

## ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПЛАВКИ НА ВЫДЕЛЕНИЕ КИСЛОРОДА ИЗ ПОРОШКА ПРИРОДНОЛЕГИРОВАННОГО ЧУГУНА

**Е.Е. Барышев, Г.В. Тягунов**

Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург

Изучены температурные зависимости кинематической вязкости природнолегированного чугуна в жидком состоянии. Установлены температуры, нагрев до которых переводит расплав в гомогенное состояние.

Политерма имеет сложный характер, свидетельствующий о наличии нескольких этапов структурных превращений. Установлено, что температура максимального нагрева расплава в ходе опыта существенно влияет на вид гистерезиса политерм. На основании квазихимической модели микронеоднородного строения расплава предложено физическое обоснование происходящих при нагреве и охлаждении жидкого металла превращений. Полученные результаты использованы при получении порошка природнолегированного чугуна. Проведены опытные плавки, в которых жидкий металл нагревали выше и ниже интервала его структурных перестроек. Кроме этого варьировали температуру распыления жидкого металла азотом.

Изучено влияние условий плавки природнолегированного чугуна на содержание кислорода в полученном порошке. Исследования методом вакуум-плавления на установке «O-N-mat 822» показали, что процесс выделения кислорода из частиц порошка носит сложный характер. Установлено, что содержание кислорода в порошке чугуна зависит от размера частиц и условий подготовки расплава к диспергированию. Формирование в ходе плавки гомогенного состояния приводит к снижению концентрации кислорода в порошке и изменению спектра его выделения. Оказывается, что в таком расплаве кислород находится в твердом растворе или связан в оксиды железа.

*Ключевые слова:* природнолегированный чугун; расплав; физико-химические свойства; содержание кислорода.

Возможности порошковой металлургии при производстве традиционных материалов и изделий с повышенными физико-механическими свойствами хорошо известны. Одним из наиболее распространенных способов получения металлических порошков является диспергирование струи расплава газовым потоком. Процесс отличается низкой стоимостью, относительно небольшими капитальными затратами, простотой технологических операций и позволяет получать легированный порошок заданного химического состава [1, 2].

Формирование структуры и свойств порошка обеспечивается либо изменением технологических параметров распыления (мощности газового потока, диаметра струи расплава, среды распыления), либо получением наперед заданных физико-химических свойств расплава (поверхностного натяжения, вязкости, плотности) [1–3].

Введение в чугун меди способствует усилению графитизации, повышению его антифрикционных свойств. В связи с этим, значительный интерес представляет разработка технологических режимов получения медистых железных порошков, используемых для нанесения покрытий.

Изучены температурные зависимости физико-химических свойств медистого заэвтектического чугуна состава Fe – 4,5 % C – 2,07 % Si – 2,62 % Cu – 0,4 % Ti – 0,3 % Cr – 0,6 % Mn – 0,2 % P – 0,01 % S в жидком состоянии. Анализ политерм логарифмического декремента затухания колебаний тигля

с расплавом ( $\delta$ ) (рис. 1) позволил выявить следующее:

1. Политерма нагрева имеет сложный характер, что свидетельствует о наличии различных этапов перехода системы в гомогенное состояние. Первый этап завершается при температурах, близких к 1410–1450 °С, что, по-видимому, связано с растворением графита. Далее наблюдается пос-

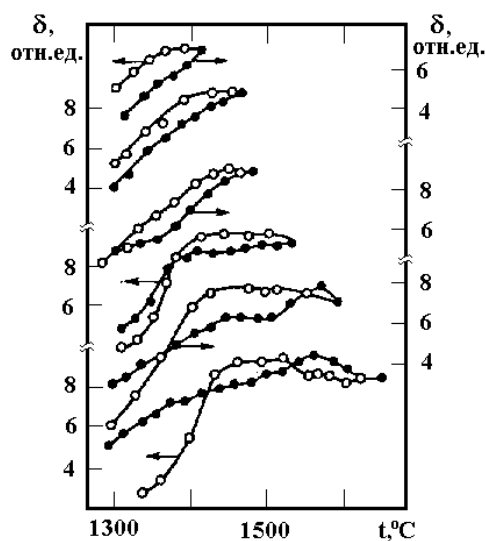


Рис. 1. Влияние температуры максимального нагрева на вид температурных зависимостей логарифмического декремента затухания колебаний тигля с расплавом: • – нагрев; ◦ – охлаждение

