

РЕДАКЦІЙНА КОЛЕГІЯ

Вчені ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАНУ, м. Київ:

С.В. Ахонін (головний редактор),

В.О. Березос, Ю.В. Костецький, В.А. Костін,

І.В. Кривцун, Л.Б. Медовар, Г.П. Стовпченко,

А.І. Устїнов, В.О. Шаповалов;

М.М. Гасик, Аалто Університет, Еспоо, Фінляндія,

М.І. Гречанюк, Інститут проблем

матеріалознавства НАНУ, м. Київ,

М. Зініград, Аріельський університет,

Центр матеріалознавства, Ізраїль,

О.М. Івасїшин, Інститут металофізики

ім. Г.В. Курдюмова НАНУ, м. Київ,

Ю.Г. Квасницька, ФТІМС НАНУ, м. Київ,

П.І. Лобода,

НТУУ «КПІ ім. Ігоря Сікорського», м. Київ,

О.В. Овчинников, ЗНТУ, м. Запоріжжя

Виконавчий директор — О.Т. Зельніченко,
Міжнародна Асоціація «Зварювання», м. Київ

Засновники

Національна академія наук України,

Інститут електрозварювання

ім. Є.О. Патона НАНУ,

Міжнародна Асоціація «Зварювання» (видавець)

Редакція

Д.М. Дяченко (відповід. секретар),

Л.М. Герасименко, Т.Ю. Снегірьова, А.А. Чайка

Адреса

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАНУ,

03150, Україна, Київ,

вул. Казимира Малевича, 11

Тел./факс: (38044) 205 23 90

E-mail: journal@paton.kiev.ua

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/sem>

Журнал входить до переліку затверджених
Міністерством освіти і науки України видань
для публікації праць здобувачів наукових ступенів
за спеціальностями 132, 133

Наказ МОН України № 409 від 17.03.2020

Рекомендовано до друку

редакційною колегією журналу

Свідоцтво про державну реєстрацію

КВ № 24212-14052 ПР від 03.12.2019

ISSN 2415-8445

DOI: <https://doi.org/10.15407/sem>

Передплата 2024

Передплатний індекс 70693

4 випуски на рік (видається щоквартально)

Друкована версія: 1200 грн. за річний комплект

з урахуванням доставки

рекомендованою бандероллю.

Електронна версія: 1200 грн. за річний комплект.

ЗМІСТ*

Академік Борис Євгенович Патон

До 105-річчя від дня народження 3

ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВІ ПРОЦЕСИ

Ахонін С.В., Березос В.О., Єрохін О.Г., Котенко О.О.,

Медведев М.І., Ляшенко М.Г. Утилізація брухту нікелю

способом електронно-променевої плавки 5

Кременчутський О.С., Поліщук С.С. Вплив текстури

феромагнітних покриттів Co-Fe на їх демпфуючу здатність 10

ЕЛЕКТРОШЛАКОВА ТЕХНОЛОГІЯ

Зайцев В.А., Костецький Ю.В., Полішко Г.О., Костін В.А.,

Петренко В.П., Педченко Є.О. Дослідження якості металу

легованої алюмінієм і хромом високомарганцевої сталі після

електрошлакового переплаву 17

ПЛАЗМОВО-ДУГОВА ТЕХНОЛОГІЯ

Шаповалов В.О., Бурнашев В.Р., Грищенко Т.І., Якуша В.В.,

Никитенко Ю.О. Плазмово-дугова гарнісажна плавка й лиття

аустенітної сталі з надрівноважним вмістом азоту 28

Шаповалов В.О., Могилатенко В.Г., Лютий Р.В., Козін Р.В.

Поглинання азоту сталлю 04X18H10 при плазмово-дуговій

плавці під шлаком системи CaO-AL₂O₃ 35

МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

Ахонін С.В., Білоус В.Ю., Селін Р.В., Вржижевський Е.Л.,

Антонюк С.Л. Механічні характеристики зварних з'єднань

високоміцних титанових сплавів, отриманих різними способами

зварювання 44

Калинюк О.М., Козін Р.В., Калинюк М.М., Кібкало А.М.,

Пузрін О.Л. Активне і пасивне підготування аналітичних зразків

металів для визначення в них концентрацій кисню, нітрогену,

гідрогену 54

*Статті з журналу «Сучасна електрометалургія» вибірково перекладаються на англійську мову та публікуються в «The Paton Welding Journal»:

<https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/tpwj>

EDITORIAL BOARD

Scientists of E.O. Paton Electric Welding Institute of NASU, Kyiv:

S.V. Akhonin (Editor in Chief),

V.O. Berezos, Yu. V. Kostetskyi, V.A. Kostin, I.V. Krivtsun, L.B. Medovar, G.P. Stovpchenko,

A.I. Ustinov, V.O. Shapovalov;

M.M. Gasik, Aalto University, Espoo, Finland,

M.I. Grechanyuk, Institut for Problems of Material Science of NASU, Kyiv,

M. Zinigrad, Ariel University, Materials Science Centre, Israel,

O.M. Ivasishyn, G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of NASU, Kyiv,

Yu.H. Kvasnytska, Physico-Technological Institute of Metals and Alloys, Kyiv,

P.I. Loboda, NTUU «Igor Sykorsky Kyiv Polytechnic Institute», Kyiv,

O.V. Ovchynnikov, Zaporozhye National Technical University, Ukraine

Executive Director — O.T. Zelnichenko, International Association «Welding», Kyiv, Ukraine

Founders

National Academy of Sciences of Ukraine, E.O. Paton Electric Welding Institute of NASU, International Association «Welding» (Publisher)

Editors

D.M. Diachenko (execut. secretary), L.M. Gerasymenko, T.Yu. Snegiryeva, A.A. Chaika

Address

E.O. Paton Electric Welding Institute of NASU, 03150, Ukraine, Kyiv,

11 Kasymyr Malevych Str.

Tel./Fax: (38044) 205 23 90

E-mail: journal@paton.kiev.ua

<https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/sem>

The Journal is included in the list of publications approved by the Ministry of Education and Science of Ukraine for the publication of works of applicants for academic degrees in specialties 132, 133

Order of the MES of Ukraine № 409 of 17.03.2020

Recommended for printing editorial board of the Journal

Certificate of state registration of KV № 24212-14052PR dated 03.12.2019
ISSN 2415-8445

DOI: <https://doi.org/10.15407/sem>

Subscription 2024

Subscription index 70693
4 issues per year (issued monthly),
back issues available.

\$128, subscriptions for the printed (hard copy) version, air postage and packaging included.

\$96, subscriptions for the electronic version (sending issues of Journal in pdf format or providing access to IP addresses).

CONTENTS*

Academician Boris Paton
To the 105th Birthday Anniversary 3

ELECTRON BEAM PROCESSES

Akhonin S.V., Berezos V.O., Erokhin O.G., Kotenko O.O., Medvedev M.I., Lyashenko M.G. Nickel scrap recycling by electron beam melting method 5
Kremenchutskyi O.S., Polishchuk S.S. Effect of the texture of ferromagnetic Co–Fe coatings on their damping capacity 10

ELECTROSLAG TECHNOLOGY

Zaitsev V.A., Kostetskyi Yu.V., Polishko G.O., Kostin V.A., Petrenko V.P., Pedchenko E.O. Investigations of the quality of metal of high-manganese steel alloyed by aluminium and chromium after electroslag remelting 17

PLASMA-ARC TECHNOLOGY

Shapovalov V.O., Burnashev V.R., Hrishchenko T.I., Yakusha V.V., Nikitenko Yu.O. Plasma-arc skull melting and casting of austenitic steel with super equilibrium nitrogen content 28
Shapovalov V.O., Mogylatenko V.G., Lyutyi R.V., Kozin R.V. Nitrogen absorption by 04Kh18N10 steel in plasma-arc melting under slag of CaO–Al₂O₃ system 35

MATERIALS SCIENCE

Akhonin S.V., Bilous V.Yu., Selin R.V., Vrzhyzhhevskyi E.L., Antonyuk S.L. Mechanical characteristics of welded joints of high-strength titanium alloys produced by various welding methods 44
Kalinyuk O.M., Kozin R.V., Kalinyuk M.M., Kibkalo A.M., Puzrin O.L. Active and passive preparation of analytical samples of metals for determination of oxygen, nitrogen and hydrogen concentrations in them 54

*Articles from «Electrometallurgy Today» are selectively translated into English and included in to the contents of «The Paton Welding Journal»:
<https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/tpwj>

АКАДЕМІК БОРИС ЄВГЕНОВИЧ ПАТОН

До 105-річчя від дня народження

Про наукову, організаційну та громадську діяльність видатного вченого в галузі зварювання, металургії, технології металів, матеріалознавства та громадського діяча, талановитого організатора науки, Президента Національної академії наук України, директора Інституту електрозварювання імені Є.О. Патона Бориса Євгеновича Патона написано багато. Сам він не написав мемуарів. Але ніколи не відмовляв журналістам, чесно відповідаючи на будь-які питання, розповідаючи про себе, погляди на світ, науку та людей, наставляючи молодь. Нижче представляємо висловлювання про його життя та діяльність, які запозичені з відомих публікацій, а також з його власних інтерв'ю.



Величезна особиста відповідальність Б.Є. Патона — організатора міжнародної наукової кооперації — підтверджується переліком керівних і почесних посад у різноманітних міжнародних наукових об'єднаннях, посад, які він не тільки обіймає, а й активно використовує для вироблення стратегії розвитку науки. Б.Є. Патон — президент Міжнародної асоціації академії наук, почесний президент Міжнародної інженерної академії, член Академії Європи, почесний член Римського клубу, Міжнародної академії технологічних наук, почесний член Центральноєвропейської академії природних наук і мистецтв, Міжнародної академії астронавтики, іноземний член академії та науково-технічних товариств багатьох країн. Він очолює Міждержавну наукову раду зі зварювання та споріднених технологій, входить до складу Міжнародного комітету з науково-технічного розвитку країн СНД, правління Міжнародної паливно-енергетичної асоціації, опікунської ради Міжнародного фонду ядерної безпеки (*акад. НАН України А.Г. Загородній*).

Одним з основних принципів, закладених Євгеном Оскаровичем Патоном при створенні Інституту й розвинених Борисом Євгеновичем, є проведення цілеспрямованих фундаментальних досліджень і тісний зв'язок

науки з виробництвом. Реалізація цієї системи дозволила створити унікальні конструкції, обладнання, матеріали, технології, використання яких сильно вплинуло на розвиток багатьох галузей промисловості — машинобудування, суднобудування, ракетно-космічний комплекс, авіабудування, енергетику, гірничо-промисловий комплекс, металургію й хімічне виробництво, створення трубопровідного транспорту, будівельну індустрію. Борис Євгенович відрізняється винятковим умінням працювати з колективом: жодна корисна пропозиція, висловлена будь-яким співробітником, не залишиться без його уваги. Він завжди готовий підтримати цікаву ідею, належно оцінити виконану роботу. Його ентузіазм, рідкісна працездатність і увага до кожного працівника створюють в колективі здорову творчу атмосферу. Він любить працювати з молоддю, часто безпосередньо спілкується з тими, у кому бачить майбутнє Інституту. В ІЕЗ виросли сотні талановитих учених і інженерів (*акад. НАН України А.Г. Наумовець*).

Його метод навчання колег і співробітників зводиться до простого та ефективного методу: «Роби, як я». Слідувати повністю цьому закличу навіть приблизно я не міг зі зрозумілих для всіх причин, але намагався в міру своїх сил. Борис Євгенович, безсумнівно, є геніальною людиною у всіх областях: в науці, в організації масштабних державних науково-технічних робіт і навіть в управлінні своїм організмом і своєю нервовою системою. Відзначаю його високі морально-етичні правила, які він висуває у першу чергу до себе і яким незмінно слідує (*акад. НАН України В.Г. Бар'яхтар*).

Борис Євгенович Патон — лідер, борець, творча особистість, глибоко порядна і добра людина, з фантастичною енергією та працездатністю, величезним досвідом, глибокими знаннями в багатьох сферах, здатністю постійно вчитися. У нього широка натура, гострий аналітичний розум, він демократичний, доброзичливий, відкритий для спілкування, доступний, завжди готовий підтримати людину в біді, допомогти їй (*акад. НАН України І.К. Походня*).

Борис Євгенович Патон — яскрава особистість. Так, президент Національної академії. Так, найбільший вчений у галузі техніки, директор всесвітньо відомого Інституту електрозварювання. Так, громадський діяч, багаторічний член парламентів колишнього Союзу та України. І ще численних «рад», комітетів, комісій...

На всіх цих посадах та званнях — не просто «знаходиться» — працює. Безумовно — видатна людина. Про нього багато написано. Проте лишається питання — у чому джерело цієї феноменальної працездатності? Думаю, не тільки в генах, уроджених здібностях, інтелекті. Джерело — у характері, що він жорстко тренує все життя. А ще, можливо, якість душі. У її величі, якщо хочете. Його багатогранність та працездатність вражають. Тільки завдяки глибокому почуттю особистої відповідальності перед державою, народом, власною совістю він успішно працює та справляється з таким навантаженням. Допомогала йому у цьому хороша фізична форма, регулярне заняття тенісом, водними лижами, плаванням (акад. НАН України М.М. Амосов).

Принципи проведення цілеспрямованих фундаментальних досліджень й тісний зв'язок науки з виробництвом втілювалося Б.Є. Патонем все його творче життя. Наукові відділи інституту, дослідне конструкторсько-технологічне бюро, інженерні центри, експериментальне виробництво, дослідні заводи створювались протягом всієї історії Інституту — це невід'ємні ланки системи організації досліджень і втілення їхніх результатів у виробництво.

На відповідальному посту Президента Національної академії наук України розкрився талант Бориса Євгеновича Патона як видатного організатора. За його участю була розроблена нова структура Академії наук, її новий статут, що спрямований на найраціональніше використання наукових сил і засобів, їхню концентрацію при вирішенні найважливіших фундаментальних та прикладних наукових проблем, які мають важливе значення для економіки країни, створено десятки нових інститутів і установ, що розвинули і поглибили дослідження у найважливіших наукових напрямках (акад. НАН України І.В. Кривцун).

Борис Євгенович був серцем і мозком Національної академії наук України. Він сприяв становленню та успішному розвитку багатьох наукових напрямів і відповідних наукових установ. Він впровадив новий підхід у діяльності Академії, що включає проведення цілеспрямованих наукових досліджень з обов'язковим практичним використанням їх результатів у промисловості та економіці нашої держави. Завдяки незаперечному авторитету, багатому досвіду, мудрості Бориса Євгеновича Академія змогла не тільки вистояти у складних економічних умовах останніх десятиліть, але й ефективно працювати.

Борис Євгенович був видатним державним і громадським діячем. Впевнений, що саме таким людям повинна належати влада у державі. Наша країна не

зазнала б таких негараздів, що спостерігаються у теперішній час, якби у керма її управління стояла така людина, як Б.Є. Патон. Вражаюча ясність життєвого шляху Бориса Євгеновича, його надзвичайно плідна наукова, науково-організаційна та державна діяльність надихатимуть наступні покоління українських учених. Ім'я Бориса Євгеновича Патона назавжди залишиться серед імен видатних діячів світової науки (акад. НАН України Л.М. Лобанов).

Питання з інтерв'ю Дмитру Киянському «Патон, якого ми не знаємо», газета «Дзеркало тижня» 13 березня 1999 р.

Педантичність, порядність, неприйняття усіялих інтриг, підкилимної боротьби та недозволених прийомів — непорушні традиції вашої родини, що передаються від батьків дітям. Але подібні якості, властиві кращим представникам інтелігенції, були не дуже у честі за радянських часів, особливо у вищих ешелонах влади. Як у подібних умовах вам вдавалося залишатися в ладі зі своєю совістю та моральними принципами?

— У деяких ситуаціях я й справді відчував, якщо так можна сказати, моральний дискомфорт. Іноді на мене дивилися, як на чужинця з іншої планети. Але я сповідаю одне непорушне правило — ніколи не поступатися принципами через те, що так поведуться інші. Це, зрештою, справа їхньої порядності. Приказка: «З вовками жити — по вовчі вити» — мені не підходить. Я завжди, в будь-яких умовах, намагаюся чинити так, як велить моє сумління.

Якщо вас ображають, роблять по відношенню до вас низький вчинок, чи вважаєте ви можливим дати здачу?

— Іншими словами, чи підставляю я ліву щоку після того, як мене б'ють правою? Ні не підставляю! І здачі дати можу. Але у деяких випадках відбувається парадоксальне явище. Чим більше ви робите людині добра, тим раніше вона вас зрадить або зробити якусь капость. Можливо, тут спрацьовує психологічний механізм. Вашому опоненту неприємно згадувати, що своїми досягненнями, знаннями, науковими ступенями та іншим він завдячує не собі, а комусь іншому. Перенести це не може. Така реакція нерідко спостерігається з боку людей, які мають якісь фізичні чи моральні вади, часто приховані. Я в подібних випадках роблю так. Якщо ця людина нормально працює і потрібна для справи, говорю про себе: чорт з нею! Іншими словами, про його моральні якості знаю, але мирюся. І у відповідь на його низький вчинок не розраховуюся з ним тією ж монетою.

Природа наділила Бориса Євгеновича Патона фантастичною енергією та працездатністю, прагнучи постійно вчитися, невгамовною допитливістю. А величезний досвід, глибокі знання в багатьох галузях науки і техніки він все життя здобував сам. Спираючись на те, що вже досягли вчені, винахідники, новатори, він зробив величезний внесок у науково-технічний прогрес. Багато чого з того, що за 101 рік життя Бориса Євгеновича досягло людство, в тому числі і за його участю, не могли вигадати навіть фантасти.

Редакція журналу «Автоматичне зварювання»

УТИЛІЗАЦІЯ БРУХТУ НІКЕЛЮ СПОСОБОМ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ ПЛАВКИ

С.В. Ахонін¹, В.О. Березос¹, О.Г. Єрохін², О.О. Котенко², М.І. Медведєв³, М.Г. Ляшенко⁴

¹ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: ewi:nasy@gmail.com

²ДП «НПЦ «Титан» ІЕЗ ім. Є.О.Патона НАН України».

03028, м. Київ, вул. Ракетна, 26. E-mail: titan.paton@gmail.com

³Український державний університет науки і технологій.

49010, м. Дніпро, вул. Лазаряна, 2. E-mail: michael.medvedev4747@gmail.com

⁴ТОВ «ДЗСТ». 52035, с. Горянівське, Дніпропетровська обл., вул. Горянівська, 1. E-mail: mirdzst@i.ua

Проведено дослідно-промислові плавки низькосортного брухту нікелю з метою одержання злиwkів нікелю маркою не нижче НП2, які в подальшому використовуються для одержання напівфабрикатів у вигляді тепло- і холоднодеформованих безшовних труб, в тому числі капілярних, тонкостінних та особливо тонкостінних, кругів, квадратів, шестигранників та ін. Показано, що під час електронно-променевої плавки відбулося значне видалення з брухту нікелю домішкових елементів і якість металу стала відповідати марці нікелю не нижче НП2. З метою подальшого вивчення якості одержаних злиwkів проведено комплексні дослідницькі роботи з виготовлення напівфабрикатів у вигляді тягнутих м'яких прутків діаметром 40 мм та проволочи діаметром 3 мм. Визначено, що механічні властивості напівфабрикатів із нікелю, отриманого способом ЕПП, повністю відповідають вимогам стандартів. Показано, що ефективним способом одержання злиwkів нікелю з вторинної сировини є електронно-променева плавка, оскільки дозволяє забезпечити високий рівень якості одержуваного матеріалу, а якість напівфабрикатів за хімічним складом, структурою і механічними властивостями повністю відповідає вимогам стандартів. Бібліогр. 9, табл. 2, рис. 6.

Ключові слова: електронно-променева плавка, електронно-променева установка, нікель, плавка, зливки, брухт, рафінування

Вступ. Нікель відноситься до групи важких кольорових металів, використовується як у виробництві легованих сталей, так і у виготовленні високотехнологічних розробок у сфері літакобудування, медицини та електроніки [1]. Широке використання нікелю в різних галузях промисловості обумовлене його унікальними властивостями. Так, додавання нікелю у сплави підвищує їх міцність, зносостійкість, корозійну стійкість, тепло- і електропровідність, покращує магнітні та каталітичні властивості.

В Україні розвідані запаси родовищ нікелевих руд невеликі або виснажені, нові родовища недостатньо вивчені, але потреба в таких видах сировини зумовлена зростанням попиту і розвитком промисловості [2]. Тому виробництво нікелю в Україні через невеликі ресурси власної сировини має обмежений розвиток і значною мірою залежить від кон'юнктури цін на світовому ринку.

Сьогодні питома вага вторинної сировини під час виробництва кольорових металів постійно зростає. Аналіз тенденцій виробництва та споживання продукції з нікелю та сплавів на його основі показує, що українські підприємства, які працюють у цьому сегменті ринку, все частіше використовують як вихідну сировину металевий брухт.

У перспективі вторинна сировина має стати основним джерелом отримання багатьох кольорових металів, зокрема нікелю, а її ефективна переробка покриватиме дефіцит балансу між споживанням та власним виробництвом. Залучення вторинної сировини в металургійний цикл виробництва має величезне економічне значення, оскільки дозволяє раціонально витратити природні ресурси, які не відновлюються, знизити техногенне навантаження на навколишнє середовище, отримувати метал більш простими та дешевими способами.

Тому в умовах непередбачуваних змін на світових ринках металургійної продукції перед виробниками елементів конструкцій з нікелю і сплавів на його основі гостро постає питання підвищення ефективності виробництва та забезпечення випуску конкурентної продукції високої якості. Подальше підвищення конкурентоспроможності вітчизняної продукції з нікелю і сплавів на його основі за рахунок суттєвого зниження матеріальних та енергетичних витрат на її виробництво є комплексним завданням, актуальність вирішення якого для України визначається як необхідністю утилізації низькосортного вітчизняного металобрухту з нікелю, так і прагненням виробляти кінцеву про-

С.В. Ахонін — <https://orcid.org/0000-0002-7746-2946>, В.О. Березос — <https://orcid.org/0000-0002-5026-7366>,

О.Г. Єрохін — <https://orcid.org/0000-0003-2105-5783>, О.О. Котенко — <https://orcid.org/0000-0002-0930-9536>,

М.І. Медведєв — <https://orcid.org/0000-0002-1230-420X>

дукцію, що відповідає світовим вимогам. Адже у теперішній час на світових ринках висуваються жорсткі вимоги до якості продукції, виготовленої з вторинної сировини. Тому одним із основних етапів забезпечення якості кінцевих виробів є отримання якісного зливка як вихідної заготовки для подальшої переробки. При цьому для забезпечення необхідного рівня якості зливка слід детальніше вивчити вплив як властивостей вторинної сировини, так і технологічних параметрів ведення процесу. Від раціональної організації цього процесу багато в чому залежить як вихід придатного, так і якість одержуваного металу. Підвищення якості і зниження вартості зливка можливе за рахунок детального вивчення процесів кристалізації та формування дефектів ливарного походження. При цьому важливу роль відіграють процеси рафінування вторинного нікелю при електронно-променевої плавці (ЕПП), які нині вивчені недостатньо. Це особливо актуально при виробництві злиwkів нікелю з низькоякісного брухту, кількість домішок у якому може сягати високих значень.

Тому перспективним напрямом розвитку підприємств, що у своєму виробництві використовують нікель, є створення і впровадження високо-ефективних технологій виробництва очищеного нікелю на базі вторинної сировини.

Перспективним напрямком у сучасній металургії є застосування електронно-променевих джерел нагріву для плавки, рафінування, обробки поверхні та інших технологічних процесів [3].

Дослідження процесів рафінування нікелю від шкідливих домішок способом електронно-променевої плавки були розглянуті в роботах [4–7].

За допомогою ЕПП отримують високочисті зливки тугоплавких і високореакційних металів і сплавів. За своєю якістю зливки після ЕПП перевершують вихідний матеріал. При ЕПП нікелю відбувається ефективно видалення газів та інших домішок. Високий вакуум, краплинне перенесен-



Рис. 1. Низькосортний брухт нікелю

ня та перегрів поверхні металевої ванни при електронно-променевої плавці створюють сприятливі умови для практично повного видалення таких домішок, як As, Zn, Se, Cl, Fe, P, Mg та ін. [4].

Зливки електронно-променевого нікелю мають високу пластичність і легко деформуються при кімнатних температурах [7].

З метою вакуумного рафінування ЕПП здійснюється в мідному водоохолоджуваному кристалізаторі з використанням проміжної ємності шляхом горизонтальної подачі матеріалу, що переплавляється. При цьому шихтові матеріали можуть бути у вигляді злиwkів, шматкової шихти, стрижнів та різних відходів, наприклад пресованої стружки [3].

Методика досліджень. На виробничих потужностях ДП «НВЦ «Титан» ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України» спільно з ТОВ «ДЗСТ» були проведені дослідно-промислові плавки низькосортного брухту нікелю з метою одержання злиwkів нікелю маркою не нижче НІ2 (вміст нікелю не нижче 99,5 мас. %), які в подальшому використовуються для одержання напівфабрикатів у вигляді тепло-та холоднодеформованих безшовних труб (капілярних, тонкостінних та особливо тонкостінних), кругів, квадратів, шестигранників та ін.

У якості шихтової заготовки було використано низькосортний брухт з середнім вмістом нікелю 98 мас. % (рис. 1), який піддавали двократному ЕПП на електронно-променевої установці УЕ-208М [8].

Технологія отримання злиwkів в електронно-променевої установці включала: формування заготовки, що витрачається; підготовку обладнання і технологічного оснащення до плавки; процес плавки; контроль якості виплавленого зливка.

Низькосортний брухт нікелю був очищений від різного походження забруднень поверхні, компактно зашихтований в невитратний короб та завантажений в електронно-променеву установку УЕ-208М (рис. 2).

За технологією ЕПП з проміжною ємністю і порційною подачею рідкого металу в водоохолоджуваний кристалізатор (рис. 3) отримували зливки діаметром 150 мм (рис. 4).

В процесі плавки контролювали наступні технологічні параметри: прискорюючу напругу електронно-променевих гармат, струми променів, швидкість подачі вихідної шихти в зону плавки, швидкість витягування зливка із кристалізатора, температуру охолоджуючої води.

Чисельні значення технологічних параметрів плавки, що використовувалися при переплаві брухту нікелю наступні:



Рис. 2. Шихтова заготовка з низькосортного брухту нікелю

швидкість плавки, кг/год	50
висота порцій, що одночасно заливаються в кристалізатор, мм	10
потужність, кВт:	
в кристалізаторі	25
в проміжній ємності	100

В кінці плавки проводили виведення усадки шляхом поступового зниження потужності обігріву верхнього торця зливка в кристалізаторі.

Бічна поверхня виплавлених зливків після охолодження в вакуумі до температури нижче 200 °С чиста, підвищена концентрація домішкових елементів на поверхні у вигляді окисленого або альфованого шару відсутня (рис. 4). Глибина поверхневих дефектів типу гофр становить 1...3 мм, дефекти у вигляді розривів, тріщин або несплавлень відсутні.

Для оцінки глибини рафінування низькоякісного брухту нікелю під час ЕПП проводили дослідження металу одержаних зливків. Визначення хімічного



Рис. 3. Процес електронно-променевого переплаву нікелю



Рис. 4. Зливок діаметром 150 мм з нікелю електронно-променевого переплаву

складу зразків, відібраних за їх довжиною з верхньої, середньої та нижньої частин проводили методом оптичної емісійної спектрометрії з індуктивно зв'язаною плазмою (ICP-OES) на ICP-спектрометрі ICAP 6500 DUO. Результати аналізу металу отриманих зливків показали, що під час ЕПП відбулося значне видалення з брухту нікелю домішкових еле-

Таблиця 1. Вміст елементів в зливку діаметром 150 мм з нікелю ЕПП, мас. %

Метал	Не більше								
	As	Bi	C	Cd	Cu	Fe	Mg	Mn	P
Після двократного ЕПП	0,0001	0,0001	0,015	0,0001	0,01	0,04	0,0012	0,0023	0,0001
Норма з ДСТУ ГОСТ 492:2007	0,002	0,002	0,1	0,002	0,1	0,1	0,1	0,05	0,002

Закінчення табл. 1

Метал	Не більше							Не менше	
	Pb	S	Sb	Si	Sn	Zn	Co	Ni+Co	
Після двократного ЕПП	0,0001	0,0043	0,0003	0,006	0,0016	0,0001	0,021	99,90	
Норма з ДСТУ ГОСТ 492:2007	0,002	0,005	0,002	0,15	0,002	0,007	0,2	99,5	



Рис. 5. Напівфабрикати з нікелю марки НП2, одержаного способом ЕПП: а — проволока діаметром 3 мм; б — тягнуті м'які прутки діаметром 40 мм

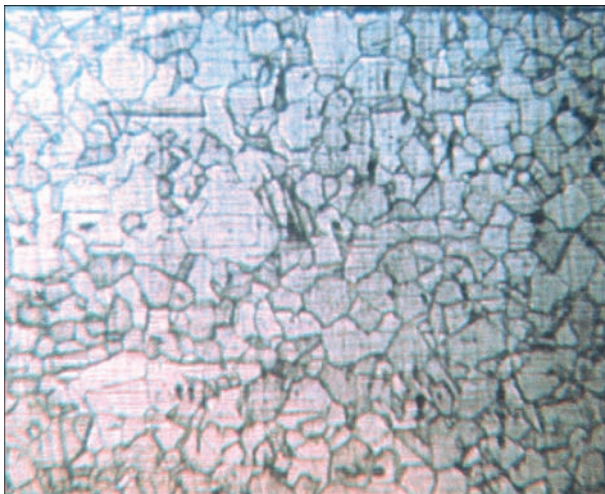


Рис. 6. Макроструктура прутка діаметром 40 мм з нікелю марки НП2, одержаного способом ЕПП

ментів (табл. 1), при цьому якість металу стала відповідати марці нікелю не нижче НП2.

З метою подальшого вивчення якості одержаних зливок проведено комплексні дослідницькі роботи з виготовлення напівфабрикатів на ТОВ «ДЗСТ». Зі зливок нікелю діаметром 150 мм, одержаних способом ЕПП, були виготовлені тягнуті м'які прутки діаметром 40 мм та проволока діаметром 3 мм (рис. 5).

Отримані прутки були піддані термічній обробці (ТО) за наступним режимом: нагрівання до температури 800 °С у вакуумному середовищі; витримка 0,5 год; охолодження з піччю. Після ТО

Таблиця 2. Механічні характеристики тягнутих м'яких прутків діаметром 40 мм

Марка	σ_b , МПа	δ_{10} , %	δ_5 , %
Нікель НП2 ЕПП	375...390	28...32	37...40
ГОСТ 13083-77	>370	>26	>30

прутки були механічно оброблені до необхідних розмірів. З отриманих прутків відібрані проби для дослідження макроструктури. У макроструктурі металу отриманих прутків тріщин, розшарування, порожнин, металевих і неметалевих включень не виявлено. Величина макрозерна відповідає 3–4 балу згідно з ГОСТ 26492–85.

Механічні властивості металу прутків визначали при температурі 20 °С після проведеної термічної обробки. У табл. 2 наведено механічні властивості тягнутих м'яких прутків діаметром 40 мм. Як видно із таблиці, значення механічних характеристик одержаних зразків повністю відповідають вимогам ГОСТ 13083–77 [9], що свідчить про високу якість одержуваного металу за розробленою технологією. Ці дані дозволяють зробити висновок, що механічні властивості напівфабрикатів із нікелю, отриманого способом ЕПП, повністю відповідають вимогам стандартів.

Висновки

Таким чином, за результатами проведеної роботи було показано, що ефективним способом одержан-

ня зливків нікелю з вторинної сировини є електронно-променева плавка, оскільки вона дозволяє забезпечити високий рівень якості одержуваного матеріалу, а якість напівфабрикатів за хімічним складом, структурою та механічними властивостями повністю відповідає вимогам стандартів.

Список літератури

1. Грицай В.П., Бредихін В.М., Червоний І.Ф. та ін. (2010) *Металургія кольорових металів. Підручник. Ч. 5. Металургія кольорових металів. Книга 2. Технологія міді та нікелю.* Червоний І.Ф. (ред.). Запоріжжя, ЗДІА.
2. Пожуєв В.І., Івашченко В.І., Червоний І.Ф., Грицай В.П. (2007) *Металургія кольорових металів. Підручник. 4.1. Червоний І.Ф. (ред.). Ч. I. Запоріжжя, ЗДІА.*
3. Патон Б.Е., Тригуб Н.П., Ахонин С.В., Жук Г.В. (2006) *Електронно-лучевая плавка титана.* Киев, Наукова думка.
4. Дмитренко А.Е., Кожевников О.Е., Пельх В.Н. (2003) *Применение метода электронно-лучевой плавки для рафинирования никеля. Вопросы атомной науки и техники, 5, 162–166.*
5. Ажажа В.М., Зейдлиц М.П., Шевченко С.В., Амоненко В.М. (1973) *Влияние химически активных элементов на свойства никеля электронно-лучевой плавки. Известия АН СССР. Металлы, 4, 157–159.*
6. Тригуб Н.П., Березос В.А., Корнийчук В.Д., Мосунов Ю.А. (2011) *Получение высококачественных слитков-слябов никеля способом электронно-лучевой плавки. Современная электрометаллургия, 2, 16–18.*
7. Мовчан Б.А., Тихоновский А.Л., Курапов Ю.А. (1973) *Электронно-лучевая плавка и рафинирование металлов и сплавов.* Киев, Наукова думка.

8. Ахонин С.В., Пикулин А.Н., Березос В.А. и др. (2019) *Лабораторная электронно-лучевая установка УЭ-208М. Современная электрометаллургия, 3, 15–22.*
9. ГОСТ 13083–77: *Прутки из никеля и кремнистого никеля. Технические условия.*

References

1. Grytsai, V.P., Bredykhin, V.M., Chervonyi, I.F. et al. (2010) *Metallurgy of nonferrous metals: Manual. Pt 5. Book 2, Technology of copper and nickel.* Ed. by I.F. Chervonyi. Zaporizhziya, ZDIA [in Ukrainian].
2. Pozhuev, V.I., Ivashchenko, V.I., Chervonyi, I.F., Grytsai, V.P. (2007) *Metallurgy of nonferrous metals: Manual. Pt 1.* Ed. by I.F. Chervonyi. Zaporizhziya, ZDIA [in Ukrainian].
3. Paton, B.E., Trigub, N.P., Akhonin, S.V., Zhuk, G.V. (2006) *Electron beam melting of titanium.* Kyiv, Naukova Dumka [in Russian].
4. Dmitrenko, A.E., Kozhevnikov, O.E., Pelykh, V.N. (2003) *Application of method of electron beam melting for refining of nickel. Voprosy Atomnoj Nauki i Tekhniki, 5, 162–166* [in Russian].
5. Azhazha, V.M., Zejdlics, M.P., Shevchenko, S.V., Amonenko, V.M. (1973) *Influence of chemically active elements on properties of nickel of electron beam melting. Izv. AN SSSR. Metall, 4, 157–159* [in Russian].
6. Trigub, N.P., Berzozos, V.A., Kornijchuk, V.D., Mosunov, Yu.A. (2011) *Producing of high-quality nickel ingots-slabs by electron beam melting. Advances in Electrometallurgy, 2, 78–81.*
7. Movchan, B.A., Tikhonovsky, A.L., Kurapov, Yu.A. (1973) *Electron beam melting and refining of metals and alloys.* Kyiv, Naukova Dumka [in Russian].
8. Akhonin, S.V., Pikulin, A.N., Berzozos, V.A. et al. (2019) *Laboratory electron beam unit UE-208M. Sovrem. Elektrometal., 3, 15–22* [in Russian].
9. GOST 13083–77: *Rods from nickel and silicon nickel. Specifications.*

NICKEL SCRAP RECYCLING BY ELECTRON BEAM MELTING METHOD

S.V. Akhonin¹, V.O. Berzozos¹, O.G. Erokhin², O.O. Kotenko², M.I. Medvedev³, M.G. Lyashenko⁴

¹E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: ewi:nasy@gmail.com

²SC «SPC «Titan» of the E.O.Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine».

26 Raketna Str., 03028, Kyiv, Ukraine. E-mail: titan.paton@gmail.com

³Ukrainian State University of Science and Technologies.

2 Lazaryan Str., 49010, Dnipro, Ukraine. E-mail: michael.medvedev4747@gmail.com

⁴«DZST» Ltd.

1 Horyanivska Str., Horyanivske Vil., 52035, Dnipropetrovsk Region, Ukraine. E-mail: mirdzst@i.ua

Experimental-industrial melting of low-grade nickel scrap was conducted to obtain nickel ingots of not lower than NP2 grade, which are further used to produce semi-finished products in the form of hot- and cold-formed seamless pipes, including capillary, thin-walled and particularly thick-walled, rings, squares, hexagons, etc. It is shown that during electron beam melting a significant removal of impurity elements from the nickel scrap occurred, and metal quality began to correspond to nickel grade not lower than NP2. In order to further study the produced ingot quality, comprehensive research work was performed on manufacturing semi-finished products in the form of elongated soft rods of 40 mm diameter and wire of 3 mm diameter. It was determined that mechanical properties of semi-finished products from EBM nickel fully meet the standard requirements. It is shown that electron beam melting is an efficient method of producing nickel ingots from secondary raw materials, as it allows ensuring a high level of the produced material quality, and the semi-finished product quality fully meets the standard requirements by chemical composition, structure and mechanical properties. 9 Ref., 2 Tabl., 6 Fig.

Keywords: electron beam melting, electron beam unit, nickel, melting, ingot, scrap, refining

Надійшла до редакції 31.10.2023

ВПЛИВ ТЕКСТУРИ ФЕРОМАГНІТНИХ ПОКРИТТІВ Co–Fe НА ЇХ ДЕМПФУЮЧУ ЗДАТНІСТЬ

О.С. Кременчутський¹, С.С. Поліщук²

¹ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: kremens44@gmail.com

²Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України.

