

MINISTRY OF EDUCATION OF THE REPUBLIC OF BELARUS
Belarusian National Technical University

METALLURGY

THE REPUBLICAN INTERDEPARTMENTAL
COLLECTION OF THE SCIENTIFIC WORKS PROCEEDINGS

Founded in 1967

Issue 45

Minsk
BNTU
2024

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
Белорусский национальный технический университет

МЕТАЛЛУРГИЯ

РЕСПУБЛИКАНСКИЙ МЕЖВЕДОМСТВЕННЫЙ
СБОРНИК НАУЧНЫХ ТРУДОВ

Основан в 1967 году

Выпуск 45

Минск
БНТУ
2024

УДК 669(082)

ББК 34.3я5

М54

Editorial board:

I. A. Ivanou, Chief Editor, Dr. of Engineering Sciences, Professor; *B. M. Nemenenok*, Deputy Chief Editor, Dr. of Engineering Sciences, Professor; *I. A. Trusova*, Executive Secretary, Dr. of Engineering Sciences, Professor; *V. M. Konstantinov*, Dr. of Engineering Sciences, Professor; *S. L. Rovin*, Dr. of Engineering Sciences, Associate Professor; *V. A. Tomilo*, Dr. of Engineering Sciences, Professor; *F. I. Panteleenko*, Corresponding Member of NAS of Belarus, Dr. of Engineering Sciences, Professor; *A. M. Lazarenkov*, Dr. of Engineering Sciences, Professor, BNTU, Republic of Belarus; *E. I. Marukovich*, Academician of NAN of Belarus, Dr. of Engineering Sciences, Professor, Association of Foundrymen and Metallurgist of Belarus; *A. S. Chaus*, Dr. of Engineering Sciences, Professor, Slovak Technical University, Slovakia; *R. E. Trubitsky*, Ph. D. in Technical Science, Lida Foundry and Mechanical Plant, Republic of Belarus; *A. O. Eremin* Dr. of Engineering Sciences, Professor, National Metallurgical Academy of Ukraine, Ukraine

Reviewers:

Academician of the National Academy of Sciences of Belarus,
Doctor of Technical Sciences, Professor *P. A. Vityaz'*;
Doctor of Technical Sciences, Associate Professor *A. S. Kalinichenko*

Редакционная коллегия:

И. А. Иванов, главный редактор, д-р техн. наук, проф.; *Б. М. Неме́енок*, зам. главного редактора, д-р техн. наук, проф.; *И. А. Трусова*, ответственный секретарь, д-р техн. наук, проф.; *В. М. Константинов*, д-р техн. наук, проф.; *С. Л. Ровин*, д-р техн. наук, доцент; *В. А. Томило*, д-р техн. наук, проф.; *Ф. И. Пантелеенко*, чл.-кор. НАН Беларуси, д-р техн. наук, проф.; *А. М. Лазаренков*, д-р техн. наук, проф., БНТУ, Республика Беларусь; *Е. И. Марукович*, акад. НАН Беларуси, д-р техн. наук, проф., Ассоциация литейщиков и металлургов Республики Беларусь; *А. С. Чауз*, д-р техн. наук, проф., Словацкий технический университет, Словакия; *Р. Э. Трубицкий*, канд. техн. наук, Лидский литейно-механический завод, Республика Беларусь; *А. О. Ерёмин*, д-р техн. наук, проф., Национальная металлургическая академия Украины, Украина

Рецензенты:

академик Национальной академии наук Беларуси,
доктор технических наук, профессор *П. А. Витязь*;
доктор технических наук, доцент *А. С. Калиниченко*

Металлургия : Республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск: БНТУ, 2024. – Вып. 45. – 189 с.

© Белорусский национальный
технический университет, 2024

СОДЕРЖАНИЕ

МЕТАЛЛУРГИЯ ЧЕРНЫХ И ЦВЕТНЫХ СПЛАВОВ

<i>Неменёнок Б. М., Довнар Г. В., Румянцева Г. А., Задруцкий С. П.</i> Эффективные препараты для рафинирующей обработки алюминиевых сплавов.....	7
<i>Слуцкий А. Г., Шейнерт В. А., Ванюк Э. А., Андрушевич А. А., Мельников К. А.</i> Технологические особенности получения самофлюсующихся порошков литейно-металлургическим методом для нанесения износостойких покрытий.....	15
<i>Неменёнок Б. М., Шейнерт В. А., Румянцева Г. А., Раков И. Г.</i> Эффективная технология очистки оловянно-свинцового припоя от меди.....	26
<i>Корнеев С. В.</i> Анализ возможности селективного улавливания пыли при работе систем газоочистки электродуговых печей	36
<i>Корнеев С. В.</i> Оценка влияния объема переработки электросталеплавильной пыли в трубчатых вращающихся печах на ее эффективность.....	48

ЛИТЕЙНОЕ ПРОИЗВОДСТВО

<i>Руленков А. Д., Рафальский И. В., Лущик П. Е., Девойно О. Г.</i> Свойства покрытий системы Al_2O_3-Al , полученных с использованием дисперсных материалов, синтезированных из литейных алюмоматричных композиций..	61
<i>Мацимова Д. И., Лущик П. Е., Долгий Л. П., Рафальский И. В.</i> Изготовление металлических элементов эндопротезов из Co-Cr-Mo сплавов.....	73
<i>Слуцкий А. Г., Шейнерт В. А., Мельников К. А.</i> Технологические особенности изготовления образцов промышленных катодов-мишеней из титаносодержащих сплавов литейно-деформационными методами.....	80
<i>Долгий Л. П., Раков И. Г., Михальцов А. М., Марцева С. В.</i> Прошивные фильтры на основе муллитового полотна.....	88
<i>Жумаев А. А., Барановский К. Э., Бежок А. П., Мансуров Ю. Н., Лившиц Г. Ф.</i> Исследование влияния внутренних охлаждающих элементов на износостойкость хромистых чугунов.....	94
<i>Рафальский И. В., Лущик П. Е., Руленков А. Д., Долгий Л. П., Девойно О. Г., Довнар Г. В.</i> Структура гибридных функционально-градиентных материалов, полученных с использованием выделенных из литейных алюминиевых шлаков порошков.....	104

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ В МЕТАЛЛУРГИИ И МАШИНОСТРОЕНИИ

<i>Толстой А. В.</i> Технологический метод снижения коробления изделий малой жесткости.....	112
<i>Ситкевич М. В.</i> Структура и свойства сталей для изготовления металлорежущего инструмента после низкотемпературного диффузионного упрочнения без использования специального оборудования.....	128

<i>Голубцова Е. С., Шавель А. Н.</i> Высокотемпературное окисление керамических материалов. Сообщение 1. Окисление карбидной и нитридной керамики	137
<i>Шавель А. Н., Голубцова Е. С.</i> Высокотемпературное окисление керамических материалов. Сообщение 2. Окисление керамики на основе нитрида алюминия.....	144
<i>Урбанович Н. И., Барановский К. Э., Судников М. А., Мышкевич П. С.</i> Анализ свойств цинковых покрытий, полученных разными методами диффузионного цинкования, в том числе с использованием вторичных отходов.....	149
<i>Кукареко В. А., Григорчик А. Н., Константинов В. М., Дашкевич В. Г, Матюков И. М., Мышкевич П. С.</i> Структурно-фазовое состояние и триботехнические свойства композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al, подвергнутых ионно-плазменному азотированию.....	158
<i>Константинов В. М., Лешок В. А., Янковский С. А.</i> Применение карбюризатора на основе порошка углерода, полученного методом пиролиза (биоуглерода), для цементации стальных изделий.....	177

УДК 669.715.018

ЭФФЕКТИВНЫЕ ПРЕПАРАТЫ ДЛЯ РАФИНИРУЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Б. М. НЕМЕНЁНОК, д-р техн. наук, **Г. В. ДОВНАР**, канд. техн. наук,
Г. А. РУМЯНЦЕВА, канд. техн. наук
Белорусский национальный технический университет,
С. П. ЗАДРУЦКИЙ, канд. техн. наук
ОДО «Политег-Мет»

В работе приведены результаты исследований по испытанию рафинирующих препаратов, содержащих серу. Показано, что при испарении серы после ввода ее в расплав повышается плотность литья, увеличивается жидкотекучесть расплава и снижается содержание в алюминии примесей щелочных и щелочноземельных металлов. Интенсивность испарения серы зависит от количества и вида наполнителя в составе препарата для рафинирующей обработки.

***Ключевые слова:** рафинирующие препараты, сера, примеси щелочных и щелочноземельных металлов, экология*

EFFECTIVE PREPARATIONS FOR REFINING PROCESSING OF ALUMINUM ALLOYS

B. M. NEMENENOK, Dr. of Engineering Sciences, **G. V. DOVNAR**, Ph. D. in Technical Sciences, **G. A. RUMIANTSEVA**, Ph. D. in Technical Sciences
Belarussian National Technical University
S. P. ZADRUTSKY, Ph. D. in Technical Sciences
ODO "Polyteg-Met"

The paper presents the results of studies on testing refining preparations containing sulfur. It is shown that when sulfur evaporates after its introduction into the melt, the density of the casting increases, the fluidity of the melt increases, and the content of alkali and alkaline earth metal impurities in aluminum decreases. The intensity of sulfur evaporation depends on the amount and type of filler in the composition of the preparation for refining treatment.

Keywords: refining agents, sulfur, alkali and alkaline earth metal impurities, ecology

Важное место в промышленности занимают отливки из алюминиевых сплавов, масштабы производства которых во всем мире постоянно увеличиваются. В настоящее время в Республике Беларусь имеется более 40 цветнолитейных цехов и участков, которые относятся к категории производств с повышенной опасностью и включают в себя гамму факторов, вредно воздействующих на окружающую среду и здоровье работающих.

Одним из мощных источников загрязнения атмосферы является общепринятая технология приготовления алюминиевых сплавов, предусматривающая рафинирование и модифицирование расплава реагентами, включающими хлор- и фторсодержащие соли, и их комплексные соединения. Широкое применение обусловлено их высокой эффективностью. Поэтому специалисты не акцентировали внимание на негативных сторонах использования этих реагентов (высокая летучесть, способность образовывать тонкодисперсные аэрозоли). Наиболее отрицательный вклад вносят алюминий хлористый (AlCl_3), марганец хлористый (MnCl_2), продукты деструкции гексахлорэтана (C_2Cl_6), натрий фтористый (NaF) и т. д. Расход этих компонентов при плавке колеблется от 0,2–0,5 % до 2,0–3,0 % от массы жидкого металла. При контакте с расплавом эти соли (MnCl_2 , ZnCl_2 , C_2Cl_6) переходят в газообразное состояние, другая часть (NaCl , KCl , NaF , MgCl_2 и др.) попадает в шлак. Газообразные продукты в вентиляционной системе охлаждаются, конденсируются в тонкодисперсные аэрозоли и практически в полном объеме выбрасываются в атмосферу.

При плавке в индукционных печах ИАТ-6 выделяется до 3 кг вредных выбросов на тонну расплава силумина, в которых преобладают оксиды алюминия, гексахлорбензол, соли фтора и хлора. В процессе рафинирования гексахлорэтаном и другими хлорсодержащими соединениями происходит выброс паров гексахлорбензола в количестве около 1,2 кг на тонну расплава, которые затем конденсируются на пыли [1]. Следует также отметить, что в случае применения для обработки алюминиевых сплавов жидких универсальных флюсов из флюсоплавильной установки выделяются высокотоксичные газы (хлор и фтор). При таком варианте рафинирования и мо-

дифицирования объемы газовых выбросов в атмосферу цеха еще выше, чем при использовании сухих флюсов.

Учитывая, что экологические проблемы в значительной степени являются определяющими в развитии новых технологий в литейном производстве и получение качественных отливок из большинства алюминиевых сплавов невозможно без рафинирования и модифицирования расплава, следует более внимательно подходить к их выбору.

Исследованиями, выполненными на кафедре «Металлургия черных и цветных сплавов» БНТУ, установлено рафинирующее действие серы в расплаве алюминия. Сера относится к 4 классу опасности и ее ПДК составляет 6 мг/м^3 . Температура кипения серы составляет $445 \text{ }^\circ\text{C}$, поэтому при вводе ее в расплав она переходит в газообразное состояние и реализуется классическая схема адсорбционного рафинирования. Кроме того, сера оказывает значительное влияние на механические и технологические свойства алюминия и его сплавов за счет рафинирования расплава, повышения жидкотекучести, изменения габитуса железосодержащих фаз и измельчения включений первичного кремния.

Вместе с тем, необходимо отметить, что использование серы в виде порошка не обеспечивает устойчивого модифицирующего эффекта ввиду ее интенсивного испарения при температуре ввода с образованием в расплаве концентрированных газовых пузырей [2]. Кроме того, такая технология представляет опасность с точки зрения травмирования обслуживающего персонала выбросами металла.

Для повышения эффективности рафинирующего действия серы ее следует вводить вместе с наполнителями, которые, во-первых, будут задерживать ее испарение и обеспечивать выделение газообразной серы в виде пузырьков небольшого размера, а во-вторых, оказывать модифицирующее действие на другие составляющие сплава. При этом желательно, чтобы наполнители не оказывали негативного воздействия на окружающую среду, имели небольшую стоимость и не способствовали загрязнению расплава.

При разработке таблетированного препарата низкой токсичности многоцелевого назначения в качестве наполнителя использовали компоненты Na_2CO_3 и Na_3AlF_6 . Концентрацию наполнителя выби-

рали опытным путем для обеспечения спокойного разложения таблетки.

Испытание дегазирующей таблетки с наполнителем Na_2CO_3 проводили в условиях АО «АВТОВАЗ» на сплаве АК6М2 в раздаточном ковше емкостью 900 кг по алюминию. Сплав выплавляли в газовой печи «Линдберг» AP-60000 и обрабатывали по заводской технологии жидким флюсом МХЗ. На втором этапе рафинирования расплава сравнивали эффективность действия предложенного таблетированного препарата и таблеток «Дегазер» производства ОАО Средне-Волжский завод химикатов» (г. Чапаевск). Оценивали балл пористости по шкале ВИАМ и механические свойства. Результаты опытных плавов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты сравнительных испытаний

Вид обработки расплава	Балл пористости	Механические свойства		
		$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %	НВ, МПа
Без обработки	3	210	3,8	763
МХЗ + «Дегазер»	2	220	4,6	771
МХЗ + таблетированный препарат	1–2	230	5,2	779

Из данных таблицы 1 очевидно, что предложенный препарат имеет более высокую эффективность при времени активного барботажа 3–4 мин.

По результатам анализов воздушной среды, выполненных лабораторией промсанитарии на рабочем месте, выделения вредных веществ, а именно сернистого ангидрида (SO_2) и оксида углерода (СО) не обнаружено.

Испытание дегазирующих таблеток с наполнителем Na_2CO_3 было проведено также на сплаве АК18 в условиях ОАО «Мотордеталь» (г. Кострома). Результаты металлографического анализа показали, что после обработки расплава предложенным составом обеспечивается высокая плотность поршней (I–II балл пористости) и наблюдается модифицирование эвтектики, что не допускается для жаропрочных поршневых сплавов. Для сплавов такого типа был предложен состав с наполнителем Na_3AlF_6 , который также показал

высокую рафинирующую способность без модифицирующего воздействия на эвтектику. Сравнительные испытания дегазирующих препаратов на основе серы с наполнителями Na_2CO_3 и Na_3AlF_6 подтвердили свою высокую эффективность на ряде производств алюминиевого литья в Российской Федерации и показали свою конкурентоспособность по отношению к препарату «Дегазер» (г. Чапаевск), Probatt Fluss и Evtektal (SCHAFER, Германия).

В практике цветнолитейного производства важным является количество и состав шлака, образующегося в процессе рафинирующей обработки. Учитывая значимость этого показателя, в условиях ОАО «Мотордеталь» (г. Кострома) были проведены опытные плавки на поршневом сплаве АК18 с различными вариантами рафинирующей обработки в раздаточном ковше емкостью 400 кг. Результаты исследований приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Влияние способа рафинирования на количество образующегося шлака

№	Способ рафинирования и величина добавки	Количество образующегося шлака, %
1	Без рафинирования	2,1
2	0,5 % универсального флюса	3,7
3	0,5 % покровного флюса системы $\text{NaCl-KCl-Na}_3\text{AlF}_6$	3,3
4	0,3 % препарата (30 % S + 70 % C_2Cl_6)	5,9
5	0,07 % препарата (70 % Na_2CO_3 + 30 % S)	5,1
6	0,05 % препарата (70 % Na_3AlF_6 + 30 % S)	4,4
7	0,05 % препарата (40 % Na_3AlF_6 + 50 % S + 10 % AlF_3)	5,4
8	0,05 % препарата (50 % S + 50 % AlF_3)	5,8
9	0,5 % универсального флюса + 0,1 % препарата (30 % S + 70 % C_2Cl_6)	7,4

Как следует из данных таблицы 2, без рафинирующей обработки в раздаточном ковше образуется 2,1 % шлака от массы расплава. После рафинирующей обработки количество шлака возрастает до 3,3–7,4 %. При этом варианты № 5, 6 по данному показателю значительно уступают покровному флюсу. Параллельно были опробова-

ны и рафинирующие препараты на основе серы с использованием в качестве наполнителей AlF_3 , Na_2CO_3 , Na_3AlF_6 .

Высокая химическая активность серы по отношению к щелочным и щелочноземельным металлам была использована для рафинирования от этих нежелательных примесей технического алюминия марок А5 и А5Е в условиях ОАО «Кандалакшский алюминиевый завод». Испытание таблеток с наполнителем Na_3AlF_6 проводили в 2-тонных раздаточных ковшах и в 10-тонном миксере. Расход препарата составлял 0,05 % от массы расплава. Время барботажа составов длилось соответственно 4–6 и 10–12 мин в зависимости от количества криолита. Оба состава показали хорошую рафинирующую способность по очистке расплава от шлаковых и неметаллических включений, снизили газовую пористость и содержание вредных примесей (магния на 30–40 %, лития – на 50–60 %), что значительно эффективнее применяемых на заводе рафинирующих составов PROBAT FLUSS AL224 фирмы SCHAFER, добавляемых в расплав в количестве 0,1 % от массы расплава.

Для производственных условий также является важным количество и состав образующихся при рафинировании газовых выбросов. В условиях ОАО «Кандалакшский алюминиевый завод» были оценены газовые выбросы в рабочей зоне при испытании различных рафинирующих реагентов. В таблице 3 приведены данные по замерам газовых выбросов на рабочем месте и ПДК выделяющихся газов. Видно, что все предлагаемые составы (1, 3–5) имеют газовые выбросы значительно ниже предельно допустимых для рабочей зоны. Так содержание серы составляет 0,2 мг/м³ против допустимого 6 мг/м³; концентрация AlF_3 составляет 5–12 мг/м³ при допустимой 20 мг/м³; содержание SO_2 достигало 3,4–5,0 мг/м³ при допустимом значении 10 мг/м³. При этом снижается и общий объем валовых выбросов по сравнению с использованием серы совместно с гексахлорэтаном.

