

МЕТАЛУРГІЯ СТАЛІ

УДК 66.046:532.137

doi: 10.31498/2225-6733.36.2018.142511

© Макуров С.Л.*

**ИССЛЕДОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ПЛАВЛЕНИЯ И ВЯЗКОСТИ
РАСПЛАВОВ СЛОЖНОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ С ЦЕЛЬЮ
СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА
РАСПЫЛЕНИЕМ ИЗ ЖИДКОГО СОСТОЯНИЯ**

Представлены результаты экспериментальных исследований, интервалов кристаллизации и вязкости расплавов сложнолегированных сталей, на основании которых разработаны и внедрены в производство рекомендации по температурным режимам распыления быстрорежущей стали с высоким содержанием ванадия.

Ключевые слова: плавление, вязкость, сталь, ванадий, порошок, распыление, кристаллизация, температура.

Макуров С.Л. Дослідження характеристик плавлення та в'язкості розплавів складнолегованих сталей з метою удосконалення технології одержання порошка розпиленням з рідкого стану. У теперішній час в Україні виробляють нові типи інструментальної сталі способом порошкової металургії. Порошок складнолегованої сталі одержують розпиленням струму рідкого металу азотом при витіканні з дозаторного стакану, який має внутрішній діаметр 6 мм. Низький вихід придатного порошка пов'язан із затягненням каналу стакан-дозатора твердою фазою та припиненням розливу. З метою розробки раціональних режимів розпилення складнолегованих сталей виконані дослідження характеристик плавлення та в'язкості розплавів цих сталей. Експериментальні дослідження теплофізичних властивостей інструментальних сталей виконували на установці термічного аналізу. Встановлено, що температура ліквідус сталей знаходиться у межах 1307-1463 °С, а солідус – 1255-1436 °С. Обробкою експериментальних даних одержані формули щодо розрахунку температури ліквідусу сталі в залежності від хімічного складу. Виконано дослідження в'язкості розплавів сталі P0M2CФ10-МП, що містить ванадій, методом реєстрації загасаючих крутильних коливань, а також капілярним способом. У виробничих умовах виконано вимірювання температури рідкої сталі P0M2CФ10-МП у тиглі індукційної печі та у металоприймачі у процесі розпилення. На підставі виконаних досліджень розроблені та упроваджені у виробництво рекомендації щодо розпилення складнолегованої сталі, що дозволило збільшити вихід придатного порошка у середньому на 10%.

Ключові слова: сталь, ванадій, плавлення, в'язкість, порошок, розпилення, кристалізація, температура.

S.L. Makurov. Fusion and viscosity of molten high-vanadium steels investigation with the aim of perfecting the powder obtaining from liquid state by sputtering. Manufacture of new brands of tool steel by means of powder metallurgy technique has been mastered in Ukraine. High-alloy steels powder is obtained by sputtering liquid metal stream getting out of a batcher through the exhaust outlet of 6 mm in diameter. The average yield of suitable powder makes 60-65%. The reason for the low yield of suitable powder is blocking the exhaust outlet with solid phase and stopping the pouring. The fusion characteristics and viscosity of these steels melts have been studied to work out the rational modes of high-alloy

* д-р техн. наук, професор, ГВУЗ «Приазовський державний технічний університет», г. Маріуполь, makurov@ukr.net

steels sputtering. Experimental researches of the tool steels technological properties have been performed on thermal analysis installation. It has been stated, that the liquidus temperature is the range from 1307-1463 °C, and the solidus temperature is the range from 1255-1436 °C. Experimental data we used and the formulas for calculation of liquidus temperature depending on the chemical composition have been obtained. The viscosity of the vanadium-containing steel P0M2CФ10-МП melts has been determined by the method of damped torsional oscillations registration and by the capillary way as well. The melted steel temperature was taken both in the crucible of the induction furnace and in the iron receiver in the course of sputtering under production conditions. The recommendations as to the high-alloy steels sputtering have been developed and introduced in production making it possible to increase the suitable powder yield on the average of 10%.

Keywords: fusion, viscosity, vanadium, steel, powder, dispersion, crystallization, temperature.

Постановка проблеми. Развитие металлургической промышленности Украины в значительной степени зависит от экспорта дорогостоящих сталей специального назначения. Сложнолегированные инструментальные стали с высоким содержанием углерода и ванадия из-за высокой степени ликвации получают методом порошковой металлургии. С этой целью струю жидкого металла, вытекающую из дозаторного стакана диаметром 6 мм, распыляют инертным газом. Однако средний выход годного порошка составляет 60-65%.

