.Н. Исследование процессов формирования пористых выплавляемых моделей, применяемых для изготовления высокоточного литья. Известия вузов. Цветная металлургия. 2023;29(3):54–66.

https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-3-54-66

Zhilin S.G., Bogdanova N.A., Komarov O.N. Porous wax patterns for high-precision investment casting. *Izvestiya*. *Non-Ferrous Metallurgy*. 2023;29(3):54–66. https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-3-54-66

34. Жилин С.Г., Богданова Н.А., Комаров О.Н. Экспериментальное моделирование процессов формирования объемных прессовок из сферических воскообразных элементов. Известия вузов. Черная металлургия. 2022;65(11):758–768.

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-11-758-768

Zhilin S.G., Bogdanova N.A., Komarov O.N. Experimental simulation of volumetric compacts formation from spherical waxy elements. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2022;65(11):758–768. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-11-758-768

Сведения об авторах / Information about the Authors			
<b>Нина Анатольевна Богданова,</b> младший научный сотрудник лаборатории проблем создания и обработки материалов и изде- лий, Институт машиноведения и металлургии Хабаровского Федерального исследовательского центра Дальневосточного отделения РАН <i>ORCID</i> : 0000-0002-8769-8194 <i>E-mail</i> : joyful289@inbox.ru	Nina A. Bogdanova, Junior Researcher of the Laboratory of Problems of Creation and Processing of Materials and Products, Institute of Metal- lurgy and Mechanical Engineering of the Khabarovsk Federal Research Center, Far-Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-8769-8194 E-mail: joyful289@inbox.ru		
Сергей Геннадьевич Жилин, к.т.н., доцент, ведущий научный	Sergei G. Zhilin, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Leading Researcher of		
сотрудник лаборатории проблем создания и обработки материа-	the Laboratory of Problems of Creation and Processing of Materials and		
лов и изделий, Институт машиноведения и металлургии Хабаров-	Products, Institute of Metallurgy and Mechanical Engineering of the		
ского Федерального исследовательского центра Дальневосточ-	Khabarovsk Federal Research Center, Far-Eastern Branch of the Rus-		
ного отделения РАН	sian Academy of Sciences		
ORCID: 0000-0002-0865-7109	ORCID: 0000-0002-0865-7109		
<i>E-mail</i> : zhilin@imim.ru	E-mail: zhilin@imim.ru		
Поступила в редакцию 11.07.2024	Received 11.07.2024		
После доработки 22.07.2024	Revised 22.07.2024		
Принята к публикации 28.08.2024	Accepted 28.08.2024		

Инновации в металлургическом промышленном и лабораторном оборудовании, технологиях и материалах INNOVATION IN METALLURGICAL INDUSTRIAL AND LABORATORY EQUIPMENT, TECHNOLOGIES AND MATERIALS



**УДК** 539.374 **DOI** 10.17073/0368-0797-2024-5-604-611



Оригинальная статья Original article

# Влияние комбинированного теплового воздействия электродуговой сварки с алюмотермитной засыпкой на внутренние напряжения в стальной пластине

А. В. Ткачева 🖱, Е. Е. Абашкин

Институт машиноведения и металлургии Хабаровского Федерального исследовательского центра Дальневосточного отделения РАН (Россия, 681005, Хабаровский край, Комсомольск-на-Амуре, ул. Металлургов, 1)

### 🖂 4nansi4@mail.ru

Аннотация. Работа посвящена автоматической электродуговой сварке под слоем флюса с применением присадочного материала в виде алюмотермитной засыпки для соединения толстолистовых конструкций. Материал пластины принимается упругопластическим, деформации – малыми и состоящими из упругих и пластических. Обратимые (упругие) деформации связаны с напряжениями законом Дюамеля-Неймана, необратимые (пластические) зарождаются и растут благодаря пластическому течению в рамках ассоциированного закона пластического течения. За условие пластического течения принято модифицированное условие Мизеса, в котором учитывается вязкость. Источник тепла от автоматической электродуговой сварки моделируется двойным эллипсоидом, предложенным Джон А. Голдаком, а тепло от химической реакции в области фронта горения алюмотермита задается значением теплового потока. Упругие модули и предел текучести зависят от температуры. Рассматривались пластины с толщинами 12, 14, 16, 18 мм. Сравнивая интенсивность остаточных напряжений в верхнем и нижнем слоях пластии и по их толщинам, можно утверждать, что с повышением толщины возрастают области распространения высокой интенсивности остаточных напряжений и увеличиваются их значения. Эти области располагаются внутри материала в околошовной зоне на участке синеломкости. Анализируя распрямления полей температур для случая электродуговой сварки с присадочным материалом в виде алюмотермитной засыпки и без него, установлено, что в результате химической реакции температура в зоне шва повышается на 500 °C. Это дает возможность для применения данной технологии проведения сварочных работ при низких климатических температурах.

Ключевые слова: порошковый присадочный материал, алюмотермия, электродуговая сварка, упругость, пластичность, засыпка, низкая температура

*Благодарности:* Работа выполнена в рамках государственного задания Хабаровского федерального научного центра Дальневосточного отделения Российской академии наук.

*Для цитирования:* Ткачева А.В., Абашкин Е.Е. Влияние комбинированного теплового воздействия электродуговой сварки с алюмотермитной засыпкой на внутренние напряжения в стальной пластине. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2024;67(5):604–611. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-604-611

# INFLUENCE OF COMBINED THERMAL EFFECT OF ELECTRIC ARC WELDING WITH ALUMINOTHERMIC BACKFILL ON INTERNAL STRESSES IN A STEEL PLATE

# A. V. Tkacheva <sup>©</sup>, E. E. Abashkin

Institute of Metallurgy and Mechanical Engineering of the Khabarovsk Federal Research Center, Far-Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences (1 Metallurgov Str., Komsomolsk-on-Amur, Khabarovsk Territory 681005, Russian Federation)

### 💌 4nansi4@mail.ru

*Abstract.* The paper is devoted to automatic electric arc welding under a flux layer using filler material in the form of aluminothermic backfill for joining thick-plate structures. The plate material is assumed to be elastic-plastic, the deformations are small and consist of elastic and plastic. Reversible (elastic) deformations are associated with stresses by the Duhamel-Neumann law, irreversible (plastic) ones arise and grow due to plastic flow within

the framework of the associated law of plastic flow. The modified Mises condition, which takes into account viscosity, is adopted as the condition of plastic flow. The heat source from automatic electric arc welding is modeled by a double ellipsoid proposed by John A. Goldak, and heat from chemical reaction in the region of aluminothermic combustion front is specified by the heat flux value. Elastic moduli and yield strength depend on temperature. Plates with thicknesses of 12, 14, 16, 18 mm were considered. Comparing the intensity of residual stresses in the upper and lower layers of the plates and by their thicknesses, it can be stated that with increasing thickness, the areas of distribution of residual stresses high intensity increase and their values increase too. These areas are located inside the material in the near-weld zone in the area of blue brittleness. Analyzing straightening of temperature fields, for the case of electric arc welding with filler material in the form of aluminothermic backfill and without it, it was found that as a result of a chemical reaction, the temperature in the weld zone increases by 500 °C, this makes it possible to use this technology for welding at low climatic temperatures.

Keywords: powder filler material, aluminothermy, electric arc welding, elasticity, plasticity, filling, low temperature

- Acknowledgements: The work was performed within the framework of the state assignment of the Khabarovsk Federal Research Center, Far Eastern Branch of the Russian Academy of Sciences.
- For citation: Tkacheva A.V., Abashkin E.E. Influence of combined thermal effect of electric arc welding with aluminothermic backfill on internal stresses in a steel plate. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2024;67(5):604–611. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-604-611

### Введение

С ростом производства появилась потребность в сборке крупногабаритных металлоконструкций. Как правило, ее осуществляют с помощью сварки, которая негативно влияет на основной металл, создавая из-за локального теплового перегрева необратимые деформации и повышенные напряжения в зоне сварного соединения. Для уменьшения напряжений в области температурного воздействия применяют предварительный и сопутствующий подогрев [1-4], снижающий уровень температурного градиента, либо последующую термическую обработку. Создавая механическое воздействие в области шва с помощью проковки, также понижают негативные последствия сварки. Когда речь идет о протяженном шве в толстостенной металлической пластине, применение вышеперечисленных методов становится затруднительным, поэтому целесообразнее использовать присадочный материал, чтобы выполнить сварку в один проход.

Автоматическая дуговая сварка под флюсом с порошковым присадочным материалом (ППМ) предназначена для сварки толстостенных конструкций толщиной до 60 мм. Применение ППМ увеличивает тепловую эффективность процесса и улучшает качество сварного соединения. В традиционном случае в качестве присадочного материала используют крупку, нарезанную мелкими фрагментами из сварочной проволоки диаметром 0,8 – 2,0 мм. Подача ППМ в зону сварки осуществляется путем предварительной засыпки в зазор или разделку перед сваркой, либо на вылет электрода дозаторной конструкцией, если она обладает ферромагнитными свойствами [5]. Наиболее важными преимуществами процесса являются более высокие эффективность, производительность и качество сварных соединений. Возможные варианты электродуговой многопроволочной сварки и наплавки с добавлением металлопорошка освещены в работах [6-9]. Также введение ППМ используется при лазерной сварке [10 – 13].

В настоящей работе в качестве ППМ исследуется алюмотермитная засыпка, поскольку алюмотермитный наполнитель в порошковой проволоке, состоящей из смеси фракций металлической окалины и алюминиевого сплава с добавлением легирующих компонентов, зарекомендовал себя с наилучшей стороны [14-17]. Его применение обеспечивает равномерный последующий прогрев сварного шва за счет совмещения электродугового теплового воздействия и экзотермической окислительно-восстановительной реакции, в ходе которой происходит восстановление железа из окалины [18]. Шлак, образованный в результате реакции, обладает теплоизолирующим свойством, приводит к уменьшению теплоотвода с поверхности сварного шва, увеличивая время для равномерного затвердевания, что способствует формированию мелкозернистой структуры материала.

Оптимизировать процесс электродуговой сварки без больших затрат позволяет математическое моделирование [19 – 21].

Целью работы является установление влияния комбинированного теплового воздействия алюмотермитной засыпки при сварке толстолистовых конструкций на распределение интенсивности остаточных напряжений и возможность применения данной технологии сварки при низких климатических температурах.

### Основа математической модели

Принимаем, что в начальный момент времени в материале пластины отсутствуют необратимые деформации. Деформации считаем малыми  $d_{ij}$  и состоящими из обратимых  $e_{ij}$  и необратимых  $p_{ij}$ :

$$d_{ij} = 0,5(u_{i,j} + u_{j,i}) = e_{ij} + p_{ij}.$$
 (1)

Соотношение Дюамеля-Неймана описывает связь между напряжением, упругой деформацией и температурой:

$$\sigma_{ij} = \left[\lambda e_{kk} - 3\alpha K (T - T_0)\right] \delta_{ij} + 2\mu e_{ij}, \qquad (2)$$

где  $\lambda$ ,  $\mu$ ,  $K = \frac{2}{3}\mu + \lambda -$ упругие модули;  $\alpha -$ коэффициент линейного расширения.