Исследования показали, что предложенные составы дегазирующих препаратов могут использоваться на различных предприятиях, связанных с производством алюминия и его сплавов.

Таблица 3 – Газовые выбросы при рафинирующей обработке алюминия

Состав и количество рафинирующей добавки, %	Содержание газов в рабочей зоне, мг/м ³					ПДК, мг/м ³				
	CO	SO ₂	S	AlF ₃	AlCl ₃	CO	SO ₂	S	AlF ₃	AlCl ₃
0,07 % препарата (30 % S + 70 % Na ₂ CO ₃)	2,0	5,0	–	–	–	20,0	10,0	6,0	20,0	30,0
0,3 % препарата (30 % S + 70 % C ₂ Cl ₆)	–	8,5	0,03	–	24					
0,05 % препарата (50 % S + 50 % Na ₃ AlF ₆)	–	4,0	–	5,0	–					
0,05 % препарата (50 % S + 50 % AlF ₃)	–	3,6	0,02	12,0	–					
0,05 % препарата (50 % S + 40 % Na ₃ AlF ₆ + 10 % AlF ₃)	–	3,4	0,02	9,0	–					

Составы таблетированных низкотоксичных препаратов имеют гигиенические паспорта Республики Беларусь и Российской Федерации и в настоящее время используются более чем на 50 промышленных предприятиях России и Республики Беларусь.

Список литературы

- 1. Повышение** экологической безопасности процессов плавки и рафинирования алюминиевых сплавов / С. П. Задруцкий [и др.]. – Минск: БНТУ, 2012. – 231 с.
- 2. Неменёнок Б. М.** Теория и практика комплексного модифицирования силуминов. – Минск: Технопринт, 1999. – 282 с.

References

- 1. Povyshenie ekologicheskoy bezopasnosti processov plavki i rafinirovaniya alyuminievyh splavov** [Increasing the environmental safety of smelting and refining processes of aluminum alloys] / S. P. Zadruckij [et al.]. – Minsk: BNTU Publ., 2012. – 231 p.

2. Nemenenok B. M. *Teoriya i praktika kompleksnogo modifitsirovaniya siluminov* [Theory and practice of complex modification of silumins] / B. M. Nemenenok. – Minsk: Tekhnoprint Publ., 1999. – 282 p.

Поступила 06.11.2024

Received 06.11.2024

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ САМОФЛЮСУЮЩИХСЯ ПОРОШКОВ ЛИТЕЙНО- МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ

А. Г. СЛУЦКИЙ, канд. техн. наук, **В. А. ШЕЙНЕРТ**, **Э. А. ВАНЮК**,
А. А. АНДРУШЕВИЧ, канд. техн. наук, **К. А. МЕЛЬНИКОВ**
Белорусский национальный технический университет

В статье представлены результаты исследований технологических особенностей получения и применения самофлюсующихся порошков из слитков. Подобран состав легированного сплава на основе железа, содержащий хром, кремний бор, вольфрам и кобальт. В лабораторных условиях с использованием высокотемпературного синтеза изготовлены слитки, на основе которых методом дробления и размол получены порошки для нанесения покрытий. Приведены результаты их испытаний при нанесении покрытий различными способами.

***Ключевые слова:** самофлюсующийся сплав, высокотемпературный синтез, слитки, дробление, размол, порошки, покрытия*

TECHNOLOGICAL FEATURES OF OBTAINING SELF- FLUXING POWDERS BY THE FOUNDRY-METALLURGICAL METHOD FOR APPLYING WEAR-RESISTANT COATINGS

A. G. SLUTSKY, Ph. D. in Technical Sciences, **V. A. SHEINERT**,
E. A. VANYUK, **A. A. ANDRUSHEVICH**, Ph. D. in Technical Sciences,
K. A. MELNIKOV

Belarusian National Technical University

The article presents the results of research on the technological features of obtaining and using self-fluxing powders from ingots. The composition of an iron-based alloy containing chromium, silicon boron, tungsten and cobalt was selected. In laboratory conditions, using high-temperature synthesis, ingots were made, on the basis of which, by crushing and grinding, powders for coating were obtained. The results of their tests when applying coatings by various methods are presented.

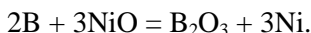
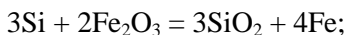
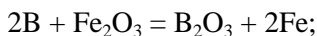
Keywords: *self-fluxing alloy, high-temperature synthesis, ingots, crushing, grinding, powders, coatings*

Наиболее распространенными методами восстановления деталей машин являются газотермические способы нанесения покрытий и вакуумно-конденсационное напыление. Однако применение газотермического напыления ограничивается слабой адгезией формируемых покрытий к основе, что вызывает необходимость дополнительно использовать лазерное и плазменное оплавление таких покрытий. Основным недостатком является отсутствие собственного производства порошков для нанесения покрытий, а поставки их по импорту экономически нецелесообразны из-за высоких таможенных пошлин. В связи с этим актуальной является задача получения собственных порошков, позволяющая заменить зарубежные аналоги при условии сохранения физико-механических свойств покрытий.

Одним из распространенных способов изготовления порошков с точки зрения технологической простоты и минимизации затрат является прямая плавка (металлургический синтез) исходных материалов с получением компактного слитка и последующее его дробление и размол до необходимого гранулометрического состава [1]. Выполненные ранее исследования [2, 3] показали реальную возможность получения таких порошков из силицидов и хромокремниевых чугунов.

Наиболее эффективными являются самофлюсующиеся порошки, которые широко применяются при нанесении покрытий различными способами. Они не требуют применения при нанесении слоя дополнительной защиты, так как содержат в себе флюсующие элементы (бор и кремний), которые, образуя боросиликатную подложку, помогают защитить наносимый слой от окисления, смачивают и активизируют наплавляемую поверхность, а также повышают скорость протекания диффузионных процессов на границе фаз [4, 5]. Современные самофлюсующиеся сплавы имеют следующий состав: хром – 9–15 %, бор – 2–4 %, кремний – 2–4 %, остаток – никель или кобальт (никель применяется чаще из-за его более высокой коррозионной стойкости). Эти сплавы частично плавятся при 1050–1100 °С, дают эвтектические расплавы с высоким содержанием бора и кремния. Такой эвтектический расплав при температуре более 1050 °С

активно реагирует с оксидами железа, никеля и кобальта в системе покрытие-субстрат, разрушая их восстановлением, например по реакциям:



Легкие оксиды бора и кремния выносятся эвтектическим расплавом на поверхность покрытия, а лишние оксидных пленок частицы покрытия спекаются через расплав эвтектики между собой и с очищенным от оксидов субстратом. Таким образом, добавки бора и кремния позволяют решить комплексную задачу[4]. Анализ показал, что широко применяются порошки на никелевой и железной основах.

Порошки на никелевой основе используются для напыления и наплавки покрытий, стойких против коррозии, к изнашиванию трением. Такие покрытия устойчивы против газовой коррозии вплоть до температур 700–850 °С, стойки в пресной и морской воде, солевых растворах, нефтесодержащих средах, аммиаке и в других агрессивных средах. Сплавы плавятся в диапазоне температур, характерном для материалов с эвтектикой в структуре [5]. Основная структурная фаза покрытий из таких сплавов – это γ -твердый пересыщенный раствор на основе никеля; упрочняющие фазы (бориды хрома и никеля переменного состава, карбиды хрома типа Cr_{23}C_6 и карбобориды хрома); в порошках с повышенным содержанием углерода дополнительно присутствуют частицы более прочного карбида Cr_7C_3 [6]. Твердость и износостойкость покрытий возрастает по мере увеличения в никелевых сплавах содержания хрома, бора, кремния и углерода. Бор и кремний образуют с никелем легкоплавкие эвтектики с температурой плавления 950–1080 °С, а также восстанавливают окисные пленки на поверхности подложки с образованием боросиликатных шлаков (самофлюсование) в присутствии жидкой фазы и улучшают смачиваемость подложки жидким металлом.

Например, порошок марки ПР-НД42СР содержит 42,5 % меди, 0,2 % углерода, 0,9 % кремния, 1,0 % бора, до 3,0 % железа, осталь-

ное никель. Твердость его составляет 190–230 НВ. Порошок марки ПР-НХ15СР2 содержит 0,47 % углерода, 15 % хрома, 3,1 % кремния, 2,0 % бора, менее 5,0 % железа, остальное никель. Твердость покрытия составляет 42–48 НRc. Порошки из никелевых сплавов используются в качестве износостойких покрытий на деталях металлургического, горно-нефтедобывающего, энергетического, стекольного и химического оборудования, штампового и прессового инструмента, деталях автомобильного, железнодорожного и судового транспорта, газоперекачивающих установок, сельскохозяйственной техники и др.

Примерами самофлюсующихся порошков на железной основе являются высокоуглеродистые сплавы: ПР-Х4ГСР (содержание меди – 0,5 %, углерода – 1,2 %, хрома – 3,8 %, кремния – 2,3 %, бора – 3,6 %, остальное – железо), твердость покрытия составляет 60–64 НRc; ПГ-Ж14 (содержание никеля – 37 %, углерода – 1,4 %, хрома – 14 %, кремния – 2,5 %, бора – 2,2 %, остальное железо дополнительно легируют молибденом и вольфрамом), твердость покрытия составляет 38–45 НRc. Покрытие из таких сплавов характеризуется повышенной твердостью и высокой стойкостью к абразивному изнашиванию в водной среде, [5, 6].

Самофлюсующиеся порошки производятся распылением расплава инертным газом. Затем их подвергают рассеву на узкие по размерам частицы фракции для различных технологий напыления и наплавки покрытий, в том числе с использованием детонационного и сверхзвукового напыления, газопорошковой наплавки, газопламенного и плазменного напыления, лазерной и электроискровой наплавки, плазменной и индукционной наплавки. Для этих целей используют порошки размером фракций 40, 60, 100 мкм. Представленный выше анализ показывает, что в составах самофлюсующихся порошков для износостойких покрытий, наряду с кремнием и бором, используются такие легирующие элементы как хром, ванадий, молибден, вольфрам и др.

Ниже представлены результаты экспериментальных исследований технологических особенностей получения самофлюсующихся порошков из легированного сплава. В качестве базового был выбран сплав на основе железа, содержащий: 2,5 % С, 6 % Cr, 5 % Si, 1,5 % В, 8 % W, 4 % Со.

Плавка производилась в высокоскоростной индукционной печи УИН 30-8-50 емкостью 3 кг по расплаву. В качестве легирующих материалов использовали металлический хром (Хр1), кремний кристаллический (Кр1), борсодержащую лигатуру, которая была получена СВС процессом в лабораторных условиях по методике, изложенной в работе [7]. Необходимое количество вольфрама и кобальта обеспечивалось добавками отходов стали Р6М5. Разливка расплава осуществлялась при температуре 1823 К в металлический кокиль (размеры полости 6×3×150 мм). Температура контролировалась контактной термопарой ВР5/20.

В дальнейшем полученные слитки подвергались дроблению и размолу по методике, описанной в работе [8]. Для размола использовали шары из стали ШХ15 диаметром 8, 25, 40 мм и общим весом 2,6 кг. Режимы размола: частота вращения $n = 60$ об/мин, объем камеры $V_k = 0,003 \text{ м}^3$, коэффициент заполнения камеры шарами $K_{з.к.ш} = 0,5$, коэффициент заполнения камеры шарами и измельчаемой шихтой – $K_{з.к.ш.п.} = 0,7$, время размола составило $t = 6$ ч. В результате были получены следующие фракции порошков в процентном соотношении от размалываемой шихты: фракция менее 80 мкм – 31 %; фракция 80–180 мкм – 43 %; фракция 180–315 мкм – 16 %; фракция более 315 мкм – 9 %.

На рисунке 1 представлены результаты исследований полученных порошков на аналитическом сканирующем электронном микроскопе VEGA TESCAN в масштабе увеличения: 1:500.

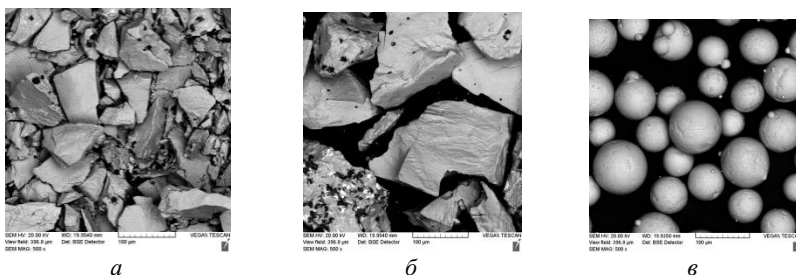


Рисунок 1 – Изображения порошков, полученных при помощи аналитического сканирующего электронного микроскопа VEGA TESCAN при увеличении 1:500 мкм:

а – порошок на основе легированного чугуна с размер частиц менее 80 мкм; *б* – с размером частиц 80–180 мкм; *в* – серийный порошок на основе никеля ПГ-СР4

При анализе изображений установлено [7], что частицы из порошка, полученного литейно-металлургическим методом, после размола имеют осколочную форму (рисунок 1, *а, б*), что может оказать влияние на их текучесть и насыпную плотность по сравнению с эталонным порошком ПГ-СР4, обладающим сферической формой (рисунок 1, *в*).

На следующем этапе были проведены испытания покрытий, полученных с использованием опытных порошков. На рисунке 2 представлены фотографии образцов таких покрытий, нанесенных на стальную подложку газопламенным напылением с последующим лазерным и плазменным оплавлением.

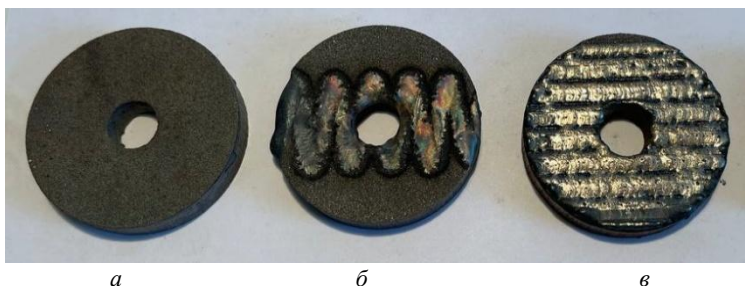


Рисунок 2 – Фотографии образцов с покрытием из порошка на основе легированного чугуна, размер частиц менее 80 мкм:
а – после газопламенного оплавления; *б* – после плазменного оплавления;
в – после лазерного оплавления

Результаты металлографических исследований полученных покрытий приведены на рисунке 3.

Анализ показал наличие дендритного строения слоя покрытия на стальной подложке при лазерном оплавлении (рисунок 3, *а*). При этом размер карбидов в среднем составляет 5 мкм, а боридов – 1 мкм. При большем увеличении ($\times 500$) четко просматривается карбидная сетка с размером зерна в пределах 10–15 мкм. При плазменном оплавлении характер распределения фаз несколько отличается от лазерного (рисунок 3, *б*), что, по-видимому, связано с воздействием на покрытие температурных факторов. Карбидная сетка более мелкая, но сохраняется направленность дендритной структуры в сторону теплоотвода.

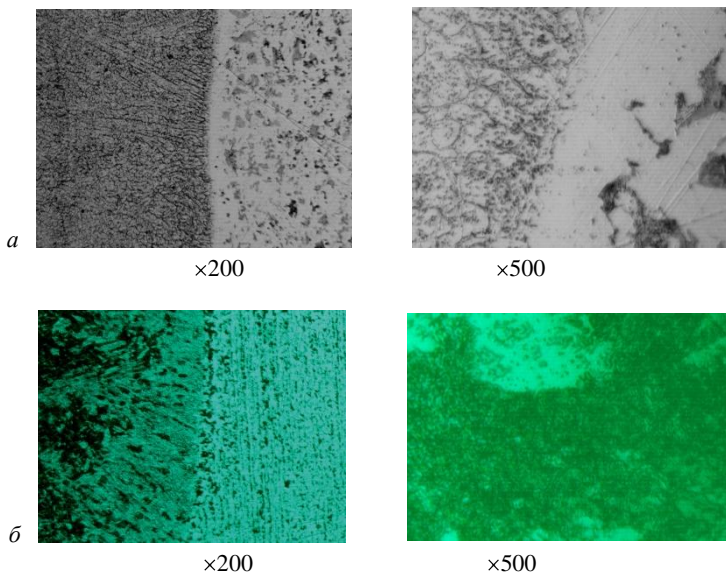


Рисунок 3 – Микроструктура покрытия порошком фракции менее 80 мкм из легированного чугуна, нанесенного на стальную подложку после лазерного оплавления (а) и плазменного оплавления (б)

Был выполнен рентгеноструктурный анализ покрытий из легированного чугуна, который показал (рисунок 4) наличие, наряду с железом, соединений в виде боридов вольфрама (WB_4), карбидов хрома ($Cr_{23}C_6$), а так же комплексных соединений ($Cr_{23}C_6; WB_4$).

На рисунке 5 представлены результаты исследований микротвердости покрытий из опытных и серийного порошков.

Установлено, что метод газопламенного напыления с лазерным оплавлением обеспечивает более высокую микротвердость покрытия из легированного чугуна по сравнению с плазменным оплавлением, при этом на покрытии из серийного порошка на никелевой основе микротвердость несколько выше.

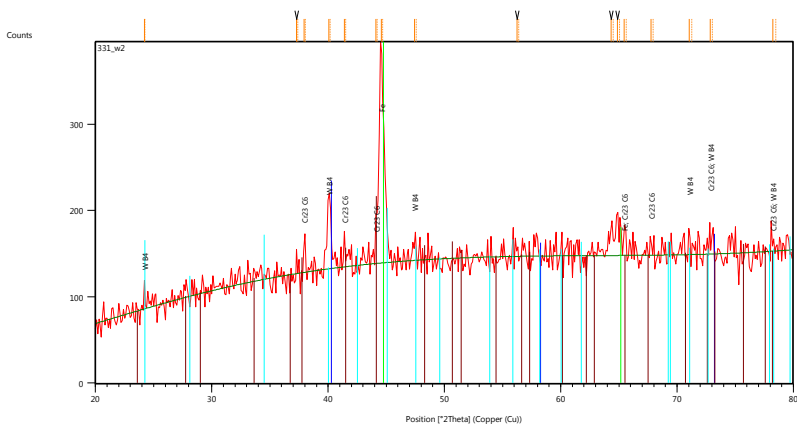


Рисунок 4 – Характер распределения фаз в покрытии из порошка легированного чугуна фракцией менее 80 мкм после лазерного оплавления

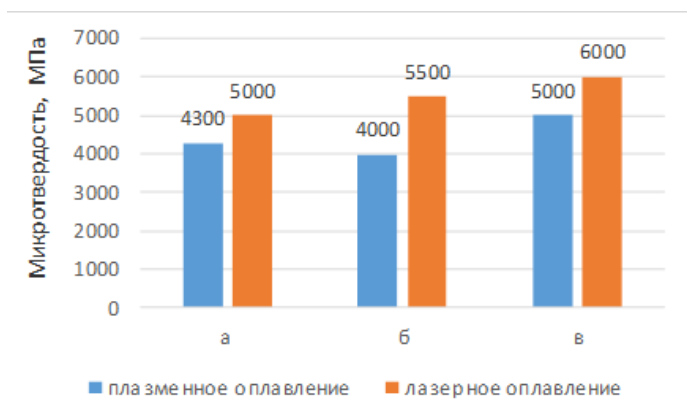


Рисунок 5 – Гистограмма микротвердости покрытий:

- а* – опытный порошок на основе железа, фракция менее 80 мкм;
- б* – фракция 80–180 мкм, *в* – серийный порошок ПГ-СР4 на основе никеля

На рисунке 6 приведены результаты исследования износостойкости полученных покрытий, которые осуществляли экспресс-методом на машине торцевого трения по схеме диск – втулка.