тоянство и снова рост  $\delta$  с максимумом вблизи 1600 °С. В области более высоких температур политермы нагрева и охлаждения совпадают. Такой характер зависимости может быть связан с наличием суспензионных и эмульсионных фаз в структуре жидкого чугуна, сохранившихся от структурных составляющих твердого металла. Это могут быть выделения меди, не смешивающейся с железом, насыщенным углеродом (фосфидная эвтектика). Нагрев чугуна до 1600 °С приводит к полному растворению всех гетерогенных (суспензий и эмульсий) образований.

2. Политерма охлаждения после предварительного нагрева до температуры выше 1550 °С имеет вид, характерный для равновесного жидкого чугуна. Наличие максимума свидетельствует о переходе системы из гомогенного состояния в гетерогенное, т. е. по-видимому, формирование частиц графита начинается до момента кристаллизации образца. Температура максимума зависит от температуры максимального нагрева и находится в пределах 1440–1460 °С.

3. Практически для всех образцов характерен гистерезис политерма. Нагрев чугуна в ходе опыта до температур, не превышающих 1500 °С, приводит к положительному гистерезису: ветвь охлаждения располагается выше ветви нагрева. При нагреве расплава до 1500 °С ветви нагрева и охлаждения совпадают. Если чугун нагрет выше 1500 °С, выявлен отрицательный гистерезис: ветвь охлаждения располагается ниже ветви нагрева. Обнаружено, что относительная величина гистерезиса  $\Delta\delta/\delta$ , где  $\Delta\delta = \delta_n - \delta_{охл}$  линейно уменьшается с повышением максимальной температуры нагрева расплава (рис. 2).

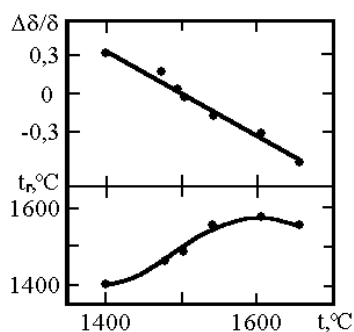


Рис. 2. Влияние максимальной температуры нагрева расплава на относительную величину гистерезиса логарифмического декремента затухания колебаний тигля с расплавом и температуру гистерезиса

4. При температурах максимального нагрева расплава ниже 1600 °С температура гистерезиса совпадает с максимальной температурой нагрева расплава. В случае более высоких температур нагрева образца  $t_r$  сохраняет постоянное значение, равное 1600 °С (см. рис. 2).

Формирование гомогенного раствора не означает его однородности. Не исключено присутствие

в растворе разного рода микрогруппировок вокруг примесных атомов или сохранивших наследственные черты исходных твердых фаз [1, 4, 5]. Однако эти группировки не имеют границ раздела фаз, а  $\delta(t)$  для такого расплава имеет отрицательный коэффициент  $\Delta\delta/\delta$ . Превращения, связанные с изменением состава микрогруппировок с повышением температуры, в данном случае не рассматриваются ввиду отсутствия необходимой совокупности данных для такого анализа.

Такое модельное представление об изменении структуры расплава с изменением температуры позволяет сделать выводы о причинах гистерезиса политерма  $\delta$ . В случае, когда максимальная температура нагрева расплава составляет 1500 °С, формирование частиц графита при последующем охлаждении происходит в неоднородном, может быть, эмульсионном растворе, т. е. практически в тех же условиях, что и при его выплавке. В результате политермы  $\delta$  совпадают, состояние расплава вблизи кристаллизации близко к его состоянию после плавления.

Если температура максимального нагрева близка к 1600 °С, формирование частиц графита при последующем охлаждении происходит в более однородном растворе, изменяются условия межфазного натяжения на границе «растущая твердая частица – расплав». Это в данном случае привело к изменению степени гетерогенности расплава перед кристаллизацией и, как следует из результатов металлографического анализа, уменьшению количества графита и укрупнению размеров графитной фазы [6].

Таким образом, анализ политерма физических свойств жидкого металла показывает, что вблизи температур 1500 и 1570–1600 °С в расплаве медистого чугуна протекают интенсивные структурные перестройки.