Упругие модули зависят от температуры. Для данного случая применяем их линейную зависимость

$$E(x, y, z, t) = E_{p} - (E_{p} - E_{0})\theta(x, y, z, t);$$
  

$$v(x, y, z, t) = 0,5 - (0,5 - v_{0})\theta(x, y, z, t);$$
  

$$\mu = \frac{E}{2(1+v)}; \ \lambda = \frac{vE}{(1+v)(1-2v)}; \ \theta = \frac{T_{p} - T}{T_{p} - T_{0}},$$
(3)

где  $E_0, E_p$  – модуль Юнга при комнатной температуре  $T_0$ и при температуре плавления  $T_p$ соответственно; v – коэффициент Пуассона;  $v_0$  – коэффициент Пуассона при комнатной температуре.

Когда напряженное состояние достигает поверхности нагружения в пространстве напряжений, необратимые деформации начинают расти. Запишем ассоциированный закон

$$\varepsilon_{ij}^{p} = dp_{ij} = d\varphi \frac{\partial f(\sigma_{ij}, \eta)}{\partial \sigma_{ii}}, \ d\varphi > 0.$$
(4)

В качестве поверхности нагружения примем условие пластического течения Мизеса

$$\sqrt{\frac{3}{2} \left( \tau_{ij} - \eta \varepsilon_{ij}^{p} \right) \cdots \left( \tau_{ij} - \eta \varepsilon_{ij}^{p} \right)} = k, \qquad (5)$$

где  $\tau_{ij} = \sigma_{ij} - \delta_{ij}\sigma_0$ ,  $\delta_{ij}$  – символ Кронекера, если i = j, то  $\delta_{ij} = 1$ , а если  $i \neq j$ , то  $\delta_{ij} = 0$ ;  $\sigma_0 = \frac{1}{3}\sigma_{ii} = \frac{1}{3}\delta_{ij}\sigma_{ij}$ ; k – предел текучести, зависящий от температуры  $k = k_0 \theta^2$ ; при  $T = T_p k = 0,10$  Па;  $\eta$  – вязкость материала.

Дополняет систему уравнений (1) – (5) уравнение равновесия

$$\sigma_{ii,i} = 0. \tag{6}$$

Граничные условия моделируют свободную поверхность. Решение механической задачи (1), (2), (4) – (6) по заранее заданному полю температур находим численно.

### Постановка задачи

На пластину, выполненную из низкоуглеродистой и низколегированной стали (марки Ст3), находящуюся при комнатной температуре в свободном состоянии (незакрепленную), наносится порошковый присадочный материал, состоящий из алюмотермитной композиции (геометрия засыпки  $40 \times 20$  мм) (рис. 1, *a*), в зону сварного соединения по длине будущего сварного шва. Со скоростью 20 м/ч сварочный аппарат, продвигаясь по заданной траектории, как показано на рис. 1, *б*, активирует от горения электрической дуги химичес-

кую реакцию в присадочном материале. Фронт горения алюмотермитной засыпки идет с той же скоростью и незначительно опережает сварку. Толщина пластины варьируется от 12 до 18 мм. Диаметр электродной проволоки марки Св-08 составляет 3 мм.

При дуговой сварке процесс распределения тепла в твердом теле описывается нелинейным дифференциальным уравнением теплопроводности с учетом действующего источника тепла

$$c(T)\rho\frac{\partial T}{\partial t} = \operatorname{div}[\lambda(T)\operatorname{grad} T] + q, \qquad (7)$$

где  $\lambda(T)$  – теплопроводность, Bт/(м·°C); c(T) – удельная теплоемкость Дж/(кг·°C);  $\rho$  – плотность, кг/м<sup>3</sup>; q – объемная плотность мощности источника тепла, Bт/м<sup>3</sup>.

Источник тепла, исходящий от электродуговой сварки, моделируем с использованием двойного эллипсоида [22]. На рис. 2, *б* показана форма потока тепла в пластине при сварке.

$$q_{s} = f_{s} \frac{6\sqrt{3Q}}{a_{s}bc\pi^{1,5}} e^{-3\left[\left(\frac{x+\nu(\tau-t)}{a_{s}}\right)^{2} + \left(\frac{y}{b}\right)^{2} + \left(\frac{z}{c}\right)^{2}\right]};$$

$$q_{l} = f_{l} \frac{6\sqrt{3Q}}{a_{l}bc\pi^{1,5}} e^{-3\left[\left(\frac{x+\nu(\tau-t)}{a_{l}}\right)^{2} + \left(\frac{y}{b}\right)^{2} + \left(\frac{z}{c}\right)^{2}\right]},$$
(8)

где Q – эффективная тепловая мощность источника нагрева (для дуговой сварки  $Q = \eta I U$ , BT);  $\tau$  – время,



*Рис.* 1. Постановка эксперимента

Fig. 1. Experimental setup



Fig. 2. Task outline

прошедшее с начала действия источника, с; t – текущее время, с; v – скорость перемещения источника нагрева (скорость сварки), м/с; x, y, z – полуоси эллипсоида в координатных направлениях OX, OY, OZ, м;  $f_s$  и  $f_l$  – коэффициенты, определяющие соотношения для теплоты, вводимой в переднюю и заднюю части эллипсоида;  $a_s$ ,  $a_l$ , b, c – соответствующие радиусы нормального распределения. Исходя из вышеуказанного, существует следующая связь между коэффициентами  $f_s$  и  $f_l$ :

$$f_s = \frac{2a_s}{a_s + a_l}; f_l = \frac{2a_l}{a_s + a_l}; f_s + f_l = 2$$

В области фронта горения алюмотермита граничные условия задаем в виде

$$-\lambda \left(\frac{\partial T}{\partial z}\right) = q_w(x, y, z), \tag{9}$$

где  $q_w(x, y, z)$  – тепловой поток от химической реакции, составляет 58 Вт.

На поверхности, свободной от источника тепла, граничные условия моделируют теплоотвод в окружающую среду:

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial x_i} = kof\left(T - T_0\right),\tag{10}$$

где *kof* – коэффициент теплообмена с окружающей средой, равен 6 Вт/(м<sup>2.</sup>°С). В области сварного шва шлак, образованный в результате исследуемого способа сварки, уменьшил теплоотвод от поверхности пластины до 3,5 Вт/(м<sup>2.</sup>°С).

Поскольку  $\lambda$  и *с* константы, то систему уравнений (7) – (10) решаем методом прогонки.

### Результаты расчета

Рассмотрим стальные пластины размером 500×150 мм с толщинами 12, 14, 16, 18 мм и следующими физико-механическими характеристиками: плотность  $\rho = 785$  кг/м<sup>3</sup>; модуль Юнга при комнатной температуре  $E_0 = 210$  ГПа;  $E_p = 0,3$  ГПа при температуре плавления  $T_p = 1400$  °C; коэффициент Пуассона 0,27; предел текучести при комнатной температуре 255 МПа; коэффициент линейного теплового расширения 11,1·10<sup>-6</sup> 1/°C; теплопроводность 55,5 Вт/(м·°C); удельная теплоемкость 482 Дж/(кг·°C); КПД источника 90; сила тока 300 А; напряжение 35 В.

Для проведения анализа влияния порошковой засыпки произведем сравнение тепловых полей. Для этого на рис. 3 приведено распределение поля температуры, образованного в результате автоматической электродуговой сварки с применением алюмотермитной засыпки и без нее. Вольт-амперные характеристики и скорость сварки при этом идентичные. Как видно, в зоне расположения сварочной дуги поле температур при использовании присадочного материала повышено на 500 °C. Это дает возможность применения алюмотермитной засыпки при низких температурах окружающей среды в качестве предварительного подогрева.

Если за основу взять время остывания сварного шва, полученного с использованием электродуговой сварки при комнатной температуре, и говорить о качественном соединении, то это время может быть достигнуто и при отрицательной температуре. На рис. 4 показано время остывания пластины толщиной 12 мм в зависимости от температуры окружающей среды. Сплошная линия – с использованием присадочного материала, штриховая линия без него.

#### Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):604-611.

Ткачева А.В., Абашкин Е.Е. Влияние комбинированного теплового воздействия электродуговой сварки с алюмотермитной засыпкой ...



**Рис. 3.** Распределение температуры в верхнем слое стальной пластины, образованное в результате электродуговой сварки с применением присадочного материала (*a*) и без него (б)

*Fig. 3.* Temperature distribution in the upper layer of a steel plate formed as a result of electric arc welding with (*a*) and without filler material ( $\delta$ )





Время остывания сварного соединения, выполненного с использованием электродуговой автоматической сварки при 20 °C, такое же, что и при –25 °C с использованием присадочного материала в виде алюмотермитной засыпки. Это дает возможность применять представленный сварочный процесс при отрицательной температуре окружающей среды.



*Рис. 5.* Распределение интенсивности остаточных напряжений, образованных в результате автоматической электродуговой сварки с присадочным материалом в виде алюмотермитной засыпки, в зависимости от толщины пластины: 12 мм (*a*); 14 мм (*b*); 16 мм (*b*); 18 мм (*c*)

*Fig. 5.* Distribution of residual stresses intensity depending on plate thickness, formed as a result of automatic electric arc welding with filler material in the form of aluminothermic backfill:

12 mm (*a*); 14 mm (*б*); 16 mm (*e*); 18 mm (*c*)

Далее рассмотрим влияние толщины пластины на интенсивность остаточных напряжений в ней, образованных в результате электродуговой сварки при комнатной температуре с использованием присадочного материала в виде алюмотермитной засыпки. На рис. 5 продемонстрированы поля остаточных напряжений в верхнем и нижнем слоях пластины. Видно, что при увеличении толщины пластины увеличивается и интенсивность остаточных напряжений в материале. Если посмотреть в поперечном направлении по центру пластины, то наибольшие значения интенсивности остаточных напряжений расположены в зоне синеломкости и возрастают с увеличением толщины пластины, при этом в центре сварного шва значения малы (рис. 6).





*Fig. 6.* Distribution of intensity of residual stresses located along the plate center thickness and formed as a result of automatic electric arc welding with aluminothermic backfill as filler material: 12 mm(a);  $14 \text{ mm}(\delta)$ ; 16 mm(s); 18 mm(z)



*Рис.* 7. Распределение интенсивности остаточных напряжений, расположенных по толщине в центре пластины и образованных в результате автоматической электродуговой сварки без присадочного материала

*Fig. 7.* Distribution of intensity of residual stresses located along the plate center thickness and formed as a result of automatic electric arc welding without filler material

Для доказательства того, что при применении алюмотермитной засыпки при электродуговой сварке уменьшаются области с высокими значениями интенсивности остаточных напряжений, сравним рис. 6, а с рис. 7, где изображено распределение интенсивности остаточных напряжений в сварном шве, полученном без использования присадочного материала в пластине толщиной 12 мм. Видно положительное влияние использования алюмотермитной засыпки, поскольку в сварном соединении, полученном без применения присадочного материала, высокий уровень интенсивности остаточных напряжений охватывает обширную область (практически в половину толщины сварного шва) и уменьшается к периферии. Этого нельзя сказать о сварном соединении, образованном с помощью присадочного материала в виде алюмотермитной засыпки, там незначительная область высокой интенсивности остаточных напряжений расположена на расстоянии от сварного шва в зоне синеломкости. Картину (эффект) такого расположения можно сравнить с предварительным подогревом, тем более области с высоким температурным градиентом будут находиться именно по бокам от сварного шва в зоне сплавления.

### Выводы

Проведены исследования автоматической сварки под слоем флюса с применением присадочного материала в виде алюмотермитной засыпки для соединения толстолистовых конструкций. Установлено, что применение алюмотермитной засыпки понижает уровень интенсивности остаточных напряжений по сравнению с традиционной сваркой. С повышением толщины пластины интенсивность остаточных напряжений возрастает и область их распространения увеличивается.