Повышение эффективности технологии разлива и распыления высоколегированных сталей требует проведения исследований таких важных технологических свойств указанных сталей, как температура затвердевания и вязкость при температуре разлива.

Анализ последних исследований и публикаций. Из практики разлива стали известно, что в результате взаимодействия струи жидкого металла с огнеупорным материалом сталеразливочного стакана возможно либо «размывание» последнего, либо отложение твердой фазы на внутренней поверхности огнеупора, что приводит к нежелательному увеличению продолжительности разлива, а иногда и к ее полному прекращению [1, 2]. Отложение металлических кристаллов происходит при понижении температуры стали ниже температуры ликвидуса. Такая температура имеет место в нижней части стакана. Струя азота дополнительно охлаждает стакан, что уменьшает приток горячей стали из-за увеличения ее вязкости. Эти процессы также способствуют «затягиванию» стакана.

Образование и рост металлических кристаллов на выходе из стакана приводит к повышению теплопроводности вдоль канала стакана и более интенсивному отводу тепла, что способствует росту настыва. При распылении металла имеет место дополнительное охлаждение стакана инертным газом. При этом приток горячей стали уменьшается из-за увеличения ее вязкости при понижении температуры.

В литературе [3-5] приведены результаты исследований вязкости металлических расплавов, однако отсутствуют данные по температуре кристаллизации и вязкости жидких сталей с содержанием ванадия до 10%.

Целью статьи является экспериментальное исследование политермы вязкости расплава высокованадиевой стали P0M2CФ10-МП, содержащей около 10% ванадия, и разработка на основании полученных данных, а также данных измерения температуры ликвидуса стали и ее температуры в металлоприемнике, режимов распыления металла.

Изложение основного материала. Исследование вязкости стали проводили на высокотемпературном вискозиметре методом регистрации затухающих крутильных колебаний тигля с расплавом и капиллярным методом. Конструкции лабораторных установок подробно описаны в работах [6, 7]. На рис. 1 приведена фотография оригинальной установки для определения динамической вязкости металлических расплавов методом затухающих крутильных колебаний тигля с расплавом.

Величину динамической вязкости определяли из уравнения:

$$\delta - \delta_0 = K' \sqrt{\eta \rho}, \quad (1)$$

где δ_0 , δ – логарифмический декремент затухания колебаний системы, соответственно, с

пустым и заполненным тиглем; K' – константа прибора, определяемая градуировкой; ρ – плотность металла, кг/м^3 ; η – динамическая вязкость, $\text{Па}\cdot\text{с}$.



Рис. 1 – Фотография экспериментальной установки для определения динамической вязкости металлических расплавов методом затухающих крутильных колебаний тигля

для ряда промышленных сталей РОМ2СФ10, Р5М5Ф4, Х12МФ4, Х18МФ6, 08Х18Н10Т.

Для исследованных сталей температура солидус лежит в пределах 1255-1436°C, ликвидус – 1307-1463°C, а интервал кристаллизации составляет 18-54°C. Изменение энтальпии для сталей РОМ2СФ10, Р5М5Ф4, Х12МФ4 и Х18МФ6 составляет 300-375 кДж/кг; для сталей Х12МФ4 и Р5М5Ф4 необходимы дальнейшие исследования изменения энтальпии при кристаллизации по кривой охлаждения вследствие полученного малого значения $\Delta H_{\text{крист}}$ (138-155 кДж/кг). Эти данные необходимы для совершенствования процессов выплавки и разлива стали.

Обработкой экспериментальных данных показано, что для расчета температуры ликвидус сталей:

- РОМ2СФ10, Р5М5Ф4 применима формула:

$$T_L = 1539 - 64C - 14,3Si - 4,8Mn - 1,0Cr - 4,7Ni - 2,6Mo - 1,6V - 0,2W$$

с погрешностью расчета до 0,5%;

- Х12МФ4 и Х18МФ6 применима формула:

$$T_L = 1539 - 67C - 7,8Si - 5,0Mn - 1,5Cr - 4,0Ni - 2,0Mo - 2,0V$$

с погрешностью расчета до 0,1%;

- 08Х18Н10Т применима формула:

$$T_L = 1539 - 70C - 7,6Si - 4,9Mn - 1,3Cr - 3,1Ni - 2,0Mo - 2,0V$$

с погрешностью расчета до 0,3%.