Полученные результаты использованы при получении порошка природнолегированного чугуна. Проведены опытные плавки, в которых жидкий металл нагревали выше и ниже интервала его структурных перестроек. Кроме этого варьировали температуру распыления жидкого металла азотом.

Изучено влияние условий получения порошка чугуна на содержание в нем кислорода. Исследования проводили с помощью газоанализатора «O-N-mat 822» [7]. Температуру анализа в ходе опыта изменяли от 1000 до 2400 °С. Типичный вид эволюграмм выделения кислорода из образцов порошка медистого чугуна приведен на рис. 3.

Видно, что процесс выделения кислорода из образцов порошка носит сложный характер, о чем свидетельствует несколько наблюдаемых пиков на эволюграмме.

Рассмотрим влияние условий плавки на содержание кислорода в получаемом порошке.

*Влияние размера частиц на содержание в них кислорода.* Обнаружено, что размер частиц по-

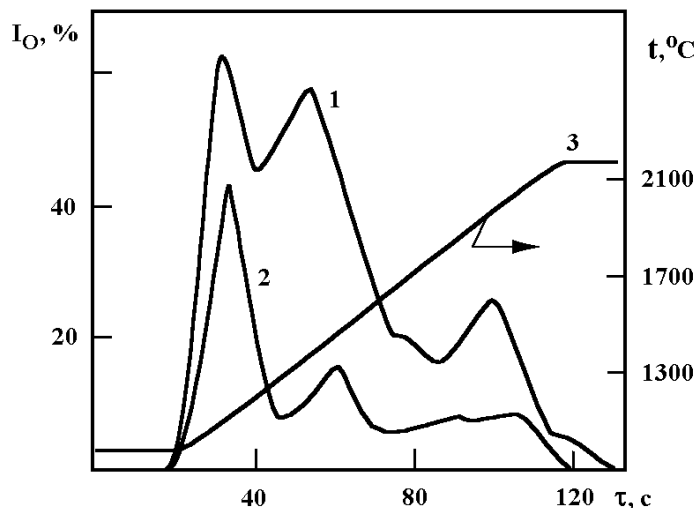


Рис. 3. Эволюграммы выделения кислорода из порошка чугуна, нагретого ниже (1) и выше (2) критической температуры

рошка оказывает существенное влияние на содержание в нем кислорода (рис. 4). Укрупнение частиц сопровождается снижением содержания в них кислорода. Эволюграммы выделения кислорода имеют два основных максимума: первый при температурах 1250–1400 °С, а второй при температурах 1500–1750 °С. При изучении влияния размера частиц на вид эволюграмм выделения кислорода установлено, что размер частиц влияет как на вид, так и на температуры выделения кислорода.

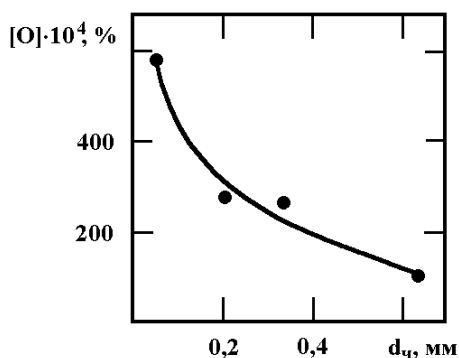


Рис. 4. Влияние размера частиц на содержание в них кислорода

В мелких частицах порошка размером менее 0,05 мм наиболее интенсивное выделение кислорода происходит при температурах около 1600 °С. В частицах с размером более 0,2 мм основная часть кислорода выделяется уже при температурах, близких к 1250–1300 °С, а доля кислорода, выделяющегося при температурах вблизи 1600 °С, резко (в 2–4 раза) снижается.

Так как процесс газонасыщения при распылении определяется размерами поверхности контакта «газ – расплав», то, по-видимому, понижение содержания кислорода в крупном порошке связано с уменьшением его удельной поверхности [8].

*Влияние температуры максимального нагрева расплава на содержание в полученном порошке кислорода.* Наиболее часто железный порошок используется для нанесения защитных износостойких покрытий методом газоплазменного напыления. Оптимальный размер порошка в этом процессе составляет 0,05–0,20 мм. В связи с этим в дальнейшем при изучении влияния условий подготовки расплава на структуру порошка и его газосодержание изучали фракцию с размером 0,16–0,20 мм.