Из-за выделения дополнительной теплоты в ходе химической реакции температура в материале при автоматической электродуговой сварке с использованием алюмотермитной засыпки повышается на 500 °C по сравнению со сваркой без данного присадочного материала. Это позволяет предположить, что при низкой температуре окружающей среды можно проводить сварочные работы, которые гарантировали бы такое же качество сварного соединения, которое бы получилось при комнатной температуре.

## Список литературы / References

1. Li L., Mi G., Wang Ch. A comparison between induction preheating and induction post-heating of laser-induction hybrid welding on S690QL steel. *Journal of Manufacturing Processes*. 2019;43(A):276–291.

https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.05.003

- Charkhi M., Akbari D. Experimental and numerical investigation of the effects of the pre-heating in the modification of residual stresses in the repair welding process. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2019;171:79–91. https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2019.02.006
- Ji Sh., Li Zh., Ma L. Joint formation and mechanical properties of back heating assisted friction stir welded Ti–6Al–4V alloy. *Materials & Design*. 2017;113:37–46. http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.012
- Ткачева А.В., Абашкин Е.Е. Влияние предварительного подогрева кромки стальной пластины на интенсивность остаточных напряжений, образованных в результате электродуговой сварки. Морские интеллектуальные технологии. 2023;(2–1(60)):304–314. https://doi.org/10.37220/MIT.2023.60.2.038

Tkacheva A.V., Abashkin E.E. Effect of preheating of the edge of a steel plate on the intensity of residual stresses formed as a result of electric arc welding. *Marine Intelligent Technologies*. 2023;(2–1(60)):304–314. (In Russ.). *https://doi.org/10.37220/MIT.2023.60.2.038* 

- Инструкция по автоматической дуговой под флюсом и электрошлаковой сварке с порошковым присадочным материалом (ПММ) ВСН 375–77. Москва: Центральное бюро научно-технической информации; 1978.
- 6. Горохова М.Н., Чурилов Д.Г. Влияние полярного эффекта и материала электродов на перенос присадочного порошкового материала при электроимпульсном способе. *Труды ГОСНИТИ*. 2012;109(2):51–56.

Gorokhova M.N., Churilov D.G. Influence of polar effect and electrode material on transfer of filler powder material using the electric pulse method. *Trudy GOSNITI*. 2012;109(2): 51–56 (In Russ.).

- Ranjan R., Das A.K. Protection from corrosion and wear by different weld cladding techniques: A review. *Materials Today: Proceedings*. 2022;57(4):1687–1693. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.12.329
- Tusek J., Suban M. High-productivity multiple-wire submerged-arc welding and cladding with metal-powder addition. *Journal of Materials Processing Technology*. 2003;133(1):207–213.
- Zhilin P.L., Gavrilov G.N., Melnichenko O.P. Welding and cladding with pre-heated additional filler wire. *Materials Today: Proceedings*. 2021;38(4):1622–1626. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.08.168

- 10. Шишов А.Ю., Третьяков Р.С., Третьяков Е.С., Ставертий А.Я. Перспективы разработки технологии лазерноплазменной сварки изделий больших толщин в судостроении с использованием порошкового присадочного материала. Вестник московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана. 2012;(6(6)):15–22. Shishov A.Yu., Tretyakov R.S., Tretyakov E.S., Staverty A.Ya. Prospects for the development of laser-plasma welding technology for large-thickness products in shipbuilding using powder filler material. Bulletin of the Bauman Moscow State Technical University. 2012;(6(6)):15–22. (In Russ.).
- Zhang Zh., Zhao Y., Shan J., Wu A., Sato Y.S., Tokita Sh., Kadoi K., Inoue H., Tang X. The role of shot peening on liquation cracking in laser cladding of K447A nickel superalloy powders over its non-weldable cast structure. *Materials Science and Engineering: A.* 2021;823:141678. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141678
- Zhu Y., Cai Y., Wang Y. Effects of He content in shielding gases on high-efficient hybrid laser arc welding with C-276 filler metal. *Journal of Materials Processing Technology*. 2022;299:117367. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2021.117367
- Alvarães C.P., Jorge C.F., Souza L., Araújo L.S., Mendes M.C., Farneze H.N. Microstructure and corrosion properties of single layer Inconel 625 weld cladding obtained by the electroslag welding process. *Journal of Materials Research and Technology*. 2020;9(6):16146–16158. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.11.048
- 14. Sergejevs D., Mikhaylovs S. Analysis of factors affecting fractures of rails welded by alumino-thermic welding. *Transport Problems*. 2008;3(4-2):33–37.
- Kargin V.A., Tikhomirova L.B., Galay M.S. Improving service properties of welded joints produced by aluminothermic welding. *Welding International*. 2015;29(2):155–157. https://doi.org/10.1080/09507116.2014.897809
- **16.** Manakov A.L., Abramov A.D., Ilinykh A.S., Galay M.S. Improvement of aluminothermic welding on the basis of the experimentally-theoretical research of welding seam cooling process. *Journal of Physics: Conference Series*. 2018;1050:012051.

### https://doi.org/10.1088/1742-6596/1050/1/012051

 Ткачева А.В., Абашкин Е.Е. Воздействие предварительного подогрева кромки пластины из стали 30ХГСА на распределение остаточных напряжений при электродуговом процессе. *Морские интеллектуальные техноло*гии. 2023;(3–1(61)):188–199.

https://doi.org/10.37220/MIT.2023.61.3.019

Tkacheva A.V., Abashkin E.E. The effect of preheating the edge of a plate made of steel 30KhGSA on the distribution of residual stresses in the electric arc process. *Marine Intelligent Technologies*. 2023;(3–1(61)):188–199. (In Russ.). *https://doi.org/10.37220/MIT.2023.61.3.019* 

18. Ткачева А.В., Абашкин Е.Е. Влияние локального комбинированного теплового воздействия на величину и распределение остаточных напряжений в пластине из стали 20. Металлург. 2023;(6):85–93. https://doi.org/10.52351/00260827\_2023\_06\_85

Tkacheva A.V., Abashkin E.E. Effect of local combined thermal action on the magnitude and distribution of residual stresses in a steel plate 20. *Metallurg*. 2023;(6):85–93. (In Russ.). *https://doi.org/10.52351/00260827\_2023\_06\_85* 

**19.** Franks J., Wheatley G., Zamani P., Nejad R.M., Macek W., Branco R., Samadi F. Fatigue life improvement using low transformation temperature weld material with measurement of residual stress. *International Journal of Fatigue*. 2022;164:107137.

https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2022.107137

**20.** Huang W., Wang Q., Ma N., Kitano H. Characteristics of residual stress distribution in wire-arc additive manufactured layers of low transformation temperature material. *International Communications in Heat and Mass Transfer.* 

2023;148:107066.

https://doi.org/10.1016/j.icheatmasstransfer.2023.107066

**21.** Feng Z., Aung T.L., Shao Ch., Lu F., Tsutsumi S., Ma N. A design method of tensile triangles and low transformation temperature weld metal for reduction of stress concentration and residual stress of welded joints. *Marine Structures*. 2020;72:102759.

https://doi.org/10.1016/j.marstruc.2020.102759

**22.** Goldak J.A., Akhlagi M. Computational Welding Mechanics. New York: Springer Science & Business Media; 2006:322.

Сведения об авторах / Information about the Authors		
Анастасия Валерьевна Ткачева, к.фм.н., старший научный	Anastasiya V. Tkacheva, Cand. Sci. (PhysMath), Senior Researcher,	
сотрудник, Институт машиноведения и металлургии Хабаров-	Institute of Metallurgy and Mechanical Engineering of the Khabarovsk	
ского Федерального исследовательского центра Дальневосточ-	Federal Research Center, Far-Eastern Branch of the Russian Academy	
ного отделения РАН	of Sciences	
ORCID: 0000-0003-1795-0021	ORCID: 0000-0003-1795-0021	
E-mail: 4nansi4@mail.ru	E-mail: 4nansi4@mail.ru	
Евгений Евгеньевич Абашкин, к.т.н., старший научный сотруд-	<b>Evgenii E. Abashkin</b> , Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Institute of	
ник, Институт машиноведения и металлургии Хабаровского	Metallurgy and Mechanical Engineering of the Khabarovsk Federal	
Федерального исследовательского центра Дальневосточного	Research Center, Far-Eastern Branch of the Russian Academy of Sci-	
отделения РАН	ences	
ORCID: 0000-0002-9308-1326	<b>ORCID</b> : 0000-0002-9308-1326	
E-mail: abashkine@mail.ru	<b>E-mail</b> : abashkine@mail.ru	
Поступила в редакцию 31.07.2024	Received 31.07.2024	

 Поступила в редакцию 31.07.2024
 Re

 После доработки 12.09.2024
 F

 Принята к публикации 14.10.2024
 Additional content of the second content of

Received 31.07.2024 Revised 12.09.2024 Accepted 14.10.2024 Инновации в металлургическом промышленном и лабораторном оборудовании, технологиях и материалах INNOVATION IN METALLURGICAL INDUSTRIAL AND LABORATORY EQUIPMENT, TECHNOLOGIES AND MATERIALS



удк 621.926.22 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-612-615



Краткое сообщение Short Report

# Повышение эффективности подготовки сырья для металлургических переделов

А. Г. Никитин<sup>1</sup>, И. А. Баженов<sup>2</sup>, Н. М. Курочкин<sup>1</sup>

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

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

### 💌 nikitin1601@yandex.ru

Аннотация. В металлургической промышленности примерно 40 % энергии, затрачиваемой на подготовку сырья для дальнейшего передела, приходится на процессы разрушения хрупких материалов. Измельчение осуществляется на дробильных машинах. Из проведенного анализа работы дробильных машин, отличающихся по способу создания в разрушаемом куске хрупкого материала напряжений, следует, что оптимальным, с точки зрения энергоэффективности, является способ дробления, при котором в перерабатываемом материале путем генерации возникают касательные напряжения (деформация сдвига). Авторы приводят описание конструкции дробильной машины, обеспечивающей в процессе дробления в куске возникновение только касательных напряжений, вызывающих сдвиговые деформации.

Ключевые слова: металлургические процессы, подготовка сырья, дробилка, энергоэффективность, хрупкий материал, сдвиг

Для цитирования: Никитин А.Г., Баженов И.А., Курочкин Н.М. Повышение эффективности подготовки сырья для металлургических переделов. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):612–615. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-612-615

# IMPROVING THE EFFICIENCY OF RAW MATERIAL PREPARATION FOR METALLURGICAL PROCESSING

# A. G. Nikitin<sup>1</sup>, I. A. Bazhenov<sup>2</sup>, N. M. Kurochkin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)
 <sup>2</sup> Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin (19 Mira Str., Yekaterinburg, 620002, Russian Federation)

### 💌 nikitin1601@yandex.ru

*Abstract.* In the metallurgical industry, approximately 40 % of the energy spent on raw material preparation for further processing accounts for the processes of brittle materials destruction in crushing machines. From the analysis of operation of crushing machines, differing in the method of creating stresses in a destructible piece of brittle material, it follows that the best, from the point of view of energy efficiency, is the one in which tangential stresses (shear deformation) are generated in the processed material. The authors describe the design of a crushing machine which ensures that during the crushing process only tangential stresses arise in the piece, causing shear deformations.

Keywords: metallurgical processes, raw material preparation, crusher, energy efficiency, brittle material, shear

For citation: Nikitin A.G., Bazhenov I.A., Kurochkin N.M. Improving the efficiency of raw material preparation for metallurgical processing. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):612–615. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-612-615 Высокие темпы роста производства металлургической продукции обуславливают необходимость увеличения объемов подготовки минерального сырья, используемого для осуществления металлургических процессов. Как правило, главным резервом улучшения работы металлургических агрегатов является повышение качества подготовки сырья. Поэтому переработка минерального сырья является одним из основных этапов подготовки полезных ископаемых для дальнейшего использования.