В зависимости от колебаний химсостава стали в пределах, допускаемых стандартом, величина температуры ликвидус стали РОМ2СФ10-МП составила 1300-1310°C.

На экспериментальной установке провели исследование вязкости образцов стали РОМ2СФ10-МП (пробы были взяты из металлоприемника до того как «затянуло» стакан-дозатор). Химический состав исследованных образцов следующий, % мас.:

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	W	V	Co	Cu	Al	Ti
2,94	0,51	0,99	7,95	0,23	1,38	0,49	9,87	0,15	0,13	0,016	< 0,01

С целью обеспечения воспроизводимости результатов измерений опыты проводили при одинаковом заполнении тигля металлом. Градуировку вискозиметра выполняли по методике, описанной в работе [6]. Расчет логарифмического декремента затухания проводили по серии десяти проходов светового пятна, отражаемого от колебательной системы на сферическую линейку. Каждое измерение проводили пять раз, после чего рассчитывали средние значения декремента затухания по формуле, приведенной в работе [6]:

$$\delta = \frac{1}{25} \ln \frac{\varphi_5 \varphi_6 \varphi_7 \varphi_8 \varphi_9}{\varphi_0 \varphi_1 \varphi_2 \varphi_3 \varphi_4}, \quad (2)$$

где $\varphi_0 \div \varphi_9$ – амплитуды соответствующих колебаний, град.

Погрешность определения вязкости стали в интервале температуры от температуры ликвидуса до 1550°C не превышала 6-7%. Температуру ликвидус и солидус исследованных сталей определили на установке термического анализа по методике, описанной в работе [8].

Экспериментальные исследования теплотехнических свойств сталей на установке термического анализа позволили получить новые данные по температурам кристаллизации

Результаты измерений вязкости указанной стали в интервале температур 1400-1550°C сведены в таблицу. На рис. 2 эти результаты представлены в виде зависимости логарифма динамической вязкости от температуры.

Таблица

Результаты исследования вязкости стали РОМ2СФ10-МП методом крутильных колебаний цилиндрического тигля с расплавом

Температура T, °C	Плотность ρ, ×10 ⁻³ кг/м ^{3е}	Динамическая вязкость η, МПа·с	Обратная температура, ×10 ³ К ⁻¹	Логарифм динамической вязкости ln η
1400	6,60	11,70	0,598	2,460
1440	6,50	7,87	0,584	2,063
1450	6,40	7,23	0,580	1,978
1460	6,30	4,66	0,577	1,540
1500	6,12	4,26	0,564	1,451
1510	6,07	3,97	0,561	1,382
1520	6,02	2,83	0,558	1,041
1530	5,97	2,82	0,555	1,038
1550	5,88	2,77	0,549	1,020

На этом же рисунке приведены данные по температурной зависимости вязкости этой же стали, полученные с помощью капиллярного вискозиметра.

Экспериментальные данные обобщили уравнением:

$$\ln \eta = \frac{29500}{T} - 15,25 . \quad (3)$$

Полученные данные позволили установить, что вязкость стали РОМ2СФ10-МП при перегреве в 373 К над уровнем температуры ликвидус достаточно высока – 11-12 МПа·с. У большинства углеродистых и легированных сталей при аналогичном перегреве вязкость в два раза ниже и находится в пределах от 5,5 до 6,5 МПа·с.

Таким образом, согласно полученным данным, температура стали РОМ2СФ10-МП при вытекании из стакана должна быть не менее 1725 К, что соответствует перегреву над ликвидусом в 190-200 К.

Для измерения температуры жидкой стали в тигле индукционной печи и металлоприемнике была использована методика работы [9]. Сущность её состоит в том, что непрерывный замер температуры заменили серией периодических малоинерционных измерений. Такая методика позволяет измерять даже незначительные колебания температуры жидкой стали и не приводит к заметному охлаждению металла.