Определение величины износа производили с помощью прибора для измерения шероховатости поверхности SJ-210.

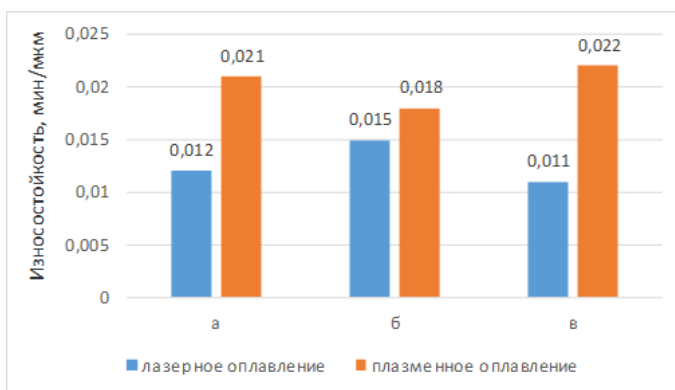


Рисунок 6 – Гистограмма износостойкости исследуемых покрытий:

а – порошок на основе железа (фракция менее 80 мкм); *б* – фракция 80–180 мкм;
в – серийный порошок ПГ-CP4 на основе Ni

Установлено, что у покрытий, нанесенных газопламенным напылением и оплавленных плазменной струей, износостойкость у порошка из легированного чугуна с размером частиц менее 80 мкм несколько выше, чем у серийного (на никелевой основе).

Таким образом, в результате выполненных экспериментальных исследований показана возможность получения самофлюсующихся порошков литейно-металлургическим методом с последующим их применением для нанесения износостойких покрытий плазменными и лазерными технологиями.

Список литературы

1. Технология формирования износостойких покрытий на железной основе методами лазерной обработки / О. Г. Девойно [и др.]. Минск: БНТУ, 2020. – 280 с.

2. Исследование процесса плазменного напыления чугунных покрытий / И. В. Кривцун [и др.]. // Вестник Брестского государственного технического университета, 2006. – № 4. – С. 39–45.

3. Гилев, В. Г. Лазерное поверхностное оплавление чугуна СЧ20 в отбеленном состоянии / В. Г. Гилев, Е. А. Морозов, И. Б. Пуртов // *Обработка металлов*, 2017. – № 1 (74). – С. 40–50.

4. Восстановление деталей машин. Справочник / Ф. И. Пантелеенко [и др.]. – М.: Машиностроение, 2003. – 672 с.

5. Способы получения износостойких материалов для защитных покрытий с использованием литейно-металлургических методов / А. Г. Слуцкий [и др.] // *Металлургия. Республ. межвед. сб. науч. тр.* – Минск: БНТУ, 2021. – Вып. 42. – С. 216–224.

6. Технологические особенности получения литых заготовок из износостойких материалов для защитных покрытий / В. А. Шейнерт [и др.] // *Металлургия. Республ. межвед. сб. науч. тр.* – Минск: БНТУ, 2021. – Вып. 43. – С. 145–151.

7. Формирование защитных покрытий из порошков хромокремниевоего чугуна, полученных литейно-деформационными методами и нанесенными газопламенным напылением / О. Г. Девойно [и др.] // *Металлургия. Республ. межвед. сб. науч. тр.* – Минск: БНТУ, 2023. – Вып. 44. – С. 89–100.

References

1. *Tekhnologiya formirovaniya iznosostojkikh pokrytij na zheleznoj osnove metodami lazernoj obrabotki* [Technology for forming wear-resistant coatings on an iron base using laser processing methods] / O. G. Dtvoyno [at al.]. – Minsk: BNTU Publ., 2020. – 280 p.

2. *Issledovanie processa plazmennogo napyleniya chugunnykh pokrytij* [Study of the process of plazma spraying of cast iron coating] / I. V. Krivtsun [at al.] // *Vestnik Brestkogh gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Bulletin of Brest State Technical University Publ.*, 2006. – No. 4. – P. 39–45.

3. *Gilev, V. G. Lazernoe poverkhnostoe oplavlenie chuguna sch20 v otbelennom sostoyanii* [Laser surface melting of cast iron Sch20 in a bleached state] / V. G. Gilev, E. A. Morozov, I. B. Purtov // *Obrabotka metallov = Metal processing*. 2017. – No 1 (74). – P. 40–50.

4. *Vosstavlenie detalej mashin* [Restoration of machine parts. Reference book] / F. I. Panteleenko [at al.] – Moscow: Mashinostroenie Publ., 2003. – 672 p.

5. Sposoby polucheniya iznosostojkikh materuilov dlya zashchitnykh pokrytij s izopol'zovaniem litejno-metalourgicheskikh metodov [Methods of obtaining wear-resistant materials for protective coating using foundry-metallurgical methods] / A. G. Slutsky [at al.] // *Metallurgiya: respublikanskiy mezhvedomstvennyy sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers.* – Minsk: BNTU Publ., 2021. – Vyp. 42. – P. 216–224.

6. Teknologicheskie osobennosti polucheniya litykh zagotovok iz iznosostojkikh materialov dlya zashchitnykh pokrytij [Technological features of producing cast blanks from wear-resistant materials for protective coatings] / V. A. Sheinvert [at al.] // *Metallurgiya: respublikanskiy mezhvedomstvennyy sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers.* – Minsk: BNTU Publ., 2021. – Vyp. 43. – P. 145–151.

7. Formirovanie zashchitnykh pokrytij iz poroshkov khromokremnivogo chuguna, polychennykh litejno-dejfrmacionnymi metodami i nanesennymi napyleniem [Formation of protective coating from chromium-silicon cast iron powders obtained by casting-deformation methods and applied by flame spraying] / O. G. Devoyno [at al.] // *Metallurgiya: respublikanskiy mezhvedomstvennyy sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers.* – Minsk: BNTU Publ., 2023. – Vyp. 44. – P. 89–100.

Поступила 23.10.2024

Received 23.10.2024

ЭФФЕКТИВНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ОЧИСТКИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВОГО ПРИПОЯ ОТ МЕДИ

Б. М. НЕМЕНЁНОК, д-р техн. наук, **В. А. ШЕЙНЕРТ**,
Г. А. РУМЯНЦЕВА, канд. техн. наук, **И. Г. РАКОВ**
Белорусский национальный технический университет

В статье приведены составы оловосодержащих сплавов и олова высшей и первой категории качества. Представлена информация об основных примесях в олове, оловянных баббитах и оловянно-свинцовых припоях. Приведена технология удаления меди из припоя ПОС61М для получения оловянно-свинцового припоя ПОС61 методом фильтрации.

***Ключевые слова:** оловянные аноды, оловосодержащие сплавы, примеси, фильтрация, припой*

EFFECTIVE TIN-LEAD COPPER CLEANING TECHNOLOGY

B. M. NEMENENOK, Dr. of Engineering Sciences, **V. A. SCHEINERT**,
G. A. RUMIANTSAVA, Ph. D. in Technical Sciences, **I. G. RAKOV**
Belarusian National Technical University

The article gives compositions of tin alloys and tin of the highest and first quality categories. The main impurities in tin, tin babbitt and tin-lead solders are presented. The technique of removing copper from POSM 61M solder for producing POSM 61 solder by filtration is described.

Keywords: tin anodes, tin-containing alloys, impurities, filtration, solder

В качестве припоев в основном используют сплавы системы Sn-Pb с небольшим количеством сурьмы (до 2 %), которую вводят для улучшения растекания припоя. Химический состав некоторых оловянно-свинцовых припоев согласно ГОСТ 21930-76 приведен в таблице 1.

Вредной примесью для припоев является медь, образующая с оловом иглообразные кристаллы фазы Cu_6Sn_5 , которые ухудшают качество пайки, образуют на луженой поверхности изделий перемычки, неровности иглообразной формы и рыхлоты. Примеси алю-

миния и цинка увеличивают вязкость припоев и ухудшают их растекание по поверхности изделий.

Таблица 1 – Химический состав некоторых оловянно-свинцовых припоев

Марка припоя	Легирующие элементы, %		
	Sn	Pb	Sb
ПОС90	89–91	11–9	–
ПОС61	59–61	41–39	–
ПОС40	39–41	61–59	–
ПОС10	9–10	81–90	–
ПОССу61-0,5	59–61	41–39	0,05–0,5
ПОССу30-0,5	29–31	71–69	0,05–0,5
ПОССу30-2	29–31	71–69	1,5–2,0
Примечание: содержание примесей (не более), % – Cu 0,05; Bi 0,1; As 0,05; Fe 0,02; Ni 0,02			

В результате выработки ресурса работы узлов, механизмов и морального старения техники образуются оловосодержащие отходы, существенно различающиеся по химическому составу. В процессе получения белой жести используются оловянные аноды массой 48,6 кг, получаемые литьем в кокиль (рисунок 1, а), которые при нанесении оловянного покрытия растворяются до «огарков» с массой 12–22 кг (рисунок 1, б).

Образующиеся «огарки» используются в составе шихты при получении новых анодов. При этом состав шихты, как правило, состоит из 50 % «огарков» и 50 % слитков 01пч. Такой вариант использования остатков оловянных отходов не приводит к образованию низкосортных оловосодержащих материалов, так как количество образующегося шлака не превышает 0,3 %, а максимальный угар – 0,5 %.

Высокая стоимость олова марки 01пч стимулирует поиск альтернативных вариантов его замены, однако высокая степень чистоты используемого олова не позволяет успешно заменять его продуктами переработки оловосодержащих отходов.

ГОСТ 860-75 предусматривает выпуск шести марок олова высшей и первой категории качества (таблица 2). В олове высшей категории качества ограничено содержание примесей алюминия и цин-

ка, а также допускается более низкое содержание серы, чем в соответствующих марках олова первой категории качества [1].

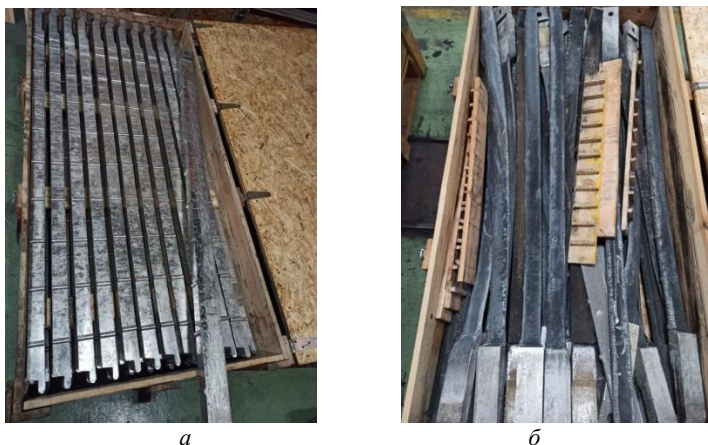


Рисунок 1 – Оловянные аноды для получения белой жести (а) и «огарки» анодов (б)

Таблица 2 – Химический состав олова

Марка	Sn, % не менее	Примеси, % не более								
		Al	Fe	Cu	Pb	Bi	Sb	S	Zn	Сумма примесей
Высшая категория качества										
ОВЧ-000 ¹	99,999	10 ⁻⁴	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁵	–	10 ⁻⁵	10 ⁻²
01пч	99,915	0,01	0,009	0,01	0,025	0,01	0,015	0,008	0,002	0,085
01	99,900	0,01	0,009	0,01	0,04	0,015	0,015	0,008	0,002	0,1
02	99,565	0,015	0,02	0,03	0,025	0,05	0,05	0,02	–	0,435
Первая категория качества										
01пч	99,915	0,01	0,009	0,01	0,025	0,01	0,015	0,01	–	0,085
01	99,900	0,01	0,009	0,01	0,04	0,015	0,015	0,01	–	0,10
02	99,565	0,015	0,02	0,03	0,25	0,05	0,05	0,02	–	0,435
03	98,49	0,03	0,02	0,1	1,0	0,06	0,3	0,02	–	1,51
04	96,43	0,05	0,02	0,1	3,0	0,10	0,3	0,02	–	3,57

¹ В олове марки ОВЧ-000 кроме указанных примесей ограничено содержание примесей Au, Ge, Co, Ni, In, Ag.

Поэтому наиболее реальным является получение олова более низких марок, которые могут использоваться при производстве оловянных бронз или оловянно-свинцовых припоев. В последнем случае наиболее остро стоит проблема удаления меди при получении припоя марки ПОС61. При металлургической переработке оловянно-свинцовой изгари была отработана технология получения припоя ПОС61М, который отличается от ПОС61 содержанием 1,2–2 % меди и имеет более ограниченную область применения [2]. Для получения припоя марки ПОС61 необходимо решить задачу по удалению из припоя ПОС61М примесей меди и никеля методом фильтрации.

Растворимость меди в олове очень мала и составляет при эвтектической температуре 227 °С 0,01 % (ат.) или 0,006 % (по массе). Растворимость железа в жидком олове при температуре 232 °С составляет 0,0022 % (ат.). Поэтому удаление данных примесных элементов из расплава возможно в виде интерметаллидов.

В качестве базовой использовали установку для очистки припоя, разработанную промышленностью радиоэлектронных материалов СССР. Установка предназначалась для очистки бывшего в употреблении припоя ПОС61 от вредных примесей (Fe, Cu, Ni), накапливающихся в составе припоя в процессе эксплуатации ванн, путем отфильтровывания интерметаллидов олова с вышеуказанными металлами на микропористом керамическом фильтре.

Недостаток установки состоял в том, что при максимально достигаемом газовом давлении фильтрации в 1 атм., диаметре открытых пор фильтра 30–50 мкм и его толщине 15 мм, не удавалось получить содержание меди и железа ниже 0,2 %.

По условиям работы установок «пайки волной» предельное содержание меди допускается не выше 0,1–0,15 %, поэтому припой, очищенный на такой установке, не мог в полной мере использоваться повторно для пайки электронных плат.

С целью устранения недостатков базовой установки ее модернизировали. Мероприятия по модернизации установки разделили на 2 группы – конструктивные и технологические. К первой группе отнесли изменения, касающиеся конструкции фильтра. В базовой установке использовали фильтр толщиной 15 мм, спеченный из зерен электрокорунда № 5 (50 мкм). Недостатки такого фильтра за-

ключались в значительной неоднородности шихтовой массы, что приводило к разбросу диаметра пор, несмотря на давление прессования до 10 МПа (до 12 т на фильтр). Это подтверждалось микроскопическим анализом изломов готовых изделий, в которых обнаруживались каналы размером до 100 мкм наряду с наличием закрытых пор. В результате фильтрации припоя через такой материал возникали местные гидродинамические свищи, через которые с большой скоростью проходила основная масса расплава, увлекая за собой мелкие кристаллы интерметаллидов. Частично этот недостаток можно устранить понижением давления фильтрования, но это приводит к увеличению (в 2–3 раза) продолжительности процесса и дополнительным потерям припоя за счет шлакообразования.

Недостаток базового фильтра пытались устранить путем создания композиционного фильтра, основной (опорной частью) которого стал материал из титанового порошка фракцией 0,20–0,25 мм, спеченный в вакууме. Такой фильтр имел практически 100 % открытую пористость и равномерное гидродинамическое сопротивление по всему сечению. Верхний тонкопористый фильтрующий слой выполняли из мулитовой ваты с толщиной волокна 5–10 мкм, спрессованной в тонкий слой под давлением 2 МПа. Сверху, со стороны ванны припоя, такой фильтр прижимался сеткой из нержавеющей стали с ячейкой 3 мм.

Испытания композиционного фильтра показали улучшение показателя очистки сплава на 0,05 % по меди, при этом опорный титановый диск не менялся в течение 15–20 процессов фильтрации. Замене подлежал только слой дешевой мулитовой ваты, который переустанавливали «на горячую» практически после каждого фильтрования.

Несмотря на положительные результаты очистки с помощью композиционного фильтра оставалась необходимость снижения остаточного содержания меди до 0,10 %. С этой целью был реализован комплекс технологических мероприятий, включающий снижение температуры в камере выдержки до эвтектической точки (183 °С) и замешивание в ванну кристаллической затравки. Выдержка расплава при эвтектической температуре преследовала две цели: дополнительное стимулирование выпадения соединений Cu и Sn за счет увеличения температурного интервала от перитектических линий по диаграмме состояния и доведение фильтра

(очищенного припоя) до эвтектики, что соответствовало марке ПОС61, необходимого для условий производства. Следует отметить, что вторичный припой, выводимый из производственного процесса на радиопредприятиях, часто не соответствовал эвтектическому составу.

Замешивание кристаллической затравки способствовало более полному выделению интерметаллидов в виде укрупненных кристаллов и конгломератов. Затравка представляла собой сплав 45 % Sn и 55 % Cu, что приблизительно соответствовало фазе «η» по диаграмме Cu-Sn при 415 °С. Затравку плавил при 500 °С из чистых компонентов и разливали по технологии закалки из жидкого состояния. Слитки размалывали до фракции 50 мкм и полученный порошок добавляли в расплав вторичного припоя в количестве 0,2–0,3 % от массы расплава.

Апробация модернизированной технологии с выдержкой ванны вторичного припоя в процессе фильтрации до 5 ч при давлении 0,95–0,75 атм. позволила получить припой с содержанием меди, близким к допустимому. Для установления параметров фильтрации припоя, обеспечивающих содержание меди не более 0,1 %, оценивали влияние количества циклов фильтрации, температуры фильтруемого расплава и времени нахождения расплава над фильтром.

Исследования показали, что эффективный период глубокой очистки припоя находится в интервале 8–15 циклов фильтрации от начала эксплуатации фильтра (рисунок 2).