Производительность металлургических агрегатов зависит от качества шихтовых материалов, в том числе от их фракционного состава. Именно поэтому подготовка шихты для металлургических процессов является приоритетным направлением с точки зрения повышения производительности и качества готовой продукции металлургической отрасли на текущей стадии развития промышленности. Так, для получения высококачественного кокса каменный уголь подвергают предварительной подготовке; железосодержащие руды перерабатывают для получения окатышей, используемых в процессе выплавки чугуна на доменных печах. Сыпучие флюсы, содержащие известняк, необходимы при подготовке агломерата и ведения плавки в сталеплавильных печах (конвертерах, дуговых электросталеплавильных печах). Все способы подготовки минерального сырья к плавке на первых этапах включают в себя его дробление с целью получения необходимого фракционного состава для дальнейшей переработки [1].

В металлургической промышленности примерно 40 % энергии, затрачиваемой на подготовку сырья для дальнейшего передела, приходится на процессы измельчения, которые осуществляются на дробилках. В связи с этим очень остро стоит проблема энергосбережения. При этом потребность в переработанных (с целью уменьшения размеров) исходных материалах увеличивается ежегодно примерно на 7 % [2; 3]. Это связано с тем, что металлургические переделы используют кусковой материал заданного размера, который достигается путем применения дробильного оборудования. Одним из основных показателей процесса дробления является его энергоэффективность. Наиболее часто для осуществления процесса разрушения кусков хрупкого материала используют работающие на сжатие дробильные машины различного типа: валковые [4], конусные [5], высокопроизводительные щековые [6]. Однако известно, что разрушение сжатием является самым энергоемким из известных способов дробления [7].

Для снижения потребления энергии, расходуемой на дробление хрупкого материала, необходимо создать условия, при которых в разрушаемом куске действуют только касательные напряжения и возникают сдвиговые деформации. В этом случае предел прочности обрабатываемого материала принимает минимально возможное значение – в два раза меньшее, чем при действии только нормальных напряжений, возникающих при сжатии.

В настоящей работе предложена конструкция щековой дробильной машины (см. рисунок), обеспечивающая такое распределение сил, действующих на дробимый кусок, при котором возникают только касательные напряжения, вызывающие сдвиговые деформации [8]. Разработанная конструкция дробилки состоит из станины 1, к которой на нижней плите крепится опорный шарнир 2 и установлена подвижная щека 3. Щека приводится в действие кривошипно-шатунным механизмом, позволяющим ей совершать качательное движение относительно вертикальной оси. В верхней перекладине станины 1 имеется загрузочная течка 6 для подачи в зону дробления кускового материала. Размер выпускного отверстия течки соответствует размеру разрушаемого куска материала 7, при этом ось течки совпадает с вертикальной осью опорного шарнира 2. Для обеспечения работоспособного состояния дробилки в процессе работы необходимо выполнение условия, чтобы верхняя кромка подвижной щеки при качании не касалась нижней кромки выходного отверстия загрузочной течки.

Работа происходит следующим образом. Куски подлежащего разрушению материала за счет действия силы тяжести через загрузочную течку один за другим подаются в зону дробления, образованную поверхностью подвижной щеки и нижней кромкой отверстия



Схема щековой дробильной машины, работающей на сдвиг: 1 – станина дробилки; 2 – опорный шарнир; 3 – подвижная щека; 4 – кривошип; 5 – шатун; 6 – загрузочная течка; 7 – дробимый кусок; 8 – разгрузочная течка

Diagram of a jaw crushing machine operating in shear: *1* – crusher's bed; *2* – support hinge; *3* – movable jaw; *4* – crank; *5* –connecting rod; *6* – loading spout; *7* – crushed piece; *8* – unloading spout течки. В момент попадания куска в зону дробления он контактирует одной стороной по линии *B* с кромкой загрузочной течки, а другой стороной – по линии *A* с подвижной щекой.

В процессе движения щека прижимает кусок к нижней кромке выходного отверстия загрузочной течки, в результате чего на него начинают действовать силы. Одна из них со стороны верхней кромки подвижной щеки направлена по касательной к траектории движения точки *A*, другая со стороны нижней кромки течки направлена от точки *B* по горизонтальной линии, проходящей через нижнюю кромку течки. При таком распределении сил, действующих на дробимый кусок, за счет встречного направления силовых векторов в одной плоскости возникают только касательные напряжения. В этом случае разрушение куска хрупкого материала происходит в результате возникновения в дробимом куске деформации сдвига.

После первичного разрушения отколотая часть куска отбрасывается в сторону разгрузочной течки, а оставшаяся часть удаляется из зоны дробления при изменении направления движения щеки. При обратном ходе щеки процесс дробления повторяется.

В рассматриваемой щековой дробилке диспергирование хрупкого куска совершается за счет возникновения в нем касательных напряжений и образования сдвиговых деформаций. Расход энергии на дробление уменьшается практически в два раза по сравнению с щековыми дробилками, работающими на сжатие.

#### Выводы

Из анализа работы дробильных машин (различных по способу создания в разрушаемом куске хрупкого материала напряжений) следует, что оптимальным с точки зрения энергоэффективности является способ дробления, при котором измельчение исходного куска осуществляется путем генерации в перерабатываемом материале касательных напряжений, при действии которых возникает деформация сдвига.

### Сведения об авторах

Александр Григорьевич Никитин, д.т.н., профессор кафедры механики и машиностроения, Сибирский государственный индустриальный университет ORCID: 0000-0001-9198-6386 *E-mail:* nikitin1601@yandex.ru

Игорь Алексеевич Баженов, к.т.н., доцент кафедры маркетинга, Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-0099-483X E-mail: bazhenovmta@yandex.ru

Никита Максимович Курочкин, аспирант кафедры механики и машиностроения, Сибирский государственный индустриальный университет *E-mail:* k\_nikitos@mail.ru Разработана конструкция дробильной машины, обеспечивающая в процессе работы возникновение в дробимом куске только касательных напряжений, вызывающих сдвиговые деформации. Такая конструкция позволяет уменьшить расход энергии на дробление по сравнению с дробилками, работающими на сжатие, в два раза.

### Список литературы / References

 Гзогян Т.Н., Губин С.Л. Совершенствование технологии дробления руд на Михайловском ГОКе. Черная металлургия: Бюллетень научно-технической и экономической информации. 2002;(7):25–26.

Gzogyan T.N., Gubin S.L. Improvement of ore crushing technology at the Mikhailovskii GOK. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information.* 2002;(7):25–26. (In Russ.).

- Полторацкий Л.М., Барнаев И.А. Конкурентность черной металлургии в условиях кризисных явлений. Новокузнецк: Полиграфист; 2009:129.
- **3.** De la Vergne J. Hard Rock Miner's Handbook. Edmonton, Alberta, Canada: Stantec Consulting; 2008:330.
- Egbe E.A.P., Olugboji O.A. Design, fabrication and testing of a double roll crusher. *International Journal of Engineering Trends and Technology (IJETT)*. 2016;35(11):511–515. https://doi.org/10.14445/22315381/IJETT-V35P303
- Johanssson M., Quist J., Evertsson M., Hulthen E. Cone crusher performance evaluation using DEM simulations and laboratory experiments for model validation. *Minerals Engineering*. 2017;103–104:93–101. http://doi.org/10.1016/j.mineng.2016.09.015
- 6. Legendre D.A. Numerical and Experimental Optimization Analysis of a Jaw Crusher and a Bubble Column Reactor. Turku, Finland: Åbo Akademi University; 2019:78.
- 7. Масленников В.А. Дробилки, разрушающие материал сжатием. Известия вузов. Горный журнал. 1996;(10-11): 124–138.

Maslennikov V.A. Crushers that destroy material by compression. *Gornyi zhurnal*. 1996;(10-11):124–138. (In Russ.).

8. Пат. РФ 2785676. Способ дробления кусковых материалов в щековой дробилке / А.Г. Никитин, Н.М. Курочкин; *Открытия. Изобретения.* Заявл. 24.05.2022. Опубл. 12.12.2022. Бюл. № 35.

### Information about the Authors

Aleksandr G. Nikitin, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Mechanics and Machine Engineering, Siberian State Industrial University ORCID: 0000-0001-9198-6386 E-mail: nikitin1601@yandex.ru

Igor' A. Bazhenov, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Marketing, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin ORCID: 0000-0002-0099-483X E-mail: bazhenovmta@yandex.ru

*Nikita M. Kurochkin, Postgraduate of the Chair of Mechanics and Machine Engineering,* Siberian State Industrial University *E-mail:* k\_nikitos@mail.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors	
<i>А. Г. Никитин</i> – формирование основной концепции, формулирование выводов, научное руководство. <i>И. А. Баженов</i> – разработка конструкции дробилки, написание текста. <i>Н. М. Курочкин</i> – доработка текста, корректировка выводов, обсуждение результатов.	<ul> <li>A. G. Nikitin – formation of the basic concept, formulation of conclusions, scientific guidance.</li> <li>I. A. Bazhenov – development of the crusher design, writing the text.</li> <li>N. M. Kurochkin – revision of the text, correction of conclusions, discussion of results.</li> </ul>	
Поступила в редакцию 23.04.2024 После доработки 26.04.2024 Принята к публикации 21.08.2024	Received 23.04.2024 Revised 26.04.2024 Accepted 21.08.2024	

### ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АВТОМАТИЗАЦИЯ В ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

# INFORMATION TECHNOLOGIES AND AUTOMATIC CONTROL IN FERROUS METALLURGY



удк 669.017:517 DOI 10.17073/0368-0797-2024-5-616-624



Оригинальная статья Original article

# ВИД ОБОБЩЕННОЙ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ДЛЯ ОПИСАНИЯ БОЛЬШИХ ГОРЯЧИХ ДЕФОРМАЦИЙ

# М. Ю. Беломытцев 📟

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

### 💌 myubelom@yandex.ru

Аннотация. Взаимосвязь температурно-деформационно-силовых параметров в процессах горячей деформации имеет важное значение в практике обработки давлением. Из двух вариантов поиска и описания таких связей (основанных на физических закономерностях и математических приемах) в некоторых случаях оказывается более простым способ математического поиска искомой зависимости. Именно такой путь реализован в данной работе. Для этого из оцифрованных диаграмм деформации образцов жаропрочной 12 %-ной хромистой стали 1Cr12Ni3Mo2VNbN, продеформированных до истинной степени деформации ~1 при 1253 – 1453 К и скорости сжатия 0,01 – 10 с<sup>-1</sup> в истинных координатах ( $\varphi$  и *S*) создавали матрицу исходных данных, в которой для каждой точки экспериментальной диаграммы деформации указывались напряжение *S*, степень деформации  $\varphi$ , скорость деформации  $\varphi'$  и температура *T*. Проведен поиск математической модели в мультипликативной форме, что позволило логарифмированием привести ее к линейному виду, а для поиска коэффициентов при сомножителях (а после логарифмирования – при слагаемых) использовать стандартные операторы программы Mathcad, использующие алгоритмы расчетов на основе метода наименьших квадратов. Качество модели оценивали количественно через расчет *Q* – суммы квадратов разностей между расчетными и экспериментальными значениями напряжений с нормировкой ее на среднее значение напряжения *S* от всего массива. Для найденной наилучшей формы связи *S* = *f* ( $\varphi$ ,  $\varphi'$ , *T*) вида log(*S*) = *A* + *B* log( $\varphi$ ) + *C*[log( $\varphi$ )]<sup>3</sup> + *E* log( $\varphi'$ ) + *F* log( $\varphi$ ) log( $\varphi'$ ) + *G*  $\frac{\varphi}{\varphi'}$  +  $\frac{H + K\varphi + M \log(\varphi) + N \log(\varphi') + P \log(\varphi) \log(\varphi')}{T}$  значение *Q* составило 6 % ст *S* = 120 MUs. Уста

составило 6 % от  $S_{cp}$  = 130 МПа. Установлено, что найденный вид математического описания горячей деформации применим к анализу процессов горячей деформации самых разнообразных металлических материалов, при этом точность прогнозных характеристик напряжения деформирования составляет 3 – 11 %.