03142, м. Київ, бульвар Академіка Вернадського, 36. E-mail: serg.polis7@gmail.com

Досліджено вплив текстури покриттів із сплаву Co–Fe, отриманих методом електронно-променевого вакуумного осадження (EB PVD), на їх демпфуючу здатність. Встановлено, що амплітудна залежність демпфуючої здатності покриття з аксіальною текстурою типу <111> описується кривою з чітко вираженим максимумом, тоді як у покриттях з багатокомпонентною аксіальною текстурою <100> + <111> + <110> цей максимум розмивається і зміщується в область більш високих амплітуд деформації. В рамках моделі Сміта–Берча проведено аналіз впливу типу аксіальної текстури покриттів та величини внутрішніх (залишкових) напружень на амплітудну залежність демпфуючої здатності. Показано, що перехід від однокомпонентної до багатокомпонентної текстури покриття супроводжується головним чином зменшенням висоти максимуму демпфуючої здатності її амплітудної залежності, тоді як збільшення внутрішніх напружень в покритті призводить до зміщення і розмиття максимуму демпфуючої здатності. На цій підставі зроблено висновок, що максимальний рівень амплітудної залежності демпфуючої здатності у покриттях Co–Fe можна досягти за умови отримання в них аксіальної текстури типу <111> з мінімальним рівнем внутрішніх напружень. Бібліогр. 15, табл. 2, рис. 10.

Ключові слова: EB PVD, покриття, сплав Co–Fe, демпфуюча здатність, текстура, внутрішні напруження

Вступ. Пригнічення резонансних коливань (РК) у виробках, що піддаються інтенсивним вібраціям, наприклад, у лопатках газотурбінних двигунів є необхідною умовою запобігання їх передчасного руйнування [1]. Використання високодемфуючих покриттів для подібних виробів розглядається як один із засобів зниження в них амплітуди РК. У роботах [2–4] показана можливість використання феромагнітних покриттів, які поєднують високу демпфуючу здатність (ДЗ) з прийнятними механічними і корозійними властивостями.

У феромагнетиках з ОЦК решіткою дисипація механічної енергії пов'язана переважно з незворотним зміщенням границь 90°-них магнітних доменів під дією динамічних напружень. У роботі [5] запропонована модель, яка описує магніто-механічне загасання (ММЗ) коливань, з якої випливає, що максимальна величина демпфування пропорційна магнітострикції насичення матеріалу, а варіація амплітудної залежності характеристик ДЗ визначається рівнем і дисперсією залишкових (внутрішніх) напружень, які перешкоджають руху границь магнітних доменів.

У роботі [6] показано, що величина магнітострикції в масивному текстурованому матеріалі змінюється в залежності від напрямку дії на нього зовнішнього напруження. Тому можна очікувати, що ДЗ покриттів з феромагнітних матеріалів буде залежати від типу текстури покриттів і залишкових напружень в їх об'ємі.

Відомо, що на мікроструктуру вакуумних конденсатів в значній мірі впливає температура їхнього осадження, зокрема, при температурах осадження T_d для яких приведена температура $T_d/T_m = 0,3...0,5$, де T_m — температура плавлення металу, що конденсується, відповідних другій структурній зоні [7], для якої характерна стовпчаста мікроструктура покриття. При цьому товщина стовпчастих кристалітів зменшується по мірі зниження температури осадження конденсату. На прикладі вакуумних конденсатів Cu [8] та Ni [9] показано, що зі зменшенням товщини кристалітів змінюється і їх кристалографічна текстура, причому це супроводжується трансформацією монодоменної структури покриттів в полідоменну субструктуру, коли стовпчасті кристаліти фрагментуються внаслідок утворення в них двійників. Такі зміни мікроструктури в покриттях з феромагнітних матеріалів можуть істотно впливати на рухливість границь магнітних доменів і, відповідно, на їх ДЗ.

Рухливість границь магнітних доменів визначається також щільністю дислокацій в об'ємі покриття. У роботі [10] показано, що збільшення щільності дислокацій у покритті Co–20 мас. % Fe за рахунок послідовної пластичної деформації ударною ультразвуковою хвилею призводить до зміщення амплітудного максимуму логарифмічного декременту коливань (ЛДК) і зниження його висоти.

О.С. Кременчутський — <https://orcid.org/0000-0001-7650-0122>, С.С. Поліщук — <https://orcid.org/0000-0002-8403-5360>

Виходячи з викладеного вище, на прикладі покриттів зі сплаву Co–Fe з ММЗ коливань, отриманих за різних умов їх осадження, досліджено вплив текстури на амплітудну залежність характеристик ДЗ феромагнітних сплавів з ОЦК решіткою.

Феромагнітний сплав Co–Fe як об'єкт дослідження обрали з урахуванням його високої ДЗ в широкому температурному інтервалі, що важливо в плані розробки демпфуючих покриттів на основі матеріалів даного класу та їх практичного застосування [11].

Методика експерименту. Покриття Co–20 % Fe товщиною 90...120 мкм осаджували методом EB PVD на підкладки товщиною 1,8 мм, виготовлені у формі подовженої трапеції з листа сплаву Ti–6–4 (рис. 1). Покриття отримували в стаціонарних і нестационарних умовах при температурах підкладок 350...500 °С. У першому випадку підкладка знаходилася над випарником нерухомо, у другому — оберталася навколо її поздовжньої осі зі швидкістю 80 об/хв у процесі формування покриття.

Характеристики ДЗ матеріалу покриттів (амплітудні залежності ЛДК) досліджували на лабораторній установці, яка описана в роботі [12]. Первинні значення ЛДК системи підкладка–покриття вимірювали в режимі вільно загасаючих згинних коливань частотою 130...150 Гц. Власні значення ЛДК матеріалу покриттів визначали за методикою, описаною в роботі [13], виходячи з первинних даних для зразків з покриттями та без них. Такий підхід дозволяє виключити неоднорідність розподілу деформації по поверхні зразка, тобто представляє деформацію матеріалу покриття в наближенні чистого вигину, а також дає можливість усунути вплив товщини покриття на його ДЗ.

Дослідження мікроструктури покриттів проводили на зразках–свідках, отриманих в ідентичних

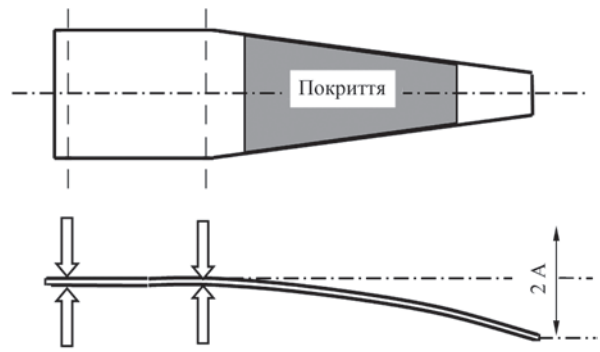


Рис. 1. Загальний вигляд підкладки трапецієподібної форми з покриттям Co–20 % Fe для дослідження характеристик ДЗ системи підкладка–покриття

умовах осадження. Для цього використовували пластини розміром 5×10 мм зі сплаву Ti–6–4, які закріплювали поблизу підкладки на її тримачі. Надалі ці зразки–свідки механічно розрізали на дві частини, з яких виготовляли зразки для електронно-мікроскопічного та рентгенівського досліджень. Підкладки трапецієподібної форми з покриттям не піддавали будь-якій обробці і використовували надалі для встановлення характеристик їх ДЗ.

На рис. 2 представлено загальний вигляд мікроструктури і розподіл хімічних елементів за товщиною поперечного перерізу зразка–свідка. Видно, що мікроструктура матеріалу однорідна, а на границі розділу підкладки і покриття немає дефектів, які сприяють зниженню адгезії між ними.

Для рентгеноструктурного аналізу покриттів Co–Fe використовували дифрактометр ДРОН-4М у випромінюванні мідного анода. На рис. 3 представлені дифрактограми покриттів, осаджених при різних умовах. Видно, що на обох дифрактограмах присутні лише максимуми ОЦК структури. Звертає на себе увагу той факт, що співвідношення інтенсивностей дифракційних піків змінюється при переході від покриттів, отриманих в стаціонарних умовах, і при обертанні підкладки.

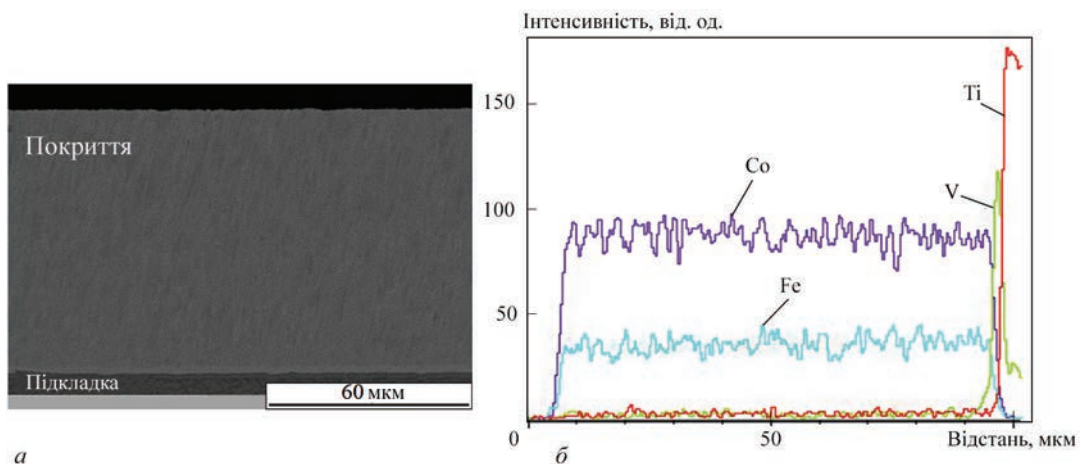


Рис. 2. Загальний вигляд мікроструктури (а) і розподіл хімічних елементів (б) за товщиною поперечного перерізу зразка–свідка з покриттям Co–20 % Fe

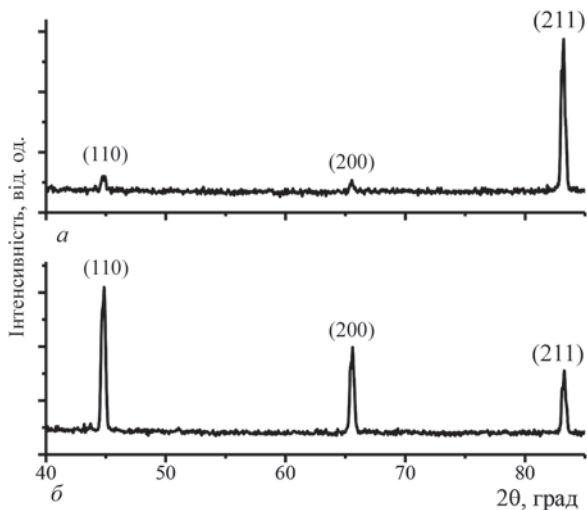


Рис. 3. Дифрактограма покриттів Co–20 % Fe, осаджених в стаціонарних умовах (а) і в обертанні підкладки (б)

Аналіз кристалографічної текстури покриттів проводили за допомогою рентгенівського дифрактометра ДРОН-3, оснащеного текстурною приставкою, в CuK_α випромінюванні. Вимірювання проводили з використанням геометрії паралельного пучка при кутах сканування від 0 до 80° і від 0 до 360° для α та β відповідно. Дані, отримані на безтекстурному зразку BaTiO_3 , були використані для обліку ефекту дефокусування. Аналіз кристалографічної текстури було проведено шляхом побудови прямих і зворотних полюсних фігур (ПФ) з використанням пакету програм MTEX Matlab [14].

Демпфуючі властивості покриттів. На рис. 4 представлені амплітудні залежності ЛДК, що відображають ДЗ систем підкладка–покриття, отриманих в умовах стаціонарного і нестационарного осадження покриттів. Видно, що ДЗ обох коливальних систем у кілька разів більша, ніж підкладки без покриття, причому у випадку покриття, яке осаджене при нерухомій підкладці, рівень ДЗ помітно вище в порівнянні з покриттям, осадженим на підкладку, що обертається.

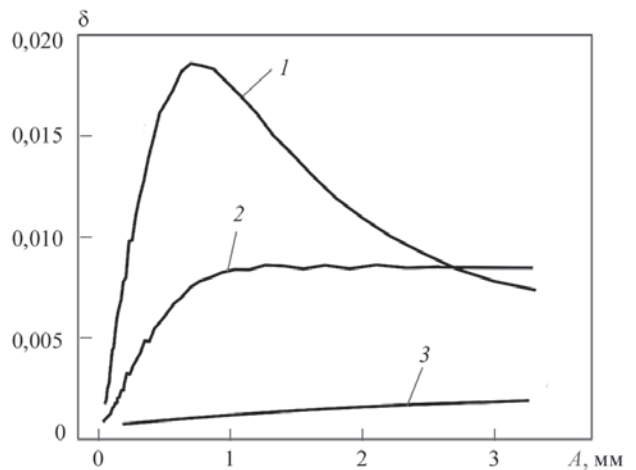
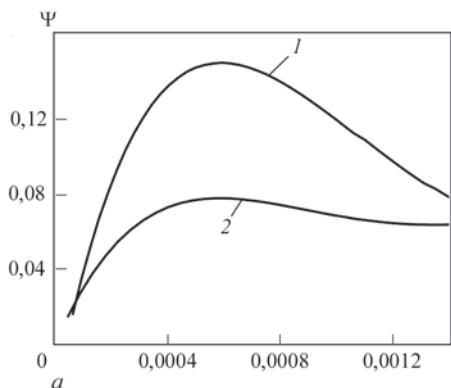


Рис. 4. Амплітудні залежності ЛДК для підкладок з покриттями Co–20 % Fe, осадженими на нерухому підкладку (1), яка обертається (2) і для підкладки без покриття (3)

На рис. 5 представлені розраховані амплітудні залежності власних значень ДЗ для матеріалу покриттів, одержаних у стаціонарному та нестационарному умовах осадження. Можна відмітити, що рівень ДЗ покриття, отриманого в стаціонарних умовах, майже вдвічі більший, ніж покриття, осадженого в нестационарних умовах. З порівняння форми кривих амплітудних залежностей видно, що для покриття, осадженого в стаціонарних умовах, швидкість зниження кривої для спадної частини максимуму різкіша.

Висота і профіль максимуму ММЗ визначаються магнітострикцією насичення та залишковими напруженнями [5]. Враховуючи, що величина магнітострикції матеріалу залежить від його текстури [6], припустили, що відмінності в кривих амплітудної залежності ДЗ матеріалів покриття Co–Fe, отриманих в різних умовах їх осадження (рис. 5), обумовлені їх різною текстурою.

Мікроструктура покриттів. Характерна мікроструктура покриття Co–20 % Fe представлена на рис. 6. Видно, що покриття складається зі

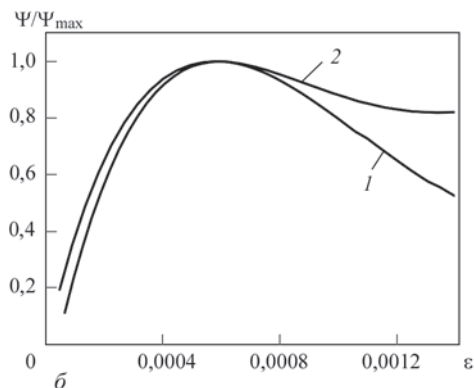


Рис. 5. Амплітудні залежності коефіцієнта енергетичних втрат ($\psi = 2\delta$, де δ — власні значення ЛДК) власних (а) та нормованих на максимальне (ψ_{max}) (б) значень для покриттів Co–20 % Fe, осаджених в стаціонарних (1) і нестационарних (2) умовах

стовпчастих зерен, орієнтованих перпендикулярно поверхні підкладки.

Виявилося, що таким покриттям характерна не тільки витягнутість зерен у напрямку їх зростання, а також наявність певної переважної кристалографічної орієнтації. На рис. 7, *а* представлені ПФ (110), (100) і (211), побудовані для покриття Со–20 % Fe, осадженого в стаціонарних умовах. Видно, що розподіл щільності полюсів (110) і (100) має кільцевий характер. З урахуванням кутової відстані кільцевих розподілів дійшли висновку, що такий вид розподілу полюсної щільності можна отримати у разі аксіальної текстури з переважною орієнтацією кристалітів у напрямку $\langle 111 \rangle$. На рис. 7, *б* представлені ПФ покриття Со–20 % Fe, осадженого в нестаціонарних умовах. Видно, що і в цьому випадку формується аксіальна текстура, проте зерна переважно орієнтовані вздовж осі $\langle 100 \rangle$, де спостерігається максимум полюсної щільності в центрі ПФ.

Для оцінки об'ємної частки кристалітів, що характеризуються різними орієнтаціями на основі отриманих результатів по розподілу полюсної щільності, були побудовані зворотні ПФ. На рис. 8 представлені зворотні ПФ, побудовані для покриттів Со–20 % Fe, осаджених у стаціонарних та нестаціонарних умовах. Видно, що у випад-

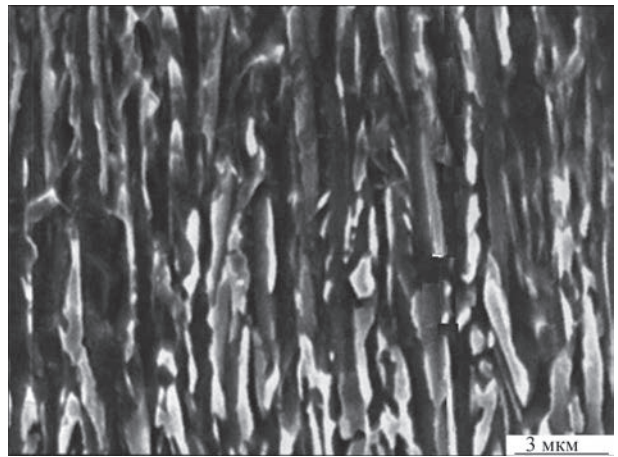


Рис. 6. Мікроструктура поперечного перерізу покриття Со–20 % Fe, що протравлена для виявлення границь зерен

ку покриття, осадженого в стаціонарних умовах, аксіальна текстура є однокомпонентною типу $\langle 111 \rangle$, а в покритті, отриманому в нестаціонарних умовах — багатокомпонентною $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$. Причому об'ємні частки компонентів відрізняються. Найбільша об'ємна частка властива компоненті аксіальної текстури типу $\langle 100 \rangle$, найменша — компоненті $\langle 110 \rangle$ (табл. 1).

Видно, що в багатокомпонентній тектурі покриття, осадженого в нестаціонарних умовах, незважаючи на присутність компонентів $\langle 111 \rangle$ і $\langle 110 \rangle$,

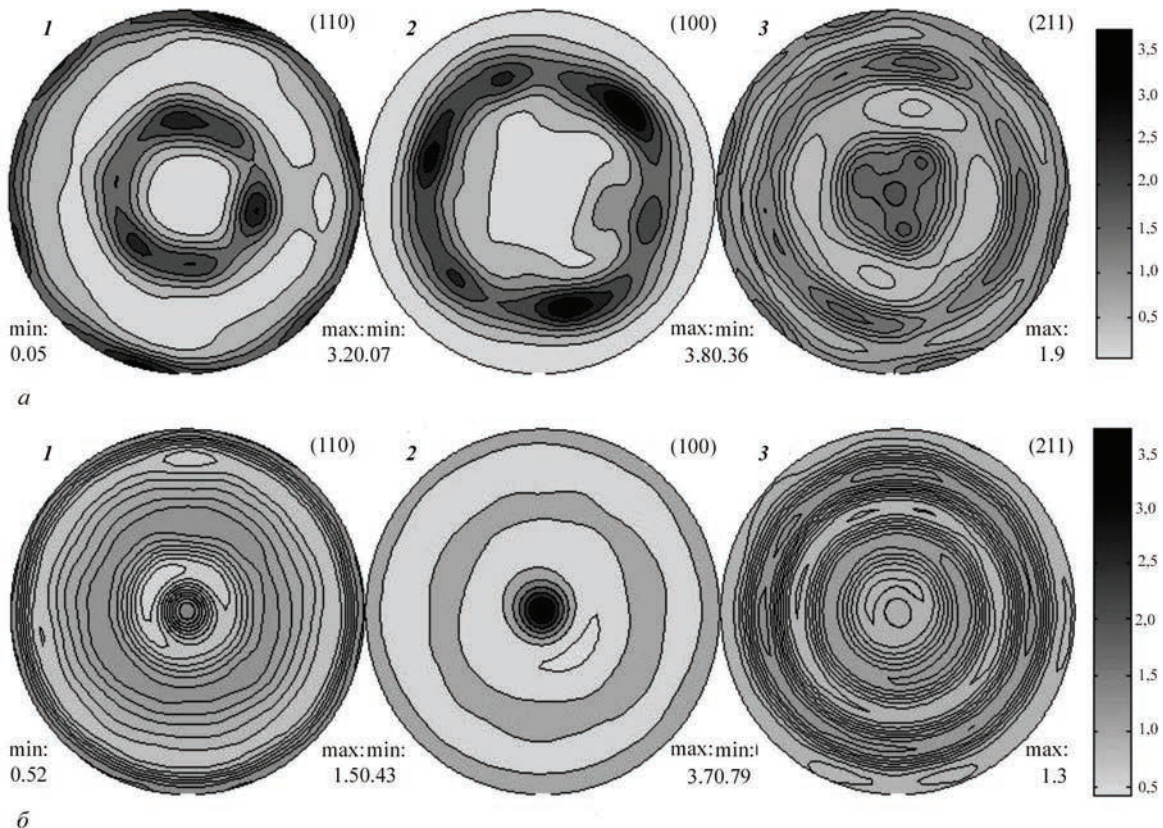


Рис. 7. Розподіл щільності полюсів для покриттів Со–20 % Fe, що осаджені на поверхню титанової пластини в стаціонарних (*а*) і нестаціонарних (*б*) умовах: 1 — (110), 2 — (100) і 3 — (211)

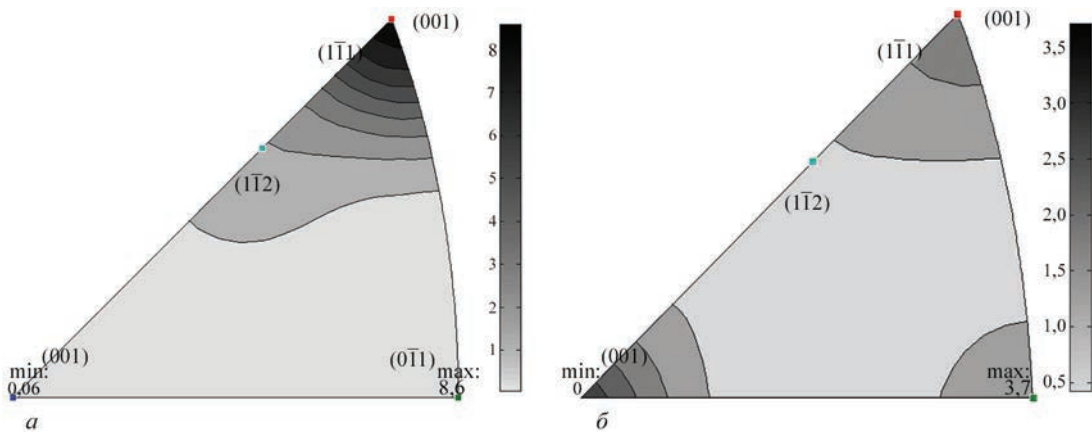


Рис. 8. Зворотні ПФ, побудовані в напрямку, перпендикулярному до поверхні покриття Co–20 % Fe, осадженого в стаціонарних (а) та нестаціонарних (б) умовах

домінуючою є текстурна компонента <100>. Покриття, осаджене в стаціонарних умовах, має однокомпонентну аксіальну текстуру <111>.

Вплив текстури на амплітудну залежність ДЗ покриттів. Згідно моделі Сміта–Берча [5], висота максимуму ММЗ в матеріалах з ОЦК решіткою визначається залежністю:

$$\left(\frac{\Delta U}{U}\right)_{\max} = \frac{3KE\lambda_s}{2\Delta\sigma_i} \times \left\{1 - \left[\frac{1 - \frac{\Delta\sigma_i}{\sigma_i}}{1 + \frac{\Delta\sigma_i}{\sigma_i}}\right]^{2/3}\right\}, \quad (1)$$

де K — постійна, яка залежить від форми петлі гістерезису; E — модуль пружності; λ_s — магнітострикція насичення; $\Delta\sigma_i$ — дисперсія величини внутрішніх напружень; σ_i — середнє значення внутрішніх напружень.

В роботі [6] було показано, що величина λ_s визначається типом аксіальної текстури матеріалу та напрямком прикладання знакозмінних деформацій. На основі отриманих даних про текстуру покриттів і враховуючи напрям їх деформації при коливаннях плоских зразків, були розраховані значення λ_s для покриттів з різною текстурою (табл. 2), використовуючи методику [6] та експериментальні значення магнітострикції для сплаву Co–Fe вздовж кристалографічних напрямків <100> та <111> [15].

Таблиця 1. Характеристики аксіальних текстур зразків, одержаних у процесі осадження сплаву Co–20 % Fe на титанові підкладки

Умови осадження покриття	Об’ємна доля компонентів текстури		
	<110>	<100>	<111>
Стаціонарні	0,0	0,0	1,0
Нестаціонарні	0,16	0,6	0,24

Для оцінки впливу типу текстури проведемо розрахунок амплітудної залежності коефіцієнта енергетичних втрат ψ для покриттів з різною аксіальною текстурою. Відповідно до моделі Сміта–Берча ця залежність визначається виразом:

$$\psi = (2KE\lambda_s/\sigma_i) \{ [1 - \exp(-2x)] \times (1 + 2x + 2x^2)/x^2 \}, \quad (2)$$

де $x = \sigma/\sigma_i$; σ — амплітуда знакозмінних напружень зразка, що коливається.

У роботі [2] показано, що задовільна відповідність між вимірними експериментально значеннями ДЗ зразка для різних амплітуд коливання і значеннями, розрахованими за формулою (2), можна отримати при умові, що величина внутрішніх напружень $\sigma_i = 17,5$ МПа.

На рис. 9, а наведені амплітудні залежності коефіцієнта енергетичних втрат матеріалу покриття з різними типами текстури. Видно, що при зміні типу аксіальної текстури висота максимуму ДЗ змінюється: найбільше значення спостерігається у випадку аксіальної текстури типу <111>, а найменше — <100>. Проте форма амплітудної залежності ДЗ для покриттів з різною текстурою залишається незмінною (рис. 9, б).

В порівнянні цих залежностей з експериментальними результатами, отриманими для покриттів з різним типом аксіальної текстури (рис. 5), можна припустити, що зміна типу аксіальної текстури покриття може привести лише до зниження рівня ДЗ. Разом з тим на експериментальних амплі-

Таблиця 2. Величина магнітострикції насичення покриття Co–20 % Fe з різними типами аксіальної текстури при його розтягуванні/стисканні

Тип аксіальної текстури покриття	<100>	<110>	<111>
Величина магнітострикції насичення, 10^{-6}	92,8	118,5	317,8

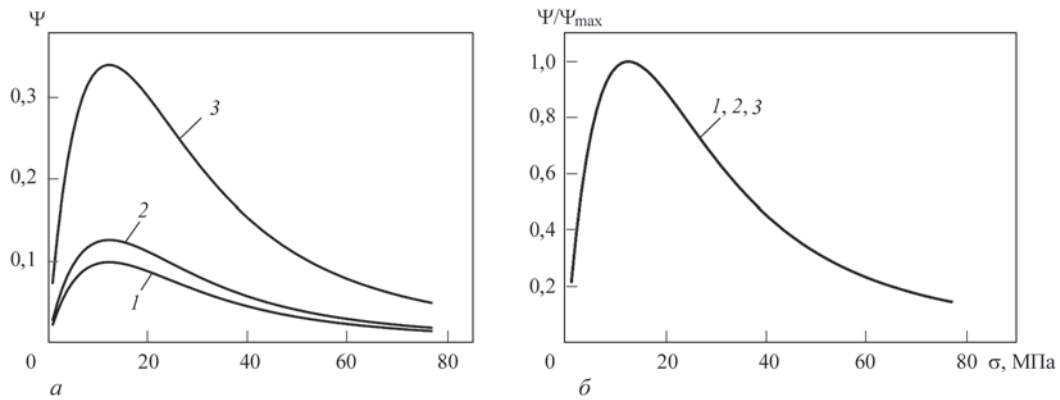


Рис. 9. Амплітудні залежності коефіцієнта енергетичних втрат покриттів з аксіальними текстурами типу <100> (1), <110> (2) та <111> (3) при однаковому рівні внутрішніх напружень (а) і нормовані на максимальне значення Ψ_{\max} (б)

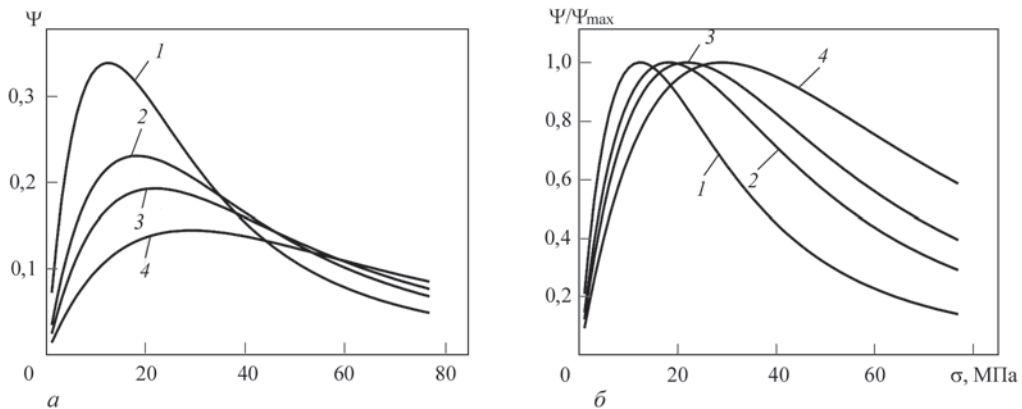


Рис. 10. Амплітудні залежності коефіцієнта енергетичних втрат покриттів з аксіальною текстурою типу <111> при різних рівнях внутрішніх напружень σ , МПа: 1 — 17,5; 2 — 25; 3 — 30; 4 — 40 (а) і нормовані на максимальне значення Ψ_{\max} (б)

літудних залежностях коефіцієнта енергетичних втрат для покриттів, отриманих в різних умовах, видно не тільки зниження величини максимуму ДЗ, але й його форми (максимум розмивається в бік більших амплітуд деформації). Тому припустили, що таке явище може бути пов'язане зі зміною внутрішніх напружень в покриттях, отриманих при різних умовах. Для з'ясування такої можливості були розраховані амплітудні залежності коефіцієнта енергетичних втрат матеріалу покриття з різним рівнем внутрішніх напружень.

З представлених на рис. 10 розрахованих амплітудних залежностей коефіцієнта енергетичних втрат матеріалу покриття з однаковим типом аксіальної текстури, але з різним рівнем внутрішніх напружень видно, що при підвищенні внутрішніх напружень відбувається зменшення висоти піку, його зміщення та його розширення в бік більших амплітуд напружень при знакозмінній деформації.

Відповідно до отриманих результатів моделювання можна припустити, що при зміні умов отримання покриттів зміна їх амплітудної залежності ДЗ обумовлена головним чином зміною аксіальної текстури покриттів з однокомпонентної типу

<111>, що формується при стаціонарних умовах осадження, на багатокомпонентну <100> + <111> + <110>, сформовану в нестаціонарних умовах осадження. Однак, оскільки, як видно з рис. 5, для покриттів, осаджених в нестаціонарних умовах, спостерігається не тільки зниження висоти максимуму на амплітудній залежності ДЗ, але і його розмиття, можна припустити, що такі зміни обумовлені підвищенням рівня внутрішніх напружень в покриттях з багатокомпонентною текстурою.

Висновки

1. ДЗ титанових пластин із покриттями з феромагнітного сплаву Со–20 % Fe змінюється в залежності від умов осадження покриттів. В стаціонарних умовах їх осадження характеристики ДЗ системи підкладка–покриття описуються кривою з максимумом, тоді як у нестаціонарних умовах — кривою з насиченням із боку великих амплітуд коливань.

2. Власні значення ДЗ покриттів Со–20 % Fe, сформованих у стаціонарних умовах, більші приблизно вдвічі, ніж покриттів, отриманих в нестаціонарних умовах.

3. Встановлено, що умови осадження покриттів Co–20 % Fe впливають на характеристики текстури матеріалу покриття. При стаціонарних умовах осадження формується аксіальна текстура типу $\langle 111 \rangle$, а за нестаціонарних умов — багатоконпонентна типу $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$.

4. Рівень ДЗ покриттів Co–20 % Fe з аксіальною текстурою типу $\langle 111 \rangle$ обумовлений високим значенням величини магнітострикції, що узгоджується з моделлю Сміта–Берча для магнітомеханічного демпфування.

5. Зменшення рівня демпфування в покриттях Co–20 % Fe з багатоконпонентною аксіальною текстурою типу $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ може бути наслідком як зниження середнього значення величини магнітострикції, так і підвищення рівня внутрішніх напружень.

Список літератури/References

1. Matveev, V.V. (1985) *Vibration damping of deformed bodies*. Kyiv, Naukova Dumka [in Russian].
2. Yen, H.-Y., Herman Shen, M.-H. (2001) Passive vibration suppression of beams and blades using magnetomechanical coating. *J. of Sound and Vibration*, 245(4), 701–714. DOI: <https://doi.org/10.1006/jsvi.2001.3561>
3. Torvik, J., Langley, B. (2015) Material properties of hard coatings developed for high damping. In: *Proc. of 51st AIAA/SAE/ASEE Joint Propulsion Conf. (Orlando, Florida, USA, July 29, 2015)*, 4195. DOI: <https://doi.org/10.2514/6.2015-4195>
4. Ustinov, A.I., Movchan, B.A., Lemke, F., Skorodzievskii, V.S. (2001) Damping capacity of Co–Ni and Co–Fe coatings produced by electron-beam deposition. *Vibr. Tekh. Tekhnol.*, 4, 123–126 [in Russian].
5. Smith, G.W., Birchak, J.R. (1969) Internal stress distribution theory of magnetomechanical hysteresis—an extension to include effects of magnetic field and applied stress. *J. Appl. Phys.*, 40, 5174–5178. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.1657370>
6. Frank, R.C., Johnson, B.G., Schroeder, C.W. (1969) Crystal orientation and magnetomechanical damping of torsional vibrations. *J. Appl. Phys.*, 40, 3189–3192. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.1658164>
7. Movchan, B.A., Demchishin, A.V. (1969) A study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminum oxide and zirconium dioxide. *Fiz. Metall. Metalloved.*, 28(4), 653–660 [in Russian].
8. Ustinov, A.I., Fesyun, E.V., Melnichenko, T.V., Romanenko, S.M. (2007) Effect of substrate temperature on micro- and substructure of copper condensates deposited from a vapor phase. *Advances in Electrometallurgy*, 4, 18–24.
9. Ustinov, A.I., Skorodzievskii, V.S., Fesiun, E.V., Taranenko, V.N. (2012) Structure and mechanical properties of nanostructured vacuum nickel condensates. *Nanosystemy, Nanomaterialy, Nanotekhnologii*, 10(1), 11–18 [in Russian].
10. Ustinov, A.I., Movchan, B.A., Skorodzievskii, V.S. et al. (2004) Effect of thermomechanical treatment onto damping capacity Co–20 % Fe coatings. *Vibr. Tekh. Tekhnol.*, 3, 104–106 [in Russian].
11. Herman Shen, M.-H. (2008) *Free layer blade damper by magneto-mechanical materials*. United States. Pat. WO 2008/127375 A1.
12. Ustinov, A.I., Nekrasov, A.A., Perederiy, V.A. et al. (2012) Device for dissipative properties research of metallic flat samples and coatings. *Zavod. Laboratoriya*, 10, 41–44 [in Russian].
13. Ustinov, A.I., Skorodzievskii, V.S., Kosenko, N.S. (2007) A study of the dissipative properties of homogeneous materials deposited as coatings. Pt 1. Method for the determination of the amplitude dependence of the true vibration decrement of the coating material. *Strength Mater.*, 39(6), 663–670. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11223-007-0076-3>
14. Hielscher, R., Schaeben, H. (2008) A novel pole figure inversion method: Specification of the MTEX algorithm. *J. Appl. Cryst.*, 41, 1024–1037. DOI: <https://doi.org/10.1107/s0021889808030112>
15. Noro, S., Ohtake, M., Kawai, T. et al. (2022) Magnetostrictive properties of Co–Fe alloy epitaxial thin films with Co-rich composition. *AIP Advances*, 12, 035144. DOI: <https://doi.org/10.1063/9.0000352>

EFFECT OF THE TEXTURE OF FERROMAGNETIC Co–Fe COATINGS ON THEIR DAMPING CAPACITY

O.S. Kremenchutskyi¹, S.S. Polishchuk²

¹E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: kremens44@gmail.com

²G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of the NAS of Ukraine.

36 Academician Vernadsky Blvd, 03142, Kyiv, Ukraine. E-mail: serg.polis7@gmail.com

The influence of the crystallographic texture of Co–Fe coatings produced by the electron beam physical vapor deposition (EB PVD) on their damping capacity (DC) has been studied. It is found that the amplitude dependence of the DC of a coating with a fiber $\langle 111 \rangle$ texture exhibits a prominent maximum, while that of a coating with a multicomponent $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle + \langle 110 \rangle$ fiber texture shows the blurred maximum which has shifted to the higher amplitude deformations. The effect of both the fiber texture type and the level of internal (residual) stresses in the Co–Fe coatings on the amplitude dependence of the DC has been analyzed within the framework of the Smith–Birchak model. It is shown that the transition from a single-component to a multi-component coating texture reduces the DC maximum value. In contrast, an increase in the internal stresses in the coatings leads to a shift and blurring of the DC maximum. On this basis, it is concluded that the maximum DC for Co–Fe coatings can be achieved provided that they have a fiber $\langle 111 \rangle$ texture and a minimum level of internal stresses. 15 Ref., 2 Tabl., 10 Fig.