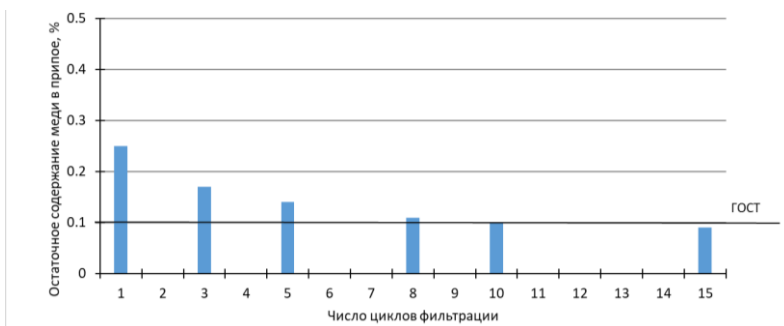


Рисунок 2 – Зависимость остаточного содержания меди в припое ПОС61 от числа циклов фильтрации при среднем диаметре пор фильтра 25 мкм

В период 1–8 циклов происходит предварительная очистка припоя от примеси меди с получением ее концентрации, близкой к 0,1 %. После 15 циклов фильтрации фильтр выходит из строя, что связано с уменьшением эффективного сечения пор в объеме керамического фильтра за счет осаждения кристаллов интерметаллидов и постепенным снижением его пропускной способности при фиксированном разрежении 7–5 кПа в камере сбора фильтрата. Количество фильтр-остатка при этом возрастало до 5 % от массы исходной загрузки припоя. Это происходило вследствие выделения первичных кристаллов твердого раствора и интерметаллидов, которые образовывали пористый каркас в виде шубы над фильтром, что создавало квазифильтр и позволяло увеличить фильтрующий объем и дополнительно повисить его способность к задержанию примесных частиц.

Для выбора оптимального времени выдержки расплава над фильтром исследовали период с 1 ч до 5 ч (рисунок 3).

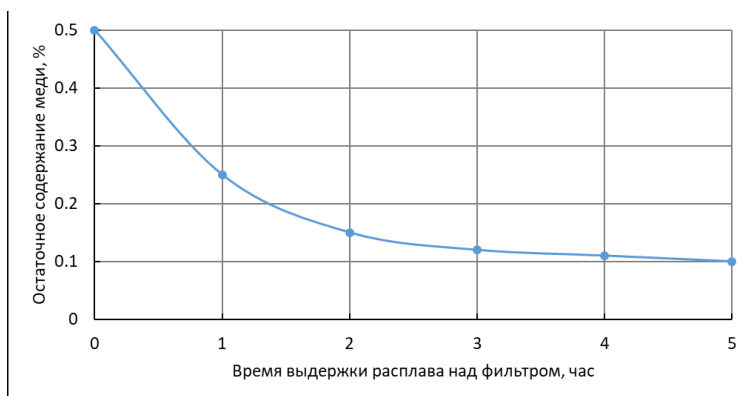


Рисунок 3 – Зависимость остаточного содержания меди в фильтрате от времени выдержки расплава над фильтром

Эффективное время выдержки расплава над фильтром находится в пределах 4–5 часов и описывается гиперболической зависимостью. Дальнейшее увеличение длительности выдержки характеризуется линейной зависимостью и не дает снижения концентрации меди в припое.

Для выбора оптимальной температуры расплава над фильтром анализировали диапазон температур 250–185 °С (рисунок 4). В интервале температур 250–195 °С сохраняется линейная зависимость уменьшения остаточного содержания меди в припое от снижения температуры расплава.

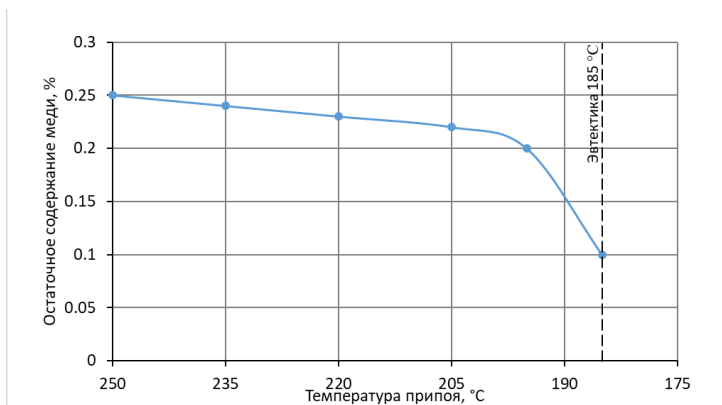


Рисунок 4 – Зависимость остаточного содержания меди от температуры ванны припоя при выдержке над фильтром в течение 5 ч при 10 циклах фильтрации

При эксплуатации ванн лужения или пайке «волной» состав припоя смещается с эвтектической точки на 1–3 % в сторону увеличения свинца по причине ликвационных процессов и восполнения убыли без корректировки химического состава, что приводит в дальнейшем к изъятию припоя из технологической цепочки.

Выстаивание припоя в установке для очистки от примесей при температуре, близкой к эвтектике, приводит к выпадению первичных кристаллов свинца и осаждению их над фильтром в виде пористого слоя. Этот слой фактически является аналогом зернистого фильтра с гидродинамическим упаковыванием, создающим дополнительный фильтрующий объем, часто в 2 раза превышающий объем керамического фильтра. Это позволяет значительно увеличить степень улавливания медьсодержащих кристаллов за счет эффекта самофильтрации через слой собственных кристаллов, находящихся в равновесии с расплавом. Первичные кристаллы свинца в несколько раз крупнее медьсодержащих включений, что приводит к

их более эффективному задерживанию при фильтрации. Такой режим фильтрации позволяет приводить химсостав припоя к эвтектическому, что важно для технологии пайки электроники, путем потери части более дешевого свинца вместо добавки дорогого олова.

На рисунке 5 показана партия слитков припоя ПОС61 и оловянной лигатуры, полученных в результате реализации разработанной технологии рециклинга оловянно-свинцовой изгари.

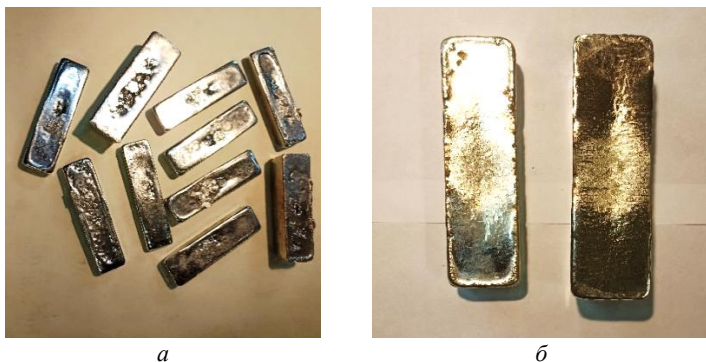


Рисунок 5 – Партия слитков припоя ПОС61(*а*) и оловянной лигатуры (*б*), полученных рециклингом оловянно-свинцовой изгари

В результате проделанных операций удалось эффективно использовать базовый керамический фильтр при сроке службы до 10 операций по фильтрации (~ 400 кг исходного припоя) при горячем удалении с поверхности фильтр-остатка. Таким образом, модернизация технологии фильтрования припоя позволила получить вторичный эвтектический припой, соответствующий марке ПОС61 с остаточным содержанием меди не более 0,10 %, а железа и никеля менее 0,1 %, при некотором увеличении потерь с фильтр-остатком (на 2–3 %).

Реализация эффективной технологии фильтрации оловосодержащих сплавов позволяет на выходе получать материалы, полностью соответствующие требованиям стандартов по содержанию примесей. При этом в качестве фильтрата получают как готовые составы припоев, так и компоненты, используемые в дальнейшем в составе шихты при выплавке оловосодержащих сплавов.

Список литературы

1. **Производство** отливок из сплавов цветных металлов / А. В. Курдюмов [и др.]. – М.: МИСИС, 1996. – 504 с.
2. **Комплексная** переработка оловянно-свинцовой изгари в припой и лигатуры / Б. М. Немененок [и др.] // *Литье и металлургия*. – 2020. – № 1. – С. 93–95.

References

1. *Proizvodstvo otlivok iz splavov cvetnyh metallov: uchbnik* [Production of casting from non-ferrous metal alloys] / A. V. Kurdyumov [et al.]. – Moscow. MISIS Publ., 1996. – 504 p.
2. *Kompleksnaja pererabotka olovjanno-svincovoj izgari v pripoi i ligatury* [Complex Processing of Tin-Lead Dross into Solders and Ligatures] / B. M. Nemenenok [et al.] // *Lit'e I metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2020. – No 1. – P. 93–98.

Поступила 10.10.2024

Received 10.10.2024

АНАЛИЗ ВОЗМОЖНОСТИ СЕЛЕКТИВНОГО УЛАВЛИВАНИЯ ПЫЛИ ПРИ РАБОТЕ СИСТЕМ ГАЗООЧИСТКИ ЭЛЕКТРОДУГОВЫХ ПЕЧЕЙ

С. В. КОРНЕЕВ, канд. техн. наук
Белорусский национальный технический университет

Получена зависимость времени испарения цинкового покрытия различных классов со стального лома при переплаве металлошихты в электродуговых печах. Для определения времени испарения цинка при использовании пакетов проведено моделирование их нагрева. Полученные результаты позволили определить оптимальный режим работы системы пылегазоочистки с раздельным улавливанием пыли, обогащенной соединениями цинка.

Ключевые слова: соединения цинка, пылевидные отходы, электродуговая печь, селективное улавливание, газоочистка

ANALYSIS OF THE POSSIBILITY OF SELECTIVE DUST CAPTURE DURING OPERATION OF GAS CLEANING SYSTEMS OF ELECTRIC ARC FURNACES

S. V. KORNEEV, Ph. D. in Technical Sciences
Belarusian National Technical University

The dependence of the evaporation time of zinc coating of different classes from steel scrap during remelting of metal charge in electric arc furnaces was obtained. To determine the evaporation time of zinc when using packages, their heating was simulated. The obtained results made it possible to determine the optimal operating mode of the dust and gas cleaning system with separate collection of dust enriched with zinc compounds.

Keywords: zinc compounds, dust waste, electric arc furnace, selective collection, gas cleaning

Введение. При существующей конструкции систем пылегазоочистки электродуговых печей имеется значительная проблема нестабильного состава улавливаемой пыли. Недостаточно высокая

концентрация соединений цинка не позволяет транспортировать такую пыль непосредственно на цинковые заводы, а, следовательно, требуется промежуточная переработка, заключающаяся либо в обогащении пыли инъекцией в электродуговые печи, либо в переработке пыли на специализированных предприятиях с получением оксида цинка с той или иной степенью чистоты. Одним из альтернативных вариантов является снижение генерации пыли (печи с интегрированным подогревом металлошихты и электродуговые печи постоянного тока взамен печей переменного тока), что требует изменения технологической схемы производства и значительных капитальных затрат. Другим вариантом является раздельное улавливание компонентов пыли, зависящих от температурно-временного режима плавки.

В диссертации [1] была предложена система (рисунок 1) удаления пылегазовых выбросов с раздельным улавливанием железа и летучих металлов (цинка и свинца). Идея заключается в раздельном улавливании железа от цинка и свинца по периодам плавки. Было предположено, что легколетучие компоненты (цинк и свинец) будут переходить в пыль в начальный период плавки в процессе нагрева и расплавления шихты, а уже затем железо. Это может позволить получать пыль, обогащенную оксидом цинка для использования в сферах, не требующих дальнейшего разделения от железа или перерабатывать в цинк на цинковых заводах.

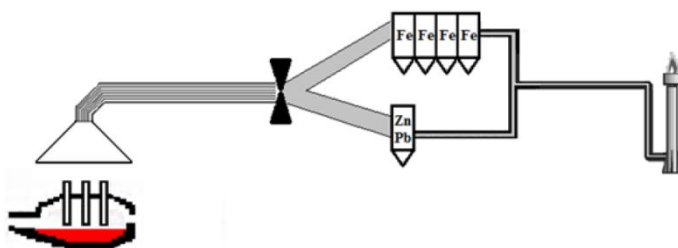


Рисунок 1 – Система раздельного улавливания железа от цинка и свинца [1]

С учетом количества пылегазовых выбросов по периодам плавки реализация такой системы возможна добавлением байпасной ветви с меньшим количеством фильтроэлементов к действующим систе-

мам с их переключением в необходимые интервалы времени работы печи. Однако момент данного переключения не является очевидным, что требует дополнительных оценок.

В работе [2] приведены данные о поведении цинка в кислородном конвертере на протяжении времени продувки, где видно, что содержание цинка в конвертерной пыли меняется в течение периода продувки ванны кислородом и имеет ярко выраженный пик (рисунок 2).

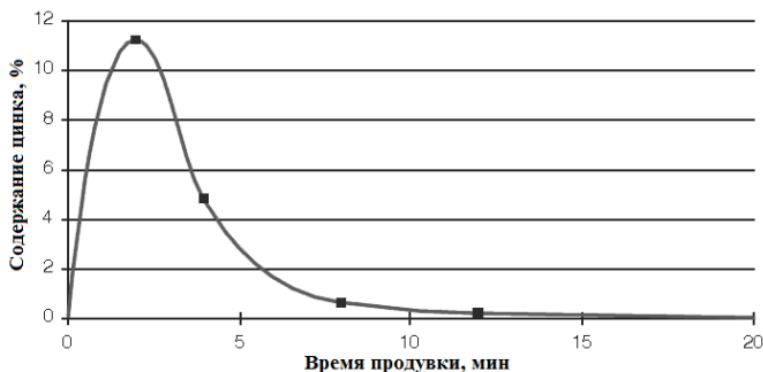


Рисунок 2 – Содержание цинка в пыли при продувке ванны кислородного конвертера

В этой связи для конвертерного производства, в котором используется переплав оцинкованной стали, теоретически представляется возможным реализовать отдельное улавливание пыли, обогащенной цинком. Например, для рисунка 2 критерием времени переключения могло бы быть время, равное половине времени продувки (максимум выделения цинка при этом приходится на первые 2–3 мин продувки, а после 12 мин выделение цинка можно принять близким к нулю).

Процесс испарения цинка при плавке металлошихты в электродуговых печах отличается от плавки металлошихты в конвертерном производстве. Во-первых, в конвертерном производстве доля металлошихты составляет не более 30 %, остальное – жидкий чугу́н, во-вторых, металлолом загружается в конвертер только в самом начале процесса и в-третьих, в связи с особенностями

загрузки через горловину конвертера лом, имеет определенные геометрические характеристики.

Особенностью производства стали в электродуговых печах является большее разнообразие металлошихты и широкое использование пакетов из лома стали. В пакетах 11А/АП-1, 11А/ХКЛ-2, 8А/АП-1, 8А/АП-2, 9А/АП-1, 9А/АП-2, 8А/ХКЛ-1, 8А/ХКЛ-2, 9А/ХКЛ-2 допускается наличие оцинкованного металла.

Размеры пакетов из лома стали 8А/АП-1, 8А/АП-2 составляют не более 500×500×600 мм и представляют собой отходы автолиста прессового производства автомобильных заводов по ТУ ВУ 400074854.038. Размеры пакетов из лома стали 9А/АП-1, 9А/АП-2 составляют не более 2000×1050×750 мм и представляют собой кузовные детали автомобилей и автолиста прессового производства автомобильных заводов по ТУ ВУ 400074854.038.

Фотоизображение стальных пакетов представлено на рисунке 3.

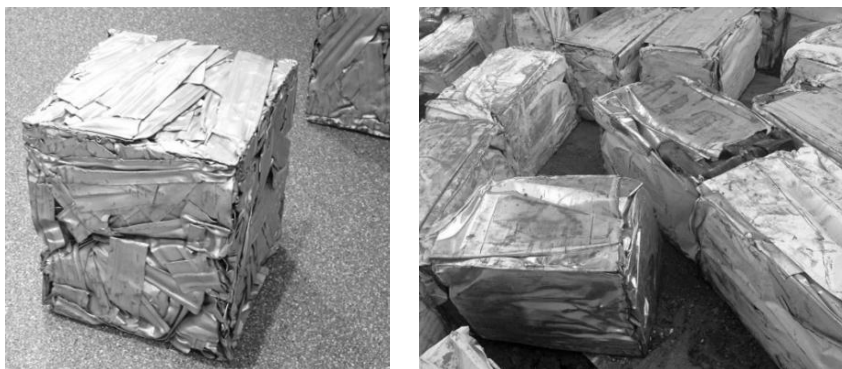


Рисунок 3 – Пакеты стали для вторичной переработки в печах

В зависимости от толщины покрытия оцинкованная сталь делится на 3 класса. Толщина цинкового покрытия в зависимости от класса толщины для стали тонколистовой оцинкованной (ГОСТ 14918-80) представлена в таблице 1.

Оцинкованную сталь изготавливают шириной от 710 до 1800 мм включительно, толщиной от 0,5 до 2,5 мм включительно (0,5 мм, 0,8 мм, 1,2 мм, 2,0 мм, 2,5 мм). Чем меньше толщина листа и больше толщина покрытия, тем больше доля цинка по отношению к ста-

ли и тем больше генерация потока цинка при переплаве металлошихты в сталеплавильном агрегате. Приняв средние значения удельной массы покрытия класса 2 равной 200 г/м^2 , класса 1 – 400 г/м^2 и класса П – 700 г/м^2 , можно определить количество цинка в % к основному металлу для листов различной толщины.

Таблица 1 – Толщина цинкового покрытия в зависимости от класса толщины

Класс толщины	Масса 1 м^2 слоя покрытия, нанесенного с двух сторон, г	Толщина покрытия, мкм
П (повышенный)	570–855	40–60
1	258–570	18–40
2	142,5–258	10–18

Конкретные числовые значения количества цинка по отношению к стали, полученные расчетом, иллюстрирует график на рисунке 4.

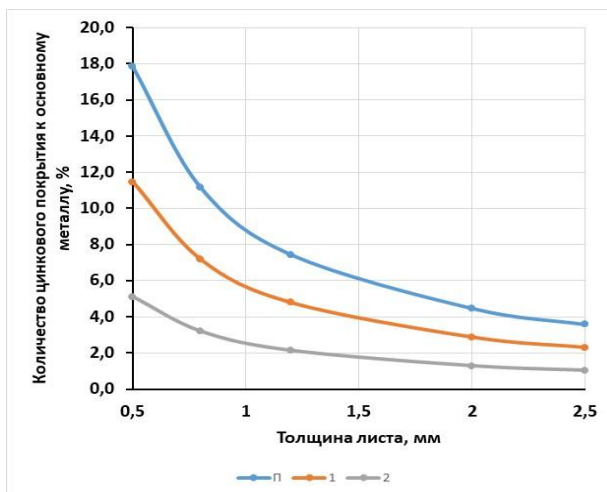


Рисунок 4 – Количество цинка в покрытии в % к основному металлу

Вместе с цинком при переплаве металлошихты в пыль системы газоочистки попадают также кадмий и свинец. Как следует из работы [3], кадмий испаряется первым, а далее – цинк и свинец. Однако

селективное улавливание отдельных металлов практически невозможно в условиях плавки, так как металлошихта крайне неоднородна.