*Ключевые слова:* горячая деформация, математическая модель, уравнение Аррениуса, жаропрочная высокохромистая сталь, метод наименьших квадратов

Для цитирования: Беломытцев М.Ю. Вид обобщенной математической модели для описания больших горячих деформаций. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(5):616–624. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-616-624

# TYPE OF GENERALIZED MATHEMATICAL MODEL FOR DESCRIBING LARGE HOT DEFORMATIONS

# M. Yu. Belomyttsev

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

### 💌 myubelom@yandex.ru

**Abstract**. The relationship between temperature-strain-force parameters in hot deformation processes is important in the forming practice. Of the two options for searching and describing such relationships (based on physical laws and mathematical techniques), in some cases the method of mathematical search for the desired dependence turns out to be simpler. This is exactly the path implemented in the abstracted message. For this propose, a matrix of initial data was created from digitized strain diagrams of the samples made of heat-resistant 1Cr12Ni3Mo2VNbN 12 % Cr steel deformed to a true deformation degree of ~1 at 1253 – 1453 K and a compression rate of 0.01 – 10 s<sup>-1</sup> in true coordinates ( $\varphi$  and S). In this matrix, for each point of the experimental deformation diagram the stress S, the deformation degree  $\varphi$ , the deformation rate  $\varphi'$ , and the temperature T were indicated. The required mathematical model has a multiplicative form, which made it possible to bring it into a linear form by taking logarithms and to search for coefficients with the factors (and after logarithm, with terms in a polynomial) to use standard Mathcad operators with calculation algorithms based on the least squares method. The quality of the model was assessed quantitatively by calculating Q – the sum of squared differences between the calculated and experimental stress values with its normalization to the average stress value S from the entire array. For the found best form of relationship  $S = f(\varphi, \varphi', T)$  as

 $\log(S) = A + B\log(\phi) + C[\log(\phi)]^2 + D[\log(\phi)]^3 + E\log(\phi') + F\log(\phi)\log(\phi') + G\frac{\phi}{\phi'} + \frac{H + K\phi + M\log(\phi) + N\log(\phi') + P\log(\phi)\log(\phi')}{T}$  the Q value

was 6 % of  $S_{av}$  = 130 MPa. It was established that the found type of mathematical description of hot deformation is applicable to the analysis of hot deformation processes of a wide variety of metal materials, while the accuracy of the predictive characteristics of the deformation stress is 3 – 11 %.

Keywords: hot deformation, mathematical model, Arrhenius equation, heat-resistant high-chromium steel, least squares method

For citation: Belomyttsev M.Yu. Type of generalized mathematical model for describing large hot deformations. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2024;67(5):616–624. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-5-616-624

### Введение

Обработка давлением является главным способом получения металлопродукции заданного сортамента и типоразмера. С точки зрения эффективности производства (баланса затрат на оборудование и нагрев заготовок) бесспорным преимуществом обладает обработка горячей деформацией. Холодная деформация применяется для придания высоких механических свойств на финишной стадии обработки давлением с помощью механизма холодного наклепа (лист, проволока, лента, пруток и т. п.).

Возможности управления процессами горячей деформации определяются знаниями законов связи таких переменных факторов, как давление, деформация, скорость деформации и температура. Знание этих закономерностей позволяет вводить компьютерное регулирование процессами горячей деформации (по типу «контролируемой прокатки» для автолистовой стали) с целью регулирования структуры и механических свойств конечного продукта.

Известны базовые уравнения связи переменных типа Холломона (H) [1; 2], экспоненциально-степенного (ES) [3], Людвигсона (L) [4], Зенера-Холломона (Z и Z1) [5; 6], Bird–Mukherjee–Dorn (BMD) [7], модернизированное уравнение Зенера-Холломона (ZM) [5], Джонсона-Кука (DK) [8]. Эти уравнения математически выглядят следующим образом:

$$S = S_0 \varphi^n; \tag{H}$$

$$\sigma = A\varepsilon^n \exp(k\varepsilon); \tag{ES}$$

$$S = K_0 \varphi^n + \exp(K_1 + K_2 \varphi);$$
 (L)

$$\sigma = \left(A + B\varepsilon^n\right) \left[1 + C \ln\left(\frac{\varepsilon'}{\varepsilon'_0}\right)\right] \left(1 - \frac{T - T_r}{T_m - T_r}\right)^m; \quad (DK)$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right); \tag{Z}$$

$$\dot{\varepsilon} = AF(\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right),$$
 (Z1)

где *S* – истинное напряжение, МПа; *S*<sub>0</sub>, *K*<sub>0</sub>, *K*<sub>1</sub>, *K*<sub>2</sub>, *A*,  $\alpha$ , *n* – константы материала,  $\alpha = \beta/n$ ;  $\varphi$  – истинная деформация, доли ед.;  $\sigma$  – напряжения течения, МПа;  $\varepsilon$  – деформация, доли ед.; Z – параметр Зенера-Холломона;  $\dot{\varepsilon}$  – скорость деформации, с<sup>-1</sup>; Q – энергия активации горячей деформации, кДж/моль; R – универсальная газовая постоянная, 8,314 Дж/моль·К; T – абсолютная температура, К;  $F(\sigma) = \sigma^{\theta}$ ,  $\alpha\sigma < 0.8$ ;  $F(\sigma) = \exp(\beta\sigma)$ ,  $\alpha\sigma > 1.2$ ;  $F(\sigma) = [\sin h(\alpha\sigma)]^n$  для всех остальных  $\alpha\sigma$ .

Замена гиперболическим законом  $F(\sigma)$  в уравнении (Z1) дает

$$\dot{\varepsilon} = A[\sin h(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-p\frac{Q}{RT}\right),\tag{A}$$

где *p* – константа.

Уравнение (A) – уравнение Аррениуса в форме гиперболического синуса [9; 10] может лучше описывать зависимость напряжения от температуры и скорости деформации на стадии установившегося течения. Согласно определению гиперболического закона, напряжение течения может быть выражено как функция параметра Зенера-Холломона в виде:

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln\left\{ \left(\frac{Z}{A}\right)^{1/n} + \left[ \left(\frac{Z}{A}\right)^{2/n} + 1 \right]^{1/2} \right\}; \quad (Z)$$

$$\dot{\varepsilon} = D_0 E b A \frac{\sigma}{E} \frac{b}{d} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \frac{1}{kT};$$
 (BMD)

$$\sigma = \frac{\beta_0}{\alpha} \varepsilon^{\beta_1} \exp(-\beta_2 \varepsilon) \ln\left[\left(\frac{Z}{A}\right)^{1/n} + \left(\frac{Z}{A} + 1\right)^{1/2}\right]. \quad (ZM)$$

Описанные выше уравнения не универсальны. Уравнение типа Холломона (Н) применяют для нахождения параметров кривой холодной и теплой деформации, когда до самого момента потери устойчивости пластического течения (чаще всего, до момента образования шейки) на машинной кривой деформации коэффициент деформационного упрочнения dσ/δε положителен (т. е. кривая все время идет вверх, хотя и с постоянно убывающим наклоном). Уравнение (ES) хорошо описывает кривую горячей деформации, на которой присутствует стадия с постоянно уменьшающейся (хотя и довольно медленно) по мере увеличения деформации нагрузкой, не связанной с началом образования шейки (на этой стадии процессы контролируются динамической полигонизацией), но плохо – со стадией динамической рекристаллизации. Первые два типа уравнений не учитывают температуры и скорости деформации. Уравнения Зенера-Холломона (ZM) и его разновидности применяют для описания тех кривых горячей деформации, на которых ярко выражена стадия с постоянной скоростью деформации (на этой стадии кривая идет параллельно оси абсцисс, что может быть связано как с динамической полигонизацией, так и с динамической рекристаллизацией). Найденные уравнения позволяют прогнозировать связь скорости деформации на этой стационарной стадии с температурой и напряжением, но без учета степени деформации.

Количество видов обобщенных (т. е. с учетом всех четырех факторов – деформации  $\varepsilon$ , ее скорости  $\dot{\varepsilon}$ , температуры T и напряжения  $\sigma$ ) математических зависимостей связи переменных, к которым стремятся свести результаты опытов различные исследователи, невелико. Это зависимости Аррениусовского (общего) вида

$$\sigma = A\varepsilon^n \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{Q}{RT}\right),$$

зависимость Зерилли-Армстронга вида

$$\sigma = C_0 + C_2 \varepsilon^{1/2} \exp[-C_3 T + C_4 \ln(\dot{\varepsilon})]$$

и комбинированное уравнение

$$\sigma = A\varepsilon^n \exp(k\varepsilon)\dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{Q}{RT}\right),\,$$

где  $C_0, C_2, C_3, C_4$  – константы.

Взаимосвязь всех четырех переменных ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ,  $\dot{\varepsilon}$ , T) может быть представлена уравнениями общего вида (OB) [1; 11]

$$\sigma = A\varepsilon^n \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \tag{1.1}$$

или после логарифмирования

$$\log(\sigma) = A + B\log(\varepsilon) + C\log(\dot{\varepsilon}) + \frac{D}{T}.$$
 (1.1*a*)

Комбинирование уравнений (ES) и (OB) [12] дает

$$\sigma = A\varepsilon^n \exp(k\varepsilon) \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

или после логарифмирования

$$\log(\sigma) = A + B\log(\varepsilon) + C(\varepsilon) + D\log(\dot{\varepsilon}) + \frac{E}{T}$$

Известно также уравнение общего вида Зерилли-Армстронга [13]

$$\sigma = C_0 + C_2 \varepsilon^{1/2} \exp[(-C_3 T + C_4 \ln(\dot{\varepsilon})]],$$

после логарифмирования которого (полагая на начальном цикле  $C_0 = 0$ ) связь переменных может быть выражена функциональной зависимостью вида

$$\log(\sigma) = A + B\log(\varepsilon) + C\log(\dot{\varepsilon}) + DT.$$

Все эти уравнения применяют как для описания процессов деформирования, так и для прогноза (расчета) требуемых инженерами или исследователями параметров – напряжений, деформаций, либо скоростей деформаций.

Некоторые исследователи вводят в модели деформации структурные параметры (размер зерна, плотность дислокаций и т. п.). Таковы наиболее часто используемые разновидности модели Bird–Mukherjee–Dorn (BMD) и Джонсона-Кука (DK) [7; 8]. Однако в случае применения таких методик приходится предварительно определять большое число структурных параметров для каждой кривой деформации (до трех), вследствие чего общее число определяемых переменных может составлять несколько десятков.