Keywords: EB PVD, coating, Co–Fe alloy, damping capacity, texture, internal stresses

Надійшла до редакції 14.11.2023

ДОСЛІДЖЕННЯ ЯКОСТІ МЕТАЛУ ЛЕГОВАНОЇ АЛЮМІНІЄМ І ХРОМОМ ВИСОКОМАРГАНЦЕВОЇ СТАЛІ ПІСЛЯ ЕЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВУ

В.А. Зайцев, Ю.В. Костецький, Г.О. Полішко, В.А. Костін, В.П. Петренко, Є.О. Педченко

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: y.kostetsky@paton.kiev.ua

Представлено результати дослідження впливу електрошлакового переплаву на властивості металу злитків високомарганцевої сталі, легованої алюмінієм і хромом. Розглянуто особливості формування структури високолегованих марганцевих сталей, які одночасно з міцністю демонструють пластичність та зменшену щільність і є складними для розливання сплавами, схильними до гарячого розтріскування, утворення грубої структури та розвитку макро- і мікроліквації. Виконані дослідження, які підтверджують висновки, що для сталей даного типу необхідно ретельно контролювати умови твердіння. Отримані результати ілюструють значний вплив швидкості охолодження на утворення тріщин, сегрегацію марганцю і алюмінію та параметри дендритної структури сплаву. Електрошлаковий переплав забезпечив покращення структури і призвів до зменшення розміру неметалевих включень у досліджуваному металі без суттєвих змін вмісту Mn, Al, C, що є однією з умов одержання гомогенних злитків великого розміру. Металографічними дослідженнями показано, що мікроструктура усіх зразків досліджуваної сталі є характерною для аустенітної сталі з дендритним ростом кристалів. Дендритна структура в металі злитка ЕШП є рівномірною, відстані між осями першого і другого порядку в середній і верхній частинах злитку становлять 136,6...146,5 і 60,54...8,92 мкм відповідно. Завершення формування необхідної кінцевої мікроструктури досліджуваної сталі відбувається після подальшої термічної і термомеханічної обробки. ЕШП литих заготовок дозволяє досягти необхідного рівня однорідності металу і визначеного рівня властивостей у кінцевому виробі з меншою кількістю етапів та тривалості термомеханічної обробки й зменшити витрати ресурсів. Бібліогр. 32, табл. 1, рис. 9.

Ключові слова: високоміцна легка сталь, злиток, електрошлаковий переплав, мікроструктура, ліквація, фазовий склад

Вступ. Розвиток сучасної промисловості передбачає не тільки розробку і застосування нових конструкційних матеріалів, але й створення ефективних технологій їх отримання. За останні декілька десятиліть виконано багато досліджень, присвячених вивченню властивостей сталей Fe–Mn–Al–C [1–5] з погляду на можливість їх застосування в енергетиці, хімічній, гірничодобувній та оборонній промисловостях, інфраструктурному будівництві, транспортному машинобудуванні. Певний час сталі Fe–Mn–Al–C розглядали як можливу заміну звичайних хромо-нікелевих нержавіючих сталей [5]. У 80–90-х роках минулого століття активно досліджували їх корозійну стійкість, зварюваність, стійкість до окислення, вплив температури, хімічного складу і мікроструктури на механічні властивості [4, 5]. Одним з важливіших результатів цих досліджень стало усвідомлення і розуміння зв'язку між механізмами деформації та механічними властивостями, що привернуло увагу академічної спільноти і забезпечило швидкий прогрес у подальшому розробленні та застосуванні сталей Fe–Mn–Al–C у автомобілебудуванні. Зараз дослідницькі групи по всьому світу докладають зусиль для подальшо-

го вивчення сталей Fe–Mn–Al–C, щоб зробити їх більш доступними та розширити коло можливого застосування.

З початку 2000-х років значна увага була приділена дослідженню сталей Fe–Mn–Al–C зі зменшеною щільністю, які призначені для використання у різних конструкціях [3–5]. Ці сталі можуть містити 3...30 % Mn, 3...12 % Al, 0,1...1,5 % C і відрізняються унікальним комплексом механічних властивостей з межею текучості 0,4...1,0 ГПа, межею міцності на розрив 0,6...2,0 ГПа, відносним подовженням 30...100 % [6–9]. Алюміній у складі сплаву забезпечує зменшення щільності металу. Кожен додатковий один відсоток алюмінію дає зменшення щільності металу приблизно на 1,3 %, а також зменшення значення модуля пружності на 2 % й збільшення міцності на 40 МПа [6, 10, 11]. Сталі цієї системи з вмістом алюмінію більше ніж 6 % виділили у новий клас високоміцних легких сталей (low-density/lightweight steels).

Залежно від хімічного складу високоміцні легкі сталі Fe–Mn–Al–C можуть мати аустенітну, феритну або подвійну (дуплексну) матрицю, що складається з фериту й аустеніту [4, 10]. Завдяки

Ю.В. Костецький — <https://orcid.org/0000-0003-0742-0684>, Г.О. Полішко — <https://orcid.org/0000-0001-7543-280X>,
В.А. Костін — <https://orcid.org/0000-0002-2677-4667>, В.П. Петренко — <https://orcid.org/0000-0003-2440-1901>,
Є.О. Педченко — <https://orcid.org/0000-0002-8824-4389>

присутності нанорозмірних к-карбідів в аустенітній матриці ці сплави показують одночасно чудову міцність і пластичність [4, 5]. Спочатку вважалося, що к-карбіди погіршують пластичність і для придушення їх утворення до складу сплаву пропонували додавати бор, титан, ніобій [9, 12]. Однак пізніше було визнано, що за умови оптимізації морфології, розміру та розподілу к-карбіди можуть одночасно підвищувати як міцність, так і пластичність [9, 13]. Зазвичай небажаними є грубі міжкристалічні к-карбіди, тоді як внутрізеренні нанорозмірні к-карбіди сприяють покращенню механічних властивостей [14]. Внесок нанорозмірних к-карбідів у підвищення межі текучості сталі в 1,78 рази перевищує ефект зміцнення розчиненим алюмінієм.

Впродовж останніх двох десятиліть були зроблені нові марки високоміцних легких сталей з аустенітною матрицею, які поєднують високу міцність з чудовою пластичністю [2, 6, 7] і орієнтовані на потреби автомобільної промисловості.

Аустенітні високоміцні легкі сталі зазвичай містять 12...30 % марганцю, 0,6...2,0 % вуглецю та 5...12 % алюмінію [5, 15, 16]. Їх фазова структура складається переважно з аустенітної матриці зі слідами фериту, к-карбідів та β -Mn фази. За температур гарячої деформації ці сталі мають практично одну аустенітну фазу. У литому стані вони демонструють дендритну мікроструктуру і схильність до ліквідації через значний вміст легуючих елементів. Повільне охолодження цих сталей призводить до утворення осередків феритної фази та грубих к-карбідів переважно вздовж границь аустенітних зерен [9, 14]. Для зменшення мікронеоднорідності роблять гомогенізацію з витримкою при температурі 1100...1250 °C протягом необхідного часу. Перекристалізована мікроструктура зазвичай містить рівноосні аустенітні зерна з двійниками відпалу [5]. Щоб уникнути випадіння грубих к-карбідів ці сталі гартують водою від температури 900...1100 °C. Під час старіння аустенітних Fe–Mn–Al–C сталей в діапазоні температур 500...900 °C також можуть утворюватися два типи к-карбідів — міжзеренні та внутрішньозеренні [8]. Як зазначалось вище морфологія цих карбідів суттєво впливає на властивості сталі. Загалом ці сталі показують гарне поєднання міцності (600...1700 МПа) і пластичності (до 85 %) [3, 17].

Високоміцні легкі аустенітні дуплекс сталі можуть містити 18...28 % Mn, 9...12 % Al, 0,7–1,2 % C [5]. При температурах гарячої деформації така сталь складається переважно з аустеніту і меншої кількості феритної фази. Завдяки значному вмісту марганцю й алюмінію фаза аустеніту

досить стабільна. При кімнатній температурі ці сталі зазвичай мають стабільну аустенітну фазу як матричну із виділеннями дисперсно-розподілених у ній нанорозмірних к-карбідів (менше 10 об. %), а також невелику кількість феритної фази (5...15 об. %). Сталі цього типу є різновидом багатофазних сталей і відомі як Triplex сталі [6]. Вони мають набагато кращі властивості на розтяг, ніж феритні сталі низької щільності [17].

Як показали дослідження, холодна оброблюваність сплавів Fe–Mn–Al–C сильно погіршується зі збільшенням вмісту алюмінію понад 10 мас. % через розвиток крихкості [9]. Відповідно більшість досліджень легких сталей Fe–Mn–Al–C обмежуються складами із вмістом алюмінію від 5 до 10 мас. % [6, 18–23]. Між іншим, з'ясувалось, що додавання Cr може значно покращити холодну оброблюваність навіть за високого вмісту алюмінію і вуглецю [19]. Так, наприклад, з додаванням хрому була отримана сталь Fe–20Mn–13Al–1,3C–5Cr зі щільністю 6430 кг·м⁻³ (зменшення щільності 18,3 %), межею текучості 915 МПа, межею міцності на розтяг 1140 МПа і загальним подовженням 22 % під час випробувань на одноосовий розтяг, здійснений за кімнатної температури зі швидкістю деформації 3,3·10⁻⁴ с⁻¹. Без додавання хрому сталь Fe–20Mn–12Al–1,5C має типову складну мікроструктуру, яка в основному складається з аустеніту з дрібними дисперсними внутрізеренними к-карбідами в ньому, невеликої частки фериту і грубих міжзеренних к-карбідів. Вважається, що Cr, який є карбідоутворюючим елементом, пригнічує утворення міжзеренних к-карбідів та збільшує кількість вуглецю в аустенітній фазі.

Таким чином, набуття високоміцними легкими сталями Fe–Mn–Al–C необхідного комплексу властивостей визначається складною залежністю між хімічним складом та мікро- і макроструктурами, що утворюються в процесі твердіння сплаву та під час наступної термічної і термомеханічної обробки. Виробництво цих сталей потребує дотримання високої культури виробництва з точним технологічним контролем та впровадження нових технологій. Внаслідок цього, незважаючи на сприятливі ринкові перспективи, розгортанню широкомасштабного комерційного виробництва високоміцних легких сталей Fe–Mn–Al–C заважає низка технічних і технологічних проблем, які мають місце практично на усіх етапах виробничого процесу, що робить його поки що досить витратним.

Високолеговані сталі Fe–Mn–Al–C, як і інші високомарганцеві сталі, є складними сплавами для розливання, схильними до гарячого розтріскування, утворення грубої структури та розвит-

ку макро- і мікроліквації [20–24]. Великий вміст легуючих елементів суттєво впливає на характер процесу кристалізації, сприяє розвитку процесів ліквідації та неоднорідності структур, що утворюються. Наприклад, дослідження злитку середньо-марганцевої сталі Fe–5Mn–1,5Al показало, що вміст марганцю у центральних об'ємах злитка більший, ніж у поверхневих, тоді як алюміній демонструє протилежну тенденцію до макросегрегації [25]. Дослідження однорідності розподілу домішок на мікрорівні в аустенітній сталі з високим вмістом марганцю показали, що залежно від умов кристалізації внаслідок розвитку ліквідації різниця вмісту марганцю в різних структурах може сягати 2...7 мас. %, вуглецю — 0,06...0,3 мас. % [26]. На фоні сильної ліквідації у сталях зі складною структурою можуть навіть утворюватися фази, які не передбачені рівноважною фазовою діаграмою [24]. Ліквідація компонентів сплаву та пов'язані з нею структурні неоднорідності впливають на розподіл механічних властивостей, корозійну стійкість, ефективність і результати термічної та механічної обробки.

Як показують спеціальні дослідження, швидкість охолодження та пов'язана з нею швидкість затвердіння суттєво впливають на параметри первинної структури металу на макро- й мікрорівнях, а також на ступінь сегрегації компонентів сплаву, яка обумовлена їх різною розчинністю у структурах, що утворюються [27, 28]. Збільшення швидкості затвердіння сприяє отриманню більш однорідної структури [22, 23], але забезпечити потрібну швидкість охолодження одночасно по всьому перерізу злитка практично неможливо. У зв'язку з цим для виробництва листів зі сталей Fe–Mn–Al–C були розроблені і впроваджені нові удосконалені технології безперервного розливання [29, 30]. Проте таке рішення не є універсальним, оскільки для певних виробів потрібно розливання сталі у злитки. У цьому випадку отримані злитки перед подальшою термомеханічною обробкою доцільно піддавати процесу електрошлакового переплаву (ЕШП), який забезпечує покращення кристалічної структури і хімічної однорідності литого металу [29, 31]. ЕШП широко застосовують у виробництві спеціальних сталей і суперсплавів, щоб отримати злитки більш чисті за неметалевими включеннями, з мінімізованою макросегрегацією та більш однорідною мікроструктурою, що дозволяє досягти необхідного кінцевого рівня однорідності металу та визначеного рівня властивостей з меншою кількістю етапів термомеханічної обробки, зменшенням витрат часу і енергії.

У цій роботі представлені результати дослідження структури і властивостей високоміцної легкої сталі (25...28 % Mn, ≤ 3 % Si, 9...11 % Al, 5...6 % Cr, 1,8 % C) у литому стані після розливання у злитки та після наступного електрошлакового переплаву з метою визначення впливу переплаву на якість металу.

Методика дослідження. Виплавку дослідного металу здійснювали в індукційній тигельній плавильній печі з наступним розливанням у злитки, які в подальшому використовували як витратні електроди під час електрошлакового переплаву. Для виплавки дослідної сталі футерівку тигля індукційної печі садкою 60 кг було виконано з суміші глинозему й магнезиту, узятих у співвідношенні 75/25. Ливарні форми для отримання виливок діаметром 0,08 м і довжиною до 0,7 м були виготовлені з піщаної формувальної суміші. Для зменшення окиснювального впливу атмосфери під час плавки на поверхні рідкого металу в тиглі індукційної печі створювали шар захисного флюсу.

Електрошлаковий переплав дослідного металу здійснювали в печі ЕШП типу Р-951 зі струмопровідним кристалізатором з внутрішнім діаметром 0,18 м та двоконтурною схемою живлення. Для зменшення втрат легуючих компонентів з окисленням під час переплаву над поверхнею шлаку в кристалізаторі зменшували парціальний тиск кисню за рахунок вдмухування аргону у простір над шлаком крізь кільцеву трубку-розподільник. Переплав здійснювали з використанням флюсу АНФ-29. Під час переплаву підтримували стабільний електричний режим і мінімальне заглиблення електрода. При цьому електрична потужність була порівню розподілена між електродом і струмопровідною секцією кристалізатора. Коефіцієнт заповнення кристалізатора під час переплаву становив 0,2.

З отриманих виливок і злитка ЕШП вирізали зразки для хімічного аналізу та металографічних досліджень. Вміст провідних легуючих елементів у металі виливок і у металі злитка після електрошлакового переплаву представлено у таблиці.

Дослідження мікроструктури досліджуваної сталі в литому стані та після електрошлакового переплаву виконували на оптичному мікроскопі «Neophot-32», який оснащений приставкою для цифрового фотографування. Реєстрації зображень здійснювали із застосуванням комп'ютерної програми «QuickPhoto». Цифрові зображення оброблювали за допомогою програми «Atlas» при збільшеннях 25...500 раз у світлому полі. Вивчення результатів процесу кристалізації і дисперсності дендритної структури литого металу проводили методом заміру відстані між гілками

Вміст провідних легуючих елементів у дослідному металі, мас. %

Зразок		Al	Si	Cr	Mn
Литий метал		9,96	0,38	6,10	28,45
Злиток ЕШП	Середина висоти	10,79	2,66	5,77	25,70
	Головна частина	10,67	1,12	6,27	28,10

дендритів першого та другого порядків із застосуванням комп'ютерної програми «Tescan».

Дослідження локального хімічного складу, розподілу і складу фаз, розподілу хімічних елементів, хімічної неоднорідності по площі шліфа, морфології та хімічного складу неметалевих включень (НВ), а також отримання зображень об'єкта в широкому діапазоні збільшень у вторинних і відображених електронах здійснювали за допомогою аналітичного комплексу, який складається зі скануючого електронного мікроскопа JSM-35CF фірми «JEOL» (Японія) та рентгенівського спектрометра з дисперсією по енергії рентгенівських квантів INCA Energy-350 фірми «Oxford Instruments» (Великобританія). У роботі використовували режим SEI (зображення у вторинних електронах) для дослідження морфології та хімічного складу неметалевих включень, а також побудови концентраційних карт розподілу елементів. Експерименти проводили за прискорюючому напруженні 20 кВ і збільшенні від 200 до 10000. Елементний аналіз проводили в діапазоні від В до U.

За морфологічними ознаками і хімічним складом на основі енергодисперсійного спектрального аналізу здійснювали розподіл включень на типи (елементний склад) і визначали їх розміри. Обробку результатів аналізу НВ проводили за допомогою спеціальної програми кількісного розподілу фаз і включень (INCA Feature). Усі результати представлені у вагових відсотках.

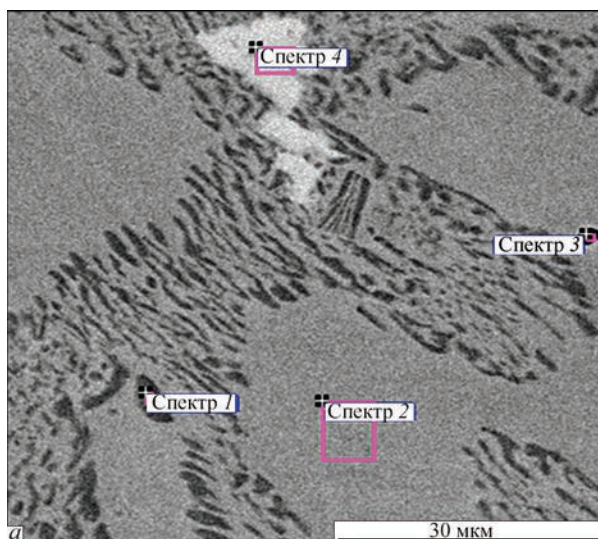
ДюрOMETричні дослідження були проведені на твердомірі Leco-M400. Вимірювання інтегральної твердості за Вікерсом здійснювали за навантаження 50 г.

Результати металографічних досліджень металу в литому стані. Металографічні дослідження зразків досліджуваного металу в литому стані було проведено в поперечному перетині на ділянках у центральній частині злитка та поблизу поверхні.

Дослідження структури і розподілу неметалевих включень було проведено на шліфах без травлення. Аналіз отриманих результатів показав, що можливо чітко розділити фазові складові структури металу: темного (спектр 1) та два типи світлого (спектри 2, 4) кольору (рис. 1). Матриця має світлий колір та за хімічним складом включає до: 14 мас. % Al, 0,6 мас. % Si, 5 мас. % Cr, 25 мас. % Mn. В темній складовій спостерігається підвищений вміст Mn до 34 мас. % та Cr до 8,12 мас. %.

Аналіз розподілу дисперсних НВ показав, що вони розташовані в матриці рівномірно, мають переважно правильну глобулярну форму, а їх розмір не перевищує 3 мкм в матриці (рис. 2, спектри 1, 2). Встановлено, що за своїм хімічним складом включення є оксинітридом алюмінію ($Al_2(O, N)_3$) з незначним вмістом домішки магнію (до 1 %).

Структура металу після травлення має схожий вигляд зі структурою, що спостерігається на не травлених зразках. Після травлення дослідних

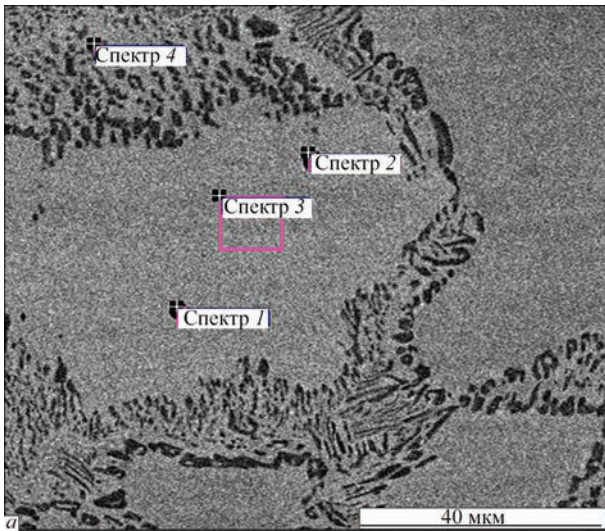


Спектр аналізу	Вміст елементів, мас. %				
	Al	Si	Cr	Mn	Fe
1	12,61	–	8,06	33,43	45,91
2	13,62	0,56	4,76	24,13	56,93
3	29,63	0,24	2,88	14,09	31,88
4	11,51	0,97	6,92	30,81	49,78

Примітка. Спектр 3 — 18,47 % N, 1,98 % O, 0,55 % Mg, 0,28 % S.

б

Рис. 1. Структура металу досліджуваної сталі (а) у литому стані без травлення (режим BEI) і результати локального хімічного аналізу зразків (б)



Спектр аналізу	Вміст елементів, мас. %				
	N	O	Al	Cr	Mn
1	23,36	3,87	46,4	1,61	7,21
2	27,72	4,49	48,1	1,20	5,26
3	–		13,6	4,68	24,08
4	–		13,6	8,12	32,05

Примітка. Спектр 1 — 0,9 % Mg, спектр 2 — 0,98 % Mg. Залишок — залізо.

б

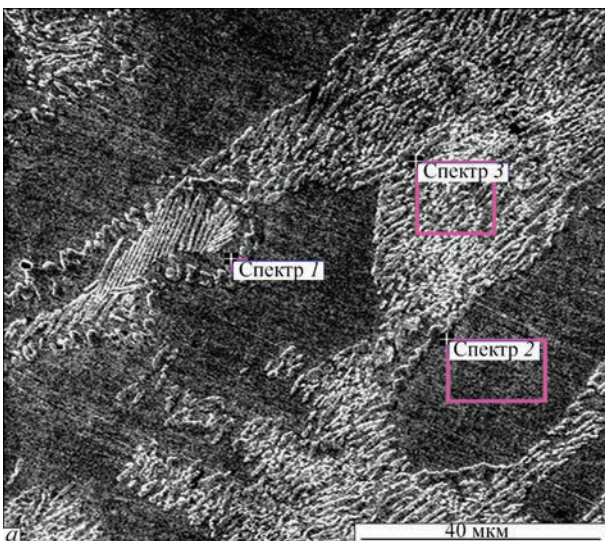
Рис. 2. Структура металу досліджуваної сталі (а) у литому стані без травлення (режим BEI) і результати локального хімічного аналізу НВ (б)

зразків на них чітко виявляються виділення евтектики. Структура дослідного металу двофазна: аустенітна матриця (сірого кольору) і евтектика по границях зерен (рис. 3). Евтектоїд складається з двох фаз, в якій одна з фаз є близькою за складом до матриці, а друга — відрізняється більшим вмістом заліза і меншим легуючих елементів. Відповідно до даних літературних джерел [1, 10, 17, 19, 21] двофазна структура може бути ідентифікована як впорядкована феритна структура та κ-карбід, що формується при повільному охолодженні у сталей Fe–Mn–Al–C. За підвищених концентрацій вуглецю, таких як у Triplex сталей (1,2 % C), відбувається евтектоїдна реакція перетворення аустеніту на пластинчастий ферит і κ-карбід (κ-карбід є ГЦК карбід типу (Fe, Mn)3AlC).

З метою визначення однорідності розподілу легуючих елементів в металі досліджуваної сталі в литому стані після виплавки в індукційній печі

було проведено лінійне сканування за обраним елементом по поверхні зразка. За лінійним розподілом основних легуючих елементів на поверхні зразка в ділянці утвореної евтектики було встановлено зменшення вмісту заліза, збільшення вмісту марганцю і хрому та деяке зменшення вмісту алюмінію (рис. 4).

Як відомо [22, 23, 27], основними параметрами кристалізації, що визначають дисперсність структури, є швидкість кристалізації і температурний градієнт фронту кристалізації. Чим більше дисперсність структури, показником якої може бути відстань між первинними або вторинними гілками дендритів, тим більш однорідний метал і тим краще його властивості в литому стані та менше смугастість у деформованому металі. Відстань між первинними і вторинними гілками дендритів є прямим показником дисперсності первинної структури.



Спектр аналізу	Вміст елементів, мас. %				
	Al	Si	Cr	Mn	Fe
1	12,98	0,37	7,12	29,74	49,78
2	13,75	0,61	4,64	24,15	56,85
3	12,51	0,58	6,72	28,21	51,98

б

Рис. 3. Структура металу досліджуваної сталі (а) у литому стані після травлення (режим BEI) і результати локального хімічного аналізу зразків (б)

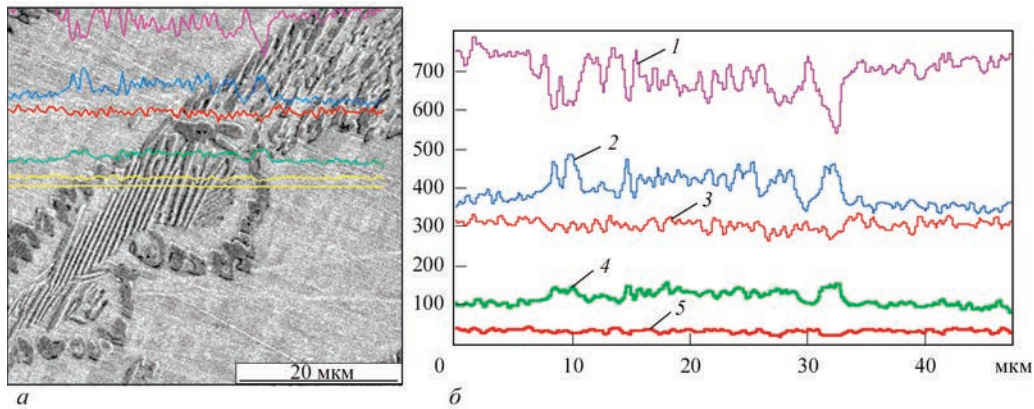


Рис. 4. Мікροструктура (а) і лінійний розподіл (б) основних елементів за перетином зразка металу у литому стані: 1 — Fe; 2 — Mn; 3 — Al; 4 — Cr; 5 — Si

Результати дослідження дендритної (первинної) структури наведено на рис. 5. У міждендритному просторі сформувалась більш темна комплексна складова, яка при збільшенні виявляється двофазною структурою голчастого типу. Дендрити орієнтовані в різних напрямках відносно осі злитка і мають вісі першого та другого порядку. Вони мають витягнуту форму з коефіцієнтом відношення довжини до ширини 5:1. Відстань між осями першого порядку становить 281,5...306,5 мкм, між осями другого порядку — 44,41...45,19 мкм.

У зразку з ділянки близької до поверхні злитка спостерігаємо утворення розгалужених тріщин по границях дендритів, які переважно проникають у міждендритний простір (рис. 6, а). Їх утворення може бути наслідком ліквідації легуючих елементів і перш за все алюмінію та марганцю, що утворю-

ють крихкі евтектики, яких можливо позбутися шляхом повторного переплаву та відповідної термічної обробки. Крім того, в металі зразків, що відібрано близько до поверхні злитка, під час вимірювання мікротвердості тріщини утворювалися вже при навантаженні 50 кг/мм², що свідчить про підвищену крихкість металу (рис. 6, б). Тріщини просувалися переважно по границях дендритів.

За результатами дюрOMETричних випробувань встановлено, що в металі злитка, отриманого литтям у ливарну форму після індукційної плавки, темна і світла фази мають підвищений рівень мікротвердості (4219 ± 370 та 4405 ± 375 МПа відповідно) порівняно з матрицею (3220 ± 300 МПа) та двофазними ділянками (3219 ± 360 МПа).

Результати металографічних досліджень металу після ЕШП. Електрошлаковий переплав,

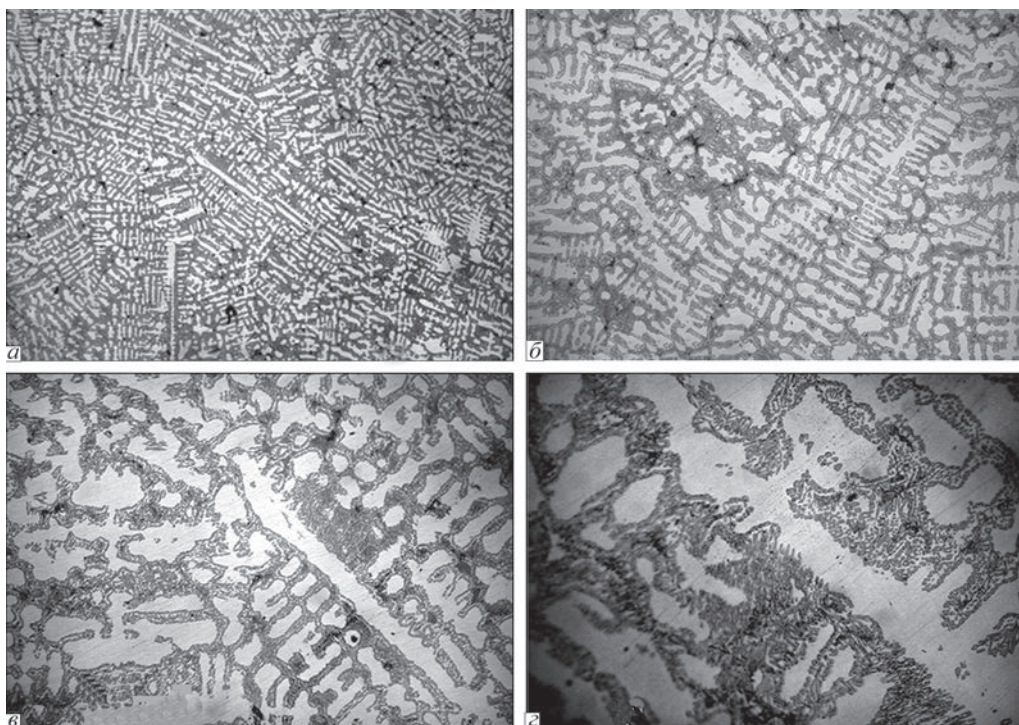


Рис. 5. Дендритна мікροструктура при різному збільшенні характерних ділянок зразка литого металу зі злитка діаметром 0,08 м (центральна частина) : а — ×50; б — ×100; в — ×200; г — ×400

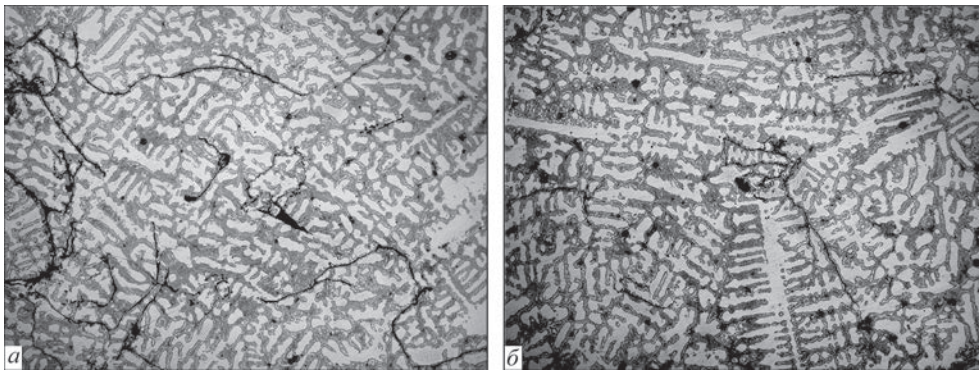


Рис. 6. Розподіл мікротріщин на близьких до поверхні злитка ділянках литого металу (а) та після вимірювання мікротвердості (б), $\times 100$

під час якого немає великого обсягу рідкого металу, що твердне одночасно, сприяє більш рівномірному розподілу легуючих елементів на макрорівні при кристалізації крупних злитків, а більш швидке зростання щільної дендритної структури прискорює розвиток мікроліквацій.

Дослідження мікроструктури металу злитка ЕШП на зразках без травлення показало, що як і в металі литих злитків спостерігається чітке розділення фазових складових структури металу: темного (спектр 3) та два типи світлого (спектри 1, 2, 5) кольору, що відрізняються за вмістом Al, Mn, Cr та Si (рис. 7).

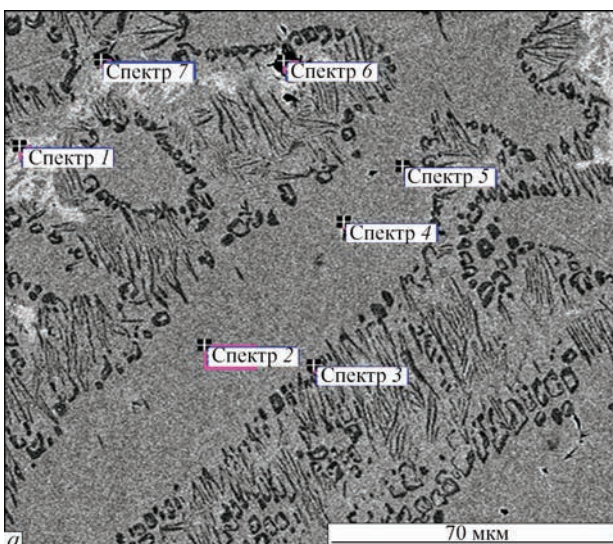
Матриця має світлий колір і включає до: 13 мас. % Al, 1,27 мас. % Si, 5 мас. % Cr, 24 мас. % Mn. В темній складовій спостерігається підвищений вміст Mn до 30 мас. %, Cr до 10 мас. % (рис. 7), що характерно для карбідної фази легованого хромом к-карбіду типу $(Fe, Mn)_3AlC$.

Дослідження показали рівномірний розподіл дисперсних НВ розміром до 2 мкм правильної глобулярної форми (рис. 7, спектри 4, 6, 7). За своїм хімічним складом вони являють собою оксинітрид

алюмінію з домішками магнію до 5,39 % (рис. 7, спектр 7). Характерні НВ представляють собою алюмосилікати (спектри 4, 6). Останнє включення (спектр 7) має надвисокий вміст магнію — майже 10 %, що свідчить про шлакову складову включення.

Дослідження неоднорідності розподілу легуючих елементів в осях дендритів і міждендритному просторі показало, що в осях дендритів вміст алюмінію складає 12,05...12,85 мас. %, кремнію — 1,04...1,11 мас. %, хрому — 4,88...5,06 мас. %, марганцю — 23,93...24,53 мас. %, у міждендритному просторі зменшується вміст алюмінію до 10,53...10,63 мас. % та кремнію до 0,85... 0,92 мас. % і збільшується вміст хрому до 7,02...7,2 мас. % та марганцю до 28,23...28,60 мас. %.

Лінійний розподіл основних легуючих елементів на поверхні зразка (рис. 8) по вісі дендриту та в міжосьовому просторі підтвердив результати локального аналізу. В осях дендритів підвищується вміст алюмінію та кремнію і знижується вміст хрому та марганцю в порівнянні з міждендритним простором.



Спектр аналізу	Вміст елементів, мас. %				
	Al	Si	Cr	Mn	Fe
1	11,40	0,95	6,50	28,17	52,98
2	12,72	1,27	4,75	23,91	57,34
3	12,90	—	9,29	35,31	42,50
4	9,82	5,10	4,25	21,84	50,95
5	13,30	1,49	4,79	23,43	56,99
6	3,43	2,51	9,98	14,38	55,47
7	3,94	1,12	8,74	29,57	41,39

Примітка. Спектр 4 — 8,04 % O, спектр 6 — 8,76 % O, спектр 7 — 9,85 % O, 5,39 % Mg.

б

Рис. 7. Структура досліджуваного металу (а) після ЕШП (режим ВЕІ) і результати локального хімічного аналізу зразків без травлення (б)

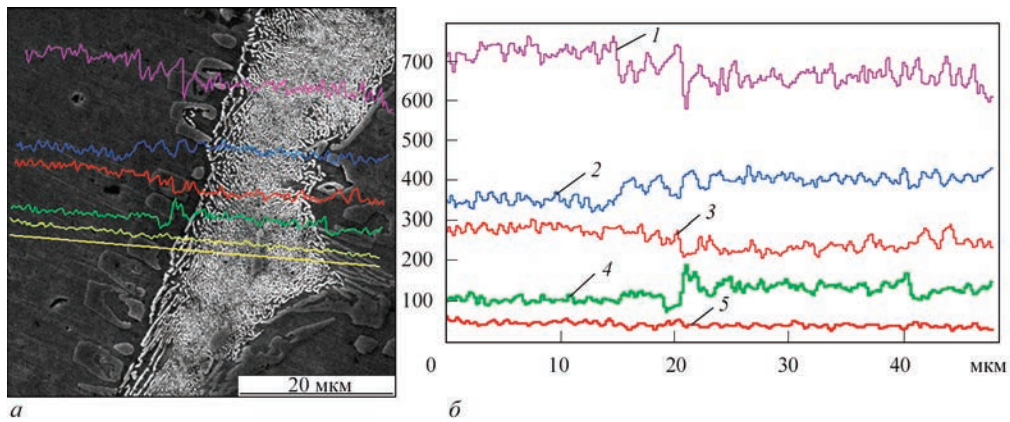


Рис. 8. Мікроструктура (а) та лінійний розподіл (б) основних елементів за перетином зразка металу ЕШП: 1 — Fe; 2 — Mn; 3 — Al; 4 — Cr; 5 — Si (осі дендритів — темний колір; міждендритний простір — світлий)

З метою визначення особливостей дендритної будови після травлення зразків металу ЕШП з верхньої та середньої частин злитка діаметром 180 мм була виявлена первинна структура литого металу, яка складається з дендритів світлого кольору, що свідчить про наявність аустенітної структури, та темної фази міждендритного простору (рис. 9). Загалом мікроструктура характеризується однорідною щільною будовою. Тріщин, шлакових включень та розшарувань на границях дендритних зерен, на відміну від литого металу, не спостерігається. Дендрити розташовані в різних напрямках відносно осі злитка і мають осі першого та другого порядку. Дендрити більш дрібніші на відміну від вихідного металу електрода (у литому

металі), мають витягнуту форму з коефіцієнтом відношення довжини до ширини 3:1. Також провели оцінку дисперсності дендритної структури в металі злитка ЕШП за висотою. Встановлено достатньо рівномірні значення відстані між осями першого і другого порядку в середній та верхній частинах злитка, які становлять 136,6...146,5 і 60,54...68,92 мкм відповідно.