Используя данные из работы [3] по скорости испарения цинка в $\text{г}/(\text{см}^2 \cdot \text{мин})$ для различных температур в нейтральной атмосфере, определено время испарения цинка с поверхности стали с различным классом толщины цинкового покрытия. На рисунке 5 представлена зависимость времени испарения цинка с поверхности стали от температуры поверхности в нейтральной атмосфере для классов толщины П, 1 и 2.

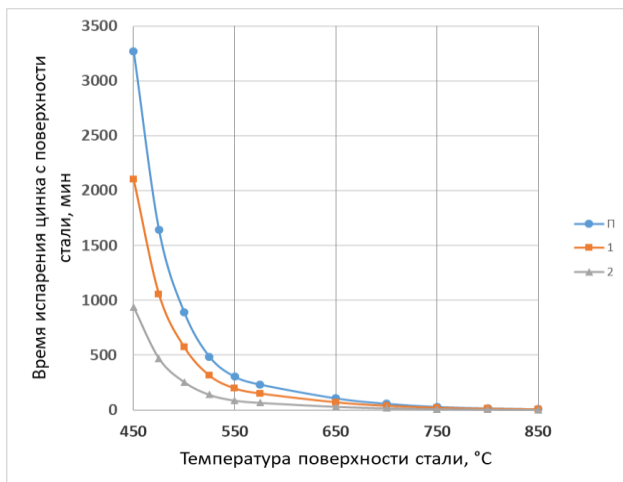


Рисунок 5 – Зависимость времени испарения цинка с поверхности стали от температуры поверхности в нейтральной атмосфере

Как следует из расчетных данных, приведенных на рисунке 5, при температурах выше $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ скорость испарения цинка достаточна для его быстрого испарения с поверхности отдельных кусков металлошихты и, следовательно, возможно его полное удаление за время, не превышающее 10 мин плавки. Однако использование пакетов металлошихты несколько осложняет возможность селективного улавливания пыли, обогащенной цинком, по причине их постепенного прогрева, а, следовательно, замедления процесса испарения цинка из покрытий.

Для оценки температурного перепада при прогреве пакетов стали было проведено физико-математическое моделирование методом конечных элементов. Основой моделирования являлось решение задачи нестационарной теплопроводности

$$\frac{\partial T}{\partial \tau} = a \cdot \nabla^2 T, \quad (1)$$

где $a = \frac{\lambda_{\text{эфф}}}{\rho \cdot c}$ – коэффициент температуропроводности, м²/с; $\lambda_{\text{эфф}}$ – коэффициент эффективной теплопроводности, Вт/(м·К); ρ – плотность пакета металлошихты, кг/м³; c – теплоемкость, Дж/(кг·К).

Коэффициент эффективной теплопроводности определяет скорость распространения теплоты внутри пористого тела, которым является металлошихта, загружаемая в различные металлургические агрегаты, в том числе и пакеты металлошихты. Основными параметрами, влияющими на значения коэффициентов переноса, являются пористость, температура и распределение размеров структурных элементов. Методика расчета коэффициента эффективной теплопроводности представлена в работе [4].

На рисунке 6 представлены результаты расчета нагрева стального пакета с шагом по времени в 200 с.

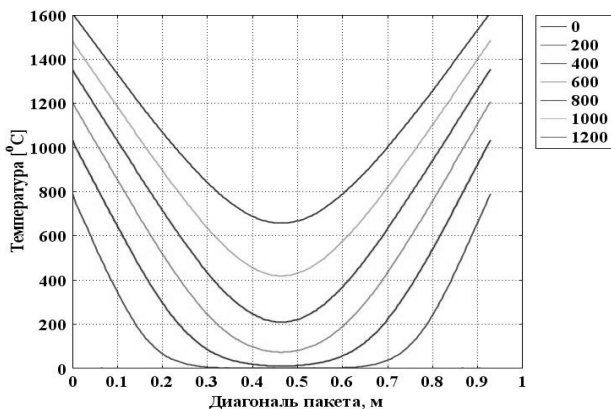


Рисунок 6 – Изменение температурного поля стального пакета с шагом по времени в 200 с при нагреве с мощностью теплового потока, равной 170 кВт/м²

Из рисунка 6 следует, что при выбранной мощности теплового потока разность между началом интенсивного испарения цинка с поверхности обрезки листа в пакете и концом составляет более 20 минут.

При более интенсивном тепловом потоке температурный перепад будет увеличиваться, но до того момента, пока геометрические размеры пакета не станут уменьшаться вследствие плавления, т. е. при нахождении пакета в рабочем пространстве электродуговой печи недалеко от дуг, время его плавления, а, следовательно, и время полного испарения цинка будет существенно меньше.

Количественный и качественный состав газов при выплавке сталей представлен в различной литературе. Показано, что в течение периода плавления без продувки кислородом уходящие газы содержат преимущественно нагретый воздух, проникающий в рабочее пространство через различные отверстия, такие как технологическое окно, электродные отверстия и неплотности прилегания свода. Содержание CO_2 редко превышает 10 %. С продувкой кислородом содержание CO и CO_2 увеличивается до 60 % и 25 % соответственно. Количество образующегося CO_2 от дожигания CO в рабочем пространстве фактически постоянно и составляет величину около 20 %. Выделяющийся при продувке CO ограничивает поступление в рабочее пространство печи через отверстия воздуха. Основная доля указанных газов образуется в зоне горения дуги. Часть газов выделяется из расплава в период кипения и доводки металла.

Если обобщить вышесказанное, то температура газов при плавлении металлошихты (600–1300 °С) меньше чем в период окисления (1200–1700 °С), количество газов в период плавления в 5–10 раз меньше чем в окислительный период, а вынос пыли также в 5–15 раз меньше в период плавления.

В качестве системы очистки в электросталеплавильном цехе, как правило, применяются пылегазоулавливающие установки (ПГУ), которые представляют собой комплекс оборудования для отвода отходящих газов, пыли от ДСП, их охлаждения и фильтрации. Отбор отходящих газов и пыли осуществляется в двух местах:

– из печного пространства через водоохлаждаемый коленообразный патрубков на своде печи (первичное пылеулавливание);

– из верхней части шумодымоизолирующего укрытия печи (вторичное пылеулавливание).

Обеспыливание технологических газов от электросталеплавильных печей чаще всего осуществляется сухим способом в рукавных фильтрах.

В качестве сепаратора пыли применяется рукавной фильтр с автоматической очисткой рукавов с помощью импульсов сжатого воздуха, а транспортировка образующейся пыли из-под холодильника газа и из-под камер фильтров производится скребковыми транспортерами пыли.

Исходя из объема пыли и газов, а также их температуры можно заключить, что мощность фильтрации в период плавления и в окислительный период должны различаться в 2–5 раз. При этом конкретное значение будет зависеть от применяемой металлошихты, технологии плавки и в частности от установленных систем интенсификации плавки в виде газокислородных горелок и инжекторов.

Для дальнейшего анализа возможного режима работы системы газоудаления с разделением пыли представим верхнюю ветвь рисунка 1 условно системой фильтрации «железо», а нижнюю ветвь – системой фильтрации «цинк». Под воздействием дуг образуется 27 % пыли, при продувке ванны кислородом – 60 %, пыли от сыпучих материалов – 13 %. Т. е. приняв, что при продувке ванны кислородом цинк уже полностью удален и поток оксида цинка отсутствует, получаем, что на тонну исходной пыли в систему фильтрации «цинк» попадет около 400 кг, а в систему фильтрации «железо» – около 600 кг пыли. Следовательно, при диапазоне изменения содержания оксида цинка в пыли (например, ОАО БМЗ) на уровне 12,4–43,6 % (или 124–436 кг на тонну пыли) при полном отделении оксида цинка от остальной пыли периода плавки после расплавления металлошихты, получим минимальное содержание оксида цинка на уровне 30 %, а максимальное – более 80 %, т. е. следует ожидать среднее содержание оксида цинка при ее перемешивании на уровне более 55 %.

Как было показано выше, при использовании металлошихты в виде пакетов имеется значительный перепад между температурой поверхности пакета и центром, следовательно, для испарения всего цинка с поверхности металлошихты необходимо довести весь металл пакета до температуры выше 1000 °С. Таким образом, для гра-

фика, представленного на рисунке 7, режим работы системы газоудаления можно представить следующим образом: с 1-й минуты происходит включение системы фильтрации «цинк» еще при завалке металлошихты и далее система работает до 15-й минуты (критерием начала переключения также можно принять выключение газокислородных горелок, так как при этом металлошихта практически расплавляется и далее опытным путем можно подобрать оптимальный момент между 13 и 18 минутами); с 15 минуты по 21 минуту работает система фильтрации «железо». Далее с 21 минуты по 33 минуту – снова система фильтрации «цинк». И наконец, с 33 минуты по 50 минуту работает система фильтрации «железо».

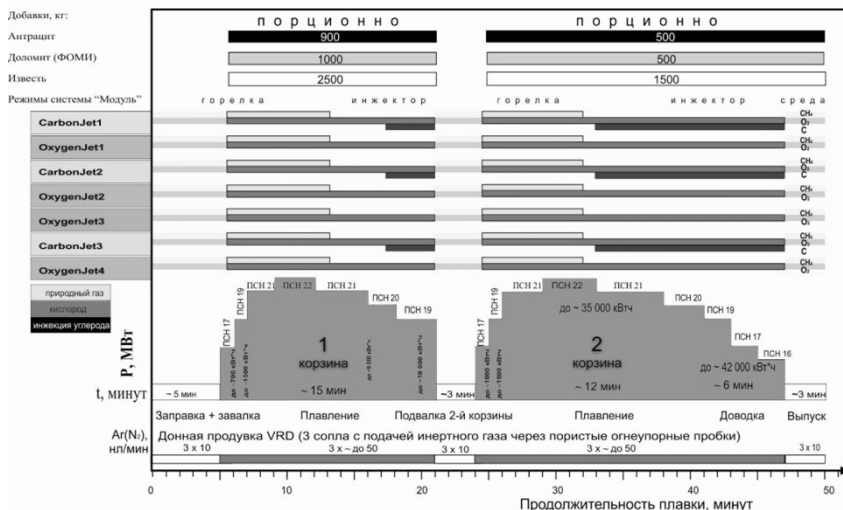


Рисунок 7 – Типовой график режима выплавки стали с использованием металлошихты в виде лома с загрузкой двумя корзинами

Подобный алгоритм возможно использовать и при работе на 100 % металлорома с загрузкой тремя корзинами и особенно при частичном использовании металлургического сырья.

Таким образом, проведенный анализ позволил установить принципиальную возможность использования отдельного улавливания соединений цинка и железа по различным периодам плавки для условий электросталеплавильного производства при некотором изменении конструкции системы газоочистки. Вместе с тем вопрос об

экономической целесообразности обогащения пыли соединениями цинка этим способом с одновременным получением пыли с низкими значениями таких соединений (значительных объемов и без эффективных технологий последующей переработки железосодержащей пыли) остается открытым.

Заключение. Проведен анализ литературных данных по работе систем газоочистки электродуговых печей. Получена зависимость времени испарения цинкового покрытия различных классов со стального лома при переплаве металлошихты в электродуговых печах. Для определения времени испарения цинка при использовании пакетов проведено моделирование их нагрева. Полученные результаты позволили определить оптимальный режим работы системы пылегазоочистки с отдельным улавливанием пыли, обогащенной соединениями цинка.

Список литературы

1. Алпатова, А. А. Исследование процессов пылеобразования при дуговом нагреве металла и свойств пыли с целью ее утилизации: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.07 / А. А. Алпатова; Нац. исслед. техн. ун-т «МИСиС». – Москва, 2016. – 158 с.

2. **Dust arising** during steelmaking processes / Popielska-Ostrowska P. [et al.] // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2012. – 55/2. – P. 772–776.

3 **Su, Yu. Ming.** A determination of the rate of evaporation of zinc at atmospheric pressure / Su, Yu. Ming. – Masters Theses. – Missouri. – 1967. – 71 p.

4. **Анализ** теплофизических свойств металлошихты при выплавке в дуговых сталеплавильных печах / И. А. Трусова [и др.] // Литье и металлургия. – 2007. – № 4 (спецвыпуск). – С. 135–139.

References

1. **Alpatova, A. A.** *Issledovanie processov pyleobrazovaniya pri dugovom nagreve metalla i svoystv pyli s cel'yu eyo utilizacii* [Investigation of dust formation processes during metal arc heating and properties of dust for the purpose of its utilization]: dis. ... kand. techn. nauk:

05.16.07 / A. A. Alpatova; National Research Technological University «MISIS». – Moscow, 2016. – 158 p.

2. Dust arising during steelmaking processes / Popielska-Ostrowska P. [et al.] // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2012. – 55/2. – P. 772–776.

3 Su, Yu. Ming. A determination of the rate of evaporation of zinc at atmospheric pressure / Su, Yu. Ming. – Masters Theses. – Missouri. – 1967. – 71 p.

4. Analiz *teplofizicheskikh svojstv metallosihiyty pri vyplavke v dugovyh staleplavil'nyh pechah* [Analysis of the thermophysical of metal charge during smelting in arc steel-smelting furnaces] I. A. Trusova [et al.] // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2007. – No. 4 (special issue). – P. 135–139.

Поступила 12.11.2024

Received 12.11.2024

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ОБЪЕМА ПЕРЕРАБОТКИ ЭЛЕКТРОСТАЛЕПЛАВИЛЬНОЙ ПЫЛИ В ТРУБЧАТЫХ ВРАЩАЮЩИХСЯ ПЕЧАХ НА ЕЕ ЭФФЕКТИВНОСТЬ

С. В. КОРНЕЕВ, канд. техн. наук
Белорусский национальный технический университет

В работе проведен анализ характерных особенностей переработки пыли в трубчатых вращающихся печах и расчета балансов материалов и энергии. Представлены результаты расчета удельного расхода топлива в зависимости от объемов переработки пыли во вращающихся трубчатых печах.

Ключевые слова: пылевидные отходы, рециклинг, пирометаллургические способы, соединения цинка, эффективность переработки

ASSESSMENT OF THE INFLUENCE OF THE VOLUME OF PROCESSING ELECTRIC STEEL DUST IN TUBULAR ROTARY FURNACES ON ITS EFFICIENCY

S. V. KORNEEV, Ph. D in Technical Science
Belarusian National Technical University

The paper analyzes the characteristic features of dust processing in rotary tubular furnaces and calculates material and energy balances. The results of calculating the specific fuel consumption depending on the volume of dust processing in rotary tubular furnaces are presented.

Keywords: dust waste, recycling, pyrometallurgical methods, zinc compounds, processing efficiency

Введение. Современные технологии переработки электростале-плавильной пыли, содержащей значительное количество соединений цинка, предполагают в большинстве случаев отделение цинка и других металлов, например, кадмия и свинца с последующим их возвратом в производство чистых металлов. Образующийся железо-содержащий клинкер в данном случае не является отходом произ-

водства, так как его возможно использовать в цементной промышленности и в металлургии. Несмотря на общую для различных способов переработки схему переработки электросталеплавильной пыли с использованием вращающихся трубчатых печей, существует значительное количество технологий, различающихся по получаемому продукту и режиму работы [1].

Использование трубчатых вращающихся печей для переработки пыли. Схема процесса переработки электросталеплавильной пыли представлена на рисунке 1.

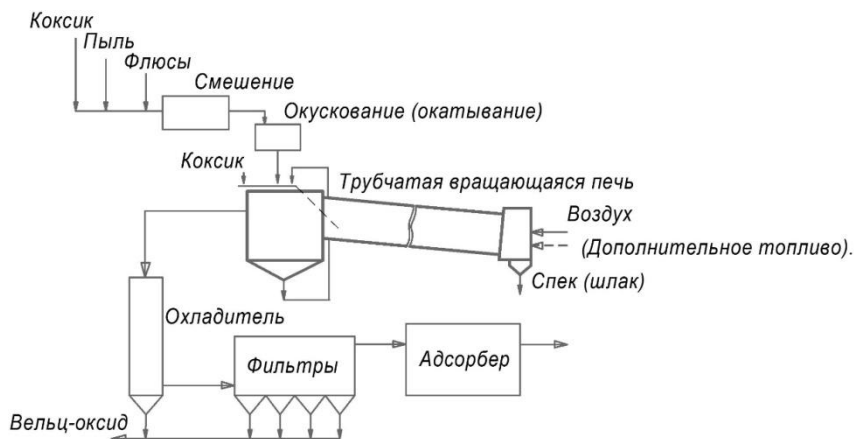


Рисунок 1 – Схема переработки пыли в трубчатых вращающихся печах

Основные направления исследований по повышению эффективности технологий с использованием вращающихся трубчатых печей связаны со снижением энергопотребления, уменьшением настылеобразования на внутренней поверхности печей, повышением степени извлечения цинка, селективным извлечением цинка и свинца, получением продуктов с большей стоимостью на рынке и др.

В подавляющем большинстве случаев производители электростали вынуждены передавать отходы пыли сторонним переработчикам, так как полный цикл переработки пыли с получением очищенного оксида цинка или металлического цинка требует оборудования на большие объемы переработки и больших финансовых инвестиций. В свою очередь перемещение больших объемов пыли

на значительные расстояния также требует экономического обоснования. В работе [2] проведена оценка средних затрат на обогащение пыли однократной инъекцией пыли в электродуговую печь. Определено увеличение содержания оксида цинка в обогащенной пыли, а также затраты на транспортировку пыли с предварительным обогащением и без него. Таким образом, актуальным является вопрос о зависимости коэффициента полезного действия трубчатых вращающихся печей и удельного расхода топлива от производительности печей или объемов переработки.

Расчет физико-химических процессов, протекающих в агрегатах различных типов при переработке электросталеплавильной пыли разного состава при подаче дисперсного отхода без предварительной подготовки и с подготовкой представлен в работе [3].

При этом энергопотребление будет зависеть как от физико-химических параметров процесса, так и от коэффициентов полезного действия агрегатов, в которых данные процессы осуществляются.

Общее энергопотребление конкретных технологий будет определяться видом топлива, обеспечивающего дополнительный подвод теплоты (количеством удаляемых продуктов сгорания и их температурой), возможностями снижения потерь теплоты через ограждающие конструкции и временем нахождения в агрегатах (т. е. скоростью процессов). Например, потери теплоты вращающейся печью барабанного (трубчатого) типа возможно снизить только за счет использования качественной внутренней футеровки, так как металлический корпус печи имеет длину десятки метров и должен охлаждаться с внешней стороны для обеспечения высоких прочностных характеристик, а теплоизоляция снаружи барабана неизбежно увеличивает его температуру. Напротив, в печи кольцевого типа с вращающимся подом возможности теплоизоляции стенок значительно лучше. Поэтому снижение тепловых потерь для различных технологий будет ограничиваться разной величиной, которая к тому же определяется капитальными затратами на оборудование (в том числе количеством используемого огнеупорного и теплоизоляционного материала).