Экспериментальную часть исследований по горячей деформации проводят на тестовых образцах малых размеров. Параметры горячей обработки давлением имитируют, изменяя температуру, скорость, степень деформации и фиксируя при этом нагрузку, возникающую в образце. Целью таких испытаний является получение набора кривых деформации, построенных в координатах «деформация ε – напряжение σ» при варьировании температуры испытания Т и условной скорости деформации *έ*, которые в единичном опыте поддерживаются постоянными, а далее – в нахождении формулы, связывающей все переменные (как зависимые, так и независимые). Такова процедура построения обобщенной математической модели горячей деформации. Для адекватного сопоставления механического поведения образцов в таких испытаниях с эволюцией структуры опыты проводят по схеме, позволяющей поддерживать в течение всего опыта постоянную истинную скорость деформации ф', а регистрируемое усилие на образце пересчитывают в истинное напряжение S. При использовании «истинных координат» S и ф учитывается изменение размеров образцов в процессе деформации (при использовании «условных координат» σ и ε все рассчитываемые механические характеристики относят к начальным размерам образцов).

Анализ математических методов, применяемых для получения коэффициентов тех или иных зависимостей, приводит к выводу, что наиболее простыми являются методики «одного шага», позволяющие логарифмированием или иным математическим преобразованием приводить исходную модель (выбранную в качестве проверяемой гипотезы на ее качество) к линейному виду, после чего определение коэффициентов такой модели становится тривиальным (процедура нахождения коэффициентов линейных уравнений в типовых расчетных программах Excel, Mathcad, Origin, Mathlab, Statistica и им подобных предельно проста и формализована). В противовес им процедура нахождения коэффициентов при переменных в законе деформации вида Z1, наиболее часто используемая исследователями, многошаговая, с несколькими промежуточными этапами анализа. Авторами работ [14; 15] на основе упрощения поиска закона деформации была разработана методика для анализа процесса ползучести, в которой количество экспериментальных переменных равнялось трем (напряжение, температура, скорость). Анализ, проведенный с помощью такой упрощенной модели, показал, что первым шагом должен быть поиск экспериментального или теоретического (либо постулирования) вида модели, удобного для математических преобразований. Так, для случая анализа ползучести показано следующее:

применяющиеся на практике два основных метода – методы Холломона (или его частный случай – метод Ларсена-Миллера) и Аррениусовское приближение – позволили получить модели, обладающие близкой точностью прогноза;

 в сомножителях обеих моделей, учитывающих влияние температуры деформации, целесообразно учитывать уровень приложенных напряжений (по условиям методики испытаний на ползучесть – всегда начальных);

 – учет предыдущего пункта с неизбежностью приводит к появлению в обобщенном уравнении деформации «перекрестного» влияния независимых факторов (как, например, «напряжение  $\sigma(1/T)$ »).

Эти результаты послужили причиной идеи применения таких же процедур и для нахождения обобщенного математического закона горячей деформации, в котором неизбежно появляется четвертая переменная – степень деформации.

Целью работы является разработка обобщенного математического уравнения для описания больших горячих пластических деформаций, учитывающего одновременное влияние степени деформации  $\varphi$ , скорости деформации  $\varphi'$  и температуры *T*, и не опирающегося на структурно-механические константы материала.

# Описание объекта анализа и методики его обработки

Все исследователи при многофакторном анализе горячей деформации используют результаты опытов на сжатие цилиндрических образцов диаметром порядка 10 мм и отношением высоты к диаметру  $\sim 1 - 2$ . В данном исследовании анализ проведен, используя результаты, описанные в работе [12]. Янг-Хонг Ксиао и Ченг Гуо в своем сообщении представили данные испытаний на сжатие до значений истинной степени деформации  $\sim 1$  при 1253 – 1453 К и скорости сжатия 0,01 – 10 с<sup>-1</sup> образцов жаропрочной 12 %-ной хромистой стали 1Cr12Ni3Mo2VNbN. Вид исходных кривых деформации приведен на рис. 1.



**Рис. 1.** Кривые горячей деформации сжатием в истинных координатах по данным работы [12] при скорости деформации, с<sup>-1</sup>: 0,001 (*a*); 0,1 (*b*); 1 (*b*); 10 (*c*) и температуре, К: *I* – 1253; *2* – 1303; *3* – 1353; *4* – 1403; *5* – 1453

*Fig. 1.* Curves of hot compressive deformation in true coordinates according to [12] at deformation rate, s<sup>-1</sup>: 0.001 (*a*); 0.1 (*b*); 1 (*s*); 10 (*z*) and temperature, K: *I* – 1253; *2* – 1303; *3* – 1353; *4* – 1403; *5* – 1453

Оцифровкой этих кривых с помощью программы Grafula был получен массив экспериментальных данных в виде таблицы, содержащей ~800 строк, в которой в четырех столбцах были записаны данные о деформации, напряжении, скорости деформации и температуры для каждой экспериментальной точки (примерно по 40 точек для каждой из 20 экспериментальных кривых). Независимыми переменными являлись истинная степень деформации  $\phi$ , истинная скорость деформации  $\phi'$ , температура *T* (К). Зависимой переменной было истинное напряжение *S*. В таблице приведен фрагмент исходных данных.

### Результаты работы и их обсуждение

С учетом результатов работ [14; 15], изложенных выше, на первом шаге за основу была взята Аррениусовская зависимость (OB). С использованием функции regress из программы Mathcad были получены значения коэффициентов A, B, C, D в уравнении (1.1*a*). После обратного преобразования выражения (1.1*a*) из логарифмического вида к прямому (1.1*б*) получено уравнение

$$\sigma = 5,633 \cdot 10^{-4} \varepsilon^{0,077} \dot{\varepsilon}^{0,127} \exp\left(-\frac{66,487}{RT}\right)$$

$$(R = 8,315 \ Дж/моль \cdot K). \tag{1.16}$$

Визуальная оценка качества модели проводилась по графику сравнением экспериментальных значений S с рассчитанными по полученному уравнению (1.1 $\delta$ ) (рис. 2).

Для количественной оценки качества математической модели вычисляли сумму квадратов разностей между расчетными и экспериментальными значениями напряжений с ее нормированием на среднюю величину напряжения *S* по формуле

### Фрагмент массива исходных данных для анализа горячей деформации стали 1Cr12Ni3Mo2VNbN

# Fragment of initial data array for analysis of 1Cr12Ni3Mo2VNbN steel hot deformation

Номер	<i>S</i> , МПа	ф, доли от 1	$\phi', c^{-1}$	<i>Т</i> , К
1	79,5	0,08876	0,010	1453
2	97,7	0,02500	0,010	1453
3	106,8	0,03700	0,010	1453
4	114,3	0,05100	0,010	1453
5	117,8	0,06700	0,010	1453
6	121,9	0,08000	0,010	1453
7	124,2	0,09400	0,010	1453
889	120,3	0,61200	10	1253



*Рис.* 2. Сопоставление расчетных и экспериментальных значений напряжений по модели (OB)

*Fig. 2.* Comparison of calculated and experimental stress values according to the model (GM)

$$Q = \frac{n}{\sum S} \sqrt{\sum \frac{\left(S_{\text{pacy}} - S_{\text{skcn}}\right)^2}{n-5}}.$$
 (2)

Для модели вида (1.16) этот показатель оказался равен ~14 %.

Сопоставление визуальной и количественной оценок показывает, что несмотря на малую среднюю величину рассеяния прогнозных значений от экспериментальных, для интервалов больших напряжений (это конечные участки кривых сжатия с большими степенями деформации) уравнение (1.16) дает плохой прогноз (рис. 2).

С целью уточнения вида предполагаемой модели проведен анализ индивидуальных кривых деформации. Поскольку основным математическим методом поиска коэффициентов при переменных был линейный регрессионный анализ с использованием метода наименьших квадратов, предметом анализа были линейные уравнения с логарифмической формой представления переменных. Предварительные опыты (под словом «опыт» понимали различные варианты математических формул связи переменных) по нахождению уравнений, описывающих индивидуальные кривые деформации (каждая такая кривая получена при постоянных значениях температуры и скорости деформации) показали, что для большинства кривых деформации хорошим описанием является уравнение вида

$$S = A(\varphi)^B 10^{C(\varphi)} \tag{3}$$

или после логарифмирования

$$\log(S) = A_1 + B_1 \log(\varphi) + C_1(\varphi).$$
 (3*a*)

Такое представление позволяет получать значения Q для индивидуальных кривых от 1,5 до 5 % (рис. 3).

Еще больше повышается точность прогноза при включении в выражение (3*a*) сомножителя в виде частного от деления степени деформации ( $\phi$ ) на логарифм этой величины:

$$\log(S) = A2 + B2\log(\varphi) + C2(\varphi) + \frac{D2(\varphi)}{\log(\varphi)}.$$
 (4)

Оценка качества таких уравнений по параметру Q составляет 0,5 – 1,7 % (рис. 3), а связь переменных в прямом представлении (уходя от логарифмов) описывается уравнением

$$S = \varphi^{B3} \exp\left[A3 + C3(\varphi) + \frac{D3(\varphi)}{\log(\varphi)}\right].$$
 (4*a*)

Дальнейшее развитие этой модели состояло в следующем. На кривых деформации, полученных при испытании при низких температурах и (или) высоких скоростях деформации, после точки предела текучести на графиках присутствует протяженный участок значительного роста напряжения с высоким коэффициентом деформационного упрочнения  $D = dS/d\varphi$ . Такая особенность формы кривой может быть учтена введением полинома третьей степени от деформации  $\varphi$ . По этой логике в модель (в логарифмическом ее виде) были введены квадратичный и кубический члены от степени деформации  $\varphi$ :

$$\log(S) = A4 + B4\log(\phi) + C4\log(\phi)^{2} + D4\log(\phi)^{3} + E4(\phi) + \frac{F4(\phi)}{\log(\phi)}.$$
(4e)

В прямом представлении это выражение описывается уравнением



*Рис. 3.* Описание зависимостей *S* – φ формулой (3): ○, ○ – эксперимент, штриховые линии – расчетные значения; *I* – *T* = 1253 K, φ′ = 0,1 с<sup>-1</sup>; *2* – *T* = 1453 K, φ′ = 0,1 с<sup>-1</sup>



$$S = \exp^{A5 + E5(\varphi) + \frac{F5(\varphi)}{\log(\varphi)}} \varphi^{B5 + C5\log(\varphi) + D5[\log(\varphi)]^2}.$$
 (42)

При таком представлении параметр *Q* для индивидуальных кривых уменьшается до 0,3 – 1,0 %.