Порівняння мікроструктури металу у зразках з верхньої та середньої частин злитка ЕШП показало, що в середині злитка на ділянці, близької до його поверхні, кількість дисперсних неметалевих включень є більшою. Переважний розмір включень є меншим за 3 мкм, однак спостерігаються одиночні включення розміром до 5 мкм. За хі-

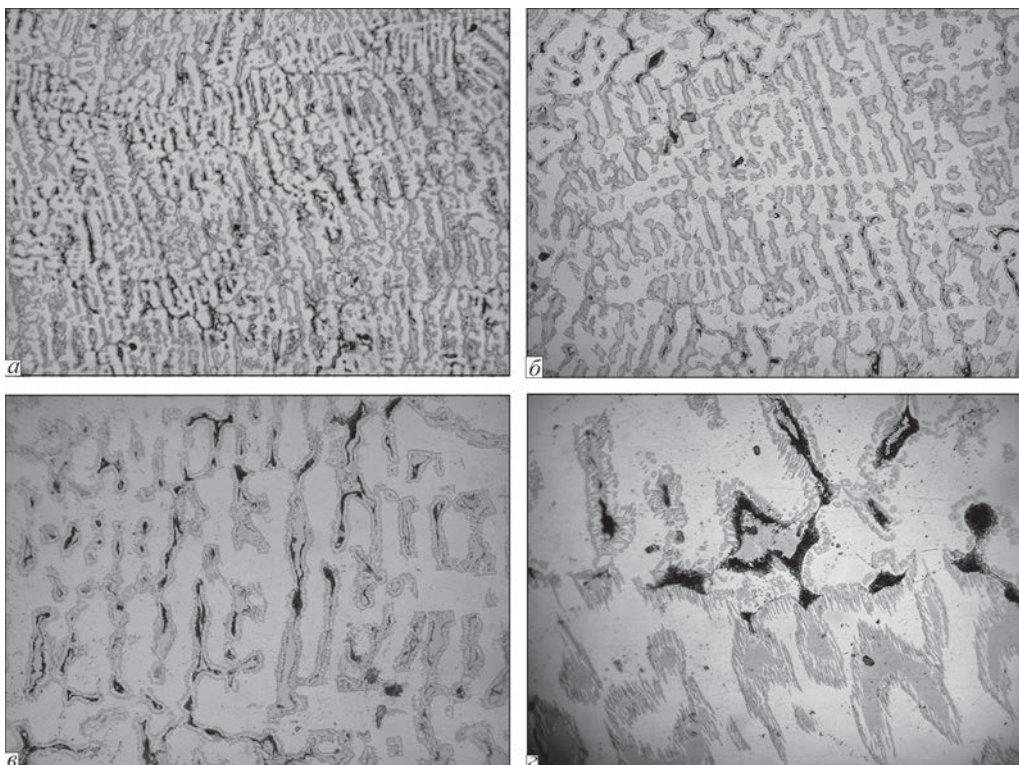


Рис. 9. Дендритна мікроструктура при різному збільшенні характерних ділянок зразка металу зі злитка ЕШП діаметром 0,18 м після травлення (верхня частина): а — $\times 50$; б — $\times 100$; в — $\times 200$; з — $\times 400$

мічним складом аналогічно до вихідного металу зустрічаються складні включення оксинітриду алюмінію та оксиду алюмінію з кальцієм (алюмокальцієві силікати), які можуть утворюватися в результаті взаємодії зі шлаком під час ЕШП.

Також встановлено, що по границях осей дендритів є виділення окремих ділянок евтектики світлого кольору, яка відрізняється за хімічним складом і рівнем мікротвердості та має знижену температуру плавлення, що може призводити у відповідних умовах експлуатації до передчасного її розплавлення та зниження властивостей металу. Для усунення ризику підплавлення необхідно провести відповідну термічну обробку з метою формування більш рівномірного розподілу легуючих елементів (Al, Mn, Cr) в матриці металу. Наявність евтектики може призводити до утворення первинних тріщин, про що свідчать темні ділянки в середині евтектики.

У верхній частині злитка ЕШП, як і у вихідному металі, за рівнем мікротвердості темна складова і світла фаза мають підвищений рівень мікротвердості — 4427 ± 215 та 4386 ± 560 МПа відповідно, відносно до матриці і евтектики — 3119 ± 400 та 3208 ± 208 МПа відповідно. Однак в середині (по висоті) злитка спостерігаємо підвищення рівня мікротвердості темної складової до 6226 ± 140 , а світлої до 4205 ± 420 МПа, що може бути наслідком нерівномірного розподілу фаз.

Оцінка дисперсності дендритної структури в металі злитка ЕШП по його висоті показала достатньо рівномірний розподіл значень відстані між осями першого і другого порядку в середній і верхній частинах злитку, які становлять $136,6 \dots 146,5$ і $60,54 \dots 68,92$ мкм відповідно.

У цілому розподіл легуючих елементів Al, Mn, Cr, Si, що спостерігається у досліджуваному металі, є характерним (за літературними даними) для структурних складових сталей даного типу. Вочевидь, для забезпечення більш рівномірного їх розподілу і формування характерної для високоміцних сталей структури потрібно проводити додаткову термомодеформаційну та термічну обробку, що й передбачено стандартним циклом їх виготовлення. Запобігти надмірному зростанню концентрації кремнію в металі під час ЕШП можливо шляхом здійснення процесу під безкремністими флюсами [32].

Загалом, металографічні дослідження показали, що мікроструктура всіх дослідних зразків аустенітна з дендритною формою кристалів. Тріщин, шлакових включень та розшарувань по границях зерен в металі злитка ЕШП не виявлено.

Виконані дослідження показують, що для сталей з високим вмістом марганцю, алюмінію і вуглецю необхідно забезпечувати контрольовані умови тверднення, за яких швидкість охолодження, з одного боку, має бути достатньо високою для утворення рівномірної структури, а з іншого, не викликати появу тріщин в термічно напружених зонах.

Проведені дослідження показали, що електрошлаковий переплав литих заготовок сталі Fe–Mn–Al–C забезпечує покращення структури і зменшення розміру неметалевих включень без суттєвих змін вмісту провідних легуючих компонентів, що дає можливість одержання гомогенних злитків великого розміру.

Висновки

1. Високоміцні легкі сталі Fe–Mn–Al–C є високотехнологічними сплавами, які одночасно з високою міцністю показують чудову пластичність, а також, залежно від вмісту алюмінію, зменшену щільність. Набуття ними необхідного рівня властивостей визначається складною залежністю між хімічним складом і макро- й мікроструктурами, що утворюються в процесі твердіння сплаву та під час наступної термічної і термомеханічної обробки.

2. Високолеговані сталі Fe–Mn–Al–C, як і інші сталі з великим вмістом марганцю, є складними сплавами для розливання, схильними до гарячого розтріскування, утворення грубої структури та розвитку макро- і мікроліквації. Структурні неоднорідності, які виникають внаслідок сегрегації домішок, впливають на розподіл механічних властивостей, корозійну стійкість, ефективність і результати термічної та механічної обробки.

3. Виконані дослідження підтверджують висновки, що для сталей цього типу необхідно ретельно контролювати умови твердіння, щоб, з одного боку, мінімізувати сегрегацію домішок, а з іншого, запобігти утворенню тріщин у зонах термічної напруги. Отримані результати ілюструють значний вплив швидкості охолодження на утворення тріщин, розподіл марганцю і алюмінію на макро- і мікрорівнях та параметри дендритної структури сплаву.

4. Електрошлаковий переплав литих заготовок забезпечив покращення структури і призвів до зменшення розміру НВ у досліджуваному металі без суттєвих змін вмісту провідних легуючих елементів, що є передумовою одержання гомогенних злитків великого розміру. Розподіл Mn, Al, Cr, Si на мікрорівні за показниками мікрорентгеноспектрального аналізу є характерним для високолегованих сталей Fe–Mn–Al–C за літературними даними.

5. Металографічними дослідженнями показано, що мікроструктура у всіх зразків досліджуваної сталі є характерною для литої аустенітної сталі з дендритним ростом кристалів. Дендритна структура в металі злитка ЕШП є рівномірною, відстані між осями першого і другого порядку в середній і верхній частинах злитка становлять 136,6...146,5 і 60,54...68,92 мкм відповідно. Для завершення формування необхідної мікроструктури потрібно провести відповідну термомеханічну та термічну обробку.

6. Злитки високолегованих сталей Fe–Mn–Al–C перед подальшою термомеханічною обробкою доцільно піддавати процесу ЕШП, який забезпечує покращення кристалічної структури і хімічної однорідності литого металу, що дозволяє досягти необхідного рівня однорідності металу, визначеного рівня властивостей з меншою кількістю етапів, тривалості термомеханічної обробки і зменшення витрат ресурсів.

Список літератури/References

- Hansoo Kim, Dong-Woo Suh, Nack J. Kim. (2013) Fe–Al–Mn–C lightweight structural alloys: A review on the microstructures and mechanical properties. *Sci. and Technol. of Advanced Materials*, 14(1), 11. DOI: <https://doi.org/10.1088/1468-6996/14/1/014205>
- Frommeyer, G., Drewes, E.J., Engl, B. (2000) Physical and mechanical properties of iron–aluminium–(Mn, Si) lightweight steels. *Rev. Met. Paris*, 97(10), 1245–1253. DOI: <https://doi.org/10.1051/metal:2000110>
- Shangping, Chen, Radhakanta, Rana, Arunansu, Haldar, Ranjit, Kumar Ray (2017) Current state of Fe–Mn–Al–C low density steels. *Progress in Mater. Sci.*, 89, 345–391. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.05.002>
- Shao-bin, Bai, Yong-an, Chen, Xin, Liu et al. (2023) Research status and development prospect of Fe–Mn–C–Al system low-density steels. *J. of Materials Research and Technology*, 25, 1537–1559.
- Zambrano, O.A. (2018) A general perspective of Fe–Mn–Al–C steels. *J. Mater. Sci.*, 53(20), 14003–14062.
- Frommeyer, G., Brüx, U. (2006) Microstructures and mechanical properties of high-strength Fe–Mn–Al–C light-weight TRIPLEX steels. *Steel Res. Int.*, 77, 627–633. DOI: <https://doi.org/10.1002/srin.200606440>
- Raabe, D., Springer, H., Gutierrez-Urrutia, I. et al. (2014) Combinatorial Synthesis and microstructure-property relations for low-density Fe–Mn–Al–C austenitic steels. *JOM*, 66, 1845–1856. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11837-014-1032-x>
- Howell, R.A., Aken, D.C. (2009) A literature review of age hardening Fe–Mn–Al–C alloys. *Iron Steel Technol.*, 6, 193–212. DOI: https://scholarsmine.mst.edu/matsci_eng_facwork/1283/
- Chen, P., Li, X., Yi, H. (2020) The κ -carbides in low-density Fe–Mn–Al–C Steels: A review on their structure, precipitation and deformation mechanism. *Metals*, 10(8), 1021. DOI: <https://doi.org/10.3390/met10081021>
- Khaple S., Golla B.R., Prasad V.V.S. (2023) A review on the current status of Fe–Al based ferritic lightweight steel. *Defence Technology*, 26, 1–22. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dt.2022.11.019>
- Frommeyer, G., Drewes, E.J., Engl, B. (2000) Physical and mechanical properties of iron–aluminium–(Mn, Si) lightweight steels. *Rev. Met. Paris*, 97(10), 1245–1253. DOI: <https://doi.org/10.1051/metal:2000110>
- Frommeyer, G., Jiménez, J.A. (2005) Structural superplasticity at higher strain rates of hypereutectoid Fe–5.5Al–1Sn–1Cr–1.3C steel. *Metall. and Mater. Transact. A*, 36, 295–300. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0302-1>
- Chen, P., Xiong, X.C., Wang, G.D., Yi, H.L. (2016) The origin of the brittleness of high aluminum pearlite and the method for improving ductility. *Scr. Mater.*, 124, 42–46. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.06.031>
- Liu, D., Cai, M., Ding, H., Han, D. (2018) Control of inter/intra-granular κ -carbides and its influence on overall mechanical properties of a Fe–11Mn–10Al–1.25C low density steel. *Mater. Sci. Eng. A*, 715, 25–32. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.102>
- Frommeyer, G., Brüx, U., Neumann P. (2003) Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. *ISIJ Int.*, 43, 438–446.
- Gutierrez-Urrutia, I., Raabe, D. (2013) Influence of Al content and precipitation state on the mechanical behaviour of austenitic high-Mn low-density steels. *Scripta Mater.*, 68, 343–347.
- Gutierrez-Urrutia, I. (2021) Low density Fe–Mn–Al–C steels: phase structures, mechanisms and properties. *ISIJ Int.*, 61(1), 16–25.
- Ding, H., Li, H., Misra, R.D.K. et al. (2017) Strengthening mechanisms in low density Fe–26Mn–xAl–1C steels. *Steel Research Int.*, 89, 1700381. DOI: <https://doi.org/10.1002/srin.201700381>
- Kim, K.-W., Park, S.-J., Moon, J. et al. (2020) Characterization of microstructural evolution in austenitic Fe–Mn–Al–C lightweight steels with Cr content. *Materials Characterization*, 170, 110717. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110717>
- Zhuang, C. Liu, J. Li, C., Tang, D. (2019) Study on high temperature solidification behavior and crack sensitivity of Fe–Mn–C–Al twip steel. *Scientific Reports*, 9(1), 15962–15977.
- Lan, P. Tang, H., Zhang, J. (2016) Solidification microstructure, segregation, and shrinkage of Fe–Mn–C twinning-induced plasticity steel by simulation and experiment. *Metalurg. and Mater. Transact. A*, 47(6), 2964–2984.
- Shen, Y. Liu, J. Yang, S. et al. (2019) Dendrite growth behavior in directionally solidified Fe–C–Mn–Al alloys. *J. of Crystal Growth*, 511, 118–126.
- Lee, C.-Y., Lee, Y.-K. (2014) The solidification mode of Fe–Mn–Al–C lightweight steel. *JOM*, 66(9), 1794–1799.
- Yaozu Shen, Shufeng Yang, Jianhua Liu et al. (2019) Study on micro segregation of high alloy Fe–Mn–C–Al steel. *Steel Research Int.*, 90, 1800546. DOI: <https://doi.org/10.1002/srin.201800546>
- Grajcar, A., Kaminska, M., Opiela, M. et al. (2012) Segregation of alloying elements in thermomechanically rolled medium-Mn multiphase steels. *Mater. Manuf. Eng.*, 55(2), 256–264.
- Wietbrock, B., Bambach, M., Seuren, S., Hirt, G. (2010) Homogenization strategy and material characterization of high-manganese TRIP and TWIP steels. *Mater. Sci. Forum*, 638–642, 3134–3139. DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.638-642.3134>
- Senk, H. Emmerich, J. Rezende, R. Siquieri D. (2007) Estimation of segregation in iron-manganese steels. *Advanced Engineering Materials*, 8, 695–702. DOI: 10.1002/adem.200700138
- Shen, Y. Yang, S. Liu et al. (2019) Study on micro segregation of high alloy Fe–Mn–C–Al steel. *Steel Research Int.*, 90(5), 2963–2975. DOI: <https://doi.org/10.1002/srin.201800546>

29. Jan Reitz, Burkhard Wietbrock, Silvia Richter et al. (2011) Enhanced homogenization strategy by electroslag remelting of high-manganese TRIP and TWIP steels. *Advanced Engineering Materials*, 13(5), 395–399. DOI: 10.1002/adem.201000322
30. Kang-Wei LI, Chang-Ling ZHUANG, Jian-Hua LIU et al. (2015) Smelting and casting technologies of Fe–25Mn–3Al–3Si twinning induced plasticity steel for automobiles. *J. of Iron and Steel Research Int.*, 22 (Supplement 1), 75–79. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(15\)30142-4](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(15)30142-4)
31. Sa Ge, Mihaiela Isac, Roderick Ian Lawrence Guthrie (2013) Progress in strip casting technologies for steel; technical developments. *ISIJ Int.*, 53(5), 729–742. DOI: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.729>
32. Medovar, L., Stovpchenko G., Lisova, L. et al. (2023) Features and restrictions of electroslag remelting with silica-bearing slags for lightweight high manganese steel. *Steel Research Int.*, 94(10), 202300161. DOI: <https://doi.org/10.1002/srin.202300161>

INVESTIGATIONS OF THE QUALITY OF METAL OF HIGH-MANGANESE STEEL ALLOYED BY ALUMINIUM AND CHROMIUM AFTER ELECTROSLAG REMELTING

V.A. Zaitsev, Yu.V. Kostetskyi, G.O. Polishko, V.A. Kostin, V.P. Petrenko, E.O. Pedchenko
E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: y.kostetsky@paton.kiev.ua

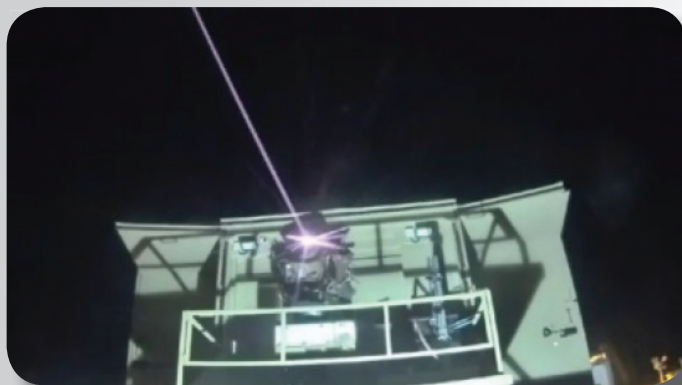
The paper presents the results of investigation of the influence of electroslag remelting on the properties of metal of ingots of high-manganese steel, alloyed by aluminium and chromium. Features of structure formation in high-alloy manganese steels are considered. These steels demonstrate ductility and lower density, alongside strength, and are difficult to cast alloys, prone to hot cracking, formation of a coarse structure and development of macro- and microliquation. Studies have been performed, which confirm the conclusions that steels of this type require a thorough control of solidification conditions. Obtained results illustrate a significant influence of the cooling rate on cracking, manganese and aluminium segregation and parameters of the alloy dendritic structure. Electroslag remelting resulted in improvement of the structure and led to reduction of the size of non-metallic inclusions in the studied metal without any significant changes in Mn, Al, Cr content, which is one of the conditions for producing large-sized homogeneous ingots. Metallographic investigations showed that the microstructure of all the studied steel samples is characteristic for austenitic steel with dendritic crystal growth. Dendritic structure in the metal of EBM ingot is homogeneous, distances between first and second order axes in the ingot middle and upper parts are equal to 136.6...146.5 and 60.54...8.92 μm , respectively. Completion of formation of the required final microstructure of the studied steel takes place after further heat and thermodeformational treatment. EBM of cast billets allows reaching the required level of metal homogeneity and specified level of properties in the final product with a smaller number of stages and duration of thermomechanical treatment, and reducing resource consumption. 32 Ref., 1 Tabl., 9 Fig.

Keywords: high-strength light steel, ingot, electroslag remelting, microstructure, liquation, phase composition

Надійшла до редакції 05.09.2023

АВСТРАЛІЙСЬКИЙ БОЙОВИЙ ЛАЗЕР ДЛЯ ЗНИЩЕННЯ БПЛА

Команда вчених з університету Південної Австралії, Університету Аделаїди та Єльського університету представила інноваційний спосіб збільшення потужності волоконних лазерів у 3–9 разів без втрати якості бойового променя. Науковці певні, що технологічний прорив робить волоконні лазери ключовою технологією для оборони від дешевих дронів і дистанційного зондування.



Доктор Лінь Нгуєн, співавтор дослідження з Інституту промисловості майбутнього університету Південної Австралії, зазначає: «Потужні волоконні лазери стають дедалі важливішими для захисту від ворожої агресії, особливо, коли оборонні відомства країн зацікавлені у закупівлі дешевих БПЛА».

Науковці зазначають, що волоконні лазери значно дешевші у порівнянні з іншими оборонними технологіями. Дослідники очікують на великі комерційні замовлення як всередині країни, так і від міжнародної спільноти.

Армія США також працює над власною системою лазерної зброї високої потужності у рамках програми Indirect Fire Protection Capability (IFPC) для захисту від ворожих ракет, артилерії, мінометів, а також крилатих ракет і дронів. Очікується, що, якщо додаткове фінансування буде схвалено, американські та ізраїльські оборонні компанії зможуть обмінюватися інтелектуальною власністю.

<https://noworries.news/avstralijski-rozrobnyky-stvoryly-deshevny-bojovyy-lazer-shho-znyshhuye-bud-yaki-bpla/>

ПЛАЗМОВО-ДУГОВА ГАРНІСАЖНА ПЛАВКА Й ЛИТТЯ АУСТЕНІТНОЇ СТАЛІ З НАДРІВНОВАЖНИМ ВМІСТОМ АЗОТУ

В.О. Шаповалов, В.Р. Бурнашев, Т.І. Грищенко, В.В. Якуша, Ю.О. Никитенко

ІЕЗ ім. С.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: shapovalov@paton.kiev.ua

Показано можливість виплавки й лиття високоазотистої сталі Х21Г17АН2 в умовах плазово-дугової гарнісажної плавки. Визначено граничні умови азотування сталі Х21Г17Н2 з метою отримання якісних виливків. Отримані виливки у вигляді дроту діаметром 12 мм. Вивчено якості й властивості виливків. Проведено дослідження щодо зварюваності отриманої сталі із надрівноважним вмістом азоту ручним аргонно-дуговим зварюванням. Бібліогр. 15, табл. 5, рис. 7.

Ключові слова: плазово-дугова гарнісажна плавка, сталь Х21Г17Н2, азот, лиття, властивості, зварюваність

Вступ. Азот у складі легованих сталей проявляє аустенітостабілізуючі властивості і використовується як азотний замісник дорогоцінного нікелю, що традиційно додається для формування аустенітної фази [1–3]. Дотепер досягнуто значного прогресу в металургійному виробництві сталей, легованих азотом. Створення високоазотистих сталей із спеціальними функціональними властивостями (висока міцність, корозійна стійкість, біосумісність та ін.) стимулює ріст обсягів промислового використання азотовмісних сталей у виробництві виробів відповідального призначення [4–6]. До високоазотистих сталей прийнято відносити сталі, що містять у своєму складі азот у кількості, яка перевищує його розчинність при рівноважних умовах.

Для виробництва зливків та відливок зі сталей із надрівноважним вмістом азоту застосовуються ряд способів спеціальної електрометалургії: індукційна плавка під надлишковим тиском, електрошлаковий перепад у контрольованій атмосфері, плазово-дуговий перепад [7–10]. На сьогодні найбільш поширеним способом виробництва азотовмісних сталей є спосіб автоклавної індукційної плавки. Не дивлячись на поширеність цього способу, він має певні суттєві недоліки, які пов'язані із тривалим процесом виплавки і витримки рідкого металу під надлишковим тиском та складністю технологічного обладнання. А явні переваги цього способу, що мають місце при виробництві сталей із концентрацією азоту нижче рівноважної (біля 0,4 %), при отриманні високоазотистих сталей практично відсутні. На противагу згаданим плавильним процесам, при плазово-дуговому перепаді азотовмісних сталей із

поверхнею рідкого металу азот додатково взаємодіє у збудженому стані, що надає можливість отримати надрівноважну його концентрацію у металі та суттєво інтенсифікувати абсорбційний процес, скоротивши на порядок тривалість обробки [8]. Відносна простота технологічного обладнання, здійснення переплавлення металу при суттєво менших тисках газу, відсутність потреби у довготривалій витримці рідкого металу під надлишковим тиском показують перспективність плазово-дугових процесів при отриманні сталей з надрівноважним вмістом азоту.

Поряд із необхідністю виробництва зливків із високоазотистих сталей не менш важливим є отримання фасонних виливків із них. Підвищення вимог до якості виливків, а також розширення виробництва литих виробів із високоазотистих сталей потребує розробки нових технологічних рішень, що забезпечать високу якість виплавленого та відлитого металу. Комплекс практичних заходів для покращення якості литва головним чином спрямовується на удосконалення процесів: плавлення та оброблення рідкого металу, включаючи розкислення, рафінування, легування; розливання металу у форми за режимами, що забезпечуватимуть високі фізико-механічні властивості відливок; інжинірингу ливарних форм на основі матеріалів із високими фізико-механічними і теплофізичними властивостями для забезпечення максимального наближення розмірів виливків до розмірів готових деталей.

Як різновид плазово-дугових процесів спосіб плазово-дугової гарнісажної плавки [11, 12] дозволяє проводити виплавку і розливання азотовмісних сталей в одному технологічному агрегаті. Для

В.О. Шаповалов — <http://orcid.org/0000-0003-1339-3088>, В.Р. Бурнашев — <http://orcid.org/0000-0001-6807-3810>,

Т.І. Грищенко — <http://orcid.org/0000-0001-7840-9832>, В.В. Якуша — <http://orcid.org/0000-0001-5962-9194>,

Ю.О. Никитенко — <http://orcid.org/0000-0002-3603-2333>

виплавки якісного металу та забезпечення високих техніко-економічних показників процесу плавки гарнісажний тигель має відповідати наступним вимогам: виключати взаємодію матеріалу тигля з розплавленим металом; забезпечувати необхідний час витримки металу у рідкому стані; забезпечувати максимальний коефіцієнт зливання металу ($K_{зл}$).

Виключити взаємодію рідкого металу з матеріалом тигля можливо при використанні металевого, наприклад, мідного водоохолоджуваного тигля, що покращує умови експлуатації плавильного агрегату та сприяє якості виливок.

Розробка способів з'єднання азотовмісних сталей за допомогою способів зварювання має одне із першочергових значень для раціонального виробництва як окремих деталей, так і елементів конструкцій із них [6, 13]. Аустенітні сталі з надрівноважним вмістом азоту мають обмежену зварюваність дуговими способами зварювання. Сталі, що містять від 0,5 % азоту, схильні до пористості. На пористість швів при зварюванні впливають не тільки абсолютний вміст азоту, але й умови існування зварювальної ванни (об'єм, форма, швидкість зварювання, температура підігріву). Зазначається, що зниження погонної енергії зварювання сприяє зменшенню сумарної кількості дефектів та їх розмірів. Зменшення струму зварювання до 80 А і збільшення числа проходів до 3–4 сприяє зниженню загальної кількості пор у швах [14].

Мета досліджень. Мета досліджень, проведених у цій роботі, полягала у відпрацюванні технологічних режимів плазово-дугової гарнісажної плавки (ПДГП) та відливання економнолегованої нікелем аустенітно-феритної сталі X21Г17Н2 з надрівноважним вмістом азоту, вивченні особливостей впливу азоту на її структуру, визначенні параметрів ТІГ зварювання зразків високоазотистої сталі та характеристик зварного з'єднання.

Обладнання та матеріали. Дослідження технологічних особливостей процесу ПДГП та лиття високоазотистої сталі було проведено в плазово-дуговій гарнісажній установці УПГ-1Л розробки ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України (рис. 1). Плазово-дугову установку оснащено мідним водоохолоджуваним тиглем об'ємом 1000 см³ (рис. 2) і плазмотронами постійного струму типу ПДМ-7 з допустимим струмом до 500 А.

Плавильно-розливочні агрегати з радіальною схемою нагріву дозволяють у залежності від необхідності або розосереджувати підведення тепла до поверхні ванни, або сконцентрувати його в заданих зонах, регулюючи обігрів різних ділянок ванни рідкого металу. При такій схемі нагрівання поверхня заготовки, що переplавляється, частко-

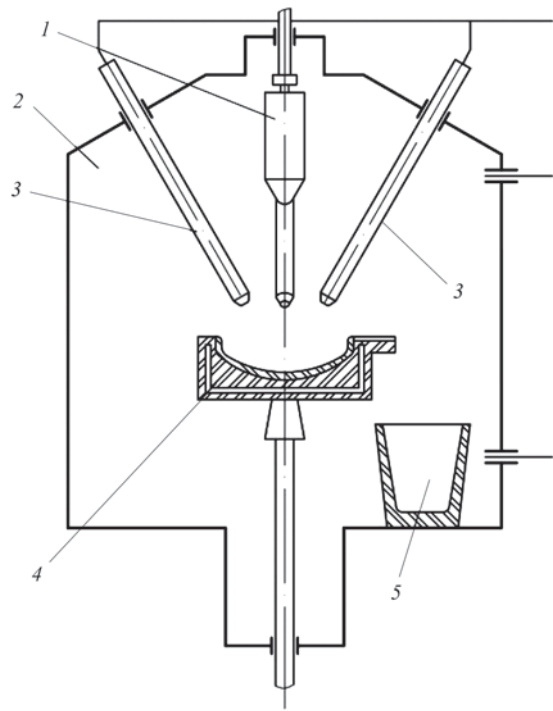


Рис. 1. Принципова схема плазово-дугової установки УПГ-1Л: 1 — витратна заготовка; 2 — камера печі; 3 — плазмотрони ПДМ-7; 4 — тигель; 5 — виливниця

во екранує випромінювання плазових дуг, що підвищує тепловий ККД плавки.

У якості вихідного матеріалу для досліджень було вибрано двофазну аустенітно-феритну сталь X21Г17Н2. Для отримання марочного хімічного складу використовували хром марки Х98, залізо Агтсо, нікель катодний марки Н1, марганець металевий МР-1. З вихідної шихти в умовах ПДГП в атмосфері аргону було виплавлено зразки сталі, хімічний склад яких наведено у табл. 1.

Результати хімічного аналізу сталі плавки 1 показали занижений вміст марганцю та нікелю порівняно з розрахунковими значеннями. Коректування складу шихтових матеріалів для послі-



Рис. 2. Мідний водоохолоджуваний тигель

Таблиця 1. Хімічний склад виплавленої сталі, мас. %

Плавка	Cr	Mn	Ni	C	S	P	[O]	[N]
1	20,4	13,9	1,67	0,1	0,025	0,02	0,042/0,03	0,016/0,73
2	20,9	16,8	1,90	→→	→→	→→	→→	0,018/0,74
3	21,0	16,9	2,10	→→	→→	→→	0,023/0,028	0,017/0,90

Примітка. Вміст [O] та [N] у чисельнику — вихідний метал, у знаменнику — метал після азотування.

дуючих плавок 2 та 3 забезпечили виплавку сталі необхідного марочного складу. Отримані склади сталей були використані для виплавки зразків із надрівноваженою концентрацією азоту.

Експериментальні дослідження. Плавлення аустенітної сталі X21Г17АН2 з надрівноважним вмістом азоту. В умовах надлишкового тиску газу в плавильній камері і розосередженого нагріву ванни рідкого металу практично відсутнє випаровування хрому, спостерігаються незначні втрати марганцю, які можуть дещо зростати зі зменшенням загального тиску газу та збільшенням витрат плазмоутворюючого газу.

Для відповідного хімічного складу виплавлених сталей (табл. 1) за допомогою рівняння, наведеного в роботі [10], було розраховано залежність розчинності азоту від температури розплаву і парціального тиску азоту в атмосфері печі:

$$\lg k = -\frac{293}{T} - 1,16 - \left(0,042 - \frac{167}{T}\right)[Cr\%] - 0,5\left(\frac{3,3}{T} - 0,001\right)[Cr\%]^2 - \left(0,022 - \frac{73}{T}\right)[Mn\%] - \left(\frac{18,4}{T} + 0,00042\right)[Ni\%] - \left(\frac{171}{T} - 0,031\right)[Si\%] - \left(\frac{274}{T} - 0,06\right)[C\%] - \left(\frac{1640}{T} - 1,14\right)[O\%] - \left(\frac{859}{T} - 0,487\right)[Al\%].$$

Згідно з проведеними розрахунками, стандартна розчинність азоту в сталях за температури розплаву 1873 К складала 0,49 і 0,57 % відповідно для плавки 1 та плавок 2 і 3. Визначено, що з підвищенням температури розплаву на 100 К стандартна розчинність азоту в металі в середньому знижується на 17 %, а при підвищенні парціального тиску азоту в пичній атмосфері на 100 кПа зростає на 40 %.

Таблиця 2. Параметри тиску і складу плазмоутворюючої суміші газів

Плавка	Робочий тиск у камері, кПа	Вміст азоту в газовій суміші, об. %	Парціальний тиск азоту під час плавлення, кПа
1	185	85...86	160
2	200	→→	170
3	210	→→	180

Розрахункові дані розчинності азоту були використані при відпрацюванні технологічних режимів ПДГП сталі X21Г17Н2 з надрівноважним вмістом азоту. Експериментальні плавки проводили в печі УПГ-1Л з використанням плазмоутворюючої суміші газів азоту і аргону. Витрати газу складали 80 л/хв. Плавлення та витримку металу проводили при струмі на плазмотронах 280...300 А і напрузі 70 В. Відповідно до даних табл. 2 підтримували необхідний робочий тиск газів в камері печі та забезпечували заданий парціальний тиск азоту.

Отримання виливків із аустенітної сталі X21Г17АН2 з надрівноважним вмістом азоту. Спосіб ведення плавки при надмірному тиску азоту дозволяє обробляти метал не тільки під час плавки, витримки і розливання, а й під час його кристалізації. Це значно розширює можливість управління газоусадковими, ліквацийними та іншими процесами при формуванні структури виливків для підвищення щільності та інших фізико-механічних властивостей металу.

Основна проблема виплавки зливків і виливків зі сталей з надрівноважним вмістом азоту пов'язана з високою вірогідністю утворення газової пористості в металі при його твердінні. Відомо, що гранична концентрація азоту при плазмово-дуговій обробці розплаву технологічно визначається азотним кипінням металевої ванни, що свідчить про досягнення динамічної рівноваги сорбційного процесу при даних термодинамічних умовах [8, 15]. Її величина визначається умовами існування бульбашок газу в об'ємі розплаву і знаходиться у рівновазі з загальним тиском газів у печі, а не з парціальним тиском азоту. Подальше збільшення парціального тиску азоту не впливає на його вміст у металі. Початок азотного кипіння ванни залежить від швидкості абсорбції азоту, умов конвекції, стандартної розчинності азоту в розплаві та загального тиску газу в плавильній камері.

Використання такого технологічного прийому, як підвищення тиску газу в камері печі під час виливання металу у виливницю, дає змогу пригнічувати десорбцію розчиненого азоту в металі й запобігати утворенню газової пористості. В роботі [11], присвяченій ПДГП відповідального литва зі сталі 0X20H5AG2 з надрівноважним вмістом

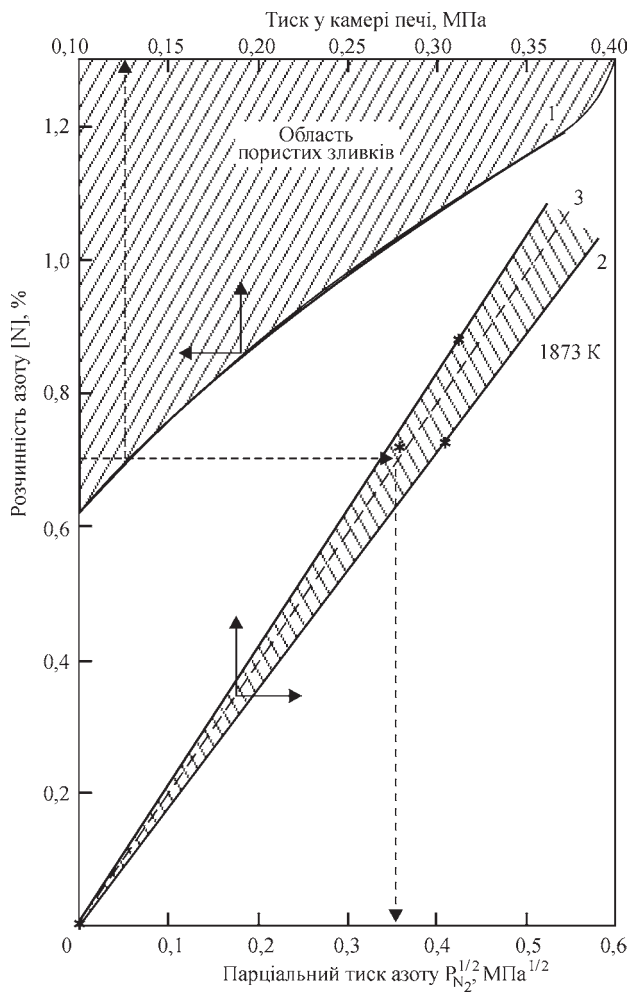


Рис. 3. Номограма для визначення граничного тиску при розливі в умовах ПДГП сталей, легованих азотом: 1 — розчинність азоту, що розрахована за умови кипіння металеві ванни за допомогою рівняння $[N] = S_N \sqrt{P_\Sigma}$, де S_N — стандартна розчинність азоту, %; P_Σ — загальний тиск газів, атм; 2 — залежність вмісту азоту в сталі від парціального тиску азоту; 3 — ізотерма розчинності азоту в сталі при 1873 К

азоту, було запропоновано номограму для визначення граничного тиску газу в плазмово-дуговій печі, який необхідно підтримувати при розливі для отримання безпористих виливків. Керуючись теоретичними положеннями цієї праці, було побудовано відповідну номограму для досліджуваної сталі X21Г17АН2 (рис. 3). Номограма містить дві залежності, одна з яких відповідає граничній концентрації азоту в сталі в режимі азотного кипіння ванни від загального тиску газів у печі (крива 1) та друга — вмісту азоту у сталі від парціального тиску азоту (крива 2). Задаючись вмістом азоту у сталі X21Г17АН2, що необхідно отримати, проводять горизонтальну лінію до перетину з залежностями 1 і 2. Абсциси точок їх перетину відповідно показують граничний тиск газів у камері печі при розливанні металу для забезпечення щільних литих

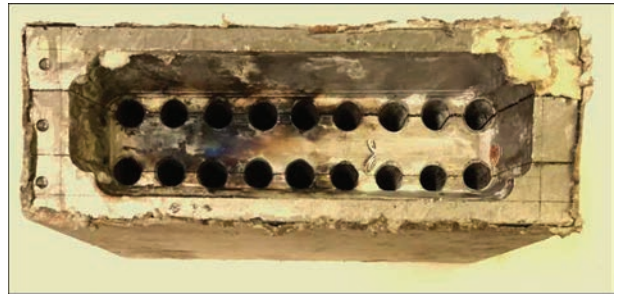


Рис. 4. Роз'ємна сталева виливниця (кокіль)

виробів і парціальний тиск азоту, який необхідний для отримання металу із заданим вмістом азоту.