Вращающаяся печь представляет собой сварной пустотелый цилиндр, открытый с торцов, футерованный изнутри огнеупорным кирпичом и установленный с уклоном 3–4 %. Печь работает по принципу противотока. Сырье подается со стороны верхнего, «хо-

лодного», конца печи, а топливно-воздушная смесь – со стороны нижнего, «горячего» конца.

Колосниковые холодильники предназначены для охлаждения клинкера, выдаваемого печью с температурой до 1250 °С, до температуры, при которой его можно транспортировать на склад или мельницу обычными средствами (60–80 °С). Клинкер из печи поступает в шахту холодильника на колосники острого дутья. Охлаждение происходит под действием холодного воздуха, подаваемого через слой клинкера, который перемещается по колосниковой решетке. Большая часть воздуха, прошедшая через слой клинкера и нагретая до 400–600 °С, направляется в печь для поддержания горения энергоносителя.

Расчет параметров технологии переработки цинксодержащей пыли во вращающихся трубчатых печах различной производительности. Количество угля необходимо корректировать исходя из текущего химического состава пыли.

Для расчета был принят модельный состав пыли и определен материальный баланс по сырью и материальный баланс печи. Дополнительные материалы, например, в виде флюсов в расчете не учитывались.

Содержание цинка принято на уровне $Zn = 24 \%$. Тогда содержание $ZnO = 24 \cdot \frac{81,38}{65,38} = 30 \%$. Следовательно, количество ZnO в 1 т пыли равно 300 кг.

Количество угля в гранулах (окатышах) получено расчетом исходя из количества оксида цинка в исходной пыли. Количество угля в подсыпке принято равным количеству угля в гранулах. Исходная пыль при 10 % влажности содержит 111 кг воды и 1 т сухой пыли.

Материальный баланс по сырью при принятом составе пыли представлен в таблице 1.

Так как печь работает в непрерывном режиме, составляется баланс мощностей, предварительно данные материального баланса приводим к потоку материалов (в кг/с) исходя из годовой производительности печи.

Таблица 1 – Материальный баланс по сырью

Приход	кг	Расход	кг
Пыль	1111	Клинкер железосодержащий	700
Уголь в гранулах	55,3	Унос ZnO в газы	300
Уголь в подсыпке	55,3	Газы:	111
Воздух	641,3	Н ₂ O	202,8
		CO ₂	484,1
		N ₂	64,5
		CO	
Всего	1862,9	Всего	1862,9

Производительность т/год переводим в кг/с, т. е., например, для печи 2,5×50 (2,5 – диаметр печи в метрах, 50 – длина печи) с годовым объемом производства 50000 т/год производительность печи составит 2,32 кг/с, а для печи 3,0×60 с годовым объемом производства 200000 т/год производительность печи составит 8,08 кг/с.

Доля $D_{ZnO} = \frac{300}{1111} = 0,27$; доля железосодержащего клинкера

$D_{кл} = \frac{700}{1111} = 0,63$; доля угля $D_y = \frac{55,3}{1111} = 0,049$.

Тепловой баланс переработки пыли в трубчатой вращающейся печи. Поддержание необходимой температуры процесса и регулирование теплового баланса процесса обеспечивается сжиганием дополнительного топлива, в качестве которого принят природный газ.

Определение расхода природного газа возможно из уравнения теплового баланса печи. Методика определения расхода природного газа при переработке пыли во вращающихся трубчатых печах представлена ниже.

Запишем:

$$Q_y + Q_{газ} + Q_v = Q_{ZnO} + Q_{ух.г} + Q_{ух.г1} + Q_{кл} + Q_{исп} + Q_{тепл} + Q_{акк};$$

$$\begin{aligned}
& B_{\text{газ}} \cdot Q_{\text{H}}^{\text{p}} + B_{\text{газ}} \cdot V_{\text{в2}} \cdot C_{\text{в2}} \cdot t_{\text{в2}} - B_{\text{газ}} \cdot V_{\text{пс}} \cdot C_{\text{пс}} \cdot t_{\text{пс}} = \\
& = Q_{\text{ZnO}} + Q_{\text{ух,г}} + Q_{\text{ух,г1}} + Q_{\text{кл}} + Q_{\text{исп}} + Q_{\text{тепл}} + Q_{\text{акк}} - Q_{\text{y}}; \\
& B_{\text{газ}} (Q_{\text{H}}^{\text{p}} + V_{\text{в2}} \cdot C_{\text{в2}} \cdot t_{\text{в2}} - V_{\text{пс}} \cdot C_{\text{пс}} \cdot t_{\text{пс}}) = \\
& = Q_{\text{ZnO}} + Q_{\text{ух,г}} + Q_{\text{ух,г1}} + Q_{\text{кл}} + Q_{\text{исп}} + Q_{\text{тепл}} + Q_{\text{акк}} - Q_{\text{y}}; \\
& B_{\text{газ}} = \frac{Q_{\text{ZnO}} + Q_{\text{ух,г}} + Q_{\text{ух,г1}} + Q_{\text{кл}} + Q_{\text{исп}} + Q_{\text{тепл}} + Q_{\text{акк}} - Q_{\text{y}}}{(Q_{\text{H}}^{\text{p}} + V_{\text{в2}} \cdot C_{\text{в2}} \cdot t_{\text{в2}} - V_{\text{пс}} \cdot C_{\text{пс}} \cdot t_{\text{пс}})}.
\end{aligned}$$

Приходные статьи баланса

1. Теплота горения угля:

$$Q_{\text{y}} = B_{\text{y}} \cdot Q_{\text{ну}}^{\text{p}},$$

где B_{y} – расход угля, кг/с; $B_{\text{y}} = D_{\text{y}} \cdot P_{\text{п}}$; D_{y} – доля угля по отношению к пыли; $P_{\text{п}}$ – производительность печи по пыли, кг/с; $Q_{\text{ну}}^{\text{p}}$ – теплота сгорания угля, Дж/кг.

2. Теплота горения газа:

$$Q_{\text{газ}} = B_{\text{газ}} \cdot Q_{\text{H}}^{\text{p}},$$

где $B_{\text{газ}}$ – расход газа м³/с; Q_{H}^{p} – низшая рабочая теплота сгорания природного газа, Дж/м³.

3. Теплота, вносимая подогретым воздухом. Воздух, подаваемый для горения угля, практически не вносит тепловую энергию в печь, так как не подогревается. Воздух, подаваемый для горения природного газа, имеет температуру 480 °С. Соответственно имеем:

$$Q_{\text{в}} = B_{\text{газ}} \cdot V_{\text{в2}} \cdot C_{\text{в2}} \cdot t_{\text{в2}},$$

где $V_{\text{в2}}$ – объем воздуха необходимый для горения 1 м³ природного газа, м³; $C_{\text{в2}}$ – теплоемкость воздуха, Дж/(м³ · К); $t_{\text{в2}}$ – температура воздуха, °С.

Расходные статьи баланса

1. Теплота ZnO в уходящих газах:

$$Q_{\text{ZnO}} = D_{\text{ZnO}} \cdot P_{\text{п}} \cdot C_{\text{ZnO}} \cdot t_{\text{ZnO}},$$

где D_{ZnO} – доля ZnO в исходной пыли; C_{ZnO} – теплоемкость ZnO, Дж/(кг · К); t_{ZnO} – температура ZnO в уходящих газах, °С.

Теплота, затраченная на восстановление цинка и его испарение в расходе, не учитывается, так как она в последующем выделяется в пределах печи при окислении паров цинка и переходе цинка в его оксид.

2. Теплота, уносимая продуктами горения природного газа:

$$Q_{\text{у.г}} = B_{\text{газ}} \cdot V_{\text{пс}} \cdot C_{\text{пс}} \cdot t_{\text{пс}},$$

где $V_{\text{пс}}$ – объем продуктов сгорания газа на 1 м³ природного газа, м³; $C_{\text{пс}}$ – теплоемкость продуктов сгорания газа, Дж/(м³ · К); $t_{\text{пс}}$ – температура продуктов сгорания, °С.

3. Теплота железосодержащего клинкера:

$$Q_{\text{кл}} = D_{\text{кл}} \cdot P_{\text{п}} \cdot C_{\text{кл}} \cdot t_{\text{кл}},$$

где $D_{\text{кл}}$ – доля клинкера к исходной пыли; $C_{\text{кл}}$ – теплоемкость клинкера, Дж/(кг · К); $t_{\text{кл}}$ – температура клинкера, °С.

4. Тепловые потери теплопроводностью:

$$Q_{\text{тепл}} = \sum (q_i \cdot F_i),$$

где q_i – удельный тепловой поток на i -м участке печи, Вт/м².

Удельный тепловой поток на участках печи:

$$q_i = K \cdot (t_1 - t_2),$$

где K – коэффициент теплопередачи через стенку печи, Вт/(м² · К); t_1 – средняя температура футеровки в i -зоне печи, °С; t_2 – среднегодовая температура окружающей среды, °С.

Коэффициент теплопередачи через стенку печи :

$$K = \frac{1}{\frac{1}{\alpha} + \frac{S_1}{\lambda_1} + \frac{S_2}{\lambda_2}},$$

где α – коэффициент теплоотдачи от поверхности печи к окружающей среде, Вт/(м² · К); S_1, S_2 – толщины слоев футеровки печи, м; λ_1, λ_2 – коэффициенты теплопроводности слоев футеровки печи, Вт/(м · К).

Площадь участков печи: $F_1 = \pi \cdot D_{\text{печ}} \cdot L_1$, $F_2 = \pi \cdot D_{\text{печ}} \cdot L_2$, $F_3 = \pi \cdot D_{\text{печ}} \cdot L_3$.

5. Теплота, аккумулированная кладкой:

$$Q_{\text{акк}} = 0,2 \cdot Q_{\text{тепл}}.$$

6. Теплота, затрачиваемая на испарение воды:

$$Q_{\text{исп}} = D_{\text{вод}} \cdot P_{\text{п}} \cdot q_{\text{исп}},$$

где $D_{\text{вод}}$ – доля влаги в исходной пыли; $q_{\text{исп}}$ – удельная теплота испарения воды, Дж/кг

7. Теплота, уносимая газами, выделяющимися при переработке материала.

Масса газов (из таблицы материального баланса):

$$m_{\text{ух.г1}} = 111 + 202,8 + 484,1 + 64,5 = 862,4 \text{ кг}$$

Доля газов по сырью $D_{\text{г}} = 862,4/1111 = 0,7762$.

$$Q_{\text{ух.г1}} = \frac{D_{\text{г}} \cdot P_{\text{п}}}{\rho_{\text{г}}} \cdot C_{\text{ух.г1}} \cdot t_{\text{ух.г1}},$$

где $C_{\text{ух.г1}}$ – теплоемкость газов, Дж/(м³ · К); $t_{\text{ух.г1}}$ – температура газов, °С; $\rho_{\text{г}}$ – плотность газов при нормальных условиях, кг/м³.

Определение влияния производительности печей на удельный расход топлива. Из полученных результатов расчетов, проведенных для различных печей, следует, что существенное влияние на тепловую работу печи оказывает производительность печи. Для оценки

влияния производительности печи на ее коэффициент полезного действия (КПД) и удельный расход топлива были взяты данные по техническим параметрам вращающихся печей, приводимых различными производителями печей, например, [4]. Технические параметры вращающихся трубчатых печей для вельцевания представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Технические параметры вращающихся печей для вельцевания [4]

Параметры печи	Производительность (т/сутки)	Скорость вращения (об/мин)
2×40	180	0,44–2,44
2,5×50	200	0,62–1,86
2,5×54	280	0,48–1,45
2,7×42	280	0,10–1,52
2,8×44	320	0,437–2,18
3,0×45	450	0,5–2,47
3,0×48	500	0,6–3,48
3,0×60	700	0,3–2
3,2×50	800	0,6–3
3,3×52	1000	0,266–2,66
3,5×54	1300	0,55–3,4
3,6×70	1500	0,25–1,25
4,0×56	1800	0,41–4,07
4,0×60	2300	0,41–4,07
4,2×60	2500	0,41–4,07
4,3×60	2750	0,396–396
4,5×66	3200	0,41–4,1
4,7×74	4500	0,35–4
4,8×74	5000	0,396–3,96

На основе многовариантных балансовых расчетов для печей различных размеров и производительностей была получена зависи-

мость отношения потерь теплоты через футеровку печи к полезной теплоте, представленная на рисунке 2.

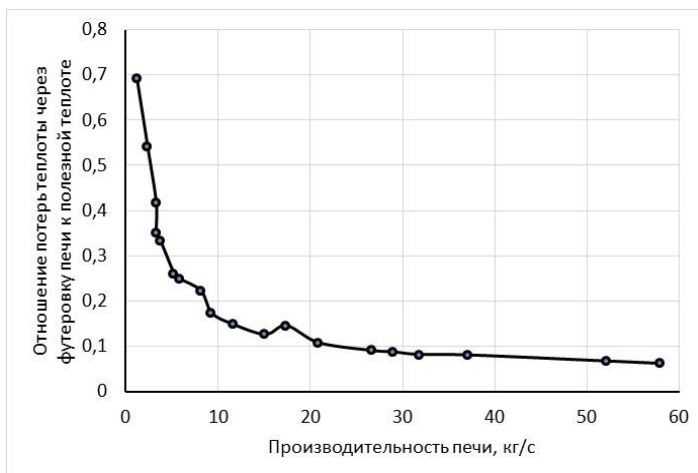


Рисунок 2 – Зависимость отношения потерь теплоты через футеровку печи к полезной теплоте

На рисунке 3 представлена зависимость коэффициента полезного действия печи от производительности.

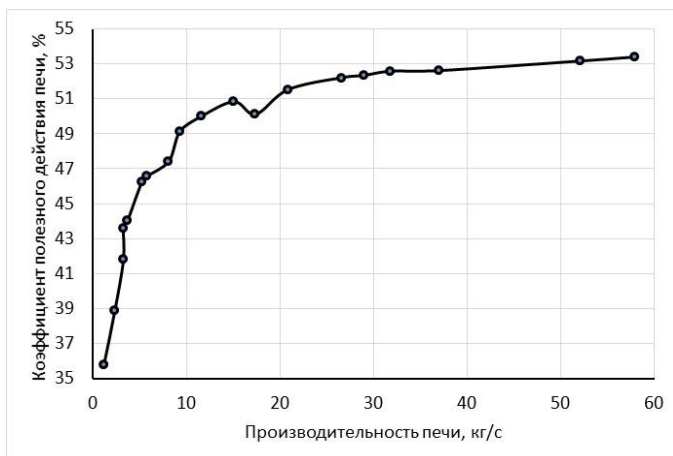


Рисунок 3 – Зависимость коэффициента полезного действия печи от производительности

Разделив расход природного газа в $\text{м}^3/\text{с}$ на производительность печи в $\text{кг}/\text{с}$, можно получить удельный расход природного газа, который характеризует топливную эффективность технологического процесса.

На рисунке 4 представлена зависимость удельного расхода природного газа от производительности печи.

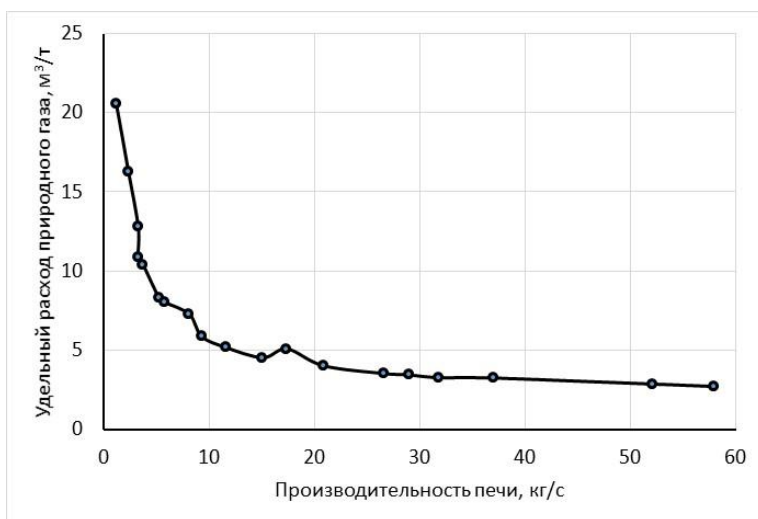


Рисунок 4 – Зависимость удельного расхода природного газа от производительности печи

Заключение. Анализируя особенности использования технологии переработки пыли во вращающихся трубчатых печах можно отметить следующее:

- в данной печи используется наиболее эффективная противоточная схема;
- затраченная на восстановление цинка и его испарение энергия снова передается материалу в пределах самой печи;
- значительное влияние на технико-экономические показатели работы печей оказывают удельные потери теплоты в окружающую среду через футеровку печи, которые зависят от производительности печей;
- при небольшой производительности печи (небольших годовых объемах переработки пыли) технология, как правило, оказывается

нерентабельной в связи с высокими значениями удельного расхода топлива, что необходимо учитывать при выборе минимальной производительности;

– при небольшой производительности также высоки удельные затраты на обслуживание печей и удельные капиталовложения, отнесенные к единице мощности. Все это приводит к необходимости увеличивать производительность переработки, осуществляя сбор пыли от различных предприятий, которые могут находиться на значительных расстояниях друг от друга.

Список литературы

1. Корнеев, С. В. Технологии переработки пылей газоочисток электродуговых печей, содержащих соединения цинка / С. В. Корнеев, Н. И. Урбанович, Е. В. Розенберг // *Металлургия: Республ. межвед. сб. науч. трудов.* – Минск: БНТУ, 2021. – Вып. 42. – С. 57–69.

2. Корнеев, С. В. Оценка затрат предварительного обогащения цинком электросталеплавильной пыли путем инъекции в электродуговую печь / С. В. Корнеев, Н. И. Урбанович // *Металлургия: Республ. межвед. сб. науч. трудов.* – Минск: БНТУ, 2023. – вып. 44. – С. 37–47.

3. Корнеев, С. В. Энергетические параметры физико-химических процессов переработки пыли газоочисток сталеплавильных цехов / С. В. Корнеев, И. А. Трусова // *Металлургия: Республ. межвед. сб. науч. трудов.* – Минск: БНТУ, 2021. – Вып. 42. – С. 7–15.

4. Оборудование для обжига // Электронный ресурс. URL: <https://ru.zkeqpt.com/products/duanshaob/> (дата обращения: 10.05.2024).

References

1. Korneev, S. V. *Tekhnologii pererabotki pylej gazoochistok elektrodugovyh pechej, soderzhashchih soedineniya cinka* [Technologies for processing dust from gas cleaning of electric arc furnaces containing zinc compounds] / S. V. Korneev, N. I. Urbanovich, E. V. Rozenberg // *Metallurgiya: Respublikanskij mezhvedomstvennyj sbornik nauchnyh*

trudov = Metallurgy: Republican interdepartmental collection of scientific papers. – Minsk: BNTU Publ., 2021. – Vyp. 42. – P. 57–69.