С учетом всего вышесказанного была разработана модернизированная математическая модель для описания полной базы данных. Модернизация модели (1.1) в ее логарифмическом представлении (1.1*a*) состояла в том, что:

 в сомножитель, учитывающий влияние температуры деформации, вводились (под знак экспоненты) слагаемые для учета степени деформации ф и скорости деформации ф';

– учет взаимного влияния независимых факторов друг на друга осуществлялся добавлением сомножителя ( $\phi\phi'$ );

Общий вид уравнения связи переменных после приведения его к линейному виду логарифмированием выглядит следующим образом:

$$\log(S) = A + B \log(\varphi) + C[\log(\varphi)]^{2} + D[\log(\varphi)]^{3} + E \log(\varphi') + F \log(\varphi) \log(\varphi') + G\left(\frac{\varphi}{\varphi'}\right) + \frac{H + K\varphi + M \log(\varphi) + N \log(\varphi') + P \log(\varphi) \log(\varphi')}{T}.$$
 (5)

Нахождение коэффициентов A - P уравнения (5), обеспечивающее минимум суммы квадратов разностей рассчитанных  $S_{\text{расч}}$  и экспериментальных значений  $S_{\text{эксп}}$ , проведенное в программе Machcad, позволило получить искомое уравнение связи в виде



**Рис. 4.** Сопоставление расчетных и экспериментальных значений напряжений по модели (6*a*)

*Fig. 4.* Comparison of calculated and experimental stress values according to model (*6a*)

$$\log(S) = -0,738 - 1,311\log(\varphi) - 0,564[\log(\varphi)]^{2} - -0,13[\log(\varphi)]^{3} + 0,584\log(\varphi') - - -8,779 \cdot 10^{-4}\log(\varphi)\log(\varphi') - 1,18 \cdot 10^{-3}\left(\frac{\varphi}{\varphi'}\right) + \frac{3,727 \cdot 10^{3} + 82,351\varphi + 1,096 \cdot 10^{-3}\log(\varphi)}{T} + \frac{593,8\log(\varphi') + 76,6\log(\varphi)\log(\varphi')}{T},$$
(6)

которое может быть приведено к прямому виду:

$$S = 10^{-0.738} (\varphi')^{0.584} \times \varphi^{-1.311-0.564 \log(\varphi)-0.131[\log(\varphi)]^2-8.779 \cdot 10^{-4} \log(\varphi')} \times \exp\left[\frac{8583.3 + 198.7\varphi + 2524 \log(\varphi)}{T} - \frac{1367.5 \log(\varphi') + 176.4 \log(\varphi) \log(\varphi')}{T} - \frac{1367.5 \log(\varphi') + 176.4 \log(\varphi) \log(\varphi')}{T} - 2.718 \cdot 10^{-3} \left(\frac{\varphi}{\varphi'}\right)\right],$$
(6*a*)

или с обособлением температурной части:



**Рис. 5.** Сопоставление экспериментальных кривых деформации (1) и зависимостей, построенных по уравнению (6*a*) (2) при режимах деформации: *a* – 1253 K, 0,1 с<sup>-1</sup>; *б* – 1253 K, 1,0 с<sup>-1</sup>

*Fig. 5.* Comparison of experimental (1) deformation curves and dependencies constructed according to equation (6*a*) (2). Deformation modes: a - 1253 K, 0.1 s<sup>-1</sup>;  $\delta - 1253$  K, 1.0 s<sup>-1</sup>



Рис. 6. Изменение показателя *Q* обобщенной модели деформации в форме (6*a*) в зависимости от объема выборки (по оси *Y* отмечен диапазон наблюдавшихся значений *Q*)

Fig. 6. Change in Q index of the generalized deformation model in the form (6a) depending on sample size (Y axis marks the range of observed values of Q)

$$S = 10^{-0.738} (\phi')^{0.584} \times \\ \times \phi^{-1.311 - 0.564 \log(\phi) - 0.131 [\log(\phi)]^2 - 8.779 \cdot 10^{-4} \log(\phi')} \times \\ \times \exp\left[-2,718 \cdot 10^{-3} \left(\frac{\phi}{\phi'}\right)\right] \times \\ \times \exp\left[\frac{8583,3 + 198,7\phi + 2524 \log(\phi)}{T} - \frac{1367,5 \log(\phi') + 176,4 \log(\phi) \log(\phi')}{T}\right].$$
(66)

Графическая иллюстрация совпадений расчетных и экспериментальных значений *S* приведена на рис. 4. Показатель качества такой модели Q = 6,1 %, что много лучше, чем по исходной модели как качественно, так и количественно (сравнить с рис. 2).

Полученное уравнение (6*a*) позволяет прогнозировать вид кривой деформации для различных сочетаний  $\varphi$ ,  $\varphi'$  и *T*. На рис. 5 приведены примеры таких графиков в сопоставлении с экспериментальными кривыми. Представленные графики иллюстрируют «хорошее» и «не очень хорошее» совпадение расчетных и экспериментальных кривых.

Из теории статистики известно [16], что увеличение размера выборки экспериментальных данных может приводить к улучшению точности описания математической модели (уменьшению ее дисперсии). Для проверки этого тезиса искусственно последовательно уменьшалось число исходных данных (число строк в полной матрице) от ~900 до ~200 и проводился расчет показателя качества модели Q. Результаты этих расчетов представлены на рис. 6. Видно, что изменение объема выборки экспериментальных данных примерно в 4 раза (от 900 до 200) значимо не сказывается на прогностическом качестве модели (6*a*).

Возможно, такой неожиданный результат отражает тот факт, что определяющими с точки зрения формы моделируемой кривой являются лишь несколько характерных точек (по этому признаку близкой по методике является упомянутая выше методика Джонсона-Кука).

Важной проверкой работоспособности разработанной модели является ее проверка на иных исходных базах данных. По описанной выше методике были обработаны результаты испытаний на горячее сжатие материалов из других групп: жаропрочного никелевого сплава Ni<sub>33</sub>Cr<sub>27</sub>Fe<sub>35</sub>Mo<sub>3.5</sub>Mn<sub>1</sub>Cu<sub>0.6</sub> из группы инконелей [17], жаропрочных никелевых сплавов [18] и сплава Ni<sub>56</sub>Cr<sub>24</sub>Co<sub>14</sub>Mo<sub>0.5</sub>W<sub>1</sub>Nb<sub>1.5</sub>Al<sub>1.5</sub>Ti<sub>1.5</sub> из группы нимоников [19], кобальтовых сплавов [20; 21], ферритных жаростойких хромистых сталей типа X12-X27 [22], жаропрочной 9%-ной хромистой ДУО-стали [23] и стали 20X13 [24]. Найдено, что разработанный вид математической модели применим и для этих случаев. При этом подразумевается, что для всех этих случаев номенклатура и вид сомножителей в формуле связи единые для всех изученных сплавов, а коэффициенты при них, естественно, различные. Качество прогноза, оцениваемое показателем Q, составляло от 3 до 11 %.

### Выводы

Предложен вид обобщенной математической зависимости в мультипликативной форме, позволяющей описывать связь между напряжением, деформацией, ее скоростью и температурой при большой (до степени истинной деформации 0,8) горячей ( $0,60 - 0.85T/T_{nn}$ ) деформации со скоростью от 0,01 до 10 с<sup>-1</sup>, и обеспечивающей прогноз деформирующего усилия с точностью ~6% без использования априорных (табличных) или предварительно определяемых структурных, силовых и энергетических характеристик.

Использованные в разработанной математической форме сочетания сомножителей отражают экспериментально наблюдаемые взаимозависимости независимых ( $\phi$ ,  $\phi'$ , T) факторов и особенности внешнего вида линий диаграмм деформации.

Установлено, что найденный вид математического описания горячей деформации применим к анализу процессов горячей деформации самых разнообразных металлических материалов, при этом точность прогнозных характеристик напряжения деформирования составляет 3 – 11 %.

Полученные данные позволяют проводить анализ не только для результатов испытаний с фиксированной истинной скоростью деформации  $\phi'$ , что методически довольно сложно, но и результатов опытов, проведенных по традиционной методике с постоянной условной скоростью деформации  $\dot{\epsilon}$  (в процессе таких опытов величина  $\phi'$  не постоянна).

### Список литературы / References

 Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. 2. Деформация. Москва: МИСИС; 1997:527.

- 2. Hollomon J.H. Tensile deformation. *Trans AIME*. 1945; 162:268–290.
- **3.** Розенберг В.М. Основы жаропрочности металлических материалов. Москва: Металлургия; 1973:328.
- Ludwigson D.C. Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys. *Metallurgical Transactions A*. 1971;2(10): 2825–2828. https://doi.org/10.1007/BF02813258
- 5. Берштейн М.Л., Займовский В.А. Механические свойства металлов. Москва: Металлургия; 1979:496.
- 6. Zener C., Hollomon J. H. Effect of strain rate upon plastic flow of steel. *Journal of Applied Physics*. 1944;15(1):22–32. https://doi.org/10.1063/1.1707363
- Bird J.E., Mukherjee A.K., Dorn J.E. Experimental correlations between high-temperature creep behavior and structure. In: *Quantitative Relation Between Properties and Microstructure*. Brandon D.G., Rosen A. eds. Jerusalem University Press; 1969:255–342.
- Johnson G.R., Cook W.H. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures. *Engineering Fracture Mechanics*. 1985;21(1):31–48. https://doi.org/10.1016/0013-7944(85)90052-9
- 9. Sellars C.M., McTegart W.J. Cavity growth mechanisms during creep. *Acta Metallurgical*. 1966;14:1136–1138.
- Sun C., Liu G., Zhang Q., Li R., Wang L. Determination of hot deformation behavior and processing maps of IN 028 alloy using isothermal hot compression test. *Materials Science and Engineering: A.* 2014;595:92–98. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.051
- Fang B., Ji Z., Liu M., Tian G., Jia C., Zeng T., Benfu HU, Wang C. Study on constitutive relationships and processing maps for FGH96 alloy during two-pass hot deformation. *Materials Science and Engineering: A.* 2014;590:255–261. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.034
- Xiao Y.-H., Guo C. Constitutive modeling for high temperature behavior of 1Cr12Ni3Mo2VNbN martensitic steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2011;528(15): 5081–5087. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.03.050
- Zerilli F.J., Armstrong R.W. Dislocation-mechanics-based relations for material dynamics calculations. *Journal of Applied Physics*. 1987;61(5):1816–1825. https://doi.org/10.1063/1.338024
- 14. Беломытцев М.Ю. Экспериментальный анализ закономерностей ползучести жаропрочной ферритно-мартенситной стали. Деформация и разрушение материалов. 2019;(10):31–41.

Belomyttsev M.Yu. Experimental analysis of creep regularities of high-temperature ferritic-martensitic steel. *Deformatsiya i razrushenie materialov*. 2019;(10):31–41. (In Russ.).

15. Беломытцев М.Ю., Моляров В.Г. Исследование сопротивления ползучести ферритно-мартенситной стали 16Х12МВСФБР (ЭП-823). Известия вузов. Черная металлургия. 2019;62(4):290–302. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-4-290-302

Belomyttsev M.Yu., Molyarov V.G. Creep resistance of ferritic-martensitic steel 16Cr12MoWSiVNbB (EP-823). *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2019;62(4):290–302. (In Russ.). *https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-4-290-302* 

 Мельниченко А.С. Статистический анализ в металлургии и материаловедении: Учебник. Москва: Издательский Дом МИСИС; 2009:268.  Wang L., Liu F., Cheng J.J., Zuo Q., Chen C.F. Hot deformation characteristics and processing map analysis for Nickelbased corrosion resistant alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015;623:69–78.

https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.10.034

- Pan Q.L., Li B., Wang Y., Zhang Y.W., Yin Z.M. Characterization of hot deformation behavior of Ni-base superalloy Rene'41 using processing map. *Materials Science and Engineering: A.* 2013;585:371–378. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.07.066
- 19. Wu Y., Zhang M., Xie X., Dona J., Lin F., Zhao S. Hot deformation characteristics and processing map analysis of a new designed nickel-based alloy for 700 °C A-USC power plant. *Journal of Alloys and Compounds*. 2016;656:119–131. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.09.219
- 20. Kumar V.A., Gupta R.K., Murty S.V.S. Narayana, Prasad A.D. Hot workability and microstructure control in Co20Cr15W10Ni cobalt based superalloy. *Journal of Alloys* and Compounds. 2016;676:527–541. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.03.186
- 21. Kartica Ika, Matsumoto H., Chiba A. Deformation and microstructure evolution in Co-Ni-Cr-Mo superalloy during

hot working. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2009;40:1457–1468.

https://doi.org/10.1007/s11661-009-9829-x

 Mehtonen S.V., Karjalainen L.P., Porter D.A. Modeling of the high temperature flow behavior of stabilized 12 – 27wt% Cr ferritic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2014;607:44–52.

https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.124

- Zhang G., Zhou Z., Sun H., Zou L., Wang M., Li S. Hot deformation behavior and processing map of a 9Cr ferritic/martensitic ODS steel. *Journal of Nuclear Materials*. 2014;455(1-3):139–144. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.05.043
- 24. Ахмедьянов А.М., Рущиц С.В., Смирнов М.А. Физическое и математическое моделирование горячей деформации стали 20Х13. Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». 2013;13(2):116–124.