При проведении измерений применяли термпары ВР20/5. Каждое измерение производили отдельной термпарой. Для данной партии проволоки проводили градуировку по

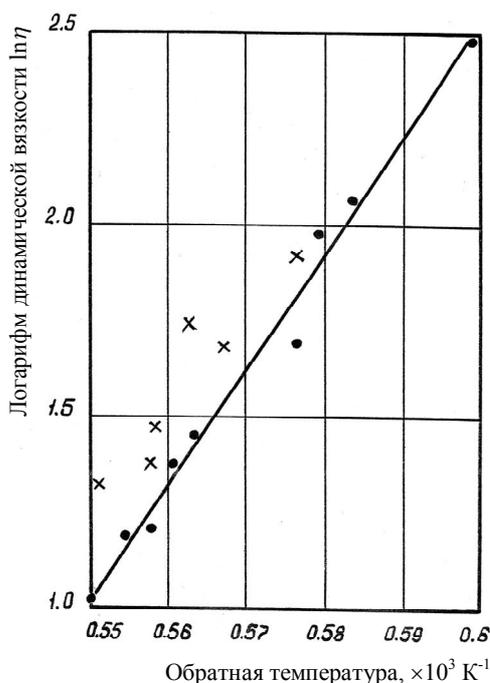


Рис. 2 – Зависимость вязкости стали РОМ2СФ10-МП от обратной температуры: x – капиллярный метод; • – метод крутильных колебаний

стандартной платинородий-платиновой термопаре в температурном интервале 1573-1873 К. Измерение термо-ЭДС осуществляли ручным потенциометром, подключаемым к термопарам медными проводами. Показания прибора достигали максимальных значений через 30-40 с после погружения термопары в жидкую сталь, что соответствует установлению теплового равновесия между термопарой и жидким металлом. Погрешность измерений не превышала 2,5-3,5%.

Термопару погружали в жидкую сталь на заданную глубину с помощью специального приспособления, описанного в работе [9]. Измерения температуры стали P0M2CФ10-МП в тигле печи и металлоприемнике показали, что после слива металла происходит понижение температуры на величину порядка 373-473 К.

Наибольшее понижение температуры имеет место в нижней части металлоприемника, где температура составляет в ряде случаев величину ниже 1673 К. Низкие температуры металла приводят к понижению его жидкотекучести, что ведет к снижению скорости разлива металла. Одновременно, как показали металлографические исследования, наблюдается кристаллизация стали внутри стакана.

Фотография разреза металла от «затянутого» стакана приведена на рис. 3. На нижнем торце стакана образуется так называемая «корона», а внутри стакана наблюдается пережим струи затвердевшим металлом. Толщина металла, затвердевшего внутри канала, различна, что связано с направлением охлаждающего воздействия газа-распылителя.

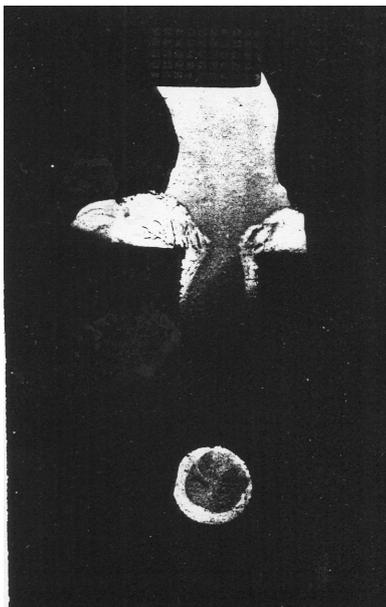


Рис. 3 – Фотография макроструктуры металла, затвердевшего в стакане при распылении стали P0M2CФ10-МП

кой стали до температуры 1670-1720 К.

Для утепления нижней части металлоприемника между плитой и его основанием укладывали слой теплоизолятора общей толщиной 30-50 мм.

Подогрев металлоприемника на каждой плавке длился не менее 4,5 часов.

Внедрение технологических рекомендаций позволило увеличить выход годного порошка на 9-12%. Средний выход годного порошка составил 75%, что является наилучшим показателем для данной марки стали.

В дальнейшем следует продолжить исследования с целью разработки режимов распыления инструментальных сталей P6M5Ф4, X12MФ4, X18MФ6, содержащих 4-6% ванадия. Представляется весьма важным с научной и практической точки зрения оценить влияние содержания ванадия на политермы вязкости расплавов сложнолегированных сталей.

Исследования в производственных условиях показали, что после замены металлоприемника, несмотря на высокую температуру стали в тигле, «затягивание» стакана наступало быстро – через 30-40 мин. При этом, понижение температуры металла после четвертого слива превышало 420 К. Это вызвано недостаточным прогревом металлоприемника перед распылением.