2. Korneev, S. V. *Ocenka zatrat predvaritel'nogo obogashcheniya cinkom elektrostaleplavil'noj pyli putem inzhekcii v elektrodugovuyu pech'* [Estimation of the costs of preliminary enrichment of electric furnace dust with zinc by injection into an electric arc furnace] / S. V. Korneev, N. I. Urbanovich // *Metallurgiya: Respublikanskij mezhdovedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: Republican interdepartmental collection of scientific papers.* – Minsk: BNTU Publ., 2023. – Vyp. 44. – P. 37–47.

3. Korneev, S. V. *Energeticheskie parametry fiziko-himicheskikh processov pererabotki pyli gazoochistok staleplavil'nyh cekhov* [Energy parameters of physical and chemical processes for processing dust from gas purification of steelmaking shops] / S. V. Korneev, I. A. Trusova // *Metallurgiya: Respublikanskij mezhdovedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: Republican interdepartmental collection of scientific papers.* – Minsk: BNTU Publ., 2021 – Vyp. 42. – P. 7–15

4. <https://ru.zkeqpt.com/products/duanshaob/>

Поступила 14.11.2024

Received 14.11.2024

УДК 669.2.017:620.18; 669.2.017:620.17

СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Al_2O_3 -Al, ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ ИЗ ЛИТЕЙНЫХ АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИЙ

А. Д. РУЛЕНКОВ, И. В. РАФАЛЬСКИЙ, канд. техн. наук,
П. Е. ЛУЩИК, канд. техн. наук
РИУП «НТП БНТУ «Политехник»
О. Г. ДЕВОЙНО, д-р техн. наук
Белорусский национальный технический университет

Представлены результаты исследования микротвердости в зависимости от параметров лазерной обработки газотермических покрытий на основе системы Al_2O_3 -Al, полученных с использованием дисперсных материалов, синтезированных металлургической обработкой литейных алюмоматричных композиций. Выполнен сравнительный анализ триботехнических свойств покрытий, полученных высокоэнергетическими методами (газопламенным напылением, плазменным напылением, газопламенным напылением с последующей лазерной обработкой покрытия) с использованием синтезированных металлургической обработкой литейных алюмоматричных композиций дисперсных материалов.

Ключевые слова: дисперсный материал, система Al_2O_3 -Al, литейные алюмоматричные композиции, газотермическое покрытие, лазерная обработка, триботехнические свойства

PROPERTIES OF Al_2O_3 -Al COATINGS OF DISPERSED MATERIALS SYNTHESIZED BY PROCESSING OF CASTING ALUMINUM-MATRIX COMPOSITIONS

A. D. RULENKOV, I. V. RAFALSKI, Ph. D. in Technical Sciences,
P. E. LUSHCHIK, Ph. D. in Technical Sciences
Science and Technology Park of BNTU "Polytechnic"
O. G. DEVOINO, D-r of Engineering Sciences
Belarusian National Technical University

The results of the research of microhardness depending on the parameters of laser processing of thermal Al_2O_3 -Al coatings produced by dispersed materials synthesized by

metallurgical processing of cast aluminum matrix compositions are presented. A comparative analysis of the tribological properties of coatings produced by high-energy methods (gas-flame spraying, plasma spraying, gas-flame spraying with subsequent laser processing of the coating) using dispersed materials synthesized by metallurgical processing of cast aluminum matrix compositions is performed.

Keywords: *dispersed material, Al_2O_3 -Al system, cast aluminum matrix compositions, gas-thermal coating, laser processing, tribological properties*

Введение. В настоящее время остро стоит вопрос экологической безопасности, связанный с утилизацией шлаковых отходов литейного производства алюминия, так как данные материалы являются отходами 4 класса опасности. Большинство используемых в промышленности классических технологий переработки направлены на максимальное извлечение металлического алюминия, при этом возможность комплексной переработки литейных отходов недостаточно исследована. Это приводит к загрязнению окружающей среды и потерям при этом большей части ценных составляющих литейных шлаков (таких как оксид алюминия и извлекаемая солевая часть).

Научные публикации, посвященные эффективным комплексным технологиям переработки шлаковых отходов алюминия, берут свое начало еще в 50-е года прошлого века, но должного развития в настоящее время не получили из-за ряда причин, основной из которых является низкий экономический эффект от реализации составляющих переработки. Вместе с тем дальше и ближе зарубежье, следуя тенденциям «зеленой» экономики, все чаще предпочитает при выплавке алюминиевых сплавов использовать в качестве шихтового материала вторичный алюминий, применяя при этом комплексные безотходные технологии. Широкое распространение получила технология безотходного производства вторичных сплавов алюминия, описанная в работе [1]. Эта технология предполагает отделение крупных и мелких металлических королек алюминия с целью переплава, а солевая составляющая возвращается в производственный цикл плавки вторичных алюминиевых сплавов после обогащения. Измельченная оксидная составляющая литейного шлака может быть использована как в качестве основы портландцемента различных марок, так и при производстве экзотермических смесей, используемых в том числе в литейном производстве. Таким

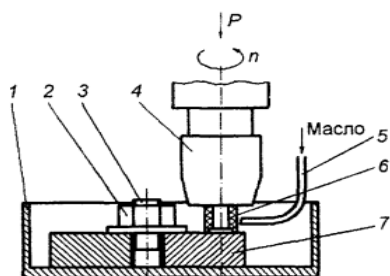
образом исключаются затраты на утилизацию экологически небезопасных отходов.

По данным автора работы [2] в последнее время литейный шлак алюминия все чаще используется в различных сферах промышленности, например, как коагулянт для очистки воды, в качестве разделительных смесей, как раскислительная смесь в сталеплавильном производстве и т. д. Оксидная составляющая литейного алюминиевого шлака представляет особый интерес как исходное сырье для производства конгломерированных дисперсных порошковых материалов с высоким содержанием алюмооксидных фаз для термического напыления [3].

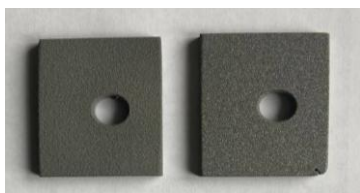
Технологические режимы переработки, представленные в работе [4], открывают возможности для собственного производства дисперсных порошковых материалов с высоким содержанием алюмооксидных фаз, для замены импортных аналогов композиционных материалов системы Al_2O_3-Al и для дополнительной разгрузки сельскохозяйственных площадей, занятых отвальными литейными шлаками, накопленными за десятилетия работы литейного производства. Новый экологически чистый материал представляет собой металлокерамический конгломерат системы Al_2O_3-Al с минимальным содержанием солей (до 0,5 % масс.) и возможностью его модифицирования. При напылении различными методами этого материала образуются субмикронные и наноструктурные составляющие, оказывающие положительное влияние на эксплуатационные свойства покрытий [5, 6]. В настоящей статье представлены результаты исследования трибологических свойств, сформированных газопламенным и плазменным методами покрытий системы Al_2O_3-Al после высокоэнергетической лазерной обработки.

Методика исследования. Исследование влияния параметров лазерной обработки газотермических покрытий на основе системы Al_2O_3-Al , полученных с использованием дисперсных материалов, синтезированных металлургической обработкой литейных алюмоматричных композиций, проводили методом полнофакторного эксперимента (ПФЭ) с последующим статистическим анализом показателей, влияющих на микротвердость покрытия. Твердость покрытий оценивали методом Виккерса (HV).

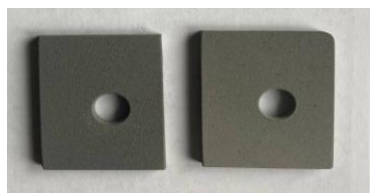
Трибологические испытания покрытий осуществлялись по методике, описанной в работе [7], которая предполагает проведение испытаний в условиях распределенного контакта на специальной установке, выполненной на базе вертикально-сверлильного станка (рисунок 1).



a



б



в

Рисунок 1 – Принципиальная схема трибологических испытаний в условиях распределенного контакта (*a*), по данным работы [7]) и общий вид экспериментальных образцов с плазменным (*б*) и газоплазменным (*в*) покрытиями, полученными с использованием порошков, синтезированных из литейных алюмоматричных кварцсодержащих композиций

В патроне станка закреплялось контртело 6, рабочая часть которого выполнена в виде трубки из твердого сплава ВК6 с толщиной стенки 1,5 мм, средним диаметром 16 мм. Частота вращения шпинделя составляла 2300 об/мин, обеспечивая линейную скорость трения на уровне 115 м/мин. Закрепленный экспериментальный образец 7 в ванне 1 для сбора масла представлял собой прямоугольную пластину с отверстием в центре (рисунок 1, *б* и *в*).

Образец был закреплен при помощи шпильки 3 и гайки 2. Подача смазки в зону трения была организована капельным способом посредством трубки 5.

Нагрузка на контртело в ходе испытаний обеспечивалась комплектом грузов (1,6; 3,2; 4,8 МПа). Триботехнические характеристики полученного упрочненного покрытия оценивали по величине удельного линейного износа, $I_{уд}$, которая рассчитывается с учетом глубины канавки износа, измеренной посредством профилометра MarSurf PS по формуле:

$$I_{\text{уд}} = \frac{H}{ndt' \pi 10^{-3}}, \quad (1)$$

где H – средняя глубина канавки износа по результатам трех измерений, мм; n – частота вращения твердотельной втулки (2300 мин⁻¹), мин⁻¹; d – средний диаметр втулки, мм; t' – среднее время изнашивания, мин.

Лазерная обработка включала в себя высокоэнергетическую обработку образцов с оплавлением поверхностного слоя со стороны газотермического покрытия, глубина оплавленного слоя составила 0,4–0,5 мм. Обработка проводилась волоконным иттербиевым лазером YLR-1.

Результаты исследований и их обсуждение. Результаты кодированных значений параметров лазерной обработки и измерений твердости покрытия образцов (рисунок 2) представлены в таблице 1.

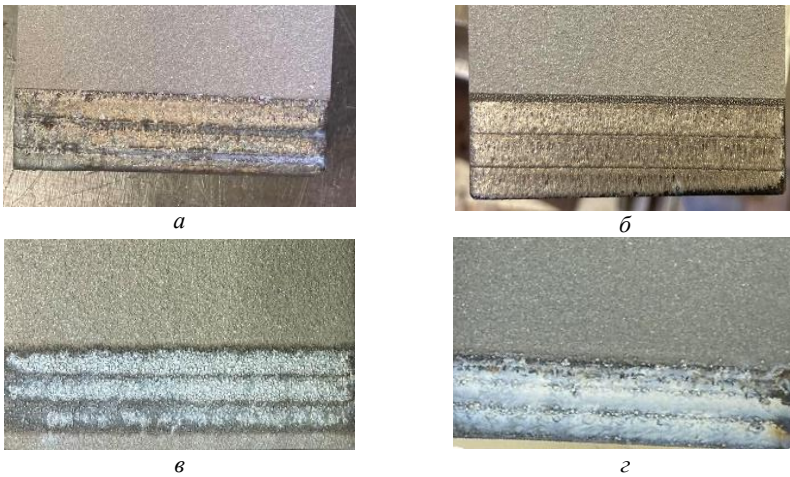


Рисунок 2 – Общий вид образцов с газопламенным покрытием, полученным с использованием материалов, синтезированных из литейных алюмоматричных кварцосодержащих композиций после высокоэнергетической лазерной обработки:

a – скорость сканирования 500 мм/мин.; дистанция 400 мм; b – скорость сканирования 100 мм/мин; дистанция 400 мм; v – скорость сканирования 500 мм/мин; дистанция 135 мм; z – скорость сканирования 100 мм/мин; дистанция 135 мм

Таблица 1 – Матрица плана 2^2 и результаты измерения твердости

N	X_1	X_2	X_1X_2	y_1	y_2	y_3	y_4	y_5	\bar{y}_i	S_i^2
1	-	-	+	448,8	518,7	432,6	350,5	448,1	439,74	3600,35
2	-	+	-	594,5	425,4	503,7	537,4	584,4	529,08	4700,75
3	+	-	-	508,2	525,6	556,5	556,5	490,0	527,36	866,06
4	+	+	+	486,5	556,5	619,4	536,0	503,7	542,82	2779,05

В таблице 1 приняты следующие обозначения: y_1, y_2, y_3, y_4, y_5 – твердость (HV) параллельных опытов; X_1, X_2 – кодированные уровни скорости сканирования ($v_{\text{скан}}$, мм/мин) и дистанции (D , мм) до оплаваемого слоя, соответственно ($X_1 = -1$; 100 мм/мин; $X_1 = 1$; 500 мм/мин; $X_2 = -1$; 135 мм; $X_2 = 1$; 400 мм). Значение дисперсии воспроизводимости выходного параметра для каждого i -го опыта определяли по формуле:

$$S_i^2 = \frac{\sum_{i=1}^m (y_i - \bar{y}_i)^2}{m-1}, \quad (2)$$

где $m = 5$ – количество опытов; \bar{y}_i – среднее значение в i -ой строке.

Далее проводили проверку однородности дисперсий опытов по G -критерию:

$$G_{\text{крит}} = \frac{\max(S_i^2)}{\sum_{i=1}^N S_i^2} = \frac{4700,75}{11946,2} = 0,39. \quad (3)$$

Степени свободы f_1, f_2 соответственно равны 4 и 4. Таким образом, при уровне значимости $\alpha = 0,05$ табличное значение G -критерия $G_{\text{табл.}} = 0,6287$. Следовательно, дисперсии можно считать однородными. Так как дисперсии однородны, дисперсию воспроизводимости выходного параметра S_y^2 можно определить как среднее арифметическое полученных дисперсий для каждого i -го

опыта. Таким образом, $S_y^2 = 2986,55$. Далее проведен расчет коэффициентов уравнения регрессии, исходя из свойств матрицы планирования ПФЭ:

$$a_0 = \frac{\sum_{i=1}^N \bar{y}_i}{N}; \quad (4)$$

$$a_1 = \frac{\sum_{i=1}^N X_1 \bar{y}_i}{N}; \quad (5)$$

$$a_2 = \frac{\sum_{i=1}^N X_2 \bar{y}_i}{N}; \quad (6)$$

$$a_{12} = \frac{\sum_{i=1}^N X_1 X_2 \bar{y}_i}{N}. \quad (7)$$

Таким образом, регрессионная модель зависимости твердости покрытия от параметров лазерной обработки примет следующий вид:

$$y = 510,5 + 26,09X_1 + 26,95X_2 - 17,72X_1X_2.$$

Проверку значимости коэффициентов уравнения определяли путем сравнения абсолютной величины коэффициента с доверительным интервалом.

Доверительный интервал коэффициентов регрессии определяли, используя значение среднеквадратического отклонения $S\{a_i\}$:

$$\Delta a_i = \pm t_s S\{a_i\}, \quad (9)$$

где t_s – табличное значение критерия Стьюдента при принятом уровне значимости $\alpha = 0,05$ и числе степеней свободы $f = (m - 1)N =$

$= (5 - 1) \cdot 4 = 16$, для которого определялась дисперсия воспроизводимости выходного параметра.

Поскольку $S_i \{a_i\} = \sqrt{149,33} = 12,22$, а критическое значение t -критерия $t_{0,05; 16} = 2,12$, доверительный интервал для коэффициентов регрессии составил:

$$\Delta a_i = 2,12 \cdot 12,22 = \pm 25,905.$$

Таким образом, статистически значимыми коэффициентами являются $a_1 = 26,09$ и $a_2 = 26,95$. Математическая модель твердости после удаления незначимого фактора имеет следующий вид:

$$y = 510,5 + 26,09X_1 + 26,95X_2.$$

Проверку адекватности модели осуществляли по F -критерию:

$$F_p = \frac{S_{ад}^2}{S_y^2} < F_{крит}. \quad (10)$$

В формуле (10) дисперсия адекватности $S_{ад}^2$ составила:

$$S_{ад}^2 = \frac{1}{N - (k + 1)} \sum_{i=1}^N (\bar{y}_i - y_{расч}) = 1255,99, \quad (11)$$

где k – число выходных параметров.

Расчетное значение критерия Фишера:

$$F_p = \frac{1255,99}{2986,55} = 0,42 < 4,49.$$

Условие адекватности математической модели (10) выполняется. Зависимость твердости покрытия после лазерной обработки (в натуральном масштабе) имеет вид:

$$y = 417 + 0,13025X_1 + 0,2034X_2.$$

На рисунке 3 представлены результаты триботехнических испытаний образцов с газопламенным и плазменным покрытиями на основе системы Al_2O_3-Al , полученными с использованием матери-

лов, синтезированных в процессе металлургической обработки литейных алюмоматричных композиций.

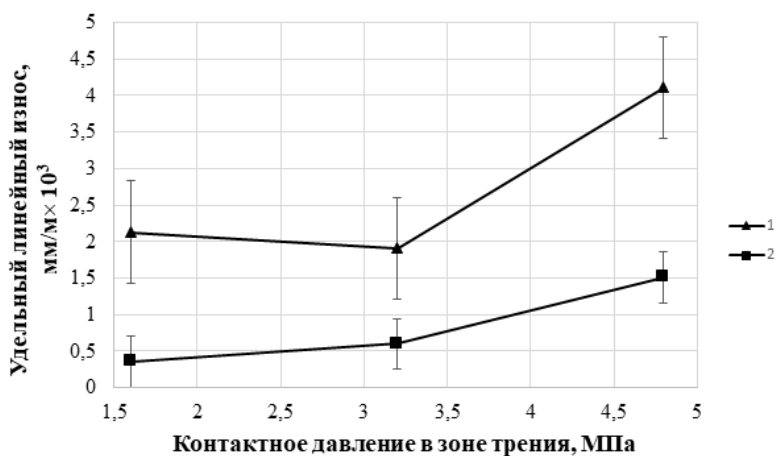


Рисунок 3 – График зависимости удельного линейного износа от контактного давления газопламенного (1) и плазменного (2) покрытий на основе системы Al_2O_3-Al , полученного с использованием синтезированных металлургической обработкой алюмоматричных композиций

Выполнен сравнительный анализ эксплуатационных (триботехнических) свойств покрытий, полученных высокоэнергетическими методами (газопламенным напылением, плазменным напылением, газопламенным напылением с последующей лазерной обработкой покрытия) (таблица 2).

Результаты сравнительной оценки полученных данных показали, что для сопоставимых режимов испытаний величина удельного линейного износа покрытий после лазерной обработки является минимальной. При этом износостойкость покрытий, полученных газопламенным напылением с последующей лазерной обработкой, увеличилась в 3,6 раза по сравнению с покрытиями без лазерной обработки.