На рис. 5 показано влияние температуры максимального нагрева расплава на содержание кислорода в порошке фракции 0,16–0,20 мм. Аналогичные зависимости получены и для порошка других фракций. Установлено, что при повышении температуры нагрева расплава в интервале от температуры плавления до температуры формирования гомогенного состояния концентрация кислорода существенно уменьшается. Дальнейший нагрев расплава, находящегося в гомогенном состоянии, практически не приводит к снижению концентрации кислорода в порошке.

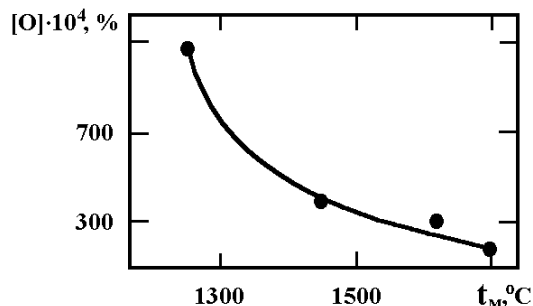


Рис. 5. Влияние температуры максимального нагрева расплава на содержание кислорода в порошке фракции 0,16–0,20 мм

Влияние температуры нагрева расплава перед диспергированием на вид эволюграмм выделения

кислорода из проб порошка представлено на рис. 3. На эволюграммах выделения кислорода наблюдается три максимума. Показано, что изменение температуры нагрева расплава в ходе плавки также приводит к перераспределению кислорода между его соединениями в порошке. Если расплав в ходе выплавки переведен в гомогенное состояние, то основная часть кислорода (до 70 %) выделяется при температурах, не превышающих 1500 °С. Практически пропадает пик, связанный с диссоциацией тугоплавких оксидов.

Таким образом, формирование гомогенного расплава в ходе плавки приводит к существенному снижению концентрации кислорода в порошке и его перераспределению между твердым раствором и его соединениями.

Влияние температуры диспергирования расплава на гранулометрический состав порошка и содержание в нем кислорода. В связи с тем, что в результате перевода расплава в равновесное состояние получен порошок, характеризующийся более благоприятной структурой и свойствами, в дальнейшем исследовали влияние температуры диспергирования расплава, нагретого в ходе плавки до 1620 °С, на особенности изменения структуры.

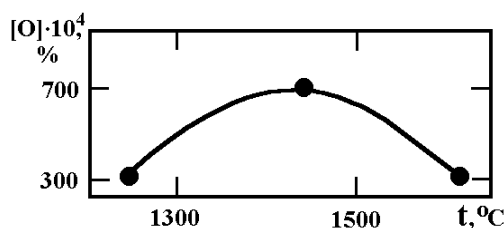


Рис. 6. Влияние температуры диспергирования на содержание кислорода в чугунном порошке фракции 0,16–0,20 мм, предварительно нагретом выше критической температуры

Установлено, что понижение температуры диспергирования порошка из гомогенного расплава сложным образом влияет на содержание кислорода (рис. 6). При анализе спектров выделения кислорода из порошка установлено, что изменение температуры диспергирования расплава после формирования равновесного микрооднородного расплава почти не изменяет вид кривых.

**Барышев Евгений Евгеньевич**, д-р техн. наук, зав. кафедрой безопасности жизнедеятельности, Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург; e.e.baryshev@urfu.ru.

**Тягунов Геннадий Васильевич**, д-р техн. наук, профессор кафедры безопасности жизнедеятельности, Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург; g.v.tyagunov@urfu.ru.

### Выводы

1. Показано, что повышение температуры нагрева жидкого природнолегированного чугуна сопровождается его переходом от квазигетерогенного микрооднородного состояния к гомогенному.

2. Содержание кислорода в порошке природнолегированного чугуна зависит от размера частиц и условий подготовки расплава к диспергированию. Перевод расплава в равновесное состояние приводит к снижению концентрации кислорода в порошке.

### Литература/References

1. Тягунов Г.В., Барышев Е.Е., Цепелев В.С. Жидкий металл. Порошки. Екатеринбург: Изд-во УМЦ УПИ, 2014. 192 с. [Tyagunov G.V., Baryshev E.E., Tsepelev V.S. *Zhidkiy metall. Poroshki* (Liquid Metal. Powders). Ekaterinburg, UMTs UPI Publ., 2014. 192 p.]