У якості виливниці в експериментах використовували роз'ємний сталевий кокіль (рис. 4), який у результаті разової заливки забезпечував кристалізацію металу у формі циліндричних прутків (18 шт) діаметром 12 мм і довжиною 180 мм (рис. 5). Після розплавлення металу і наведення ванни розплав витримували протягом 10...15 хв в умовах плазмово-дугового нагріву при заданому парціальному тиску азоту, уникаючи можливості його азотного кипіння, а потім виливали оброблений метал у виливницю. Під час розливання металу тиск газів у печі та склад плазмовоутворюючої суміші підтримували згідно з даними, що наведені у табл. 2.

Із отриманих виливків були підготовлені поздовжні макрошліфи для вивчення литої структури прутків і відібрані зразки для хімічного та газового аналізу.

Дослідження TIG зварювання зразків із аустенітної сталі X21Г17АН2, легованої азотом*. Зварюваність високоазотистой сталі X21Г17АН2 була досліджена на прикладі ручного аргоно-дугового зварювання з неплавким вольфрамовим катодом. З цією метою із прутків за допомогою прокатки були отримані пластини товщиною 6 та 3 мм. Із пластин товщиною 6 мм безпосередньо були виготовлені прямокутні зразки для відпрацювання технології зварювання. Зі сторони зварювання на суміжних



Рис. 5. Зовнішній вигляд виливниці з відлитими прутками

*Експерименти зі зварюваності сталі виконав Денис Петров.

Таблиця 3. Режими ручного аргано-дугового зварювання

Зразок	Наруга, В	Струм, А	Склад газу, %		Витрати газу, л/хв	Швидкість зварювання, см/с	Кількість проходів
			Ar	N ₂			
1	20	100	80	20	10	0,20	2 з кожної сторони
2	18	80	90	10	«-»	0,15	—»—

Таблиця 4. Механічні властивості зварного з'єднання

Місце відбору проб	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %	ψ , %	КС, МДж/мм ²	Місце руйнування
Основний метал	841	933,0	25,9	42,7	1,45	—
Шов	540	860,0	28,0	41,2	1,58	Шов

гранях зразків з обох сторін виконано фрезерування кромки. Пластини товщиною 3 мм були використані для отримання присадкового матеріалу у вигляді так званої «лапші». Таким чином, для TIG зварювання зразків сталі X21Г17АН2 були використані присадкові електроди з тієї ж марки сталі. Зварювання зразків проводили у стик, виконуючи його у два проходи з обох сторін, згідно з режимами зварювання, які наведені у табл. 3.

З одержаних зразків зварних з'єднань були підготовлені макрошліфи поперечного перерізу для дослідження структури металу у зоні з'єднання. Додатково досліджено механічні властивості зварних з'єднань та вміст азоту й кисню в них.

Обговорення результатів. У підсумку проведених експериментів було відпрацьовано технологічні режими легування азотом з газової фази сталі аустенітно-феритного класу X21Г17АН2 при плазмово-дуговій гарнісажній плавці та її розливки у сталевий кокіль. Були отримані виливки із високоазотистої сталі у формі прутків малого діаметру. Результати газового аналізу прутків за К'ельдалем, які наведені в табл. 1, показують, що вміст азоту у прутках усіх трьох партій перевищує стандартну розчинність азоту більше ніж в 1,3 рази, складаючи 0,73, 0,74 та 0,9 % для плавки 1, 2 і 3 відповідно. Порівнюючи отримані концентрації з розрахунковими значеннями рівноважного вмісту азоту при 1873 К, було встановлено, що режими

азотування, яких дотримувалися під час плавки 1 і 3, забезпечили у виливках концентрацію азоту, яка відповідно на 7 та 15 % перевищує рівноважну. Дослідження литої структури прутків показали, що прутки першої і другої плавки щільні, без видимих пор та неметалевих включень у полі зору макрошліфів (рис. 6). У обох випадках заливку металу у кокіль проводили при загальному тиску газів у печі, що перевищував граничний тиск газів, визначений за номограмою (рис. 3). У тілі прутків третьої плавки були виявлені крупні пори діаметром від 0,5 до 2,0 мм у всьому полі шліфа. Не дивлячись на те, що заливку металу проводили при тиску, який у точності відповідав граничному (рис. 4), його для даної концентрації азоту виявилось недостатньо, щоб запобігти формуванню газової пористості. Отже, для пригнічення розвитку цього процесу необхідно під час розливки підтримувати тиск з певним надлишком над визначеним за номограмою.

Виконані дослідження зварюваності високоазотистої сталі X21Г17АН2 показали, що механічні властивості зварного шва та основного металу знаходяться в межах очікуваного (табл. 4). Відмічається дещо знижена межа міцності ($\sigma_{\text{в}}$), межа плинності ($\sigma_{0,2}$) металу шва, але підвищене відносне подовження (δ) та ударна в'язкість (КС).

Аналіз вмісту газових домішок у зварному з'єднанні показав, що порівняно з основним металом має місце певне зниження кисню, а концентрація азоту практично не змінюється (табл. 5). Запропоновані режими зварювання забезпечують формування з'єднання з ванною обмежених розмірів і малим часом її існування, що, вірогідно, не дає можливості розвитку реакції десорбції азоту з металу шва та утворення пористості.

Металографічні дослідження зварного шва і основного металу (рис. 7) показали, що їх мікроструктура є повністю аустенітною. Пористості, тріщин та інших дефектів у з'єднанні не виявлено. Розглядаючи вищенаведені дані, можна ствер-



Рис. 6. Макроструктура повздовжнього перерізу прутків з різним вмістом азоту, %: 1 — 0,73; 2 — 0,74; 3 — 0,9

Таблиця 5. Вміст газових домішок у металі шва зварного з'єднання сталі Х21Г17АН2

Газові домішки	Основний метал	Метал шва				
		1	2	3	4	5
[O]	0,042	0,033	0,028	0,032	0,036	0,034
[N]	0,74	0,74	0,73	0,74	0,73	0,74

Примітка. 1, 2, 3, 4, 5 — зразки, що відібрані через 25 мм по довжині зварювального шва.

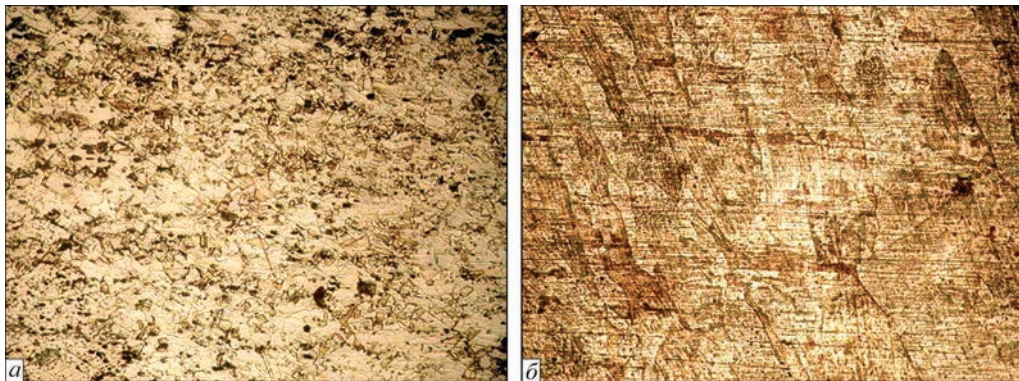


Рис. 7. Мікроструктура (×100) основного (деформованого) металу (а) та зварного шва (б)

джувати, що зварюваність високоазотисті сталі Х21Г17АН2 є задовільною.

Висновки

1. Проведені дослідження показали, що технологія ПДГП дає можливість ефективно проводити легування азотом із газової фази економнолегованої нікелем сталі Х21Г17АН2 з отриманням виливок з надрівноважним вмістом азоту та аустенітною структурою.

2. Встановлено, що для отримання виливок без дефектів у вигляді пор необхідно проводити розливку сталі Х21Г17АН2 при загальному тиску газів у плазмовій печі, що перевищує граничний тиск газів, визначений за допомогою номограми.

3. Експерименти щодо зварюваності сталі Х21Г17АН2 показують, що запропоновані режими ручного аргано-дугового зварювання забезпечують задовільні механічні характеристики зварного з'єднання, без пористості і тріщин у зоні термічного впливу та металі шва.

Список літератури

1. Uggowitz P.J., Magdowski R., Speidel M.O. (1996) Nickel free high nitrogen austenitic steels. *ISIJ Inter.*, 36(7), 901–908. DOI: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.36.901>
2. Gavriljuk V., Petrov Y., Shanina B. (2006) Effect of nitrogen on the electron structure and stacking fault energy in austenitic steels. *Scr. Mater.*, 55, 537–540. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.05.025>
3. Nithi Saenarjhan, Jee-Hyun Kang, Sung-Joon Kim (2019) Effects of carbon and nitrogen on austenite stability and tensile deformation behavior of 15Cr–15Mn–4Ni based austenitic stainless steels. *Materials Sci. and Eng., A*, 742, 608–616. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.048>

4. Patnaik L., Maity S.R., Kumar S. (2020) Status of nickel free stainless steel in biomedical field: A review of last 10 years and what else can be done. *Mater. Today Proc.*, 26, 638–643. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.12.205>
5. Chail G., Kangas P. (2016) Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications. *Procedia Structural Integrity*, 2, 1755–1762. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.221>
6. Mohammed R., Madhusudhan Reddy G., Srinivasa Rao K. (2017) Welding of nickel free high nitrogen stainless steel: Microstructure and mechanical properties. *Defence Technology*, 13(2), 59–71. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dt.2016.06.003>
7. Шейко И.В., Григоренко Г.М., Шаповалов В.А. (2016) Легирование сталей и сплавов азотом из дуговой плазмы: теория и практика (Обзор, часть 1). *Современная электрометаллургия*, 1, 32–37.
8. Патон Б.Е., Григоренко Г.М., Шейко И.В. и др. (2013) *Плазменные технологии и оборудование в металлургии и литейном производстве*. Киев, Наукова думка.
9. Nabil Ghali S., Eissa M., El-Faramawy H. et al. (2013) Production and application of advanced high nitrogen steel. *Proc. of Inter. Conf. on Sci. and Technology of Ironmaking and Steelmaking* At. Jamshedpur, India, 1. DOI: https://www.researchgate.net/publication/262698868_Production_and_Application_of_Advanced_High_Nitrogen_steel
10. Бурнашев В.Р., Никитенко Ю.О., Якуша В.В. та ін. (2020). Деякі аспекти виплавки високоазотисті сталі Х21Г17АН2 у плазмово-дуговій печі. *Сучасна електрометалургія*, 2, 23–26. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2020.02.04>
11. Грановский В.К. (1982) *Исследование физико-химических процессов и разработка технологии плазменно-дуговой гарнисажной плавки высокоазотистых сталей и сплавов*. Дис. ... канд. техн. наук. Киев.
12. Бурнашев В.Р., Жадкевич М.Л., Шаповалов В.А. (2002). Плазменно-дуговая гарнисажная плавка и литье тугоплавких металлов и сплавов. *Пробл. спец. электрометаллургии*, 2, 35–38.
13. Zeng, Liu, Chenglei, Fan, Chunli, Yang et al. (2022) *Dissimilar welding of high nitrogen stainless steel and low alloy high strength steel under different shielding gas composition:*

- Process, microstructure and mechanical properties. Defence Technology.* DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dt.2022.10.010>
14. Ющенко К.А., Солоха А.М., Казеннов Н.П. (1989). Технологические особенности сварки высокоазотистых сталей. *Сб. тр. Международной конференции «Высокоазотистые стали 89», 1–3 октября 1989 г., г. Варна, Болгария.* Т. 2, сс. 12–15.
 15. Ерохин А.А. (1975) *Плазменно-дуговая плавка металлов и сплавов.* Москва, Наука.
- References**
1. Uggowitzer, P.J., Magdowski, R., Speidel, M.O. (1996) Nickel free high nitrogen austenitic steels. *ISIJ Inter.*, 36(7), 901–908. DOI: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.36.901>
 2. Gavriljuk, V., Petrov, Y., Shanina, B. (2006) Effect of nitrogen on the electron structure and stacking fault energy in austenitic steels. *Scr. Mater.*, **55**, 537–540. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.05.025>
 3. Nithi Saenarjhan, Jee-Hyun Kang, Sung-Joon Kim (2019) Effects of carbon and nitrogen on austenite stability and tensile deformation behavior of 15Cr–15Mn–4Ni based austenitic stainless steels. *Materials Sci. and Eng., A*, **742**, 608–616. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.11.048>
 4. Patnaik, L., Maity, S.R., Kumar, S. (2020) Status of nickel free stainless steel in biomedical field: A review of last 10 years and what else can be done. *Mater. Today Proc.*, **26**, 638–643. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.12.205>
 5. Chail, G., Kangas, P. (2016) Super and hyper duplex stainless steels: structures, properties and applications. *Procedia Structural Integrity*, **2**, 1755–1762. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.221>
 6. Mohammed, R., Madhusudhan Reddy, G., Srinivasa Rao, K. (2017) Welding of nickel free high nitrogen stainless steel: Microstructure and mechanical properties. *Defence Technology*, **13(2)**, 59–71. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dt.2016.06.003>
 7. Sheiko, I.V., Grigorenko, G.M., Shapovalov, V.A. (2016) Alloying of steels and alloys with nitrogen from the arc plasma. Theory and practice (Review. Pt 1). *Sovrem. Elektrometall.*, **1**, 32–37 [in Russian].
 8. Paton, B.E., Grigorenko, G.M., Sheiko, I.V. et al. (2013) *Plasma technologies and equipment in metallurgy and foundry.* Kyiv, Naukova Dumka [in Russian].
 9. Nabil Ghali, S., Eissa M., El-Faramawy, H. et al. (2013) Production and application of advanced high nitrogen steel. In: *Proc. of Inter. Conf. on Sci. and Technology of Ironmaking and Steelmaking At. Jamshedpur, India*, 1. DOI: https://www.researchgate.net/publication/262698868_Production_and_Application_of_Advanced_High_Nitrogen_steel
 10. Burnashev, V.P., Nikitenko, Yu.O., Yakusha, V.V. et al. (2020) Some aspects of melting high-nitrogen steel Kh21G17AN2 in plasma arc furnace. *Suchasna Elektrometall.*, **2**, 23–26 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2020.02.04>
 11. Granovsky, V.K. (1982) *Study of physical-chemical processes and development of technology of plasma-arc skull melting of high-nitrogen steels and alloys.* In: Syn. of Thesis for Cand. of Tech. Sci. Degree. Kyiv [in Russian].
 12. Burnashev, V.R., Zhadkevich, M.L., Shapovalov, V.A. (2002) Plasma-arc skull melting and casting of refractory metals and alloys. *Advances in Electrometallurgy*, **2**, 30–33.
 13. Zeng, Liu, Chenglei, Fan, Chunli, Yang et al. (2022) *Dissimilar welding of high nitrogen stainless steel and low alloy high strength steel under different shielding gas composition: Process, microstructure and mechanical properties. Defence Technology.* DOI: <https://doi.org/10.1016/j.dt.2022.10.010>
 14. Yushchenko, K.A., Solokha, A.M., Kazennov, N.P. (1989) Technological peculiarities of welding of high-nitrogen steels. In: *Proc. of Inter. Conf. on High-Nitrogen Steels 89 (1–3 October, 1989, Varna, Bulgaria)*, Vol. 2, 12–15 [in Russian].
 15. Erokhin, A.A. (1975) *Plasma-arc melting of metals and alloys.* Moscow, Nauka [in Russian].

PLASMA-ARC SKULL MELTING AND CASTING OF AUSTENITIC STEEL WITH SUPER EQUILIBRIUM NITROGEN CONTENT

V.O. Shapovalov, V.R. Burnashev, T.I. Hrishchenko, V.V. Yakusha, Yu.O. Nikitenko
E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: shapovalov@paton.kiev.ua

Shown is the possibility of melting and casting high-nitrogen Kh21G17AN2 steel under the conditions of plasma-arc skull melting. Boundary conditions of nitriding Kh21G17N2 steel in order to produce sound castings were determined. Castings in the form of 12 mm wire were produced. Casting quality and properties were studied. Investigation of weldability of the produced steel with super equilibrium nitrogen content was conducted at manual argon-arc welding. 15 Ref., 5 Tabl., 7 Fig.

Keywords: plasma-arc skull melting, Kh21G17N2 steel, nitrogen, casting, properties, weldability

Надійшла до редакції 12.06.2023

СУЧАСНІ НАПРЯМИ РОЗВИТКУ АДИТИВНИХ ТЕХНОЛОГІЙ

27 листопада 2023 р. в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАНУ була проведена науково-технічна конференція «Сучасні напрями розвитку адитивних технологій», присвячена 105-й річниці від дня народження академіка Бориса Патона.

Ознайомитись з он-лайн трансляцією конференції можна на youtube каналі ІЕЗ (<https://www.youtube.com/@pewiphd791>).

Пленарні доповіді конференції надруковані в журналі «Автоматичне зварювання» № 11, 2023 (<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/as/2023/11>), який разом зі збіркою тез доповідей (<http://pwi-scientists.com/ukr/at2023>) видано до початку конференції.

Під час роботи конференції в ІЕЗ ім. Є.О. Патона була проведена виставка «Зварювання та споріднені технології».

ПОГЛИНАННЯ АЗОТУ СТАЛІЮ 04X18N10 ПРИ ПЛАЗМОВО-ДУГОВІЙ ПЛАВЦІ ПІД ШЛАКОМ СИСТЕМИ CaO–Al₂O₃

В.О. Шаповалов¹, В.Г. Могилатенко^{1,2}, Р.В. Лютий², Р.В. Козін¹

¹ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11.

E-mail: shapovalov@paton.kiev.ua

²НТУУ «КПІ імені Ігоря Сікорського».

03056, м. Київ, Берестейський проспект, 37. E-mail: vmogilatenko@gmail.com

Азот як легувальний елемент сталі є сильним аустенізатором та істотно впливає на механічні властивості сталей різного класу. Для легування азотом доцільно використовувати газові фази, а інтенсифікувати процес можливо використанням висококонцентрованих джерел енергії, наприклад, плазми. Одними з визначальних факторів легування металу є парціальний тиск азоту і температура процесу. Складно знайти роботи, які стосуються азотування металевих розплавів при плазово-шлаковому процесі. В статті наведено експериментальні дані щодо кінетики розчинення і розчинності азоту в сталі 04X18N10. Одержані математичні моделі розчинення азоту при плазовій плавці мають високу значимість, про що свідчать відповідні коефіцієнти детермінації. При парціальному тиску азоту над розплавом менше 0,1 атм температура в межах 1823...2323 К практично не впливає на вміст азоту в сталі, а при більшому парціальному тиску вміст азоту в сталі зменшується зі зростанням температури. Оцінено температуру розплаву в умовах експерименту як 2385 К. Визначено, що коефіцієнт розподілу азоту між металом і шлаком при парціальному тиску азоту до 1 атм змінюється слабо і становить 1,1...1,2. Бібліогр. 24, табл. 2, рис. 6.

Ключові слова: азотовмісні сталі, плазово-шлакова плавка, азот, кінетика поглинання, розчинність, коефіцієнт розподілення

Вступ. Сталь 04X18N10 поряд з іншими хромо-нікелевими сталями є однією з найбільш поширених конструкційних аустенітних сталей, що використовується в промисловості, оскільки вироби з неї можуть працювати в різних агресивних середовищах (розчинах солей, лугів, кислот) і має у звичайних умовах робочу температуру до 900 К, а в агресивних середовищах — до 600 К.

Будь-який високотемпературний металургійний процес одержання сталі — це процес взаємодії декількох фаз. Як правило це рідкий метал, рідкий шлак і газова фаза або вакуум. Основними газами, що взаємодіють зі шлаком і металом, є кисень, водень і азот. Присутність у газовій атмосфері перших двох газів при відсутності захисту розплаву неодмінно призводить до утворення дефектів у зливках і виливках: неметалевих включень, газової і газоусадкової поруватості, флокенів. І тільки азот може виконувати як негативну, так і позитивну функцію. Перша полягає в утворенні при певних умовах у сталі зміцнювальних включень, а друга — в тому, що азот є заміником нікелю.

Азот, що відомий давно [1, 2] як легувальний елемент хромо-нікелевих і хромоманганових сталей, поряд з нікелем є сильним аустенізатором. Дія азоту на γ-область заліза в декілька разів сильніша за дію

нікелю. Відомо, що 0,15 % азоту в хромо-нікелевих сталях еквівалентне 2...4 % Ni, а 0,25 % азоту — 2,5...6,0 % Ni. Враховуючи вартість нікелю, заміна його частини азотом значно підвищує економічність виробництва нержавіючих сталей [3].

Азотовмісні сталі з надрівноважним вмістом азоту доцільно виплавляти під надлишковим тиском азоту або способом плазово-дугового переплаву (ПДП) з легуванням металу азотом безпосередньо з газової фази. Дугошлаковий переплав (ДШП) [4] дозволяє проводити легування металу азотом з газової фази і обробку металу шлаком з формуванням зливок різного перерізу із задовільною поверхнею та хімічною і структурною однорідністю. Вміст азоту в сталі визначається складом шлаку і, залежно від способу плавки, змінюється і у металі, і у шлаку.

Характерним для процесу легування сталей азотом із плазми є велика швидкість абсорбції газу рідким металом, яка на порядок більша, ніж у традиційних металургійних агрегатах. Тому більш перспективним з точки зору одержання надрівноважного вмісту азоту в металі є плазово-шлаковий переплав (ПШП), який поєднує плазму, як джерело нагрівання металу і активації молекул азоту, зі шла-

В.О.Шаповалов — <https://orcid.org/0000-0003-1339-3088>, В.Г. Могилатенко — <https://orcid.org/0000-0002-6550-2058>,

Р.В. Лютий — <https://orcid.org/0000-0001-6655-6499>, Р.В. Козін — <https://orcid.org/0000-0002-8501-0827>

ковою обробкою для очищення розплаву від небажаних домішок і неметалевих включень.

Враховуючи те, що поглинання азоту рідкою сталлю у потрійній системі газ–шлак–метал залежить від передавальної здатності шлаку, постає питання вивчення кінетики процесу поглинання азоту шлаком і через шлак металом при плазмово-шлакової плавці на прикладі сталі 04X18H10.

Стан питання. Азот істотно впливає на механічні властивості, фазову стабільність, корозійні та жаростійкі властивості, тріщиностійкість і втомну міцність ледебуритних інструментальних та швидкорізальних сталей, нержавіючих сталей аустенітного, феритно-аустенітного, феритно-мартенситного та мартенситного класів [5–8]. Дія азоту на міцність аустенітних сталей сильніша за дію вуглецю (табл. 1).

Плавка у азотовмісному газовому середовищі, особливо при підвищеному тиску, дозволяє проводити легування азотом безпосередньо з газової фази. Плазмово-дуговий переплав забезпечує більш високу ефективність легування сталі азотом при низькому тиску газу порівняно з плавкою під тиском [9]. Для хромоманганових сталей, що економно леговані нікелем, типу X21Г10АН4 плазмово-дугова плавка при парціальних тисках азоту 60...120 кПа дозволяє одержати вміст азоту, який перевищує його стандартну розчинність. Вміст азоту в зливках під час ПДП регулюється зміною парціального тиску азоту у плазмоутворювальному газі, загального тиску у плавильній камері печі та швидкістю витягування зливка, тобто температурою розплаву [9].

Таким чином, одними з визначальних факторів легування металу в надрівноважній кількості азотом при ПДП є парціальний тиск азоту у плазмоутворювальному газі і температура процесу.

Розчинність азоту у металевому розплаві. Рівноважна розчинність азоту у металевому розплаві підпорядковується закону Сівертса або закону квадратного кореня:

$$[N]_{Me} = K_N \sqrt{P_{N_2}},$$

Таблиця 1. Вплив легувальних елементів (1 %) на межу плинності сталі типу X18H10 [2]

Легувальний елемент	Тип розчину	Межа плинності сталі, кг/мм ²
N	Проникнення	70
C	—»—	40
Cr	Заміщення	0,4
Mo	—»—	1,5

де $[N]_{Me}$ — рівноважна розчинність азоту, %; K_N — стала Сівертса, %·атм^{-1/2}; P_{N_2} — рівноважний парціальний тиск азоту у газовій фазі, атм.

При плазмовому нагріванні також виконується закон квадратного кореня для поглинання азоту, але при цьому коефіцієнт пропорційності значно перевищує сталу Сівертса. Легування металу азотом відбуватиметься в разі дотримання нерівності [10]:

$$P_{N_2} > P_{N_2} = ([N]_{Me} / K_N)^2,$$

де P_{N_2} — парціальний тиск азоту у газовій фазі.

Температурну залежність константи розчинення азоту у рідкому залізі вивчали багато дослідників. Найбільш вірогідні результати задовільно описуються рівнянням [11]:

$$\lg K_{N_2} = (-293 / T) - 1,16.$$

Відповідно до вказаної залежності при 1600 °C $K_{N_2} = 0,048$ %. Таким чином, для цієї температури можна записати:

$$[N]_{Me} = 0,048 \sqrt{P_{N_2}}.$$

Легувальні елементи та домішки в залізі змінюють здатність заліза розчиняти азот [12].

У реальних сталеплавильних процесах розчинення азоту відбувається паралельно з процесами окиснення. Потік кисню викликає зустрічний потік азоту. Встановлено [13], що поведження азоту в сплаві Fe–C і сталях 3сп та 15ГЮТ як і чистого заліза визначається швидкістю насичення металу киснем і коли досягається гранична концентрація кисню в металі поглинання азоту сталями припиняється. Чим більша швидкість поглинання кисню, тим раніше припиняється поглинання азоту і тим менша його концентрація досягається в сталях.

Розчинність азоту у сталях можна розрахувати теоретично при відомих значеннях параметрів взаємодії [10]. У роботі [14] наведено термодинамічну модель для прогнозування розчинності азоту в рідких нержавіючих сталях у залежності від концентрацій легувальних елементів, температури і тиску, в якій враховано новий фактор впливу тиску на коефіцієнт активності азоту. Результати розрахунків, що добре співпадають з експериментом, підкоряються закону Сівертса. Але при великому тиску (> 1 атм) та особливо при високій концентрації легувальних елементів відбувається відхилення від закону Сівертса і тиск азоту починає негативно впливати на розчинність.

Розчинність азоту в шлаках. Щодо сорбційної здатності шлаку по відношенню до домішок, то вона залежить від окиснювально-відновлюваль-

ного потенціалу середовища, який може визначитися рівноважним парціальним тиском кисню (P_{O_2}). На відміну від закону Сівертса для металів у випадку шлаку виконується залежність [15]:

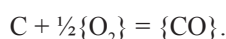
$$(\Gamma) = K_{(\Gamma)} p_{(\Gamma_2)}^{1/2} p_{(O_2)}^{V_{\Gamma}/4},$$

де V_{Γ} — ступінь окиснення або валентність елемента Γ у шлаку.

Оскільки валентність азоту в шлаку $V_N = -3$, то

$$(N) = K_{(N)} p_{(N_2)}^{1/2} p_{(O_2)}^{-3/4}.$$

Якщо шлак має у своєму складі вуглець, то відбувається реакція:



При цьому з 1 моля кисню утворюється 2 моля CO, які знижують парціальний тиск азоту над шлаком, що слід враховувати при розрахунках розчинності. В реальних умовах у присутності нітридоутворювальних елементів із-за утворення нітридів гранична розчинність азоту в шлаку зазвичай не перевищує 2 % [15].

На жаль у науковій літературі поглинання азоту шлаками найчастіше пов'язують з наявністю вуглецю в шлаку або в атмосфері над шлаком. Чисті експерименти без впливу вуглецю не зустрічаються. За даними робіт [16, 17] одночасне збільшення концентрацій вуглецю та азоту, а також досягнення насичення свідчать про те, що азот і вуглець у шлаку пов'язані в одну сполуку, наприклад, ціанід або ціанамід. Азот при різному вмісті CaO розчиняється у вигляді вільного азоту N^{3-} і зв'язується з іонами Ca^{2+} (Ca_3N_2) або Al^{3+} (AlN). Механізм розчинення азоту дуже складний, оскільки відомо, що він реагує та заміщає всі три типи кисню шлаку: вільний (O^{2-}), кінцевого типу (O^-) та містковий або той, що поєднує (O^0).

Коли вуглець і азот розчиняються одночасно у розплавлених шлаках [17] або в шлаку є вуглець, то вони можуть розчинятися у формі ціаніду CN^- . У роботі [17] проведено аналіз літературних даних щодо зв'язку розчинності азоту, ціаніду і вуглецю в шлаку $CaO-Al_2O_3$ з парціальними тисками азоту, CO і аргону в системі та проведено модельні розрахунки розчинності азоту в різних формах існування у шлаку. На рис. 1 наведено графічні за-

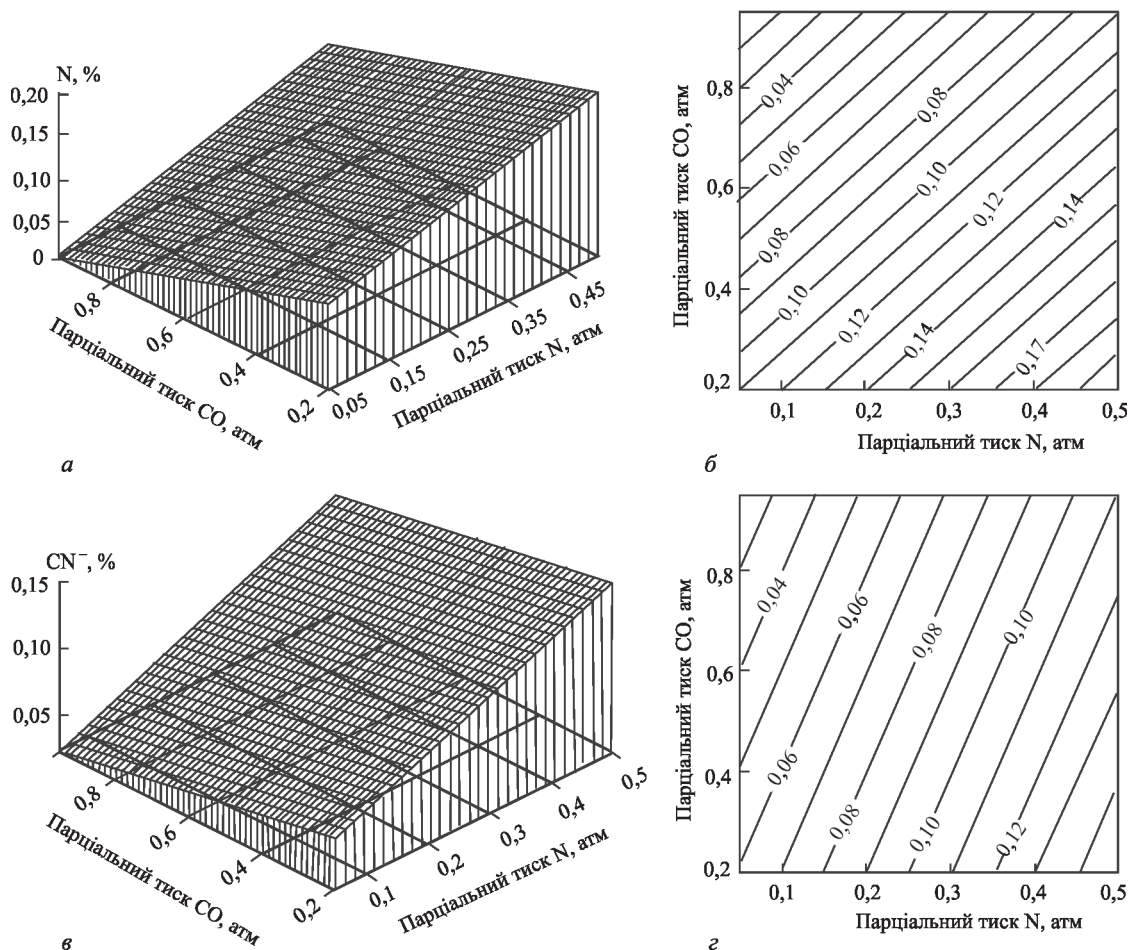


Рис. 1. Залежність загального вмісту азоту в шлаку (а, б) і CN^- (в, з) від парціального тиску азоту і CO над шлаком 50 % CaO–50 % Al_2O_3 [17]: а, в — об'ємне зображення; б, з — топографія поверхні

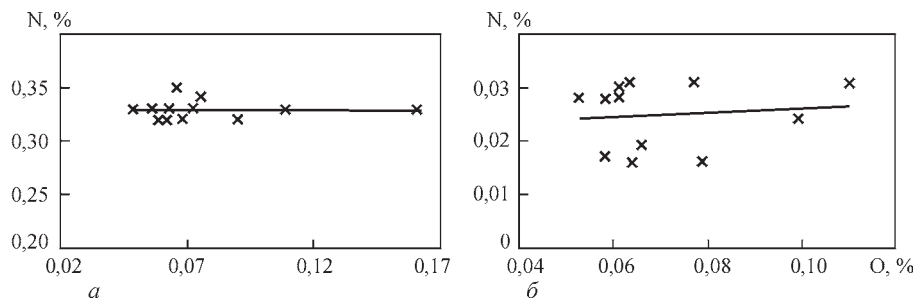


Рис. 2. Вплив вмісту кисню в сталі Х6ВФ, виплавленої під розкисненим шлаком, на вміст у ній азоту: а — шлак АНФ-1П + 7 % Са; б — АНФ-1П + 7 % АІ [19]

лежності, побудовані за результатами цієї роботи щодо шлаку 50 % СаО–50 % АІ₂О₃.

Основні висновки з цих графічних залежностей наступні:

як збільшення парціального тиску азоту, так і зменшення парціального тиску СО над шлаком веде до підвищення в ньому вмісту азоту і ціаніду CN⁻;

парціальні тиски азоту і СО сильніше впливають на загальний вміст азоту, ніж на вміст ціаніду;

чим більше парціальний тиск СО, тим, можливо, більший вміст кисню і менший вміст азоту у шлаку.

Відомо, що алюмінійкисневі аніони шлаку (АІО₂⁻, АІО₃³⁻, АІО₄⁵⁻) як і силіційкисневі здатні асоціювати між собою та утворювати складні аніони великих розмірів [10]. При розчиненні азоту він може вбудовуватися у складні аніони замість кисню [18].

Розчинність азоту в основних шлаках у два-три рази перевищує розчинність азоту в залізі. У кислих шлаках з підвищенням температури азот розчиняється майже втричі швидше [16], ніж у залізі, що, можливо, пов'язано з утворенням складних аніонів. Вивчення залежності між вмістом азоту та вуглецю у флюсі АНФ-7 (80 % СаF₂ + 20 % СаО) показало, що концентрація азоту у вихідному флюсі набагато нижче рівноважної і цей шлак не тільки не може стати джерелом збагачення металу азотом, але навіть може сприяти видаленню з нього цього газу.

Азот у системі газ–шлак–метал. Взаємодія в системі азот–шлак–метал складається з наступних ланок: конвекційне і дифузійне перенесення азоту до поверхні шлаку в газовій фазі; адсорбція, дисоціація, перехід атомів азоту через поверхню поділу газ–шлак; дифузійне, конвекційне і знову дифузійне перенесення азоту в шлаку до поверхні поділу шлак–метал; перехід через поверхню поділу шлак–метал; розподілення азоту по об'єму металу до вирівнювання хімічного потенціалу азоту в металевій фазі (розчинення).

У залежності від швидкості елементарних ланок та чи інша ланка може визначати загальну швидкість процесу.

Найбільша кількість інформації у науковій літературі стосується взаємодії азоту з розплавами на основі заліза, а на другому місці — взаємодія зі шлаками. Процесам насичення розплавів азотом з газової фази через шлак приділено небагато уваги. Встановлено [19], що азотація з газової фази можлива при розкисненні шлаку металічним кальцієм і алюмінієм, але чіткої залежності вмісту азоту в сталі Х6ВФ від вмісту кисню в металі автори не виявили (рис. 2). Більш того, можна сказати, що вміст кисню в сталі не впливає на вміст у ній азоту.

Вміст азоту в сталі Х6ВФ, що виплавлена під шлаком СаО–АІ₂О₃–15 % ТіО₂, складає 0,035 %, а під шлаком АІ–295 — 0,026 %. Ці величини нижче рівноважного вмісту (0,17 %), розрахованого для умов взаємодії рідкого металу з азотом [19].

Кількість азоту, що розчиняється в металі, прямо пропорційна кількості азоту шлаку і обернено пропорційна коефіцієнту розподілення $L = \frac{[N]}{[N]}$.

Враховуючи практичну незмінність залежностей, що наведені на рис. 2, в умовах експерименту коефіцієнт розподілення азоту між шлаком і металом не змінюється.

Азотування металу, що знаходиться під шлаком, відбувається зі швидкістю меншою, ніж у разі контактування металевого розплаву безпосередньо з газовою фазою [20]. Найбільша швидкість азотування зафіксована в умовах дугової плавки (2,6 · 10⁻⁵...1,55 · 10⁻⁴ м/с), а найменша — при плавці в печі опору ((1,5...3,0) · 10⁻⁶ м/с).

На сьогодні дуже складно знайти роботи, які б об'єднали кінетичні залежності насичення шлаку і сталі азотом в одному процесі. Тому це і було метою цієї роботи.

Методика дослідження. У якості шлакової композиції було вибрано бінарний шлак складу 50 % АІ₂О₃ та 50 % СаО. В області такої концентрації знаходяться легкоплавкі шлаки з евтектикою при температурі 1658...1668 К. Для приготування шлаку використовували порошки оксиду кальцію СаО і оксиду алюмінію АІ₂О₃ класу ЧДА. Шлаки були виплавлені попередньо у графітовім

тиглі в індукційній печі з захисною атмосферою. У якості захисної атмосфери застосовували аргон першого гатунку: 0,002 % O₂; 0,01 % N₂; 0,03 г/м³ пари H₂O. Вміст вуглецю в шлаку склав 0,29 %, CaO — 49,3, Al₂O₃ — 50.