Akhmed'anov A.M., Rushchits S.V., Smirnov M.A. Physical and numerical modeling of hot deformation behaviour of 20Kh13 steel. *Bulletin of SUSU. Series "Metallurgy"*. 2013;13(2):116–124. (In Russ.).

Сведения об авторе	Information about the Author
<b>Михаил Юрьевич Беломытцев,</b> д.т.н., профессор кафедры металловедения и физики прочности, Национальный исследова- тельский технологический университет «МИСИС» <b>E-mail:</b> myubelom@yandex.ru	<i>Mikhail Yu. Belomyttsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Metallography and Physics of Strength"</i> , National University of Science and Technology "MISIS" <i>E-mail:</i> myubelom@yandex.ru
Поступила в редакцию 27.02.2024 После доработки 29.06.2024 Принята к публикации 22.08.2024	Received 27.02.2024 Revised 29.06.2024 Accepted 22.08.2024

К 75-летию Николая Александровича Спирина

# ЮБИЛЕИ ANNIVERSARIES



Редакционная статья Editorial article

24 сентября 2024 г. исполнилось 75 лет доктору технических наук, профессору, члену редакционной коллегии нашего журнала Николаю Александровичу Спирину.

Вся его творческая и научная деятельность связана с Уральским политехническим институтом им. С.М. Кирова (Уральский федеральный университет имени первого президента России Б.Н. Ельцина, УрФУ). В 1971 г. Николай Александрович окончил с отличием металлургический факультет по специальности «Теплотехника и автоматизация металлургических печей». В 1994 г. защитил докторскую диссертацию, в 1995 г. получил ученое звание профессора. С 2005 г. по настоящее время является заведующим кафедрой «Теплофизика и информатика в металлургич», одной из авторитетнейших и ведущих выпускающих кафедр УрФУ.

Под научным руководством профессора Н.А. Спирина впервые в России начата подготовка специалис-

тов по новой специальности «Информационные системы в металлургии» (1998 г.), объединяющей базовые знания по теплофизике и информатике. На кафедре организовано обучение бакалавров, специалистов и магистров в этих перспективных направлениях, где уже подготовлено более 500 выпускников.

По учебникам и учебным пособиям, рекомендованным УМО по образованию в области металлургии, написанных под руководством профессора Н.А. Спирина, обучаются студенты многих вузов России. Изданный в России учебник «Информационные системы в металлургии» был отмечен на всероссийском конкурсе «Университетская книга» (2002 г.). За создание комплектов учебников, учебно-методических пособий, оригинальных авторских образовательных программ ему объявлена благодарность Минобразования России (2003 г.).

Профессор Николай Александрович Спирин - специалист, признанный в научном сообществе России и за рубежом, создатель и руководитель нового научного направления «Исследование процессов теплои массообмена и газодинамики в высокотемпературных агрегатах и разработка новых информационных систем и технологий в металлургии», широко известного научной общественности. Внедрение разработанных им информационно-моделирующих систем на крупнейших металлургических предприятиях Урало-Сибирского региона России позволило обеспечить решение комплекса технологических задач в условиях нестабильности состава и качества проплавляемого железорудного сырья, изменений конъюнктуры рынка поставок сырьевых и топливно-энергетических ресурсов.

Научная школа профессора Спирина – это успешно работающий перспективный научный коллектив, в составе которого доктора и кандидаты технических наук, профессора и доценты, лауреаты государственных научных грантов и стипендий, учрежденных Президиумом Российской Академии наук, Президентом Российской Федерации для поддержки молодых ученых и их научных руководителей. Под его научным руководством подготовлены доктор и 10 кандидатов технических наук.

Профессором Н.А. Спириным опубликовано более 800 научных работ, в том числе 18 монографий, учебников и учебных пособий, 70 авторских свидетельств и патентов на изобретения и свидетельств о государственной регистрации программ для ЭВМ и баз данных.

Николай Александрович – член редакционной коллегии шести научных журналов, в том числе двух журналов, индексируемых в Scopus («Известия вузов. Черная металлургия», «Металлург»). Является членом трех диссертационных советов, экспертом РАН и федеральных целевых программ Минобрнауки РФ, Российского фонда фундаментальных исследований. Действительный член Академии инженерных наук.

Профессор Спирин награжден рядом региональных и отраслевых наград, имеет почетные звания

«Заслуженный работник высшей школы Российской Федерации» и «Почетный работник высшего образования РФ».

Научная и инженерная компетентность, доброжелательность, открытость и активная жизненная позиция позволили Николаю Александровичу снискать заслуженный авторитет в научном сообществе и уважение коллег и специалистов.

Редакционная коллегия журнала, ученики и друзья сердечно поздравляют Николая Александровича с юбилеем и желают ему доброго здоровья, счастья и новых научных свершений! В статье «Модель энергосбережения для связанных процессов металлургии стали» в № 3, 2024 допущена ошибка в написании фамилий иностранных авторов, цитировании, аффилиации и вкладе авторов.

Авторские данные на странице 270 <i>вместо</i> строки	<i>следует</i> читать В. Ванг, Ш. Ли, В. Ху, О. А. Чикова, И. Чжан.	
В. Вейшу, Л. Шайлун, Х. Вейхой, О. А. Чикова, Ч. Имэн		
Цитируемые данные статьи на странице 270 вместо	<i>следует</i> читать	
Вейшу В., Шайлун Л., Вейхой Х., Чикова О.А., Имэн Ч. Модель энергосбережения для связанных процессов металлургии стали. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(3):270–282. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-3-270-282	Ванг В., Ли Ш., Ху В., Чикова О.А., Чжан И. Модель энергосбере- жения для связанных процессов металлургии стали. Известия вузов. Черная металлургия. 2024;67(3):270–282. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2024-3-270-282	

#### Аффилиация авторов на странице 281 вместо

Ванг Вейшу, доктор энергетических наук и технической теплофизики, профессор кафедры энергетики и технической теплофизики, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики ORCID: 0000-0002-5523-7254 E-mail: wangweishu@ncwu.edu.cn

Ли Шайлун, магистр теплоэнергетики, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики; студент, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0009-0003-4237-8941 *E-mail:* shuailun.li@urfu.me

**Ху Вейхой,** магистр ядерной техники и ядерных технологий, доцент кафедры ядерной техники и технологий, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики

*ORCID:* 0000-0002-1143-9268 *E-mail:* xuweihui@ncwu.edu.cn

Ольга Анатольевна Чикова, д.ф.-м.н., профессор кафедры физики, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-3347-9148 *E-mail*: chik63@mail.ru

**Чжан Имэн,** старший преподаватель кафедры архитектуры, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики; *магистр архитектуры*, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина

ORCID: 0009-0002-7271-0143 E-mail: zhangyimeng@ncwu.edu.cn

#### Вклад авторов на странице 282 вместо

**В.** Вейшу – концептуализация, методология, научное руководство, наблюдение.

*Л. Шайлун* – программное обеспечение, методология, обработка данных, написание первоначального текста статьи, концептуализация.

*Х. Вейхой* – написание, рецензирование и редактирование текста статьи.

**О. А. Чикова** – написание, рецензирование и редактирование текста статьи; научное руководство.

**Ч. Имэн** – написание и редактирование текста статьи.

### следует читать

Вейшу Ванг, доктор энергетических наук и технической теплофизики, профессор кафедры энергетики и технической теплофизики, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики ORCID: 0000-0002-5523-7254 E-mail: wangweishu@ncwu.edu.cn

Шайлун Ли, магистр теплоэнергетики, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики; студент, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0009-0003-4237-8941 *E-mail:* shuailun.li@urfu.me

Вейхой Ху, магистр ядерной техники и ядерных технологий, доцент кафедры ядерной техники и технологий, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики

**ORCID:** 0000-0002-1143-9268 *E-mail:* xuweihui@ncwu.edu.cn

Ольга Анатольевна Чикова, д.ф.-м.н., профессор кафедры физики, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-3347-9148 *E-mail:* chik63@mail.ru

**Имэн Чжан,** старший преподаватель кафедры архитектуры, Институт теплоэнергетики, Северо-Китайский университет водных ресурсов и электроэнергетики; магистр архитектуры, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина

ORCID: 0009-0002-7271-0143 E-mail: zhangyimeng@ncwu.edu.cn

### *следует* читать

**В. Ванг** – концептуализация, методология, научное руководство, наблюдение.

Ш. Ли – программное обеспечение, методология, обработка данных, написание первоначального текста статьи, концептуализация.

*В. Ху* – написание, рецензирование и редактирование текста статьи.

*О.А. Чикова* – написание, рецензирование и редактирование текста статьи; научное руководство.

*И. Чжан* – написание и редактирование текста статьи.

### Над номером работали:

Л.И. Леонтьев, главный редактор

Е.В. Протопопов, заместитель главного редактора

Е.А. Ивани, ответственный секретарь

Л.П. Бащенко, заместитель ответственного секретаря

Е.Ю. Потапова, заместитель главного редактора по развитию

О.А. Долицкая, научный редактор

Е.М. Запольская, ведущий редактор

А.О. Гашникова, ведущий редактор

В.В. Расенець, верстка, иллюстрации

Г.Ю. Острогорская, менеджер по работе с клиентами

Подписано в печать 20.10.2024. Формат 60×90 <sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Бум. офсетная № 1. Печать цифровая. Усл. печ. л. 16,75. Заказ 20701. Цена свободная.

Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСИС. 119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1. Тел./факс: +7 (499) 236-76-17 History and current state of metallurgy in St. Petersburg

Recent development in powder metallurgy of high entropy alloys for high-temperature applications. Brief review

Assessment of the effectiveness of technological measures to extend the campaign of blast furnace No. 5 of PJSC Severstal (2006 – 2024) based on an examination of its working space during a first-category overhaul

A study on processing of blast furnace dust and sludge using reduction roasting and magnetic separation

Mineralogical and granulometric composition of soils formed on the surface of iron ore tailings dumps

Formation of non-metallic inclusions in production of O8Kh18N1OT corrosion-resistant steel

Deformation and fracture of heat treated ribbon of amorphous Co-Fe-Cr-Si-B alloy during indentation

Structural-phase states and properties of high-speed surfacing after tempering and electron beam processing

Simulation of structural changes in metal under high-intensity external influence

Effect of silicon and vanadium on corrosion-mechanical properties of high-nitrogen Cr – Mn steels

 ${\it Microheterogeneous\ structure\ of\ liquid\ cast\ irons\ IChKh28N2\ and\ ICh310Kh24M2F4TR}$ 

Influence of compression modes of waxy powders on stress-strain state of compacts used in precision casting

Influence of combined thermal effect of electric arc welding with aluminothermic backfill on internal stresses in a steel plate

Improving the efficiency of raw material preparation for metallurgical processing

Type of generalized mathematical model for describing large hot deformations

To the 75<sup>th</sup> Anniversary of Nikolai Aleksandrovich Spirin

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций. Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-35456.

Подписной индекс 70383.