2. Dunkley J.J. Advances in Atomisation Techniques for the Formation of Metal Powders. *Advances in Powder Metallurgy. Properties, Processing and Applications*, 2013, no. 8, pp. 3–18. DOI: 10.1533/9780857098900.1.3

3. Mehrotra S.P. Mathematical Modelling of Gas Atomisation Process for Metal Powder Production. Part 1. *Powder Met. Int.*, 1981, vol. 13, no. 2, pp. 80–84.

4. Ostrovski O., Belashchenko D.K. Thermophysical Properties and Structure of Liquid Fe–C Alloys. *High Temperatures – High Pressures*, 2013, vol. 42, no. 2, pp. 137–149.

5. Luo J., Zhai Q.J., Zhao P., Qin X.B. The Structure of Liquid Fe–C Alloy Near the Melting Point. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2004, vol. 43, no. 2, pp. 177–182. DOI: 10.1179/cmq.2004.43.2.177

6. Singh S.N., Ojha S.N. Microstructural Investigation on Rapidly Solidified Cast Iron Powders. *International Journal of Rapid Solidification*, 1992, vol. 7, no. 3, pp. 201–217.

7. Tret'yakova E.E., Baryshev E.E., Baum B.A., Tyagunov G.V., Zaytseva N.A. Dissociation Study of Oxides by Method of Fractional Reducing Melting. *Rasplavy*, 1995, no. 3, pp. 31–36. (in Russ.)

8. Beste U., Sundin S., Petrini D. The Role of Oxygen Content on Properties of PM Materials. *Proceedings of the 2010 International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials*. 2010, pp. 1020–1035.

Поступила в редакцию 24 февраля 2016 г.

## THE INFLUENCE OF THE MELTING REGIME ON OXYGEN DEPOSITION FROM POWDERS OF NATURALLY ALLOYED IRON

*E.E. Baryshev, e.e.baryshev@urfu.ru,*

*G.V. Tyagunov, g.v.tyagunov@urfu.ru*

*Ural Federal University, Ekaterinburg, Russian Federation*

Temperature dependences of kinematic viscosity of naturally alloyed iron in a liquid state have been studied. Temperatures, the heating to which transforms the melt into a homogeneous state have been assigned.

The polytherm has a complicated type showing the presence of several stages of structural transformations. It was established that the maximum temperature of the heating melt during the experiment greatly affects the type of the polytherm hysteresis. Based on the quasi-chemical model of micro-inhomogeneous melt structure, physical substantiation of transformations occurring during heating and cooling of liquid metal was offered.

The results obtained were used in the production of powders from naturally alloyed iron. Pilot melting during which liquid metal was heated above and below its structural reorganizations was carried out. In addition, the temperature of liquid metal spraying by nitrogen was varied. The influence of the melting regimes of naturally alloyed iron on the oxygen content in the obtained powder was studied. Research by the method of vacuum melting using the equipment "O-N-mat 822" showed that the process of oxygen deposition from powder particles has a complicated type. It was found out that the oxygen content in iron powder depends on the particle size and conditions of melt preparation to spraying. Formation of the homogeneous condition during melting leads to the decrease of oxygen concentration in the powder and to the change of its deposition spectrum. It turns out that in such melts oxygen is in a solid solution or is bound in iron oxides.

*Keywords: naturally alloyed iron; melt; physico-chemical properties; oxygen content.*

*Received 24 February 2016*

### ОБРАЗЕЦ ЦИТИРОВАНИЯ

Барышев, Е.Е. Влияние условий плавки на выделение кислорода из порошка природнолегированного чугуна / Е.Е. Барышев, Г.В. Тягунов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». – 2016. – Т. 16, № 2. – С. 23–27. DOI: 10.14529/met160203

### FOR CITATION

Baryshev E.E., Tyagunov G.V. The Influence of the Melting Regime on Oxygen Deposition from Powders of Naturally Alloyed Iron. *Bulletin of the South Ural State University. Ser. Metallurgy*, 2016, vol. 16, no. 2, pp. 23–27. (in Russ.) DOI: 10.14529/met160203