У якості металевго зразка використали сталь 04X18H10 наступного складу, %: 0,04 С, 18,1 Cr, 10,65 Ni, 0,8 Si, 1 Mn. Ця сталь не вміщує в собі нітридоутворювальних елементів, що дає можливість виявити азот, який знаходиться у розчиненому стані.

Визначення вмісту азоту в пробах шлаку і сталі проводили на устаткуванні за методикою К²ельдаля, яка була доопрацьована стосовно визначення азоту в шлаках, і її докладний опис наведено у роботі [21].

Вивчення кінетики поглинання азоту проводили на установці УП [22], яка дозволяє вивчати поглинання газу із плазми розплавом в умовах, коли вся його поверхня покрита плазмовим факелом і з рідкою ванною контактує активний газ.

Після розплавлення наважки сталі зі шлаком і необхідної витримки в азото-аргонній плазмі вимикали плазмотрон з одночасним розкриттям клинового кристалізатора для гартування розплаву з рідкого стану і фіксації кількості в ньому азоту.

Експериментальні результати та їх обговорення. Вихідні експерименти були проведені зі сталлю в контактi з газовою атмосферою за відсутності шлаку. Результати наведені на рис. 3.

Основні результати статистичної обробки одержаних результатів наступні. Поліноміальна регресія (залежність 1) має вигляд:

$$[\% \text{ N}] = 0,0604545 + 0,0436667P_{\text{N}_2} - 0,257576P_{\text{N}_2}^2.$$

Коефіцієнти детермінації (R^2) дорівнюють 0, 0,845973 і 0,982467 для ступенів 0, 1 і 2 відповідно. Нульове значення означає, що перший коефіцієнт — це константа.

Залежність 2 на рис. 3 вказує на те, що вміст азоту в розплавi сталі 04X18H10 підкоряється закону Сівертса. Константа Сівертса для умов експерименту складає 0,277674, а одержана залежність наступна:

$$[\% \text{ N}] = 0,27764\sqrt{P_{\text{N}_2}}. \quad (1)$$

Коефіцієнт детермінації (R^2) має значення 0,979081, а середньоквадратичне відхилення скла-

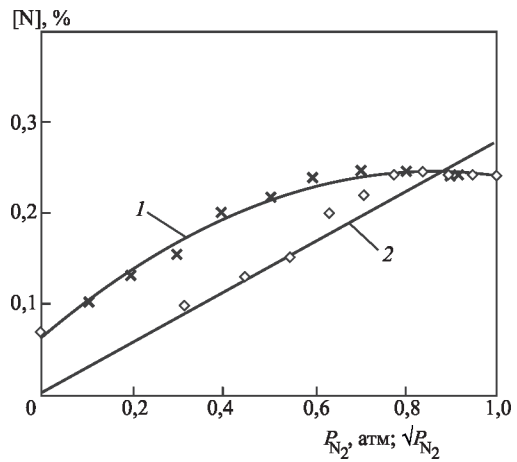


Рис. 3. Вміст азоту в сталі 04X18H10 у залежності від парціального тиску азоту над металом (1) і квадратного кореня від цього тиску (2)

дає 0,00091. Близькість коефіцієнта детермінації до 1 свідчить про те, що модель має високу значимість.

Проведені теоретичні розрахунки для визначення розчинності азоту в дослідженій сталі. Для цього використали рівняння Чіпмана–Корригана [23]. Розчинність азоту в залізі описується рівнянням

$$\lg K_{\text{N}} = -\frac{850}{T} - 0,905 + \frac{1}{2} \lg P_{\text{N}_2}. \quad (2)$$

Параметри взаємодії [14, 23] першого і другого порядку, які необхідні для розрахунку, наведені у табл. 2.

Константа рівноваги реакції розчинення азоту в рідкому залізі при температурі (T) складає:

$$K_{\text{N}} = \frac{f_{\text{N}(T)} [\% \text{ N}]}{P_{\text{N}_2}^{1/2}}. \quad (3)$$

Після логарифмування маємо:

$$\lg [\% \text{ N}] = \frac{1}{2} \lg P_{\text{N}_2} + \lg K_{\text{N}} - \lg f_{\text{N}(T)}. \quad (4)$$

Коефіцієнти активності при певній температурі можна визначити за відомими даними при температурі 1873 К і за рівнянням

$$\lg f_{\text{N}(T)} = \left(\frac{3280}{T} - 0,75 \right) \times \left\{ \sum_j \left(e_{\text{N}(1873)}^j [j] \right) + \sum_j \left(r_{\text{N}(1873)}^j [j]^2 \right) + \sum_j \sum_k \left(r_{\text{N}}^{j,k} [j][k] \right) \right\}. \quad (5)$$

Таблиця 2. Параметри взаємодії елементів у залізі при температурі 1873 К

Легувальний елемент (j)	Cr	Ni	Mn	Si	C	Cr–Ni
Параметр взаємодії 1-го порядку (e_{N}^j)	-0,047	0,0063	-0,02	0,047	0,118	–
Параметр взаємодії 2-го порядку (r_{N}^j)	0,00032	0,00007	0,000032	–	–	-0,00008

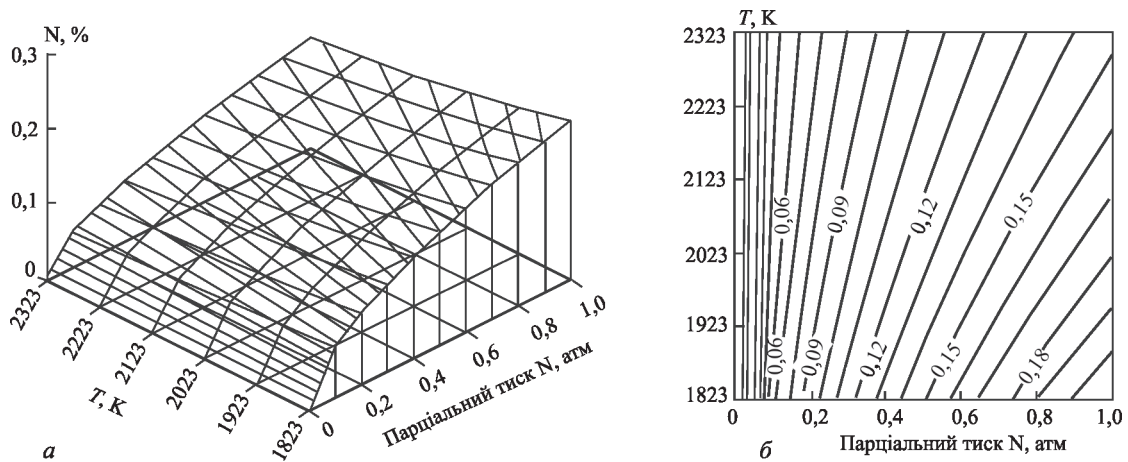


Рис. 4. Вплив температури і тиску азоту на його вміст у сталі 04X18H10 (а) і топографія поверхні (б)

Тоді після підстановки рівнянь (2) і (5) у рівняння (4) одержуємо:

$$\begin{aligned} \lg[\% N] = & \frac{1}{2} \lg p_{N_2} - \frac{850}{T} - 0,905 - \\ & - \left[\left(\frac{3280}{T} - 0,75 \right) \left\{ \sum_j \left(e^j_{N(1873)} [j] \right) + \right. \right. \\ & \left. \left. + \sum_j \left(r^j_{N(1873)} [j]^2 \right) + \sum_j \sum_k \left(r^{j,k}_{N(1873)} [j][k] \right) \right\} \right]. \end{aligned} \quad (6)$$

Після підстановки даних одержуємо рівняння:

$$[\% N]_{04X18H10} = \sqrt{p_{N_2}} 10^{\left(\frac{1328}{T} - 1,4029 \right)}. \quad (7)$$

При плазмовій плавці розподіл температур по поверхні розплаву дуже нерівномірний. Область найбільших температур концентрується всередині плазмового факела і може досягати 18000...19000 К [24]. На вісі зрізу сопла в залежності від електричного режиму плавки, тиску і складу газової атмосфери температура, як правило, перевищує 12000 К, а поверхня металеві ванни становить не менше 2000 К у зонах, що прилягають до анодної плями.

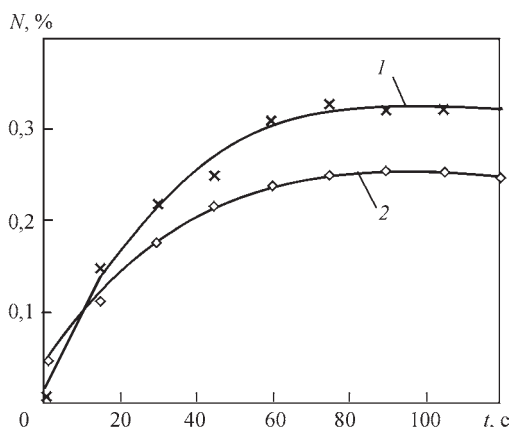


Рис. 5. Кінетична залежність поглинання азоту при ПШП ($p_{N_2} = 0,7$ атм): 1 — для шлаку; 2 — для сталі

Одержана залежність (7) дала можливість оцінити температуру розплаву при ПШП. Експериментальна залежність вмісту азоту в сталі 04X18H10 описується залежністю (1), а залежність (7) показує розрахункову зміну розчинності азоту в сталі від температури.

Можна записати, що експериментальне та розрахункове значення з урахуванням температури дорівнюють одне одному:

$$\begin{aligned} [\% N] &= [\% N]_{04X18H10}, \\ 0,277674 \sqrt{p_{N_2}} &= \sqrt{p_{N_2}} 10^{\left(\frac{1328}{T} - 1,4029 \right)}, \end{aligned}$$

звідки температура розплаву сталі становить біля 2385 К.

Результати розрахунку за формулою (7) у графічному вигляді наведено на рис. 4.

Одержані дані показали, що в умовах плавки без використання плазми при невеликих парціальних тисках азоту, приблизно до 0,1 атм, температура в межах 1823...2323 К практично не впливає на вміст азоту в сталі; при більш високих парціальних тисках зі зростанням температури вміст азоту в розплаві сталі 04X18H10 зменшується; максимальний вміст азоту, якого можна досягти при тиску азоту 1 атм і температурі 2323 К складає 0,145 %, а при температурі 1823 К і тому ж тиску — 0,21 %.

Порівняння розрахункових і експериментальних даних показує, що одержані розрахункові дані менші за експериментальні, що може бути пов'язане з підвищенням енергії молекул у плазмовому факелі та появою активних атомів і іонів азоту. Це впливає на інтенсивність поглинання газу розплавом.

Приклад кінетичної залежності одночасного поглинання азоту рідкою сталлю 04X18H10 і шлаком при парціальному тиску азоту 0,7 атм в атмосфері печі наведено на рис. 5.

На всіх кінетичних залежностях при тисках до 1 атм вміст азоту у сталі менше ніж у шлаку і не

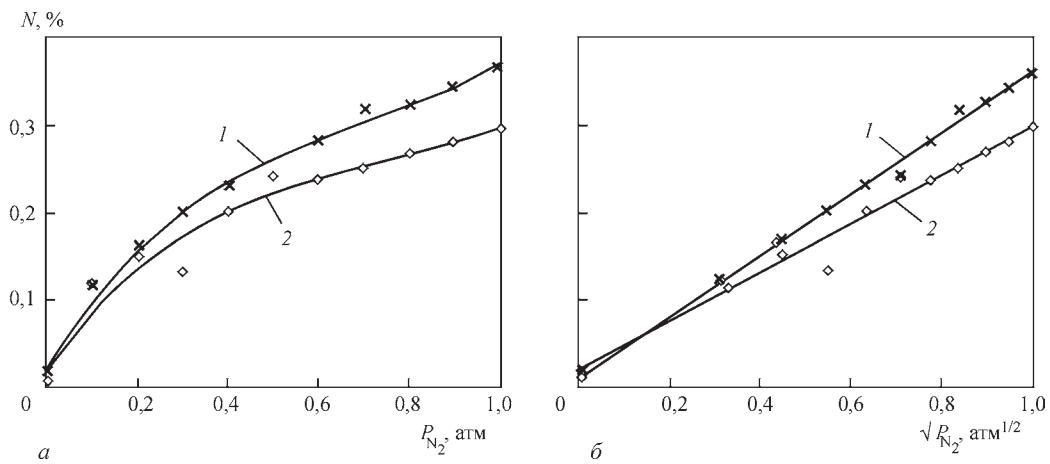


Рис. 6. Вплив тиску азоту на вміст азоту в шлаку і сталі 04X18H10 при ПШП: 1 — шлак; 2 — метал

більше ніж у сталі, яка одержана при безпосередньому контакті рідкого металу з плазмою.

Зведені залежності зміни вмісту азоту у розплавленій ПШП сталі від парціального тиску азоту і кореня квадратного від цього тиску наведено на рис. 6.

В умовах плазово-шлакової плавки вміст азоту в сталі збільшується зі зростанням тиску азоту в атмосфері над розплавом (рис. 6, а) і підкоряється закону Сівертса (рис. 6, б).

Лінійна залежність вмісту азоту в шлаку описується рівнянням

$$(\% N) = 0,360025 \sqrt{p_{N_2}} + 0,00336233 \quad (8)$$

з коефіцієнтом детермінації $R^2 = 0,995207$ і середньоквадратичним відхиленням $6,31644 \cdot 10^{-5}$, що вказує на високу значимість моделі. Вільний член останнього рівняння вказує на вихідний (залишковий) вміст азоту у шлаку.

Те саме можна сказати і про залежність вмісту азоту в сталі під шлаком. Лінійна залежність набуває вигляду:

$$[\% N] = 0,286549 \sqrt{p_{N_2}} + 0,0129405, \quad (9)$$

коефіцієнт детермінації складає 0,964987, а середньоквадратичне відхилення дорівнює $3,01468 \cdot 10^{-4}$. Порівняння константи Сівертса сталі при ПШП (1) з константою при ПДП (9) показує близькість їх значень. Різниця складає 0,008875, що відповідає 3,2 % похибки.

Визначений за одержаними даними коефіцієнт розподілу азоту між шлаком і металом $\left(L = \frac{(N)}{[N]} \right)$ при парціальному тиску азоту до 1 атм змінюється слабо і дорівнює 1,1...1,2.

Висновки

1. Одержано кінетичні залежності поглинання азоту рідкою сталлю 04X18H10 із азот-аргонної

плазми у інтервалі парціального тиску азоту від 0,05 до 1,0 атм. У всіх випадках вміст азоту у шлаку перевищував його вміст у сталі. Визначено, що при плазово-шлаковій плавці поглинання азоту шлаком і сталлю 04X18H10 відбувається відповідно до закону Сівертса. Одержані математичні моделі розчинення азоту при плазовій плавці мають високу значимість і їх коефіцієнти детермінації близькі до 1. Експериментально встановлено значення константи Сівертса в умовах як плазово-шлакової плавки, так і розрахунковим шляхом у рівноважних умовах для сталі 04X18H10 із застосуванням рівняння Чипмана–Корригана.

2. Визначено, що при парціальних тисках азоту приблизно до 0,1 атм і температурі в межах 1823...2323 К вміст азоту в сталі практично не залежить від температури на відміну від більших парціальних тисків. З підвищенням температури кількість рівноважного розчиненого у сталі азоту зменшується.

3. Встановлено, що в умовах проведення експериментів, тобто коли плазовий факел повністю вкриває розплавлений зразок, досягається температура розплаву 2385 К. В умовах ПШП коефіцієнт розподілу азоту між шлаком і металом становить величину 1,1...1,2.

Список літератури

1. Гудремон Э. (1966) *Специальные стали*. Москва, Металлургия.
2. Лакомский В.И., Лакомский В.В. (2012) *Азот в жидких сталях и шлаках*. Киев, Наукова думка.
3. Королев М.Л. (1961) *Азот как легирующий элемент в стали*. Москва, Металлургиздат.
4. Paton B.E., Saenko V.Ya., Pomarin Yu.M. et al. (2004) Arc slag remelting for high strength steel & various alloys. *J. Mater: Sci.*, **39**, 7269–7274. DOI: <https://doi.org/10.1023/B:JM-SC.0000048741.47509.b3>
5. Cieřla M., Ducki K.J. (2008) Effect of increased nitrogen content on the structure and properties of tool steels. *J. of Achievements in Materials and Manufacturing Eng.*, **29(1)**, July. <https://www.researchgate.net/publication/26872202>

6. Cieřla M., Ducki K.J. (2008) Influence of increased nitrogen content on tool steels structure and selected properties. *J. of Achievements in Materials and Manufacturing Eng.*, 27(2), July. <https://www.researchgate.net/publication/26872252>
7. Saeed Nabil Ghali, Mamdouh Eissa, Hoda El-Faramawy et al. (2013) Production and application of advanced high nitrogen steel. *Inter. Conf. on Sci. and Technology of Ironmaking and Steelmaking, November 2013. Jamshedpur, India*, 1. https://www.researchgate.net/publication/262698868_Production_and_Application_of_Advanced_High_Nitrogen_steel
8. Григоренко Г.М., Помарин Ю.М., Лакомский В.В. и др. (2010) Свойства сталей типа X13, легированных азотом. *Современная электрометаллургия*, 4, 26–29.
9. Бурнашев В.Р., Никитенко Ю.О., Якуша В.В. та ін. (2020) Деякі аспекти виплавки високоазотистої сталі X21Г17АН2 у плазмово-дуговій печі. *Сучасна електрометаллургія*, 2, 23–26. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2020.02.04>
10. Шурхал В.Я., Ларін В.К., Чернега Д.Ф. та ін. (2000) *Фізико-хімія металургійних систем і процесів*: Підручник. Київ, Вища школа.
11. Помарин Ю.М., Бялік О.М., Григоренко Г.М. (2007) *Вплив газів на структуру та властивості металів і сплавів*. Київ, НТУУ «КПІ».
12. Шаповалов В.О., Біктагіров Ф.К., Могилатенко В.Г. (2023) *Позапічне оброблення сталі: способи, процеси, технології*: Підручник. Кривцун І.В. (ред.). Київ, Хімджест.
13. Эндерс В.В. (2002) Азот в сталеплавильных процессах. *Литье и металлургия*, 1, 95–100.
14. Zhouhua Jiang, Huabing Li, Zhaoping Chen et al. (2005). The nitrogen solubility in molten stainless steel. *Steel Research Int.*, 76(10), 730–735. <https://www.researchgate.net/publication/281642445>
15. Григорян В.А., Белянчиков Л.Н., Стомахин А.Я. (1987) *Теоретические основы электросталеплавильных процессов*. Москва, Металлургия.
16. Григоренко Г.М., Козин Р.В. (2018) Растворимость азота во флюсах для электрошлаковых технологий. *Современная электрометаллургия*, 2, 37–40. DOI: <http://dx.doi.org/10.15407/sem2018.02.04>
17. In-Ho Jung (2006) Thermodynamic modeling of gas solubility in molten slags (I)– carbon and nitrogen. *ISIJ Inter.*, 46(11), 1577–1586.
18. Eloy Martinez R., Victor Espejo O., Francisco Manjarrez (1993) The solubility of nitrogen in the CaO–CaF–Al₂O₃ system and its relationship with basicity. *ISIJ International*, 33(1), 48–52.
19. Лакомский В.В., Помарин Ю.М., Рябцев А.Д., Григоренко Г.М. (2006) Азотирование металла при ЭШП из газовой фазы. *Современная электрометаллургия*, 4, 3–5.
20. Лакомский В.В., Григоренко Г.М. (2012) Кинетика взаимодействия азота газовой фазы с металлом, покрытым жидким шлаком. *Современная электрометаллургия*, 3, 35–37.
21. Козін Р.В., Кузнецова Л.В., Гуляницька Н.Е., Моссоковська І.А. (2019) Визначення вмісту азоту в шлакових системах CaO–Al₂O₃ методом К'ельдаля. *Метрологія та прилади*, 3, 55–60.
22. Забаріло О.С., Лакомский В.И. (1968) Поведение углерода при плазменно-дуговом переплаве сплава 50Н и железа армо. *Специальная электрометаллургия*, 4, 78–85.
23. Григорян В.А., Стомахин А.Я., Уточкин Ю.И. и др. (2007) *Физико-химические расчеты электросталеплавильных процессов*: Сб. задач. Москва, МИСиС.
24. Григоренко Г.М., Помарин Ю.М. (1989) *Водород и азот в металлах при плазменной плавке*. Киев, Наукова думка.

References

1. Houdremont, E. (1966) *Special steels*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
2. Lakomsky, V.I., Lakomsky, V.V. (2012) *Nitrogen in liquid steels and slags*. Kyiv, Naukova Dumka [in Russian].
3. Koroliov, M.L. (1961) *Nitrogen as an alloying element in steel*. Moscow, Metallurgizdat [in Russian].
4. Paton, B.E., Saenko, V.Ya., Pomarin, Yu.M. et al. (2004) Arc slag remelting for high strength steel & various alloys. *J. Mater. Sci.*, 39, 7269–7274. DOI: <https://doi.org/10.1023/B:JM-SC.0000048741.47509.b3>
5. Cieřla, M., Ducki, K.J. (2008) Effect of increased nitrogen content on the structure and properties of tool steels. *J. of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 29(1), July. <https://www.researchgate.net/publication/26872202>
6. Cieřla, M., Ducki, K.J. (2008) Influence of increased nitrogen content on tool steels structure and selected properties. *J. of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 27(2), July. <https://www.researchgate.net/publication/26872252>
7. Saeed Nabil Ghali, Mamdouh Eissa, Hoda El-Faramawy et al. (2013) Production and application of advanced high nitrogen steel. In: *Proc. of Int. Conf. on Science and Technology of Ironmaking and Steelmaking (November 2013. Jamshedpur, India)*. 1. https://www.researchgate.net/publication/262698868_Production_and_Application_of_Advanced_High_Nitrogen_steel
8. Grigorenko, G.M., Pomarin, Yu.M., Lakomskii, V.V. (2010) Properties of Kh13-type steels alloyed with nitrogen. *Advances in Electrometallurgy*, 4, 255–258.
9. Burnashev, V.P., Nikitenko, Yu.O., Yakusha, V.V. et al. (2020) Some aspects of melting high-nitrogen steel Kh21G17AN2 in plasma arc furnace. *Suchasna Elektrometal.*, 2, 23–26 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2020.02.04>
10. Shurkhal, V.Ya., Larin, V.K., Chernega, D.F. et al. (2000) *Physical chemistry of metallurgical systems and processes*: Manual. Kyiv, Vyscha Shkola [in Ukrainian].
11. Pomarin, Yu.M., Byalik, O.M., Grygorenko, G.M. (2007) *Influence of gases on structure and properties of metals and alloys*. Kyiv, NTUU KPI [in Ukrainian].
12. Shapovalov, V.O., Biktagirov, F.K., Mogylatenko, V.G. (2023) *Out-of-furnace processing of steel: Methods, processes, technologies*: Manual. Ed. by I.V. Krivtsun. Kyiv, Khimjst [in Ukrainian].
13. Enders, V.V. (2002) Nitrogen in steelmaking processes. *Litye i Metallurgiya*, 1, 95–100 [in Russian].
14. Zhouhua Jiang, Huabing Li, Zhaoping Chen et al. (2005). The nitrogen solubility in molten stainless steel. *Steel Research Int.*, 76(10), 730–735. <https://www.researchgate.net/publication/281642445>
15. Grigoryan, V.A., Belyanchikov, L.N., Stomakhin, A.Ya. (1987) *Theoretical fundamentals of electric steelmaking processes*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
16. Grigorenko, G.M., Kozin, R.V. (2018) Nitrogen solubility in fluxes for electroslag technologies. *Sovrem. Elektrometal.*, 2, 37–40 [in Russian]. DOI: <http://dx.doi.org/10.15407/sem2018.02.04>
17. In-Ho Jung (2006) Thermodynamic modeling of gas solubility in molten slags (I)–carbon and nitrogen. *ISIJ International*, 46(11), 1577–1586.
18. Eloy Martinez, R., Victor Espejo, O., Francisco, Manjarrez (1993) The solubility of nitrogen in the CaO–CaF–Al₂O₃ system and its relationship with basicity. *ISIJ International*, 33(1), 48–52.

19. Lakomsky, V.V., Pomarin, Yu.M., Ryabtsev, A.D., Grigorenko, G.M. (2006) Metal nitriding from gas phase in ESR. *Advances in Electrometallurgy*, **4**, 2–4.
20. Lakomskii, V.V., Grigorenko, G.M. (2012) Kinetics of interaction of the nitrogen of the gas phase with the metal coated with liquid slag. *Advances in Electrometallurgy*, **3**, 195–197.
21. Kozin, R.V., Kuznetsova, L.V., Gulyanytska, N.E., Mosokovska, I.A. (2019) Determination of nitrogen content in CaO–Al₂O₃ systems by Kjeldahl method. *Metrologiya ta Prylady*, **3**, 55–60 [in Ukrainian].
22. Zabarilo, O.S., Lakomsky, V.I. (1968) Carbon behavior in plasma-arc remelting of alloy 50N and Armco iron. *Spec. Elektrometallurgiya*, **4**, 78–85 [in Russian].
23. Grigoryan, V.A., Stomakhin, A.Ya., Utochkin, Yu.I. et al. (2007) *Physical-chemical calculations of electric steelmaking processes*: Coll. of Problems with Solutions. 2nd Ed. Moscow, MISiS [in Russian].
24. Grigorenko, G.M., Pomarin, Yu.M. (1989) Hydrogen and nitrogen in metals during plasma melting. Kyiv, Naukova Dumka [in Russian].

NITROGEN ABSORPTION BY 04Kh18N10 STEEL IN PLASMA-ARC MELTING UNDER SLAG OF CaO–Al₂O₃ SYSTEM

V.O. Shapovalov¹, V.G. Mogylatenko^{1,2}, R.V. Lyutyi², R.V. Kozin¹

¹E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: shapovalov@paton.kiev.ua

²National Technical University of Ukraine «Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute».

37 Prospect Beresteiskyyi (former Peremohy), 03056, Kyiv, Ukraine. E-mail: vmogilatenko@gmail.com

Nitrogen as an alloying element of steel is a strong austenitizer, and it has an essential influence on mechanical properties of steels of different classes. It is rational to use gas phases for nitrogen alloying, and the process can be intensified with application of highly-concentrated energy sources, for instance, plasma. One of the determining factors of metal alloying is partial pressure of nitrogen and process temperature. It is difficult to find works, dealing with nitriding of metal melts, in plasma-slag process. The paper gives experimental data on dissolution kinetics and nitrogen solubility in 04Kh18N10 steel. Derived mathematical models of nitrogen dissolution at plasma melting are highly significant, which is indicated by the respective determination coefficients. At less than 0.1 atm partial pressure of nitrogen above the melt, temperature in the range of 1823...2323 K practically does not influence the content of nitrogen in steel, and at higher partial pressure nitrogen content in steel decreases with temperature rise. Melt temperature under the experimental conditions was assessed as 2385 K. It was determined that the coefficient of nitrogen distribution between the metal and slag changes only slightly at up to 1 atm partial pressure of nitrogen, and it is equal to 1.1...1.2. 24 Ref., 2 Tabl., 6 Fig.

Keywords: nitrogen-containing steels, plasma-slag melting, nitrogen, absorption kinetics, solubility, distribution coefficient

Надійшла до редакції 31.08.2023

ПЕРЕДПЛАТА 2024

Журнали	Вартість передплати на друковані версії журналів*, грн.			
	місяць	квартал	півроку	рік
«Автоматичне зварювання», видається з 1948 р., 6 випусків на рік. ISSN 0005-111X. Передплатний індекс 70031	–	–	900	1800
«Сучасна електрометалургія», видається з 1985 р., 4 випуски на рік. ISSN 2415-8445. Передплатний індекс 70693	–	300	600	1200
«Технічна діагностика та неруйнівний контроль», видається з 1989 р., 4 випуски на рік. ISSN 0235-3474. Передплатний індекс 74475	–	300	600	1200
«The Paton Welding Journal»**, видається з 2000 р., 12 випусків на рік. ISSN 0957-798X. Передплатний індекс 21971.	600	1800	3600	7200

*Вартість з урахуванням доставки рекомендованою банделроллю.

** Журнал «The Paton Welding Journal» містить статті, отримані від авторів з усього світу і вибірково переклади на англійську мову статей з журналів «Автоматичне зварювання», «Сучасна електрометалургія», «Технічна діагностика та неруйнівний контроль».

Передплату на журнали можна оформити по каталогам передплатних агенцій «УКРПОШТА», «Прес Центр» та у видавництві. Передплата через видавництво з любого місяця на любой термін, в т.ч. на попередні періоди та окремі статті, починаючи з першого року видання.

Передплата на електронну версію журналів.

Вартість передплати на електронну версію журналів дорівнює вартості передплати на друковану версію. Випуски журналу надсилаються електронною поштою у форматі pdf або для IP-адреси комп'ютера передплатника надається доступ до відповідних архівів журналу.

Передплата через сайт видавництва:

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/as/subscription>

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/sem/subscription>

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/tdnk/subscription>

<https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/tpwj/subscription>

На сайті видавництва у 2024 р. доступні для вільного копіювання випуски журналів з 2007 по 2022 рр.

МЕХАНІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЗВАРНИХ З'ЄДНАНЬ ВИСОКОМІЦНИХ ТИТАНОВИХ СПЛАВІВ, ОТРИМАНИХ РІЗНИМИ СПОСОБАМИ ЗВАРЮВАННЯ

С.В. Ахонін¹, В.Ю. Білоус¹, Р.В. Селін¹, Е.Л. Вржижевський¹, С.Л. Антоноук²

¹ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: belousvy@gmail.com

²ДП «АНТК ім. О.К. Антонова». 03062, м. Київ, вул. Академіка Туполева, 1. E-mail: info@antonov.com

Досліджено властивості зварних з'єднань титанових псевдо- β -сплавів VT19 і Ti-2,8Al-5,1Mo-4,9Fe та складнолегованого титанового ($\alpha+\beta$)-сплаву T120, отриманих електронно-променевим і аргонодуговим зварюванням та після декількох видів термічної обробки (відпал, регламентований відпал, гартування у воду, уповільнене охолодження). Перевагою технології електронно-променевого зварювання титану і сплавів на його основі крім забезпечення надійного захисту зварних з'єднань є можливість здійснення локального підігріву і подальшої термічної обробки у вакуумній камері. З метою порівняння властивостей зварних з'єднань в стані після зварювання та додаткової термообробки було запропоновано критерій якості. Встановлено, що виконання електронно-променевого зварювання з використанням локальної термічної обробки та попереднього підігріву, а також виконання з'єднань аргонодуговим зварюванням з житком присадного матеріалу, що дозволяє знизити на 10...20 % кількість легуючих елементів в металі шва порівняно з основним металом, забезпечує високу якість зварних з'єднань високоміцних титанових псевдо- β -сплавів в стані після зварювання. Бібліогр. 19, табл. 7, рис. 5.

Ключові слова: титан, титанові сплави, двофазні, ($\alpha+\beta$)-, економнолеговані, псевдо- β -, зварні з'єднання, термічна обробка, відпал, гартування, старіння, мікроструктура, механічні властивості

Вступ. В останні десятиліття спостерігається значне підвищення обсягу досліджень, метою яких є отримання титанових сплавів з новим комплексом властивостей [1–3]. У провідних світових матеріалознавчих центрах США, Китаю та ЄС проводяться інтенсивні роботи зі створення нових титанових сплавів з підвищеними експлуатаційними властивостями.

Конструкційні псевдо- β -титанові сплави є одними з найбільш перспективних металевих матеріалів на основі титану. Однією з переваг сучасних псевдо- β -сплавів титану є висока технологічність, що дозволяє проводити їх деформацію при більш низьких зусиллях і температурах, ніж традиційних жароміцних і високоміцних сплавів з псевдо- α - і ($\alpha+\beta$)-структурами [3, 4]. Крім того, термічна обробка конструкцій з цих сплавів може виконуватися без перенесення в гартівне середовище, що зменшує деформаційні і залишкові напружки та виключає окислення металу [5]. Особливої уваги викликає можливість порівняння властивостей зварних з'єднань псевдо- β -сплавів з зварними з'єднаннями високоміцних ($\alpha+\beta$)-сплавів.

Для ширшого застосування сплавів титану у різних галузях промисловості необхідно як підвищувати їх механічні характеристики [6], так і знизувати вартість виробництва, що можна досягти створенням нових сплавів з поліпшеними експлу-

атаційними властивостями і застосуванням нових високоефективних технологій виробництва, в тому числі і зварювання.

Стосовно псевдо- β -сплавів титану в світовій практиці існує тенденція застосування легуючих елементів, які мали б відносно невелику вартість. Це дозволяє здешевити процес виробництва і відповідно знизити собівартість напівфабрикатів [7]. Такі сплави прийнято іменувати економнолегованими. До економнолегованих титанових сплавів відносяться низьколеговані сплави, що не містять дорогих і дефіцитних елементів (Mo, Ta, Zr, Nb, W та ін.) і мають в основі систем легування відносно дешеві компоненти технічної чистоти (Al, Fe, Cu і т. п.) [3]. Також економнолеговані сплави можуть містити в якості легуючого елемента кисень [8].

Титановими β -сплавами вважаються сплави, які при різкому охолодженні від температур β -області гартуються на β -фазу. Коефіцієнт β -стабілізації таких сплавів $K_{\beta} > 1$ [9]. Серед цих сплавів виділяють β -сплави і сплави з відносно невеликою кількістю α -фази — псевдо- β -сплави, які мають $K_{\beta} = 1,4...2,4$, при цьому поліморфне перетворення протікає за схемою $\beta \rightarrow (\beta+\alpha)$. У стабільному стані вони мають ($\beta+\alpha$)-структуру [10].

Особливістю псевдо- β -сплавів є їх висока пластичність, яка дозволяє піддавати їх інтенсивній холодній деформації. Псевдо- β - і β -титанові спла-

С.В. Ахонін — <http://orcid.org/0000-0002-7746-2946>, В.Ю. Білоус — <http://orcid.org/0000-0002-0082-8030>,

Р.В. Селін — <http://orcid.org/0000-0002-2990-1131>, Е.Л. Вржижевський — <http://orcid.org/0000-0001-8651-8510>

ви при обробці на твердий β -розчин порівняно з α - або $\alpha+\beta$ -сплавами, що мають рівну межу плинності, значно більш високу пластичність і в'язкість руйнування, а також більшу деформаційну здатність при різних видах навантаження. Водночас їх характеристики міцності можуть бути істотно підвищені за рахунок старіння, яке приводить до розпаду β -твердого розчину і виділенню фаз, що зміцнюють [11, 12].

Дослідження властивостей зварних з'єднань сплавів, що містять велику кількість β -стабілізаторів, виявили їх суттєві недоліки: високу схильність до ліквідації легуючих елементів, сильну залежність тривалості старіння від вмісту легуючих елементів і домішок, а також низьку термічну стабільність, яка обумовлена виділенням в структурі цих сплавів інтерметалідів, наприклад $TiCr_2$ [13]. При зварюванні економнолегованих псевдо- β -сплавів зварні з'єднання мають такі недоліки: недостатній рівень міцності, пластичності, нестабільність властивостей, внаслідок чого вони рекомендовані до застосування в основному в «наземних об'єктах» (медичні імплантати, деталі автомобілів і різні декоративні вироби).

Тому доцільно оцінити властивості зварних з'єднань, виконаних електронно-променевим (ЕПЗ) і аргонодуговим (АДЗ) зварюванням, конструктивних та економнолегованих титанових псевдо- β -сплавів та порівняти їх з властивостями зварних з'єднань високоміцного складнолегованого титанового ($\alpha+\beta$)-сплаву Т120 системи $Ti-5,5Al-2,8Mo-2,3V-4Nb-1,3Cr-1Fe-2,7Zr$, а також встановити рівень зміцнення зварних з'єднань за рахунок термообробки.

Метою цієї роботи є визначення впливу електронно-променевого і аргонодугового зварювання та декількох видів термічної обробки, таких як відпал, гартування в воду, регламентований відпал, уповільнене охолодження, на властивості основного металу і зварних з'єднань титанових псевдо- β -сплавів ВТ19, $Ti-2,8Al-5,1Mo-4,9Fe$

(LCB-5,1) та ($\alpha+\beta$)-сплаву Т120, виконаних зварюванням плавленням.

Методика досліджень. Для досягнення поставленої мети досліджено структуру і властивості основного металу та з'єднань титанових псевдо- β -сплавів ВТ19, $Ti-2,8Al-5,1Mo-4,9Fe$ (LCB-5,1) та ($\alpha+\beta$)-сплаву Т120 [14, 15], виконаних аргонодуговим зварюванням вольфрамовим електродом наскрізним проплавленням та електронно-променевим зварюванням, які після зварювання були піддані термічній обробці.

Виконували ЕПЗ зразків товщиною 10 мм з конструктивного псевдо- β -сплаву ВТ19, з економнолегованих псевдо- β -сплавів, таких як сплав Timet LCB і $Ti-2,8Al-5,1Mo-4,9Fe$ (LCB-5,1) та ($\alpha+\beta$)-сплаву Т120. Режими ЕПЗ наведені в табл. 1. Однією з переваг технології ЕПЗ титану і сплавів на його основі, крім забезпечення надійного захисту зварних з'єднань, є можливість здійснення локального підігріву і подальшої термічної обробки у вакуумній камері [16, 17]. Режими ЕПЗ з локальною термічною обробкою (ЛТО) з'єднань товщиною 10 мм зі швидкостями зварювання 7 мм/с наведено в табл. 1.

Також було виконано АДЗ зразків товщиною 6 мм сплавів ВТ19, $Ti-2,8Al-5,1Mo-4,9Fe$ (LCB-5,1) та ($\alpha+\beta$)-сплаву Т120. Режими АДЗ наскрізним проплавленням без застосування присадного металу наведені в табл. 2. Для перспективних високоміцних титанових сплавів, таких як ВТ19, економнолегований сплав LCB-5,1 і ($\alpha+\beta$)-сплав Т120, відсутні зварювальні дроти відповідного хімічного складу. Тому в разі необхідності доцільно використати як присадний метал нелегований титановий дріт марки ВТ1-00св, що дозволяє, не змінюючи систему легування зварного шва, зменшити вміст легуючих елементів у металі шва, в залежності від режиму зварювання. Режими 9–12 (табл. 2) передбачають АДЗ з використанням присадного дроту.