Таким образом, для нормального распыления высокованадиевой стали температура металла в нижней части металлоприемника не должна быть ниже 1673-1720 К.

С целью достижения более однородной температуры стали в металлоприемнике было предложено производить слив нагретого до 1910-1920 К металла в металлоприемник небольшими порциями (по 90-160 кг) с интервалом по времени 4-6 мин.

Во избежание «затягивания» стакана в начале процесса распыления рекомендовано производить предварительный подогрев стакана и прилегающих к нему участков футеровки газовой горелкой непосредственно перед заливкой

Выводы

1. Исследования политерма вязкости стали РОМ2СФ10-МП показали, что для нормального распыления этой стали температура металла на выходе из стакана-дозатора должна составлять не менее 1670-1720 К, что соответствует перегреву над ликвидусом порядка 200-250 К.

2. В результате обработки полученных опытных данных по температуре ликвидуса сложнолегированных сталей получены формулы, позволяющие производить расчет этой температуры в зависимости от химического состава стали с погрешностью 0,5-3,0%. Исследования необходимо продолжить для уточнения известных формул и расширения номенклатуры сталей с целью создания базы данных.

3. Для предотвращения затвердевания металла в канале разливочного стакана рекомендованы рациональные температурные и временные режимы слива металла в предварительно нагретый металлоприемник. Внедрение технологических рекомендаций позволило увеличить выход годного порошка в среднем на 9-12%.

Список использованных источников:

1. Шевченко В.П. Исследование взаимодействия жидкого металла с огнеупором сталеразливочных стаканов / В.П. Шевченко, М.В. Самборский // Научные труды Донецкого национального технического университета. – Донецк, 1999. – Вып. 8. – С. 91-100. – (Серия: Металлургия).
2. Процессы непрерывной разливки : монография / А.Н. Смирнов [и др.]. – Донецк : ДонНТУ, 2002. – 536 с.
3. Арсентьев П.П. Металлургические расплавы и их свойства / П.П. Арсентьев, Л.А. Коледов. – М. : Металлургия, 1976. – 376 с.
4. Ершов Г.Е. Строение и свойства жидких и твердых металлов / Г.Е. Ершов, В.А. Черняков. – М. : Металлургия, 1978. – 261 с.
5. Транспортные свойства металлических и шлаковых расплавы: справочник / Б.М. Лепинских [и др.]. – М. : Металлургия, 1995. – 652 с.
6. Макуров С.Л. Высокотемпературный вискозиметр с автоматической регистрацией результатов измерений / С.Л. Макуров // Вестник Приазовского государственного технического университета : сб. науч. тр. / ПДТУ. – Мариуполь, 1997. – Вып. 3. – С. 37-40.
7. Казачков Е.А. Исследование вязкости жидкой стали капиллярным методом / Е.А. Казачков, С.Л. Макуров // Вісник Приазовського державного технічного університету : Зб. наук. пр. / ПДТУ. – Маріуполь, 2002. – Вип. 12. – С. 47-50.
8. Макуров С.Л. Экспериментальное и расчетное определение температуры ликвидуса сложнолегированных сталей / С.Л. Макуров // Вісник Приазовського державного технічного університету : Зб. наук. пр. / ПДТУ. – Маріуполь, 2003. – Вип. 13. – С. 46-49.
9. Макуров С.Л. Измерения температуры в незатвердевшем ядре стальных слитков, отливаемых сифонным способом / С.Л. Макуров, Е.А. Казачков // Известия высших учебных заведений. Черная Metallургия. – 1978. – № 11. – С. 39-41.

References:

1. Shevchenko V.P., Samborskii M.V. Issledovanie vzaimodeistviia zhidkogo metalla s ogneuporom stalerazlivochnykh stakanov [Investigation of the interaction of liquid metal with refractory steel cups]. *Nauchnye trudy Donetskogo natsional'nogo tekhnicheskogo universiteta. Serii: Metallurgiiia – Scientific works of Donetsk National Technical University. Section: Metallurgy*, 1999, № 1, pp. 91-100. (Rus.)
2. Smirnov A.N., Piliushenko V.L., Minaev A.A., Momot S.V., Belobrov Iu.N. *Protsessy nepreryvnoi razlivki: monografiia* [Continuous Casting Processes: monograph]. Donetsk, DonNTU Publ., 2002. 536 p. (Rus.)
3. Arsent'ev P.P., Koledov L.A. *Metallurgicheskie rasplavy i ikh svoistva* [Metallurgical melts and their properties]. Moscow, Metallurgiiia Publ., 1976. 376 p. (Rus.)
4. Ershov G.E., Cherniakov V.A. *Stroenie i svoistva zhidkikh i tverdykh metallov* [Structure and properties of liquid and solid metals]. Moscow, Metallurgiiia Publ., 1978. 261 p. (Rus.)
5. Lepinskikh B.M., Belousov A.L., Bakhvalov S.G., Vostriakov A.A., Pastukhov E.L., Popova E.L.

- Transportnye svoistva metallicheskih i shlakovykh rasplavov: spravochnik [Transport properties of metal and slag melts: reference book]. Moscow, Metallurgii Publ., 1995. 652 p. (Rus.)
6. Makurov S.L. Vysokotemperaturnyi viskozimetr s avtomaticheskoi registratsiei rezul'tatov izmerenii [High-temperature viscometer with automatic recording of measurement results]. *Visnik Priazovs'kogo derzhavnogo tehnicnogo universitetu – Reporter of the Priazovskyi state technical university*, 1997, no. 3, pp. 37-40. (Rus.)
 7. Kazachkov E.A., Makurov S.L. Issledovanie viazkosti zhidkoi stali kapillarnym metodom [Investigation of the viscosity of liquid steel by the capillary method]. *Visnik Priazovs'kogo derzhavnogo tehnicnogo universitetu – Reporter of the Priazovskyi state technical university*, 2002, no. 12, pp. 47-50. (Rus.)
 8. Makurov S.L. Eksperimental'noe i raschetnoe opredelenie temperatury likvidus slozhnolegirovannykh stali [Experimental and calculated determination of the liquidus temperature of complex alloy steels]. *Priazovs'kogo derzhavnogo tehnicnogo universitetu – Reporter of the Priazovskyi state technical university*, 2003, no. 13, pp. 46-49. (Rus.)
 9. Makurov S.L., Kazachkov E.A. Izmereniia temperatury v nezatverdevshem iadre stal'nykh slitkov, otlivaemykh sifonnym sposobom [Measurements of temperature in the hard core of steel ingots, cast by siphon]. *Izvestiya Visshikh Uchebnykh Zavedenii. Chernaya Metallurgiya – Izvestiya. Ferrous Metallurgy*, 1978, no. 11, pp. 39-41. (Rus.)

Рецензент: В.А. Маслов
д-р техн. наук, проф., ГВУЗ «ПГТУ»

Статья поступила 16.04.2018

УДК 669.184:519.22

doi: 10.31498/2225-6733.36.2018.142512

© Бондарь В.И.,¹ Тарасюк Л.И.²

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПРОИЗВОДСТВА СТАЛИ В КОНВЕРТЕРАХ С КОМБИНИРОВАННОЙ ПРОДУВКОЙ

На основе данных о химическом составе и температуре металлического расплава, полученного в условиях кислородного конвертирования в конвертерах с комбинированной продувкой, и с использованием пакета прикладных программ StatSoftStatistica 8.0 получены линейные уравнения регрессии зависимости содержания углерода в расплаве от его температуры и химического состава. Произведен анализ достоверности модельных параметров этих зависимостей.

Ключевые слова: *металлический расплав, нормальность распределения, регрессионный анализ, достоверность модельных параметров.*

Бондарь В.И., Тарасюк Л.И. Дослідження процесу виробництва сталі у конвертерах із комбінованим продуванням. *Процес комбінованого продування використовується для переробки високофосфористих чавунів і застосовується в західноєвропейських країнах; в основному, це процес LBE (Lance Bubbling Equilibrium) з подачею кисню згори і нейтральних газів через дно. Технологія зазвичай передбачає продування в два періоди з проміжним зливом шлаку і залишенням шлаку другого періоду продування в конвертері. Таблиця початкових розрахункових даних була представлена результатами хімічного аналізу і температури металевого розплаву 51-ої плавки, отримано-*

¹ канд. техн. наук, доцент, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь, bbvii.47@gmail.com

² канд. техн. наук, доцент, ГВУЗ «Приазовский государственный технический университет», г. Мариуполь, sstts@list.ru