Таблиця 1. Режими ЕПЗ дослідних псевдо- β -титанових сплавів ВТ19, LCB-5,1 та ($\alpha+\beta$)-сплаву Т120

Режим	Марка сплаву	Струм променя I_n , МА	$V_{зв}$, мм/с	$T_{підігр}$, °С	Температура ЛТО, °С	Тривалість ЛТО, хв
1	ВТ19	120	7	–	–	–
2	–»–	–»–	11	–	–	–
3	Timet LCB	–»–	7	–	–	–
4	LCB-5,1	–»–	–»–	–	–	–
5	ВТ19	90	–»–	400	–	–
6	–»–	–»–	–»–	–»–	750	10
7	LCB-5,1	–»–	–»–	–»–	–	–
8	–»–	–»–	–»–	–»–	750	10
9	Т120, Т110	–»–	–»–	–	–	–
10	Т120	–»–	–»–	–	900	10

Таблиця 2. Режими АДЗ високоміцних псевдо-β-титанових сплавів BT19, LCB-5,1 та (α+β)-сплаву T120

Режим	Сплав	$I_{зв}$, А	U_d В	$V_{зв}$, м/г	$T_{підгр}$, °С	$V_{п.пр}$, м/г	Вміст присадного металу у шві, %
1	BT19	310	12	10	–	–	–
3 (по флюсу)	–»–	220	11	–»–	–	–	–
5 (по флюсу)	–»–	320	–»–	16	–	–	–
6	LCB-5,1	330	12	10	–	–	–
7	–»–	310	–»–	–»–	400	–	–
8 (по флюсу)	–»–	240	11	16	–	–	–
9	BT19	380	12	8	–	30	10
10	–»–	420	–»–	–»–	–	60	20
11	LCB-5,1	350	–»–	10	–	30	10
12	–»–	–»–	–»–	–»–	–	60	20
13	T120	380	–»–	–»–	–	–	–
14	–»–	360	11	16	–	–	–
15	–»–	320	–»–	10	–	–	–
16	–»–	350	12	–»–	–	30	10
17	–»–	–»–	–»–	–»–	–	60	20

Отримати зварні з'єднання титанових сплавів можливо на режимах з різними значеннями погонної енергії. З метою оцінки ефективності обраного режиму зварювання, а також після термообробки зварних з'єднань високоміцних титанових сплавів було запропоновано критерій якості режиму зварювання в умовних одиницях, який складається з вкладу режимів зварювання і термообробки у комплексне підвищення сумарних показників міцності, пластичності та ударної в'язкості зварних з'єднань титанових сплавів відносно основного металу відповідного сплаву. Загалом для титанових сплавів підвищення одних механічних властивостей, наприклад міцності, викликає відповідне зниження пластичності та показників ударної в'язкості. Але у деяких випадках це відбувається не пропорційно. Аналіз отриманих результатів механічних характеристик зварних з'єднань дозволив зробити висновок, що в зварних з'єднаннях титанових сплавів, в яких високі показники пластичності, показники ударної в'язкості знаходяться на високому рівні. В разі, якщо прийняти до розгляду лише показники міцності і ударної в'язкості та визначити їх значимість рівними, було запропоновано коефіцієнт якості режиму зварювання і він описується наступним чином:

$$K_{рзв} = 0,5(\sigma_{зв}/\sigma_{ом}) + 0,5(KCV_{зв}/KCV_{ом}).$$

Також обчислювався коефіцієнт міцності за формулою:

$$K_{пр} = \sigma_{зв}/\sigma_{ом}.$$

Результати досліджень та їх обговорення. Властивості з'єднань після зварювання. Найбільшу міцність мають зварні з'єднання економнолегованого титанового сплаву Timet LCB. Для цього

сплаву значення міцності з'єднань в стані після зварювання становлять 1068 МПа або 89 % від міцності основного металу (табл. 3). Ударна в'язкість зразків з гострим надрізом (KCV) металу шва зварних з'єднань сплаву Timet LCB, виконаних ЕПЗ, становить 3,2 Дж/см². Міцність зварного з'єднання сплаву LCB-5,1 знаходиться на рівні 95 % від міцності основного металу в стані прокату. В цілому зварні з'єднання розглянутих економнолегованих сплавів після ЕПЗ мають міцність отриманих з'єднань в стані після зварювання на рівні не менше 90 % від міцності сплаву після прокату.

Проведені дослідження дозволили зробити висновок, що найбільшу міцність зварних з'єднань сплаву BT19 мають з'єднання в стані після попереднього підігріву та ЛТО, але їх коефіцієнт якості нижче, ніж коефіцієнт якості зварних з'єднань після ЕПЗ без попереднього підігріву та ЛТО. Це пояснюється високими значеннями показників ударної в'язкості зварних з'єднань сплаву BT19 без попереднього підігріву та ЛТО. Зниження міцності цих зварних з'єднань при обчисленні показника якості скомпенсоване високими значеннями відносного подовження та ударної в'язкості. Високі значення відносного подовження та ударної в'язкості пов'язані з великою кількістю метастабільної β-фази в металі шва після ЕПЗ.

Економнолеговані псевдо-β-сплави мають менші значення показника якості в стані після ЕПЗ порівняно з конструкційним псевдо-β-сплавом BT19. Показник якості зварних з'єднань ЕПЗ високоміцного (α+β)-сплаву T120 менше, ніж значення цього показника для псевдо-β-сплавів. Найбільші значення показника якості (α+β)-сплаву T120 мають зварні з'єднання ЕПЗ після ЛТО (табл. 3).

Таблиця 3. Властивості зварних з'єднань товщиною 10 мм псевдо- β -титанових сплавів VT19, LCB-5,1 і $(\alpha+\beta)$ -сплаву T120, виконаних ЕПЗ

Зразок	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	KCV, Дж/см ²	$K_{pзв}$	$K_{пр}$
VT19, OM	958	887	12	29	–	–
VT19, зварне з'єднання: режим 1;	876	842	11,3	28	0,93	0,91
режим 2;	891	847	10,0	27	–»–	0,93
режим 5 (п.п. 400 °С);	893	879	12,0	20	0,8	–»–
режим 6 (п.п. 400 °С, ЛТО 750 °С)	937	868	5,3	21	0,85	0,98
Timet LCB, OM	1187	1145	12,7	13	–	–
Timet LCB, зварне з'єднання, режим 3	1068	1033	5,1	3,2	0,57	0,89
LCB-5,1, OM	1015	939	1,9	6,4	–	–
LCB-5,1, зварне з'єднання: режим 4;	960	921	3,8	3,6	0,75	0,94
режим 7 (п.п. 400 °С);	992	959	5,1	3,6	0,76	0,98
режим 4 (п.п. 400 °С, ЛТО 750 °С)	997	964	6,5	5,3	0,9	0,98
T120, OM	1133	1040	10,7	33	–	–
T120, зварне з'єднання: режим 9;	1082	1006	6,7	15,2	0,72	0,95
режим 10 (ЛТО 750 °С)	1061	1012	8,0	24	0,85	0,93
T110, OM	1130	999	6	38	–	–
T110, зварне з'єднання, режим 9	1080	–	–	11	0,62	0,96

Механічні властивості зварних з'єднань економнолегованого титанового сплаву LCB-5,1, виконаних ЕПЗ, мають нижчі значення міцності в стані після зварювання та коефіцієнта якості порівняно з конструкційним сплавом VT19. Найнижчі значення міцності в стані після зварювання та коефіцієнта якості мають зварні з'єднання $(\alpha+\beta)$ -сплаву T120.

Найбільші значення міцності в стані після зварювання і коефіцієнта якості мають з'єднання сплаву LCB-5,1, виконані ЕПЗ з застосуванням попереднього підігріву та ЛТО.

Вивчення механічних властивостей зварних з'єднань титанових псевдо- β -сплавів, виконаних АДЗ вольфрамовим електродом (в тому числі із застосуванням флюсів), показало, що значення міцності в стані після зварювання знаходяться на одному рівні, а більші значення коефіцієнту якості мають з'єднання сплаву VT19, виконані без застосування флюсів (табл. 4). Для сплаву LCB-5,1 застосування флюсів забезпечило найвищі значення показника якості для зварних швів, виконаних без зміни хімічного складу металу шва. Застосування присадного дроту і пов'язані з цим зміна хімічно-

го складу металу шва та властивостей зварного з'єднання дозволило підняти як значення показників міцності, так і значення показників якості зварних з'єднань. Значення показників якості зварних з'єднань $(\alpha+\beta)$ -сплаву T120 поступаються відповідним показникам псевдо- β -сплавів.

Найбільші значення показників якості в стані після зварювання мають зварні з'єднання сплаву VT19, виконані АДЗ з додаванням присадного дроту VT1-00св в кількості 20 %, та економнолегованого сплаву LCB-5,1, виконані з додаванням присадного дроту VT1-00св в кількості 10 %. Значення показників якості цих зварних з'єднань перевищують значення показників якості з'єднань, виконаних ЕПЗ.

Зниження міцності зварних з'єднань усіх сплавів можливо пояснити зростанням кількості β -фази в металі швів після впливу ЕПЗ (рис. 1, б) в порівнянні з основним металом (рис. 1, а). Застосування ЛТО для сплаву T120 дозволило знизити кількість β -фази майже до рівня основного металу (рис. 1, в). Найбільша кількість β -фази в стані після зварювання фіксується в металі шва зварного з'єднання псевдо- β -сплаву VT19, який складається практично з чистої β -фази (рис. 1, г). В металі швів сплавів Timet

Таблиця 4. Механічні властивості зварних з'єднань псевдо-β-сплавів VT19, LCB-5.1 та (α+β)-сплаву T120, виконаних АДЗ в стані після зварювання

Режим	Сплав, зразок	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	KCV, Дж/см ²	$K_{рзв}$	$K_{пр}$
1	VT19, зварне з'єднання	860	839	13,3	19	0,77	0,89
3	VT19, зварне з'єднання по флюсу	857	815	13,3	14	0,68	—»—
5	—»—	849	813	10,7	13	0,66	0,88
6	LCB-5,1, з'єднання	921	—	—	4,9	0,89	0,85
7	LCB-5,1, з'єднання з п.п. 400	799	—	—	4,3	0,77	0,74
8	LCB-5,1, з'єднання по флюсу	972	936	10,0	5,7	0,99	0,90
9	VT19, з'єднання VT1-00св, 10 %	895	868	7,3	28	0,93	0,93
10	VT19, з'єднання VT1-00св, 20 %	963	942	6	32	1,01	0,89
11	LCB-5,1, з'єднання VT1-00св, 10 %	1002	—	—	5,5	0,98	0,93
12	LCB-5,1, з'єднання VT1-00св, 20 %	960	—	—	3,5	0,75	0,89
13	T120, $V_{зв} = 10$ м/год	1157	1076,9	—	17,6	0,79	1,02
14	T120, по флюсу, $V_{зв} = 16$ м/ч	1162	1069	—	4,6	0,58	0,12
15	T120, по флюсу, $V_{зв} = 10$ м/ч	1075	985	15,3	4,9	0,55	0,95
16	T120, присадка VT1-00св, 10 %	1110	1047	—	24,2	0,88	0,98
17	T120, присадка VT1-00св, 25 %	1006	937,8	4,0	14,1	0,67	0,89

LCB та LCB-5,1 також збільшується кількість β-фази, але її менше порівняно зі сплавом VT19.

В структурі металу швів сплаву T120, виконаних АДЗ, після зварювання також фіксується в більшій кількості β-фаза (рис. 2). Причому засто-

сування флюсу призводить до збільшення кількості β-фази (рис. 2, б), а додавання нелегованого присадного металу VT1-00св та зменшення вмісту легуючих елементів призводить до зменшення кількості β-фази в металі шва (рис. 2, в).

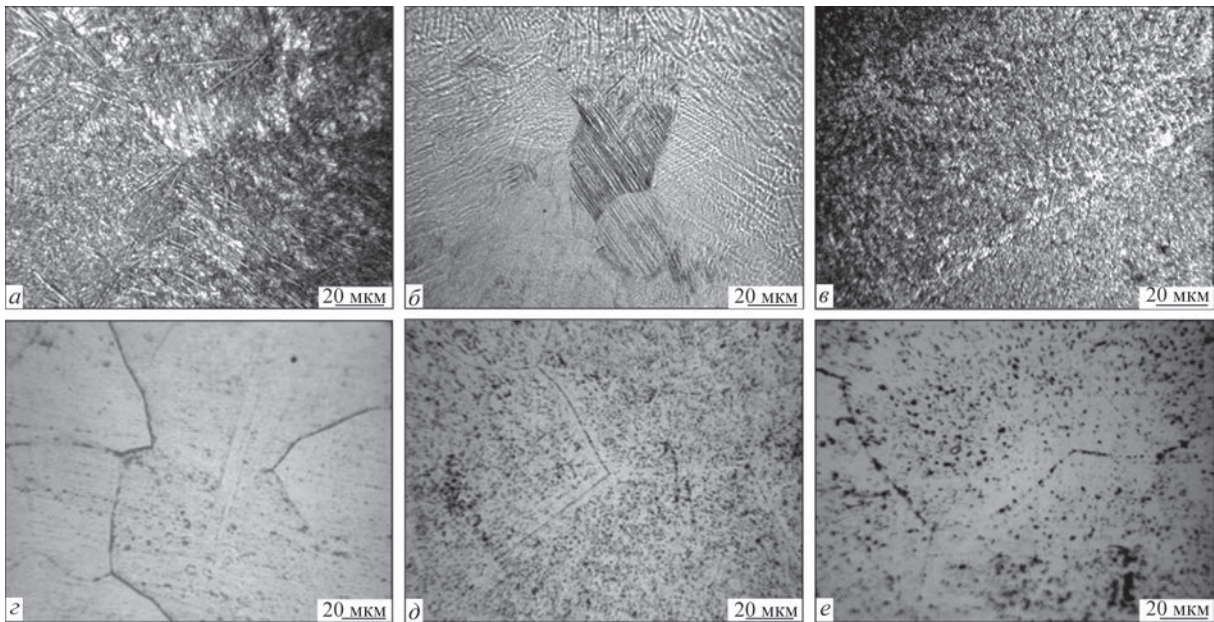


Рис. 1. Мікроструктура металу швів зварних з'єднань, виконаних ЕПЗ: а — основний метал T120; б — метал шва T120; в — метал шва T120 після ЛТО 850 °С; г — метал шва VT19; д — метал шва Timet LCB; е — метал шва LCB-5,1

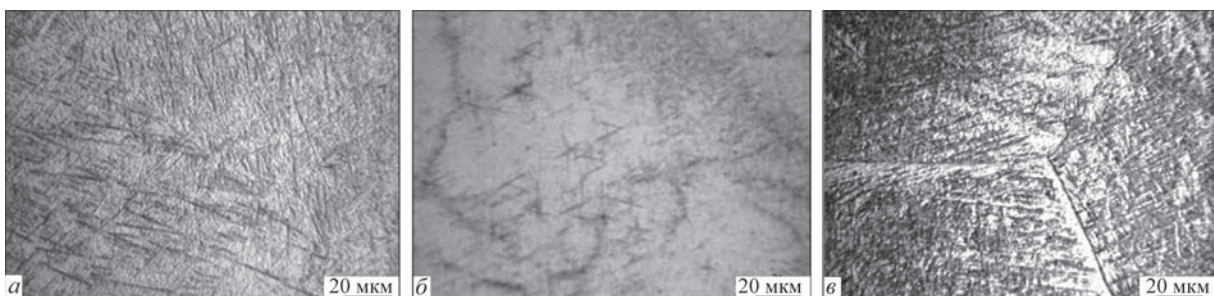


Рис. 2. Мікроструктура металу шва зварних з'єднань сплаву T120, виконаних АДЗ: а — метал шва (режим 13); б — метал шва, по флюсу (режим 14); в — метал шва, виконаний присадним дротом VT1-00св (режим 16)

Таблиця 5. Режими пічної термообробки зварних з'єднань псевдо- β -сплавів VT19, LCB-5,1 та $(\alpha+\beta)$ -сплаву T120

Режим ТО	Тип зміцнювальної ТО
1	Відпал VT19, LCB-5,1: нагрівання до температури 750 °С, витримка 1 год, охолодження з піччю.
2	Загартування та старіння VT19, LCB-5,1: нагрівання до температури 750 °С, витримка 1 год, гартування у воду, старіння при 450 °С, витримка 4 год, охолодження на повітрі.
3	Уповільнене охолодження VT19, LCB-5,1: нагрівання до температури 750 °С, витримка 1 год, охолодження з регламентованою швидкістю 1 °С/хв.
4	Регламентований відпал VT19, LCB-5,1: нагрівання і витримка при температурі 750 °С 1 год; охолодження до 680 °С, витримка 1 год; охолодження до 380 °С, витримка 8 год, охолодження на повітрі; старіння при 450 °С, витримка 4 год, охолодження на повітрі.
5	Відпал T120: нагрівання до температури 900 °С, витримка 1 год, охолодження з піччю.
6	Регламентований відпал T120: нагрівання до 870 °С, витримка 1 год, охолодження з піччю до 800 °С, витримка 1 год, охолодження на повітрі; старіння при 380 °С 8 год, охолодження на повітрі; 550 °С 2 год, охолодження на повітрі.
7	Загартування та старіння T120: нагрівання до температури 850 °С, витримка 1 год, загартування у воду, старіння при 550 °С, витримка 4 год, охолодження на повітрі.

Таким чином, досліджено властивості зварних з'єднань псевдо- β -сплавів VT19, LCB-5,1 та $(\alpha+\beta)$ -сплаву T120, виконаних ЕПЗ та АДЗ, і встановлено, що в стані після зварювання найбільші показники якості мають з'єднання, виконані з додаванням присадного дроту VT1-00св на режимах,

що забезпечують вміст металу VT1-00 в шві на рівні 10 % для сплаву LCB-5,1, а для сплаву VT19 на рівні 20 %.

Вплив термічної обробки на властивості зварних з'єднань. Термічну обробку (ТО) зварних з'єднань псевдо- β -титанових сплавів проводять з

Таблиця 6. Механічні властивості зварних з'єднань псевдо- β -сплавів VT19, LCB-5,1 і $(\alpha+\beta)$ -сплаву T120, виконані АДЗ та ЕПЗ в стані після відпалу

Зразок	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	KCV, Дж/см ²	$K_{рзв}$	$K_{пр}$
VT19, з'єднання ЕПЗ, $V_{зв} = 7$ мм/с, попередній підігрів 400 °С	1027	986	12,0	26	0,98	1,07
VT19, з'єднання ЕПЗ, $V_{зв} = 11$ мм/с	1024	984,9	8,7	24	0,94	1,06
VT19, з'єднання АДЗ без присадки	981	946	9,7	29,4	1,01	1,02
VT19, з'єднання АДЗ з присадкою, кількість VT1-00св в шві 20 %	1011	989	9,1	25,9	0,97	1,05
LCB-5,1, OM	1071	971	–	7,2	–	–
LCB-5,1, з'єднання ЕПЗ	1169	1141	1,3	4,8	0,87	1,09
LCB-5,1, з'єднання АДЗ без присадки	1082	1033	–	5,3	0,87	1,01
LCB-5,1, з'єднання АДЗ по флюсу	1197	1146	–	6,0	0,97	1,11
LCB-5,1, з'єднання АДЗ з присадкою, кількість VT1-00св в шві 10 %	1463	–	–	7,3	1,18	1,36
T120, з'єднання ЕПЗ	1051,3	942,6	14,7	51,9	1,3	0,92
T120, з'єднання АДЗ без присадки	1013	936,3	4,0	42,9	1,13	0,89
T120, з'єднання АДЗ по флюсу, $V_{зв} = 16$ м/год	1151	1074	–	34,6	1,06	1,02
T120, з'єднання АДЗ з 10 % VT1-00св	1168	1083,6	4,0	48	1,29	1,03
T120, з'єднання АДЗ з 25 % VT1-00св	921	841	5,1	49	1,19	0,81

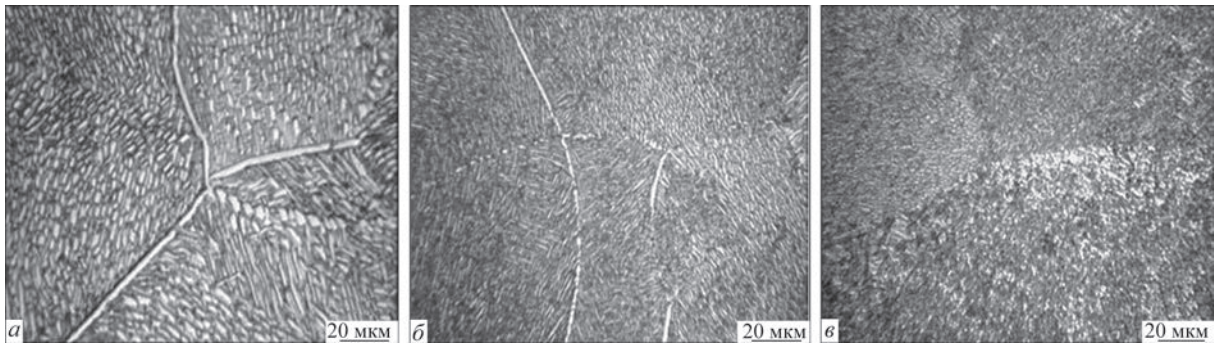


Рис. 3. Мікроструктура металу шва зварного з'єднання титанового сплаву Т120 у стані після ТО: *а* — відпал; *б* — гартування; *в* — регламентований відпал

метою зняття внутрішніх напруг, отримання оптимальних фізико-механічних властивостей і стабільної структури не схильної до зміни фазового складу та властивостей при тривалому нагріванні при робочих температурах. З цією метою досліджували

вплив пічного відпалу, загартування з наступним старінням та уповільненого охолодження з пічкою зі швидкістю 1 °С/хв на властивості зварних з'єднань псевдо-β-титанових сплавів ВТ19 та LCB-5,1, виконаних як ЕПЗ, так і АДЗ, у тому числі із застосу-

Таблиця 7. Механічні властивості зварних з'єднань сплавів ВТ19, LCB-5,1 і Т120, виконаних АДЗ та ЕПЗ, в стані після зміцнюючої ТО

Зразок	Режим ТО	$\sigma_{в?}$, МПа	$\sigma_{02?}$, МПа	δ , %	KCV , Дж/см ²	$K_{рзв}$	$K_{пр}$
LCB-5,1, АДЗ по флюсу	2, гартування у воду і старіння	1156	1127	4,2	6,9	1,10	1,13
LCB-5,1, АДЗ з присадкою ВТ1-00св 10 %	→—	1055	1055	2,8	5,3	0,93	1,04
LCB-5,1, АДЗ з присадкою ВТ1-00св 10 %	3, уповільнене охолодження	958	958	1,3	6,5	0,98	0,94
LCB-5,1, ЕПЗ	2, гартування у воду і старіння	1204	1199	8,6	4,2	0,92	1,19
LCB-5,1, ЕПЗ	3, уповільнене охолодження	964	905	4,7	7,1	1,02	0,95
ВТ19, ЕПЗ	Гартування у воду і старіння	1285	1234	4,7	23,0	1,06	1,34
ВТ19, АДЗ	→—	1273	—	—	11,0	0,85	1,33
ВТ19, ЕПЗ	ЕПЗ, уповільнене охолодження	1068	1012	11,3	23,0	0,95	1,11
ВТ19, АДЗ	АДЗ, уповільнене охолодження	1033	1005	6,0	24,0	0,95	1,07
Т120, ЕПЗ	7, гартування у воду і старіння	1348	1275,3	1,3	8,3	0,73	1,19
Т120, ЕПЗ	6, регламентований відпал	1204,6	1109,3	4,5	13,2	0,74	1,06
Т120, АДЗ без присадки	7, гартування у воду і старіння	1350,6	1255	—	9,7	0,75	1,19
Т120, АДЗ без присадки	6, регламентований відпал	1253,1	1165,2	2	16,3	0,81	1,1
Т120, АДЗ з присадкою ВТ1-00св 10 %	7, гартування у воду і старіння	1318	1305,7	2,7	10,8	0,75	1,16
Т120, АДЗ з присадкою ВТ1-00св 10 %	2, регламентований відпал	1105,6	1040,4	→—	18,1	0,77	0,98

ванням присадного дроту ВТ-00св [18, 19]. Режими термообробки наведено у табл. 5.

Вивчення механічних властивостей зварних з'єднань титанових псевдо- β -сплавів ВТ19 і сплаву LCB-5,1 дозволило зробити висновок, що в стані після відпалу найбільші значення показника якості мають з'єднання, виконані АДЗ, причому для сплаву ВТ19 — без присадного дроту, а для сплаву LCB-5,1 — з присадним дротом в кількості 10 % в металі шва (табл. 6).

Загалом міцність багатьох зварних з'єднань в стані після відпалу знаходиться на рівні не меншій за рівень основного металу.

Найбільші значення показника якості ($\alpha+\beta$ -сплаву Т120 мають зварні з'єднання, виконані АДЗ з присадним дротом в кількості 10 % в металі шва за рахунок високих значень ударної в'язкості.

Аналіз механічних властивостей зварних з'єднань титанового економнолегованого псевдо- β -сплаву LCB-5,1 і конструкційного псевдо- β -сплаву ВТ19, що були піддані таким видам термічного зміцнення як гартування у воду зі старінням і сповільненому охолодженню з регламентованою швидкістю 1 °С/хв, дозволив зробити висновок, що найбільші значення показника якості мають з'єднання, виконані без зміни хімічного складу металу шва, а саме ЕПЗ та АДЗ без присадки (табл. 7). Найвищі значення міцності мають зварні з'єднання, виконанні ЕПЗ.

Порівнюючи вплив ТО без перенесення в гартівне середовище, а саме відпалу та уповільненого охолодження, найбільші значення міцності мають з'єднання, які були піддані відпалу. Відпал дозволяє забезпечити рівномірність зварних з'єднань титанового сплаву ВТ19 та економнолегованого LCB-5,1.

Всі проведені ТО призводять до формування однорідної структури в зварному з'єднанні та зниження кількості β -фази в металі шва (рис. 3). Причому після гартування внутрішньозеренна структура зварних з'єднань сплаву Т120 складається з пластинчастої α -фази, яка при цьому утворює візерунок кошикового плетіння, а товщина пластинчастої α -фази найменша і становить 0,7...1,0 мкм (рис. 3, б). Після регламентованого відпалу в металі шва утворюються пластини α -фази різних розмірів, які відрізняються великою різноманітністю параметрів структурних елементів з високими показниками ударної в'язкості (рис. 3, в).

Після ТО мікроструктура металу швів псевдо- β -сплавів також складається з рівновісних витягнутих в напрямку тепловідводу первинних β -зерен, які при відпалі зазнали розпад β -фази з утворенням рівномірної однорідної ($\alpha+\beta$)-структури з пластинчастою α -фазою різної довжини (1...5 мкм) і товщини (0,5...1,0 мкм) (рис. 4).

Після гартування та старіння мікроструктура металу швів найбільш дрібнодисперсна, розмір продуктів розпаду найчастіше не перевищує

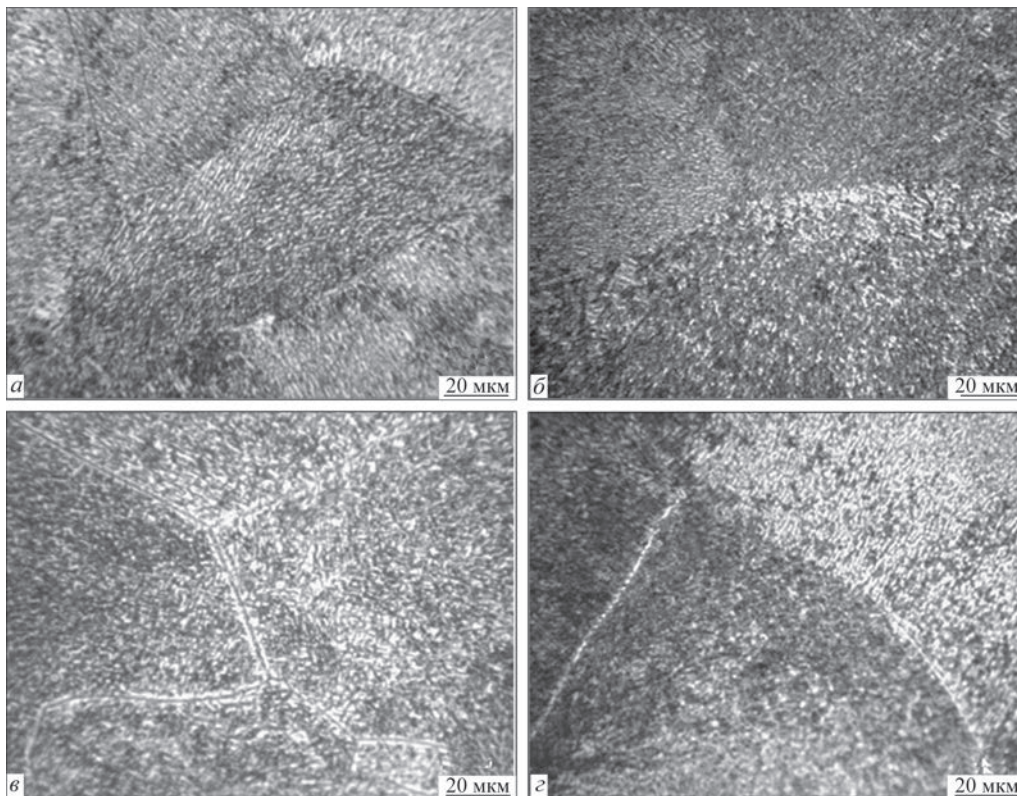


Рис. 4. Мікроструктура металу шва зварного з'єднання псевдо- β -сплаву ВТ19, виконаного ЕПЗ, у стані після ТО: а — відпал; б — гартування і старіння; в — уповільнене охолодження; г — регламентований відпал

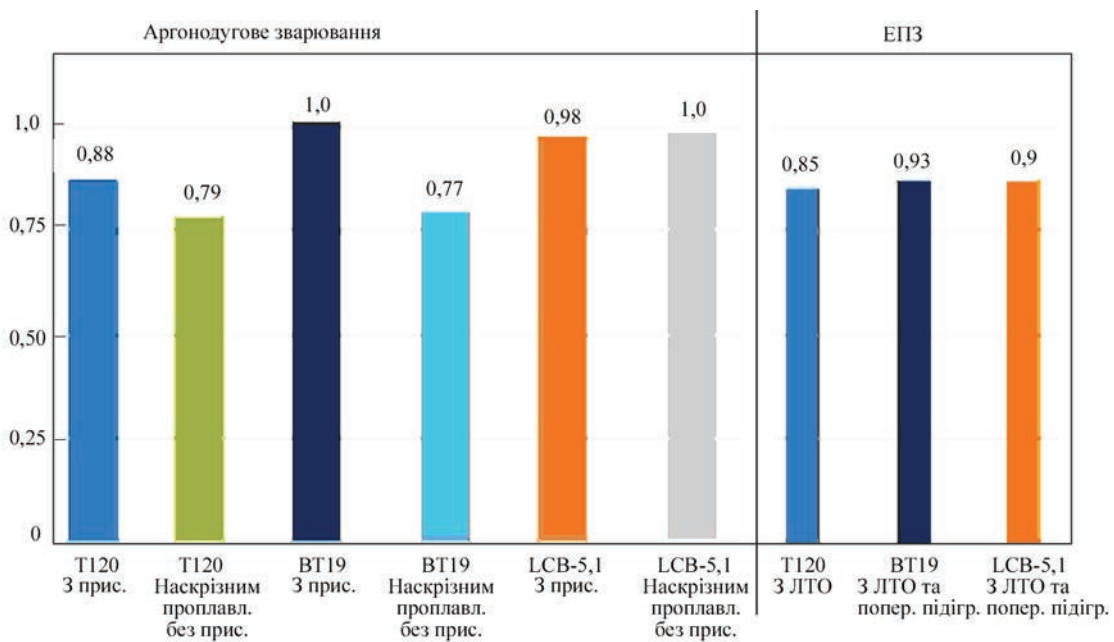


Рис. 5. Коефіцієнти якості зварних з'єднань деяких режимів АДЗ і ЕПЗ в стані після зварювання

1 мкм (рис. 4, б). Після уповільненого охолодження з регламентованою швидкістю $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{хв}$ та регламентованого відпалу в структурі металу швів фіксуються частинки α -фази товщиною 1,0...1,5 мкм (рис. 4, в, з).

Таким чином, порівняння коефіцієнтів якості режимів зварювання для псевдо- β -титанового сплаву BT19 і LCB-5,1 дозволяє зробити висновок, що для конструкційного сплаву BT19 найбільш ефективним режимом зварювання є АДЗ з подачею менш легованого присадного матеріалу (рис. 5). Причому для конструкційного сплаву BT19 доцільно зниження ступеня легування металу шва на 20 %, а для економнолегованого псевдо- β -сплаву LCB-5,1 — на 10 %. Цю різницю можна пояснити більшою кількістю легуючого елемента Fe, внесок якого в зміцнення сплаву LCB-5,1 великий.

Порівняння показників міцності зварних з'єднань псевдо- β -сплавів, виконаних ЕПЗ, дозволило зробити висновок, що найбільше зміцнення зварних з'єднань порівняно зі станом металу після прокату забезпечує гартування у воду і старіння, а найменше — уповільнене охолодження з регламентованою швидкістю.

Висновки

1. Встановлено, що можливо забезпечити високу якість зварних з'єднань перспективних високоміцних титанових псевдо- β -сплавів в стані після зварювання за рахунок виконання ЕПЗ із застосуванням ЛТО і попереднього підігріву, а також виконання зварних з'єднань АДЗ із застосуванням присадного матеріалу, що дозволяє знизити на 10...20 % кількість легуючих елементів в металі шва порівняно з основним металом.

2. Зниження міцності зварних з'єднань псевдо- β -сплавів пов'язано зі збільшенням кількості β -фази в металі шва та ЗТВ.

3. Встановлено, що найбільший коефіцієнт якості зварних з'єднань конструкційного псевдо- β -титанового сплаву BT19 і ($\alpha+\beta$)-сплаву T120 забезпечує АДЗ з подачею нелегованого присадного матеріалу BT1-00св на режимах зварювання, які забезпечують вміст присадного металу в шві в кількості 10 %.

4. Найбільший коефіцієнт якості зварних з'єднань економнолегованого псевдо- β -титанового сплаву LCB-5,1 забезпечує ЕПЗ, яке передбачає застосування попереднього підігріву та ЛТО.

5. Значення показника якості та коефіцієнта міцності зварних з'єднань ($\alpha+\beta$)-сплаву T120 поступаються відповідним показникам псевдо- β -сплавів.

Список літератури/References

- Boyer, R.R., Williams, J.C. (2011) Developments in research and applications in the titanium industry in the USA. *Proc. of 12th World Conf. on Titanium*, **1**, 10–19.
- (2013) *Titanium Metal: Market Outlook to 2018*. 6th Ed. Roskill Information Services Ltd, USA.
- Dobrescu, M., Dimitriu, S., Vasilescu, M. (2011) Studies on Ti–Al–Fe low-cost titanium alloys manufacturing, processing and applications. *Metalurgia Int.*, **16**(4), 73.
- Boyer, R.R., Briggs, R.D. (2005) The use of β titanium alloys in the aerospace industry. *J. Mater. Eng. and Performance*, **14**(6), 681–685.
- Cotton, J.D., Briggs, R.D., Boyer, R.R. et al. (2015) State of the art in beta titanium alloys for airframe applications. *JOM*, **67**(6), 1281–1303.
- Liu, H., Wang, Haomin, Zhang, Zhen et al. (2019) Enhancing the mechanical properties of electron beam welded TC17 titanium alloy joint by post-weld heat treatment. *J. of Alloys and Compounds*, **810**, 151–937.

7. Bolzoni, Leandro, Elisa María Ruiz-Navas, Elena Gordo (2017) Quantifying the properties of low-cost powder metallurgy titanium alloys. *Materials Sci. and Eng.: A*, **687**, 47–53.
8. Kaur, M., Singh, K. (2019) Review on titanium and titanium based alloys as biomaterials for orthopedic applications. *Materials Sci. and Eng.: C*, **102**, 844–862.
9. Froes, F.H. (2015) *Titanium physical metallurgy processing and applications*. USA, ASM Int., 265–269.
10. Weiping, F., Xiao, T., Zhang, Y.P. et al. (2019) Stress corrosion crack sensitivity of ultra-thick TC4 titanium alloy electron beam welding joints. *Transact. of the China Welding Institution*, **40**, 121–8.
11. Tang, B., Kou, H., Zhang, X. et al. (2016) Study on the formation mechanism of α lamellae in a near β titanium alloy. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.*, **26**, 385–390. DOI: <https://doi.org/10.1016/J.PNSC.2016.06.009>
12. Fan, J.K., Kou, H.C., Lai, M.J. et al. (2013) Hot deformation mechanism and microstructure evolution of a new near β -titanium alloy. *Materials Sci. and Eng. A*, **584**, 121–132.
13. Moiseev, V.N., Kulikov, R.F., Kirillov, Yu.G. et al. (1979) *Welded joints of titanium alloys*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
14. Khorev, A.I. (2012) Titanium superalloy VT19. *Tekhnologiya Mashinostroeniya*, **6**, 2–5 [in Russian].
15. Akhonorin, S.V., Severin, A.Yu., Belous, V.Yu. et al. (2017) Structure and properties of titanium alloy VT19, produced by the electron beam melting, after thermomechanical treatment. *Sovrem. Elektrometall.*, **3**, 19–24 [in Russian]. DOI: <https://doi.org/10.15407/sem2017.03.04>
16. Li, Y., Wang, H., Han, K. et al. (2017). Microstructure of Ti–45Al–8.5 Nb–0.2 W–0.03 Y electron beam welding joints. *J. Mater. Proc. Technol.*, **250**, 401–409.
17. Liu, P., Zhang, G.M., Zhai, T., Feng, K.Y. (2017) Effect of treatment in weld surface on fatigue and fracture behavior of titanium alloys welded joints by vacuum electron beam welding. *Vacuum*, **141**, 176–180.
18. Akhonorin, S.V., Bilous, V.Yu., Selin, R.V., Petrichenko, I.K. (2020) Heat treatment of high-strength pseudo- β -titanium alloy produced by EBM process and of its welded joints. *Suchasna Elektrometal.*, **1**, 14–25 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2020.01.02>
19. Akhonorin, S.V., Bilous, V.Yu., Selin, R.V. et al. (2021) Influence of heat treatment on the structure and properties of welded joints of high-strength titanium alloys based on β -phase. *Suchasna Elektrometal.*, **4**, 51–58 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2021.04.08>

MECHANICAL CHARACTERISTICS OF WELDED JOINTS OF HIGH-STRENGTH TITANIUM ALLOYS PRODUCED BY VARIOUS WELDING METHODS

S.V. Akhonorin¹, V.Yu. Bilous¹, R.V. Selin¹, E.L. Vrzhyzhevskiy¹, S.L. Antonyuk²
¹E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

¹11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: belousvy@gmail.com

²SC «O.K. Antonov ANTK». 1 Academic Tupolev Str., 03062, Kyiv, Ukraine. E-mail: info@antonov.com

Properties of welded joints of VT19 and Ti–2.8Al–5.1Mo–4.9Fe titanium pseudo- β -alloys and complex T120 titanium ($\alpha+\beta$)-alloy, produced by electron beam and argon-arc welding and after several kinds of heat treatment (annealing, regulated annealing, quenching in water, delayed cooling) were studied. In addition to reliable protection of welded joints, another advantage of the technology of electron beam welding of titanium and alloys on its base is the possibility of performing local preheating and further heat treatment in the vacuum chamber. A quality criterion was proposed in order to compare the properties of welded joints in as-welded condition and after additional heat treatment. It was determined that performance of electron beam welding using local heat treatment and preheating, as well as making the joints by argon-arc welding using filler material, which allows lowering by 10...20 % the amount of alloying elements in the weld metal, compared to base metal, ensures a high quality of welded joints of high-strength titanium pseudo- β -alloys in as-welded condition. 19 Ref., 7 Tabl., 5 Fig.

Keywords: titanium, titanium alloys, two-phase, ($\alpha+\beta$)-, sparsely-alloyed, pseudo- β -, welded joints, heat treatment, annealing, quenching, aging, microstructure, mechanical properties



**VII INTERNATIONAL
CONFERENCE ON WELDING
AND RELATED TECHNOLOGIES**

7-10 October 2024 Kyiv, Ukraine

www.wrt2024.com.ua

АКТИВНЕ І ПАСИВНЕ ПІДГОТУВАННЯ АНАЛІТИЧНИХ ЗРАЗКІВ МЕТАЛІВ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ В НИХ КОНЦЕНТРАЦІЙ ОКСИГЕНУ, НІТРОГЕНУ, ГІДРОГЕНУ

О.М. Калинюк, Р.В. Козін, М.М. Калинюк, А.М. Кібкало, О.Л. Пузрін

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: kozinrv@gmail.com

Наведено огляд літератури з відбирання проб та обладнання (інструменти, пристрої). Розглянуто процеси визначення кількості домішок в металах: оксигену, нітрогену, гідрогену. Систематизовано способи підготування аналітичних зразків: пасивного, активного. Наведені і обговорені найбільш показові способи підготування аналітичних зразків (лабораторія газів у металах Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України). Бібліогр. 20, табл. 5.

Ключові слова: проба, зразок, активне і пасивне підготування, оксиген, нітроген, гідроген

Вступ. Основні технологічні і експлуатаційні характеристики металів і сплавів дуже часто визначаються вмістом у них газоутворюючих домішок (ГУД). До них традиційно відносять оксиген, нітроген, гідроген, карбон, сірку. Зазвичай кількість цих домішок обмежують трьома елементами — оксигеном, нітрогеном, гідрогеном [1–3].

Ці елементи можуть існувати в твердому металі у наступних формах [1, 2]:

розчиненими в металевій матриці;

заблокованими в недосконалостях кристалічної ґратки;

у зв'язаному стані (оксиди, нітриди, гідриди, оксикарбонітриди тощо);

оклюдованими в порожнинах різних розмірів у вигляді газових включень.

Оксиген і нітроген входять до складу неметалевих включень у формі простих або складних з'єднань: оксиди, нітриди, силікати, оксикарбонітриди, алюмінати та ін., розподіл яких у металевій матриці нерівномірний [1–4].

Наявність гідрогену в розплавлених металах пояснюється реакціями, які протікають при плавленні чи зварюванні між розплавленою металеву ванною та вологою з атмосфери (шлаку, флюсу, шихти) [1–3, 5, 6].

Гідроген займає у ряді ГУД особливе місце. Це пов'язано з великою кількістю можливих джерел надходження його в метал і відмінностями форм існування гідрогену в твердому металі (протон, атом, молекула, гідрид). Невеликі концентрації гідрогену в металах і сплавах можуть призводити до неоправданих дефектів (флокени в вуглецевих сталях, пористість в алюмінієвих та мідних сплавах, зниження пластичності титанових сплавів [1–3, 7, 8].

У роботах [1–3, 5, 6, 9–15] визначено, що таке пробовідбирання і наведені різні методи та інструменти (пристрої) для відбирання проб металів.

Пристрої для відбирання проб з розплавленого металу розробляють таким чином, щоб уникнути чи хоча б максимально зменшити ліквідацію оксигену, нітрогену, гідрогену.

При відбиранні проб для визначення вмістів оксигену і нітрогену треба враховувати, що неметалеві включення в металі розподіляються нерівномірно.

Тому відбирання представницької проби від твердого металу для визначення концентрацій оксигену та нітрогену дуже відповідальна операція. Таку пробу відбирають у процесі оброблення металу (плавлення, кування, прокатування, зварювання й інше) [1–3, 9–11].

Для визначення ГУД існує цілий набір методів відбирання проб з розплавленого металу, які зафіксовані у величезній кількості всіляких нормативних документів (стандарти галузеві, місцеві, державні, міждержавні, міжнародні) та які застосовують у залежності від виду металу і технології його оброблення [1–6, 9–11].

Ці проби повинні відповідати таким критеріям [1, 2, 4]:

бути повністю в розплавленому стані;

бути однорідними;

бути представницькими для всього об'єму металеві ванни;

не мати в собі включень, порожнин і тріщин у твердому стані;

мати форму та розміри, які дозволяють швидко робити з них аналітичні зразки.

Форми, розміри та методи аналізу відібраних проб наступні [1, 2, 4, 9–11]:

диск (діаметр 30...40 мм) — методи спектрального аналізування, мокрої хімії, спалення (визначення вмістів сірки та карбону в металах);

Р.В. Козін — <https://orcid.org/0000-0002-8501-0827>, М.М. Калинюк — <https://orcid.org/0000-0001-6931-5973>,

А.М. Кібкало — <https://orcid.org/0009-0007-8657-8389>, О.Л. Пузрін — <https://orcid.org/0000-0003-0625-2113>

олівець (діаметр 3...6 мм) — методи визначення вмістів кисню, нітрогену, гідрогену в металах, спалення, колориметрії, мокрої хімії;

брусок — проба вирубється з металу товщиною приблизно 4 мм, діаметром 3...5 мм і може бути застосована як альтернатива олівцю;

циліндр (діаметр ~ 30 мм) — методи термічних досліджень, мокрої хімії, виготовлення стандартів.

Велика швидкість дифузії гідрогену в розплавленому і твердому металі вимагає дотримання застережних заходів при відбиранні, зберіганні проб та виготовленні з них аналітичних зразків. При відбиранні проби з розплавленого металу на вміст гідрогену розрізняють два методи [1, 2, 4–6, 9]:

відкритий з різким охолодженням (загартування) [1, 2, 4–6];

газозбірний [1, 2, 4].

Відкритий метод — це швидке загартування проби (зазвичай у воді) та наступне зберігання її у хладоагентах (сухий лід, зріджений нітроген), щоб запобігти втратам гідрогену або скоротити їх: занурювання скляних або керамічних ємностей у рідкий метал, спеціальний пістолет з вакуумованими скляними трубками, заливання спеціальними ложками в масивний мідний кристалізатор, засмоктування вакуумованими скляними піпетками.

При цьому неминуче виникають систематичні помилки: втрати гідрогену в результаті видалення при кристалізації та охолодженні проби або при повному чи частковому руйнуванні ємності, в яку засмоктують розплавлений метал; поглинання гідрогену за рахунок розкладання вологи з повітря або води, яку використовують для загартування.

При відкритому відбиранні проби можуть бути одержані результати, що добре відтворюються, але неможливо забезпечити достатню надійність результатів та контроль за ними.

При наступному обробленні проби (відтаування, зачищення, видалення окислених поверхонь, виготовлення аналітичних зразків) виникають подальші втрати або поглинання гідрогену.

Газозбірний метод. Тут є можливість значно або повністю уникнути систематичних помилок: реєструється гідроген, що виділяється в газову фазу під час кристалізації та охолодженні проби; уникається поглинання гідрогену металом з охолоджувального середовища чи вологи повітря; не потрібне попереднє підготування проби (зачищення поверхні зразка).

При відбиранні проби для визначення вмісту гідрогену треба розраховувати на втрати цього елемента із-за виняткової його рухливості за високих (для деяких металів) і за кімнатних температур та його виділенні при кристалізації і охолодженні металу. З іншого боку, вже під час відбирання проби, а також при виготовленні аналітичних зразків існує можли-

вість забруднення сполуками, що вміщують гідроген. Ці сполуки під час аналізування розкладаються та є чинниками спотворених результатів.

За визначення кількості домішок O, N, H у металах ми маємо справу з трьома стадіями технологічного процесу під назвою «Визначення концентрацій кисню, нітрогену, гідрогену в металах», які по різному впливають на правильність і точність результатів: відбирання проби; виготовлення з проби аналітичного зразка; визначення концентрацій O, N, H у цьому зразку.

Правильність третьої стадії (відхилення результату аналізу від справжнього вмісту) встановлюють шляхом порівняння з еталонами з відомими концентраціями O, N, H. При відбиранні проби та виготовленні з неї аналітичного зразка такі можливості відсутні. Тут потрібне надійне виключення усіх можливих систематичних помилок. Головним чином двох — забруднення проби і втрата частини газових домішок (O, N, H) у процесі відбирання проби та виготовлення з неї аналітичного зразка.

При відбиранні проб металу зварного з'єднання для визначення в них вмісту гідрогену (кисню, нітрогену) використовують [4–7, 10]: складну пробу, яка дозволяє зробити з неї зразок необхідних розмірів; зливання ванни у масивний мідний кристалізатор; заморожування металу у вигляді краплин швидким загартуванням; використання олівцевої проби (відбирання проби в кварцову трубку).

Визначення вмісту гідрогену в таких пробах проводять в евидиометрах за кімнатних температур або приблизно до 100 °C (дифузійно-рухливий гідроген) та методами екстракції за температур приблизно 1000...1500 °C у вакуумі або в потоці газів Ar, N₂, O₂ [1, 5–7, 10, 16].

Спеціальні пробовідбірники використовують для захоплення дифузійно-рухливого гідрогену, який виділяється при кристалізації та охолодженні металу. Гідроген, що виділився, уноситься газоподібним нітрогеном (повітрям) у замкнену вимірювальну систему, в яку включено детектор з теплопровідності. Залишковий гідроген вимірюють разом з пробовідбірником методом гарячої екстракції (~ 1000...1500 °C) [1–3]. Проблеми таких приладів — калібрування.

Методи визначення вмісту гідрогену в металах [1, 2–10] це: визначення за кімнатної температури або приблизно до 100 °C (дифузійно-рухливий гідроген). Швидкість видалення гідрогену контролюється дифузійним процесом і лімітується температурою та структурою металу [1, 4–6]; екстракція гідрогену зі зразка нагріванням за температур приблизно 1000...1500 °C у потоці інертного газу або у вакуумі [1, 7, 9]; екстракція гідрогену зі зразка, який розчиняють у ванні з розплавленого металу (Ni, Sn, Pt, Cu) за температури 1500...1800 °C у

потоці інертного газу або у вакуумі [1, 2, 6]; спалювання зразка в потоці кисню з вимірюванням вмісту H_2O (кисню) детектором з поглинанням інфрачервоного випромінювання [16].

Очищення поверхні зразка перед аналізуванням дозволяє звести до мінімуму вплив газів та інших з'єднань, сорбованих цією поверхнею, на результати визначення кисню, нітрогену, гідрогену в об'ємі металу [1, 2, 9–11].

Способи очищення поверхні аналітичного зразка [1, 2, 4–15] наступні: механічне зачищення, хімічне травлення, механічне полірування, електрополірування, промивання в чистих органічних розчинниках (спирти, ефіри та ін.), відновлення поверхні гідрогеном, карбоном або карбоновмішуючим газом (наприклад метаном), нагрівання у вакуумі чи в потоці газу-носія.

У роботі [17] було запропоновано новий метод плавлення аналітичних зразків — метод левітації у високочастотному електромагнітному полі. Зважений в електромагнітному полі аналітичний зразок можна не тільки очистити від поверхневих забруднень, а й управляти процесом їхнього видалення з металу легуванням розплаву.

У лабораторії газів у металах Інституту електрозварювання НАН України (ІЕЗ), яку було засновано в кінці 50-х років ХХ століття, зразки з відібраних проб готували механічним зачищенням, шліфуванням, поліруванням (механічним та електро). Для аналізування ГУД використовували методи високотемпературної екстракції або спалення в потоці газу-носія (гелій, аргон, нітроген, кисень) [1–3]. Після того, як аналітичний зразок завантажували у шлюз печі приладу ніхто вже не мав можливості впливати на результати визначення вмістів кисню, нітрогену, гідрогену. Таке підготування аналітичних зразків було в усіх лабораторіях світу. Наприклад, у роботах [1, 4, 8, 11, 12] аналітичні зразки з високореакційних і тугоплавких металів (Ti, Zr, Hf, Nb, Ta, Mo, W) готували механічним обробленням у вигляді зразків масою 0,1...0,3 г і не використовували зразки у вигляді стружки або порошку. Стандартні методики відбирання порошкових проб та підготування з них аналітичних зразків подано в роботі [15].

У кінці 80-х років ХХ століття з'явилися аналізатори з програмуванням температури (нагрівання/охолодження) графітового тигля й часу такого оброблення. Ці прилади мають суттєвий розвиток за останні 10–20 років (удосконалення інфрачервоних чарунок, детекторів з теплопровідності, комп'ютерних систем оброблення результатів, підвищення метрологічних характеристик аналізаторів) [1, 2, 4].

Ціль цієї роботи — систематизувати способи підготування аналітичних зразків металів для

визначення в них вмістів кисню, нітрогену, гідрогену; навести найбільше показові приклади використання способів підготування аналітичних зразків з більш ніж 60-річної роботи лабораторії газів у металах ІЕЗ НАН України.

Результати досліджень. В лабораторії газів у металах ІЕЗ ім. Є.О. Патона було проведено багато досліджень з використанням різних способів підготування аналітичних зразків. Найбільш показові результати робіт представлено в табл. 1–5. Ці роботи об'єднує використання методу відновлювального плавлення аналітичних зразків у графітовому тиглі в потоці газу-носія (гелій, нітроген, аргон) або спалювання в потоці кисню для визначення вмістів домішок кисню, нітрогену, гідрогену в металах з використанням детекторів з теплопровідності та поглинання інфрачервоного випромінювання. Всі експерименти було проведено на приладах RO 16, RO 316 (кисень), TN 114 (нітроген), TC 436 (кисень, нітроген), RH 2, RH 3, RH 402, CHN 600 (гідроген) фірми LECO.

Приклади грубого порушення правил підготування аналітичних зразків, відібраних з титанових труб, наведені у табл. 1, 5 (1 п.). Це травлення зразків у кислотах замість механічного оброблення [8, 11]. Якщо для визначення вмістів кисню і нітрогену в титані таке підготування ще якось можна прийняти, то для гідрогену — ні, а якісний метал із-за помилок аналітиків може бути забраковано. Ця робота була проведена в ІЕЗ та на двох заводах у Нікополі.

У табл. 2, 5 (2 п.) наведені результати визначення вмістів кисню і нітрогену в молібденових сплавах з використанням різних способів підготування аналітичних зразків, що були розроблені. Технологи (виробники металу, зварювальники та ін.) разом з аналітиками можуть вирішити, який варіант підготування зразків молібденових сплавів для них кращий [12].

Розробляючи стандартний зразок шарикопідшипникової сталі типу ШХ15 на вміст кисню і нітрогену, порівняли три способи підготування аналітичних зразків (загальний, фракційний, sample preparation). Показано, що найкращі результати були одержані з використанням метода Sample preparation (табл. 3, 5 (3 п+а)) [13].

У табл. 5 (4 п+а) наведено методики підготування аналітичних зразків мідних сплавів для визначення вмістів кисню і гідрогену з урахуванням впливу матеріалів, з яких зроблені тиглі (графітові та кварцові), на результати. Були визначені механізми видалення гідрогену й кисню з мідних сплавів у вигляді H_2O , H_2 , CO_2 та показано, що їх вміст в мідних сплавах треба визначати з використанням тільки графітових тиглів.

В процесі досліджень розроблено спосіб попереднього нагрівання аналітичних зразків нікеле-

Таблиця 1. Визначення вмісту кисню, нітрогену, гідрогену в стандартних зразках титанового сплаву ЕНОВА, мас. %, $\times 10^{-4}$

Елемент	ЕНОВА 58 підприємств, 35 країн, 250*	ІЕЗ, Київ, Україна, ТС 436, RH 402, 10*	OSCAR, Нікополь, Україна, ONH 836, 5*	ВСМПО АВІСМА, Нікополь, Україна, ТСН 600, 5*
Оксиген	927 ± 43	929 ± 35 ¹ 935 ± 37 ²	923 ± 39 ¹ 943 ± 28 ²	931 ± 41 ¹ 947 ± 45 ²
Нітроген	66 ± 18	64 ± 10 ¹ 68 ± 17 ²	69 ± 15 ¹ 75 ± 21 ²	65 ± 12 ¹ 76 ± 21 ²
Гідроген	59 ± 7	58 ± 6 ¹ 98 ± 7 ²	64 ± 7 ¹ 95 ± 8 ²	65 ± 5 ¹ 107 ± 9 ²

Примітки. *Кількість паралельних визначень; підготування аналітичного зразка: 1 — фрезерний станок, без емульсії, мала подача, механічна зачистка, не травили; 2 — фрезерний станок, без емульсії, мала подача, без механічної зачистки, травили.

вих сплавів у графітовому тиглі з очищенням їхніх поверхонь від забруднень графітовим порошком. Замовник цієї роботи наполягав, щоб в сплавах типу ЖС26-ВИ та ЖС32-ВИ [21] концентрації кисню та нітрогену були не вище 0,0005 мас. % кожного елемента (табл. 4, 5 (5 п+а)). Будь-які інші способи підготування аналітичних зразків дали завищені результати.

Багатошарові гібридні титанові сплави створюють на основі гідриду титану. Але існує проблема захисту цих сплавів від надмірної кількості кисню і нітрогену, які погіршують механічні властивості матеріалів. Основні чинники, які впливають на вміст домішок O, N у титані і гідриді титану, це адсорбовані газоподібні кисень та нітроген, волога, дегідрогенізація, підготування вакуумних камер та атмосфери в них. Були розглянуті можливі способи зменшення концентрацій O, N у початкових матеріалах (гідрид титану та титан) при створенні багатошарових титанових сплавів (табл. 5 (6, 7 п+а)) [18].

Попереднє підготування аналітичних зразків кремнію та германію для роздільного визначення вмісту кисню й нітрогену на поверхні та в матриці (розчинені та зв'язані в оксиди Si і Ge) дозволило створити експресні методики для ана-

Таблиця 2. Аналізування молибденових сплавів на вміст кисню і нітрогену, мас. %, $\times 10^{-4}$ [12]

Метал		Оксиген*	Нітроген*
Сплав Мо-3 % Ті		90 ± 3	14 ± 2
Молибден		113 ± 9	26 ± 2
Молибден після ЕПП	1	23 ± 9	22 ± 10
	2	19 ± 6	17 ± 5
	3	14 ± 5	15 ± 4
	4	13 ± 4	15 ± 3
Молибденовий сплав ЦМ-10	1	54 ± 13	25 ± 9
	2	41 ± 10	21 ± 8
	3	28 ± 8	20 ± 6
	4	25 ± 5	20 ± 3
Молибденовий сплав ЦМ-6	1	322 ± 40	29 ± 12
	2	237 ± 25	15 ± 7
	3	230 ± 30	11 ± 6
	4	220 ± 7	10 ± 5

Примітки. *Середнє з 3...4 паралельних визначень; 1 — без механічного зачищення; 2 — хімічне травлення; 3 — механічне зачищення; 4 — електрополірування.

лізування цих матеріалів (табл. 5 (8, 9 п+а)). Час від відбирання проби та створення аналітичного зразка до результату аналізування не більше 10 хв.

Поверхня будь-якого алюмінієвого сплаву захищена плівкою оксиду Al, але ця плівка гідратована. Вона включає в себе дві молекули H₂O на одну молекулу Al₂O₃ [1, 2], тому всі спеціалісти, що займаються технологіями плавлення, зварювання та ін. повинні враховувати це. За рахунок попереднього підготування аналітичних зразків (дріт, пластина, катанка та ін.) були розділені концентрації поверхневого та об'ємного гідрогену в алюмінієвих сплавах різного призначення (табл. 5 (10, 11 п+а)). Це дало можливість керувати процесами оброблення алюмінієвих сплавів.

Оксиген і нітроген завжди присутні у порошках металів і сплавів. Їхні концентрації можуть змінюватись у широких межах і залежать від багатьох факторів (хімічна спорідненість матеріалу до

Таблиця 3. Аналізування сталі ШХ15 на вміст кисню і нітрогену, мас. %, $\times 10^{-4}$ [13]

Метод аналізу	Оксиген*		Нітроген*	
	Шліфований зразок	Полірований зразок	Шліфований зразок	Полірований зразок
Загальний	15,4 ± 5,3	11,0 ± 3,1	68,2 ± 5,1	66,7 ± 3,9
Фракційний	10,6 ± 5,1	9,7 ± 1,9	66,7 ± 4,7	64,0 ± 4,3
Метод Sample preparation	9,2 ± 2,1	8,3 ± 2,0	64,6 ± 4,2	63,8 ± 3,1

Примітка. *Середнє з 3...4 паралельних визначень.

Таблиця 4. Аналізування сплавів на основі нікелю на вміст оксигену і нітрогену, мас. %, $\times 10^{-4}$

Сплав	Зразок	Оксиген			Нітроген		
		Загальний	Поверхневий	Об'ємний	Загальний	Поверхневий	Об'ємний
ЖС26-ВИ [21]	1	5,0	1,0	4,0	0,9	—	0,9
		5,4	—»—	4,4	1,8	—	1,8
	2	29,3	25,4	3,9	3,1	1,3	—»—
		14,4	10,3	4,1	1,0	—	1,0
ЖС32-ВИ [21]	1	6,0	1,0	5,0	2,0	—	2,0
		6,5	1,3	5,2	1,0	—	1,0
	2	64,9	59,7	3,2	—»—	—	—»—
		35,5	30,8	4,7	2,0	—	2,0

Примітка. 1 — зачищений до аналізування; 2 — не зачищений.

оксигену та нітрогену, величини питомої поверхні порошку, гранулометричний склад, технології одержання, способи зберігання порошку та ін.) [1, 2]. Кількість газів, що вміщується на поверхні порошкового зразка, може бути значно більша, ніж в об'ємі порошку [1, 2, 19, 20]. За рахунок попереднього нагрівання аналітичних зразків (залізни, латунні, сталеві, титанові та ін. порошки) були розділені домішки оксигену і нітрогену, адсорбовані (фізично та хемосорбовані) й розчинені в матриці порошку (табл. 5 (12 п+а) [19].

Враховуючи наведене вище, запропонована така систематизація способів підготування аналітичних зразків металів:

пасивне підготування аналітичних зразків металів для визначення в них концентрацій оксигену, нітрогену, гідрогену — це комплекс дій зі зразками до їхнього завантаження в шлюзовий пристрій печі аналізатора (механічні зачищення, шліфування та полірування, хімічне травлення, електрополірування, промивання в органічних розчинниках та ін.).

Після завантаження в шлюз печі аналізатора вже немає ніякої можливості впливати на зменшення вмісту оксигену, нітрогену, гідрогену на поверхні аналітичного зразка. Якість пасивного підготування аналітичних зразків металів залежить від їхнього хімічного складу, фізичного вигляду (моноліт, пластина, фольга, дріт, порошок та ін.), наявності приладів, пристроїв та реагентів для оброблення металів, кваліфікації спеціалістів у галузі аналізування вмістів оксигену, нітрогену, гідрогену у металах;

активне підготування аналітичних зразків металів для визначення в них концентрацій оксигену, нітрогену, гідрогену — це комплекс дій зі зразками, коли вони знаходяться в графітовому тиглі. З появою сучасних аналізаторів (кінець ХХ—початок ХХІ століття) стало можливим програмувати нагрівання (охолодження) графітового тигля (температура і час) [1–3]. Це дозволяє кількісно визна-

чити концентрації оксигену, нітрогену, гідрогену на поверхні та в об'ємі зразка. Температуру та час активного підготування визначають експериментально з урахуванням: вивчення літератури зі взаємодії металу, що аналізується, з оксигеном, нітрогеном, гідрогеном; наявності сучасних аналізаторів; високої кваліфікації спеціалістів; можливості застосування графітового порошку або інших відновлювачів для очищення поверхні зразка.

Особливо це важливо при визначенні концентрацій оксигену, нітрогену, гідрогену у металах з низьким вмістом цих елементів або в порошках.

Варіанти активного підготування аналітичних зразків наступні:

попереднє підготування зразка (Method Sample Preparation). Домішки з'єднань різних елементів з оксигеном, нітрогеном, гідрогеном, адсорбовані поверхнею зразка, видаляються без фіксації їхньої кількості. Слід зауважити, що повністю видаляються фізично адсорбовані гази та частково хемосорбовані [1, 2, 19]. Визначається вмісти ГУД тільки в об'ємі металу;

попереднє підготування зразка (нагрівання чи охолодження з фіксацією часу такого оброблення) з вимірюванням кількості газів, що виділяються з об'єму металу та з поверхні.

У цих варіантах можливе застосування графітового порошку в якості відновлювача оксидів, нітридів та інших з'єднань на поверхнях зразка, у склад яких входять оксиген і нітроген.

Метод фракційного аналізування (МФА). Сучасні аналізатори концентрацій ГУД у металах мають функції фракційного розділення хімічних з'єднань оксигену і нітрогену з різними елементами за монотонного нагрівання насиченого вуглицем розплавленого аналітичного зразка. МФА дає можливість кількісно визначати оксиген і нітроген у металевій матриці та на поверхні зразка. У цьому методі необхідно мати програми розшифру-

Таблиця 5. Активне і пасивне підготування аналітичних зразків металів для визначення вмісту кисню, нітрогену, гідрогену

Зразок	Підготування аналітичного зразка	Джерело
1 п	Підготування зразків титанових сплавів до аналізування.	Табл. 1
2 п	Підготування зразків молібдену до аналізування.	[12] і табл. 2
3 п+а	Підготування зразків сталей типу ШХ15 до аналізування. Попереднє нагрівання аналітичних зразків сталей типу ШХ15 у тиглі та режим аналізування «Sample preparation».	[13] і табл. 3
4 п+а	Підготування зразків мідних сплавів до аналізування. Вплив матеріалу тигля на результати аналізування.	Метрологія та прилади, 2015, 6, 63–69*
5 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків нікелевих сплавів у тиглі для видалення поверхневих домішок.	Табл. 4
6 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків гідриду титану в тиглі: видалення газової фази; видалення адсорбованої фази та дегідрогенізація.	[18]
7 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків гідридів у тиглі для видалення адсорбованої вологи.	Метрологія та прилади, 2016, 3, 62–70*
8 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків кремнію в тиглі для видалення поверхневих домішок.	Метрологія та прилади, 2013, 6, 58–66*
9 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків германію в тиглі для видалення поверхневих домішок.	Метрологія та прилади, 2018, 5, 61–66*
10 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків алюмінію в тиглі для видалення поверхневих домішок.	Метрологія та прилади, 2015, 3, 63–70*
11 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків алюмінію в тиглі для визначення поверхневого та об'ємного гідрогену.	Метрологія та прилади, 2014, 6, 62–69*
12 п+а	Попереднє нагрівання аналітичних зразків металевих порошків у тиглі для видалення адсорбованих кисню, нітрогену, гідрогену.	[19]

Примітки. п — пасивне підготування аналітичного зразка; а — активне підготування аналітичного зразка. *Роботи Калинюка М.М. та його колег (ІЕЗ).

вання (оброблення) кривих виділення кисню і нітрогену для кожного металу, сплаву чи окремої групи металів. Цей метод важливий для порошкової металургії, де основним фактором якості є чистота початкового порошку від ГУД. Метод МФА дуже дорогий, потребує коштів та високої кваліфікації, а головне, правильно поставленої задачі.

Майже завжди активному підготуванню аналітичного зразка передуює пасивне.

Для кращого розуміння запропонованих методик підготування аналітичних зразків металів (пасивного й активного) при визначенні в них вмісту кисню, нітрогену, гідрогену у табл. 5 (права колонка) вказані джерела, в яких ці методики детально розписані.

Висновки

1. Систематизовано методики підготування (пасивне і активне) аналітичних зразків металів для визначення в них вмісту кисню, нітрогену, гідрогену.

2. Наведено приклади методик підготування аналітичних зразків металів, розроблених у лабораторії газів у металах Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України.

Список літератури

1. Вассерман А.М., Кунин Л.Л., Суровой Ю.Н. (1976) *Определение газов в металлах*. Москва, Наука.
2. Lewis L.L., Holt B.D. (1974) *Determination of gaseous elements in metals chemical analysis*. Wiley. Melnik L.M. (Ed.)
3. Григорович К.В. (2007) Новые возможности современных методов определения газообразующих примесей в металлах. Заводская лаборатория. *Диагностика материалов*, 73(1), 23–34.
4. Эвелин Ф., Андре В., Бенш Х. и др. (1981) *Анализ металлов. Пробоотбор*. Москва, Металлургия.
5. Григоренко Г.М. (1965) Отбор проб и анализ водорода в сварных швах на сталях. *Автоматическая сварка*, 10, 72–78.
6. Калинюк Н.Н. (1978) Определение водорода в сталях и шлаках во время электрошлакового переплава. *Заводская лаборатория*, 6, 644–647.
7. ASTM E 1806–18: *Standard practice for sampling steel and iron for determination of chemical composition*.
8. ASTM E1447–09: *Standard test method for determination of hydrogen in titanium and titanium alloys by inert gas fusion thermal conductivity/infrared detector*.
9. ДСТУ 8920:2019: *Сталі та сплави*. Методи визначення газів.
10. ДСТУ 8922:2019: *Сталь, чавун та сплави*. Відбирання та готування проб для визначення хімічного складу.
11. ASTM E1409–08: *Determination of oxygen and nitrogen in titanium and titanium alloys by the inert gas fusion*.

12. Калинюк Н.Н., Коваленко Р.И., Нероденко М.М. и др. (1980) *Определение содержания кислорода и водорода в сплавах на основе молибдена. Актуальные проблемы сварки цветных металлов*. Киев, Наукова думка, сс. 431–435.
13. Устименко В.М., Калинюк М.М. (2008) Розроблення стандартного зразка вмісту кисню та азоту в сталі. *Інформ. бюлетень Міністерства України з стандартизації, метрології та управління якістю*, 17(3), 48–52.
14. Jungreithmeier A., Viertauer A., Presslinger H., Antlinger K. (1993) Die Sauerstoffbestimmung im Stahl als Mass für den Reinheitsgrad. *Sonderdruck aus Radex – Rundschau, Heft, 3–4*, 369–387.
15. ГОСТ 23148–98: *Порошки, применяемые в порошковой металлургии. Отбор проб*.
16. Калинюк М. (2016) Визначення вмісту водню в гідрідах перехідних металів 4А та 5А груп періодичної системи елементів. *Метрологія та прилади*, 3, 62–70.
17. Калинюк Н.Н., Лакомский В.И., Кунин Л.Л., Романенко К.К. (1970) Способ определения газов в металлах и неметаллических материалах. А.с. № 456200.
18. Калинюк О.М., Козін Р.В., Калинюк М.М., Пузрін О.Л. (2023) Проблеми виготовлення гідриду титану та визначення в ньому концентрацій водню та домішок кисню, нітрогену, карбону. *Сучасна електрометалургія*, 2, 46–56. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2023.02.07>
19. Калинюк М., Ісакова С., Пузріна Л. (2019) Аналізування металевих порошків на вміст домішок кисню, азоту, водню. *Метрологія та прилади*, 5, 62–69.
20. Івасишин О.М., Марковський П.Е., Саввакин Д.Г. и др. (2018) Микроструктура и свойства многослойных материалов на основе сплава Ti–6Al–4V, полученных по порошковой технологии. *Международ. конф. «Титан 2018. Производство и применение в Украине» (11–13 июня 2018, Киев, Украина)*, 57–61.
6. Kalinyuk, N.N. (1978) Determination of hydrogen in steels and slags during electroslag remelting. *Zavod. Laboratoriya*, 6, 644–647 [in Russian].
7. ASTM E 1806–18: *Standard practice for sampling steel and iron for determination of chemical composition*.
8. ASTM E1447-09: *Standard test method for determination of hydrogen in titanium and titanium alloys by inert gas fusion thermal conductivity/infrared detector*.
9. DSTU 8920:2019: *Steels and alloys. Methods of determination of gases* [in Ukrainian].
10. DSTU 8922:2019: *Steel, cast iron and alloys. Sampling and sample preparation for determination of chemical composition* [in Ukrainian].
11. ASTM E1409–08: *Determination of oxygen and nitrogen in titanium and titanium alloys by the inert gas fusion*.
12. Kalinyuk, N.N., Kovalenko, R.I., Nerodenko, M.M. et al. (1980) *Determination of oxygen and hydrogen content in alloys based on molybdenum. Actual problems of welding of nonferrous metals*. Kyiv, Naukova Dumka, 431–435 [in Russian].
13. Ustymenko, V.M., Kalinyuk, M.M. (2008) Development of standard sample of oxygen and nitrogen content in steel. *Inform. bulletin of the Ministry of Industrial Policy of Ukraine on standardization, metrology and quality management*, 17(3), 48–52 [in Ukrainian].
14. Jungreithmeier, A., Viertauer, A., Presslinger, H., Antlinger, K. (1993) Die Sauerstoffbestimmung im Stahl als Mass fuer den Reinheitsgrad. *Sonderdruck aus Radex – Rundschau, Heft, 3–4*, 369–387.
15. GOST 23148–98: *Powder for powder metallurgy. Sampling* [in Russian].
16. Kalinyuk, M. (2016) Determination of hydrogen content in hydrides of transition metals of 4A and 5A groups of periodic table. *Metrologiya ta Prylady*, 3, 62–70 [in Ukrainian].
17. Kalinyuk, N.N., Lakomsky, V.I., Kunin, L.L., Romanenko, K.K. (1970) *Method of determination of gases in metals and nonmetallic materials*. Author's cert. 456200 [in Russian].
18. Kalinyuk, O.M., Kozin, R.V., Kalinyuk, M.M., Puzrin, O.L. (2023) problems of producing titanium hydride and determination of the concentrations of hydrogen and oxygen, nitrogen and carbon admixtures in it. *Suchasna Elektrometal.*, 2, 46–56 [in Ukrainian]. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2023.02.07>
19. Kalinyuk, M., Isakova, S., Puzrina, L. (2019) Analysis of metal powders on content of oxygen, nitrogen, hydrogen admixtures. *Metrologiya ta Prylady*, 5, 62–69 [in Ukrainian].
20. Ivasishin, O.M., Markovsky, P.E., Savvakina, D.G. et al. (2018) Microstructure and properties of multilayer materials on Ti–6Al–4V alloy base produced by powder metallurgy. In: *Proc. of Int. Conf. on Titanium 2018. Production and application in Ukraine (11–13 June 2018, Kyiv, Ukraine)*, 57–61.

References

1. Vasserman, A.M., Kunin, L.L., Surovoj, Yu.N. (1976) *Determination of gases in metals*. Moscow, Nauka [in Russian].
2. Lewis, L.L., Holt B.D. (1974) *Determination of gaseous elements in metals chemical analysis*. Ed. by L.M. Melnik. Wiley.
3. Grigorovich, K.V. (2007) New possibilities of modern methods for determination of gaseous impurities in metals. *Shop Laboratory. Diagnostika Materialov*, 73(1), 23–34 [in Russian].
4. Enelin, F., Andre, V. Bensch, Kh. et al. (1982) *Analysis of metals. Sampling*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
5. Grigorenko, G.M. (1965) Sampling and analysis of hydrogen in welds on steels. *Avtomatich. Svarka*, 10, 72–78 [in Russian].

ACTIVE AND PASSIVE PREPARATION OF ANALYTICAL SAMPLES OF METALS FOR DETERMINATION OF OXYGEN, NITROGEN AND HYDROGEN CONCENTRATIONS IN THEM

O.M. Kalinyuk, R.V. Kozin, M.M. Kalinyuk, A.M. Kibkalo, O.L. Puzrin
E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: kozinrv@gmail.com

A review of publications on taking samples and equipment (tools, devices) for this purpose is given. The processes of determination of the amount of impurities in the metals: oxygen, nitrogen, and hydrogen, are considered. The methods of analytical sample preparation passive and active: are systematized. The most representative methods of analytical sample preparation are given and discussed (PWI Laboratory of Gases in Metals). 20 Ref., 5 Tabl.

Keywords: sample, specimen, active and passive preparation, oxygen, nitrogen, hydrogen

Надійшла до редакції 07.08.2023