Таблица 2 – Результаты триботехнических испытаний покрытий, полученных из порошков, синтезированных при металлургической обработке алюмоматричных кварцосодержащих композиций (фракция порошкового материала 60–80 мкм, контактное давление в зоне трения 1,6 МПа)

Способ получения покрытия	Среднее время изнашивания, мин	Средняя глубина канавки износа, мм	Удельный линейный износ, мм/м
Газопламенное напыление	1	0,112	0,00213
Плазменное напыление	0,5	0,0473	0,000602
Газопламенное напыление и лазерная обработка	1,5	0,0923	0,00059

Список литературы

- 1. Schmitz, C.** Handbook of Aluminium Recycling: Mechanical Preparation, Metallurgical Processing, Heat Treatment / C. Schmitz. – Berlin; Vulkan-Verlag. Press, 2014. – 556 p.
- 2. Применение** алюминиевых шлаков и продуктов их переработки в металлургическом производстве / Л. В. Трибушевский [и др.] // Литье и металлургия. – 2021. – № 4. – С. 42–49.
- 3. Процессы** переработки солевых шлаков алюминиевого производства для получения порошкового материала с высоким содержанием алюмооксидных фаз / Б. М. Немененок [и др.] // Литье и металлургия, 2022. – № 4. – С. 88–96.
- 4. Структура** и свойства шлаков, образующихся при металлургической переработке алюмоматричных кварцосодержащих композиций / И. В. Рафальский [и др.] // Металлургия: Республ. межвед. сб. науч. тр. – Минск: БНТУ, 2021. – Вып. 42. – С. 26–34.
- 5. Рафальский, И. В.** Плазменное напыление композиционных покрытий на основе системы Al_2O_3-Al / И. В. Рафальский, А. Д. Руленков, О. Г. Девойно // Литье и металлургия. – 2023. – № 4. – С. 88–93.

6. Лазерное осаждение сплавов на основе алюминия и магния для ремонта и восстановления поверхности деталей / Б. М. Немененко [и др.] // *Литье и металлургия*. – 2024. – № 2. – С. 117–124.

7. Трибологические характеристики композиционных покрытий, сформированных лазерной наплавкой порошков никелевого самофлюсующегося сплава и бронзы / Е. Э. Фельдштейн [и др.] // *Трение и износ*, 2016. – Том 37, № 5. – С. 588–596.

References

1. Schmitz, C. Handbook of Aluminum Recycling Mechanical Preparation, Metallurgical Processing, Heat Treatment / C. Schmitz. – Berlin; Vulkan-Verlag. Press, 2014. – 556 p.

2. *Primenenie* aluminievych shlakov i produktov ih pererabotki v metallurgicheskom proizvodstve [Application of aluminum slags and their processing products in metallurgical production] / L.V. Tribushevskij [et al.] // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2021. – No. 4. – P. 42–49.

3. *Processy pererabotki solevykh shlakov aljuminievogo proizvodstva dlja poluchenija poroshkovogo materiala s vysokim sodержaniem aljumoosidnykh faz* [Processes for processing salt slags from aluminum production to obtain powder material with a high content of aluminum oxide phases] / B.M. Nemenenok [et al.] // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2022. – No. 4. – P. 88–96.

4. *Struktura i svojstva shlakov, obrazujushhishja pri metallurgicheskoj pererabotke aljumomatrichnykh kvarcsoderzhashhih kompozicij* [Structure and properties of slags formed during metallurgical processing of aluminum matrix quartz-containing compositions] / I. V. Rafalskij [et al.] // *Metallurgiya: respublikanskij mezhvedomstvennyj sbornik nauchnykh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers*. – Minsk: BNTU Publ., 2021. – Vyp. 42. – P. 26–34.

5. Rafalski, I. V. *Plazmennoe napylenie kompozicionnykh pokrytij na osnove sistemy Al_2O_3-Al* [Plasma spraying of composite coatings based on the Al_2O_3-Al system] / I. V. Rafalskij, A. D. Rulenkov, O. G. Devojno // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2023. – No. 4. – P. 88–93.

6. *Lazernoe osazhdenie splavov na osnove aljuminija i magnija dlja remonta i vosstanovlenija poverhnosti detalej* [Laser Deposition of Alu-

minum and Magnesium Based Alloys for Repair and Surface Restoration of Parts] / B. M. Nemenenok [et al.] // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2024. – No 2. – P. 117–124.

7. Tribologicheskie *harakteristiki kompozicionnyh pokrytij, sformirovannyh lazernoj naplavkoj poroshkov nikelovogo samofljusujushhegosja splava i bronzy* [Tribological characteristics of composite coatings formed by laser cladding of nickel self-fluxing alloy and bronze powders] / E. E. Feldshtejn [et al.] // *Trenie i iznos = Friction and wear*. – 2016. – Vol. 37, No 5. – P. 588–596.

Поступила 10.10.2024
Received 10.10.2024

ИЗГОТОВЛЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ ЭНДОПРОТЕЗОВ ИЗ Co-Cr-Mo СПЛАВОВ

Д. И. МАЦИНОВА

Белорусский национальный технический университет

П. Е. ЛУЩИК, канд. техн. наук

РИУП «НТП БНТУ «Политехник»

Л. П. ДОЛГИЙ, канд. техн. наук, **И. В. РАФАЛЬСКИЙ**, канд. техн. наук

Белорусский национальный технический университет

В статье рассмотрены особенности использования металлических материалов для производства изделий медицинского назначения. Обсуждаются возможности применения кобальт-хром-молибденовых сплавов для получения биосовместимых имплантатов. Рассмотрены преимущества и недостатки применения аддитивных и литейных технологий для производства металлических элементов эндопротезов из Co-Cr-Mo сплавов.

***Ключевые слова:** изделия медицинского назначения, Co-Cr-Mo сплавы, импланты, биосовместимость, аддитивные технологии, литье*

MANUFACTURING OF METAL ELEMENTS OF ENDOPROSTHESES BASED ON Co-Cr-Mo ALLOYS

D. I. MATSYNOVA

Belarusian National Technical University

P. E. LUSHCHIK, Ph. D. in Technical Sciences

Science and Technology Park of BNTU "Polytechnic"

L. P. DOLGIY, Ph. D. in Technical Sciences, **I. V. RAFALSKI**, Ph. D. in Technical Sciences

Belarusian National Technical University,

The article discusses the features of using metallic materials for biomedical applications. The possibilities of using cobalt-chromium-molybdenum alloys to produce biocompatible implants are discussed. The advantages and disadvantages of using additive and foundry technologies for the production of metal elements of Co-Cr-Mo alloy endoprotheses are considered.

Keywords: medical devices, Co-Cr-Mo alloys, implants, biocompatibility, additive technologies, foundry

Актуальным направлением научного поиска новых материалов на металлической основе являются исследования, посвященные вопросам разработки перспективных сплавов для производства медицинских изделий. В Беларуси медицинская отрасль развивается достаточно интенсивно, однако в некоторых ее сегментах ощущается определенный дефицит отечественных изделий. В силу таких обстоятельств существует необходимость закупки импортной продукции. Недостаток необходимых изделий и оборудования для травматологии, ортопедии и протезирования существенно снижает количество медицинских операций, которые могут ежегодно проводиться белорусскими специалистами. Это не позволяет в полной мере обеспечить нуждающихся соответствующим лечением.

Эндопротезы представляют собой искусственные биоимплантаты, которые обеспечивают восстановление функции, утраченных или поврежденных суставных поверхностей костей, у больных с дегенеративными заболеваниями и последствиями травм. В настоящее время для их изготовления используются различные классы материалов. К ним относятся металлы, полимеры, а также керамические и композиционные материалы. Функционирование изготавливаемых эндопротезов осуществляется в биологических средах с разной физико-химической природой. Поэтому решение проблем биохимического и механического взаимодействия эндопротезов с органическими тканями и костным материалом является сложной задачей междисциплинарных фундаментальных исследований (в области металловедения и термической обработки материалов, биологии и медицины).

В настоящее время в области изготовления медицинских элементов эндопротезов и медицинских изделий одной из самых важных целей является выбор и разработка эффективной технологии их изготовления. В этом случае следует обратить внимание на то, что оптимальная технология изготовления тех или иных изделий подразумевает под собой спектр важных вопросов, в числе которых можно выделить следующие: основные свойства и особенности применяемых материалов, преимущества и недостатки предполагаемых методов изготовления, стоимость и сложность реализации техноло-

гических процессов и др. При разработке технологических процессов также следует учитывать, что не существует идеального метода изготовления металлических изделий и такого же идеального материала, который будет соответствовать всем требованиям в необходимой степени. Поэтому необходимо выделить наиболее важные пункты, отсеивая при этом те, которые не имеют значения в исследуемом (разрабатываемом) вопросе. Например, когда речь идет об изготовлении сложной ответственной детали, вопросы качества стоят на первом месте, в то время как стоимость изготовления, продиктованная сложностью технологического процесса, а также дороговизна самого материала остаются на заднем плане.

По этой причине при разработке технологии изготовления изделий медицинского назначения исследователи рассматривают многочисленные методы и комбинации существующих технологий, а также, в случае необходимости, проводят большое количество экспериментов для решения поставленных задач. То же касается и изготовления металлических элементов эндопротезов. Очевидно, что данные изделия можно причислить к числу высокоответственных сложных изделий и к ним предъявляются определенные требования. Для изготовления многих биомедицинских имплантатов все чаще используется Co-Cr-Mo сплав, который обладает высокими трибологическими свойствами и биосовместимостью [1].

Биомедицинские сплавы на основе Co по составу обычно делят на два типа. Один из них – сплав Co-Cr-Mo, содержащий 5–7 % Mo и 27–30 % Cr. Этот материал применяется уже более 20 лет и все чаще используется в качестве основного материала для изготовления биоимплантатов [1–4]. Другой разновидностью кобальтового сплава является состав, состоящий из Ni (33–37 %), Cr (19–21 %) и Mo (9–11 %). По сравнению с Co-Cr-Mo он стал использоваться в биомедицинской области позже и нашел свое применение в создании высоконагруженных соединений, в том числе ножек эндопротезов [4, 5]. По данным ряда исследований установлено, что кобальтовые сплавы обладают высокой биосовместимостью и особенно устойчивы к коррозии даже в условиях высокого содержания хлоридов. Считается, что эти свойства обусловлены наличием пассивных оксидных слоев, самопроизвольно растущих на поверхности сплава. В коррозионной среде эти слои выполняют роль барьеров и препятствуют коррозии [3, 5–8].

В настоящее время все большее распространение приобретает использование передовой аддитивной технологии 3D-печати, в то время как классический способ изготовления методом литья упоминается все реже. Однако в этом случае возникает вопрос целесообразности использования вышеупомянутой передовой технологии при изготовлении металлических элементов из Co-Cr-Mo сплавов. Следует отметить, что сам по себе этот сплав является дорогостоящим, а его применение в аддитивных технологиях является весьма затратным.

Принципиальная схема технологии аддитивной 3D-печати представлена на рисунке 1, а.

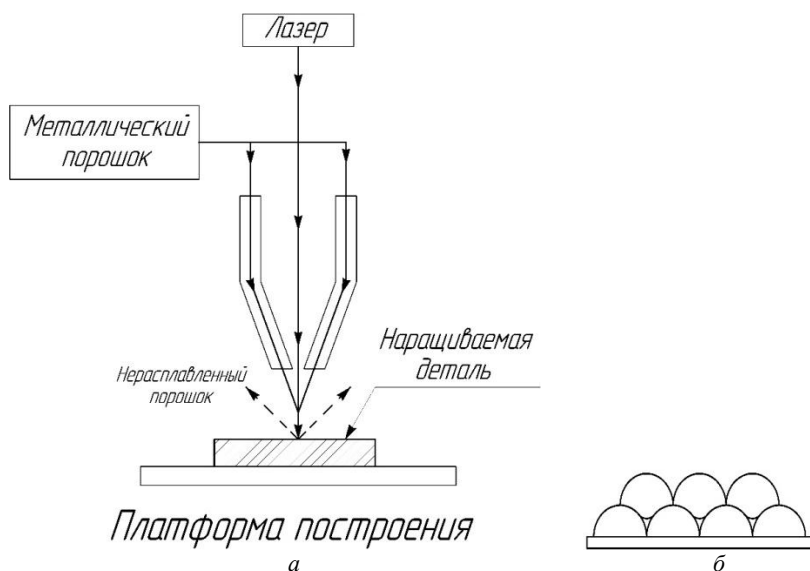


Рисунок 1 – Принципиальная схема технологии аддитивной 3D-печати металлических деталей и схема наслоения расплавляемого материала

Основой данной технологии является выбор состава, свойств и расхода металлического порошка, который подается через специальное сопло и расплавляется в потоке струей лазера при высоких температурах. Безоговорочным преимуществом применения этой технологии является то, что детали любой конфигурации можно

изготовить, не прибегая к дополнительному изготовлению моделей и форм. Особенно важно это в случае, когда детали изготавливаются в единичном экземпляре. Однако существенным недостатком данной технологии можно назвать расход металлического порошка: Co-Cr-Mo сплав является тугоплавким, и температура его плавления превышает 1300–1500 °С и, несмотря на то, что порошок изготавливается специальным образом, так, чтобы все гранулы были одинакового размера и могли расплавиться в нужный момент и приобрести форму (рисунок 1, б), большая часть подаваемого порошка не успевает расплавиться и удаляется под воздействием охлаждающего устройства установки 3D-печати. Также вопросы вызывает структура изготавливаемых деталей, которая представлена внутренними и внешними порами (рисунок 1, б), наличие которых приводит к возникновению преждевременных трещин во время эксплуатации.

При изготовлении металлических элементов эндопротезов необходимо стремиться к достижению максимального срока их эксплуатации пациентами. В настоящее время средний срок эксплуатации эндопротезов пациентами составляет 20–25 лет, а пористая структура в зависимости от особенностей человека (его вес, образ жизни и т. д.) может значительно сократить это время. Необходимо учитывать, что любое хирургическое вмешательство, в том числе и повторное, оказывает негативное влияние на организм человека.

В настоящее время проводятся исследования с целью сравнения разных способов изготовления. В некоторых исследованиях [9, 10] приводится сравнительный анализ изготовления эндопротезов из Co-Cr-Mo сплавов: методом литья по выплавляемым моделям и с применением технологии 3D-печати. Вышеуказанные особенности деталей, полученных методом 3D-печати, также отмечаются исследователями. Следует отметить, что и в процессе литья сплавов на основе Co-Cr упоминаются свои недостатки, в частности при кристаллизации образуются крупные дендритные зерна, наличие которых снижает предел текучести сплава. Однако более подробные исследования показали, что данная проблема остается актуальной при классическом литье и отсутствует в случае применения специальных методов литья (например, вакуумное литье) с последующей термообработкой [11, 12].

Список литературы

1. **A comprehensive** review on surface post-treatments for freeform surfaces of bio-implants / A. W. Hashmi [et al.] // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2023. – Vol. 23. – P. 4866–4908.
2. **Scratch** and Wear Behaviour of Co-Cr-Mo Alloy in Ringer’s Lactate Solution / R. Silva [et al.] // *Materials*. – 2023. – Vol. 16. – P. 2923.
3. **Chen, Q.** Metallic implant biomaterials / Q. Chen, G. A. Thouas // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. – 2015. – Vol. 87. – P. 1–57.
4. **Patel, N. R.** A review on biomaterials: scope, applications & human anatomy significance / N. R. Patel, P. P. Gohil // *International Journal Emerging Technology Advanced Engineering*. – 2012. – Vol. 2. – Iss. 4. – P. 91–101.
5. **Biomechanics** of hip and knee prostheses / J. Alvarado [et al.] // *Applications Engineering Mechanics Medicine*. – 2003. – P. 6–22.
6. **Evans, E. J.** The in vitro toxicity of cobalt-chrome-molybdenum alloy and its constituent metals / E. J. Evans, I. T. Thomas // *Biomaterials*. – 1986. – Vol. 7. – Iss. 1. – P. 25–29.
7. **Öztürk, O.** Metal ion release from nitrogen ion implanted CoCrMo orthopedic implant material / O. Öztürk, U. Türkan, A. E. Eroglu // *Surface Coatings Technology*. – 2006. – Vol. 200. – Iss. 20–21. – P. 5687–5697.
8. **The design** and manufacture of biomedical surfaces / J. J. Ramsden [et al.] // *CIRP Annals*. – 2007. – Vol. 56. – Iss. 2. – P. 687–711.
9. **Different** Response of Cast and 3D-Printed Co-Cr-Mo Alloy to Heat Treatment: A Thorough Microstructure Characterization / M. Roudnicka [et al.] // *Metals*. – 2021. – Vol. 11. – Iss. 5. – P. 687.
10. **Effect** of heat treatment on the anisotropic microstructural and mechanical properties of Co-Cr-Mo alloys produced by selective laser melting / A. Takaichi [et al.] // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. – 2019. – Vol. 102.
11. **Effect** of molybdenum content on structural, mechanical, and tribological properties of hot isostatically pressed b-type titanium alloys for orthopedic applications / M. Fellah [et al.] // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2019. – Vol. 28. – Iss. 10. – P. 5988–5999.
12. **Nalbant, M.** The effect of cutting speed and cutting tool geometry on machinability properties of nickel-base Inconel 718 super alloys / M. Nalbant, A. Altin, H. Gokkaya // *Materials & Design*. – 2007. – Vol. 28. – Iss. 4. – P. 1334–1338.

References

1. **A comprehensive** review on surface post-treatments for freeform surfaces of bio-implants / A. W. Hashmi [at al.] // Journal of Materials Research and Technology. – 2023. – Vol. 23. – P. 4866–4908.
2. **Scratch** and Wear Behaviour of Co-Cr-Mo Alloy in Ringer's Lactate Solution / R. Silva [at al.] // Materials. – 2023. – Vol. 16. – P. 2923.
3. **Chen, Q.** Metallic implant biomaterials / Q. Chen, G. A. Thouas // Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2015. – Vol. 87. – P. 1–57.
4. **Patel, N. R.** A review on biomaterials: scope, applications & human anatomy significance / N. R. Patel, P. P. Gohil // International Journal Emerging Technology Advanced Engineering. – 2012. – Vol. 2. – Iss. 4. – P. 91–101.
5. **Biomechanics** of hip and knee prostheses / J. Alvarado [at al.] // Applications Engineering Mechanics Medicine. – 2003. – P. 6–22.
6. **Evans, E. J.** The in vitro toxicity of cobalt-chrome-molybdenum alloy and its constituent metals / E. J. Evans, I. T. Thomas // Biomaterials. – 1986. – Vol. 7. – Iss. 1. – P. 25–29.
7. **Öztürk, O.** Metal ion release from nitrogen ion implanted CoCrMo orthopedic implant material / O. Öztürk, U. Türkan, A. E. Eroglu // Surface Coatings Technology. – 2006. – Vol. 200. – Iss. 20–21. – P. 5687–5697.
8. **The design** and manufacture of biomedical surfaces / J. J. Ramsden [et al.] // CIRP Annals. – 2007. – Vol. 56. – Iss. 2. – P. 687–711.
9. **Different** Response of Cast and 3D-Printed Co-Cr-Mo Alloy to Heat Treatment: A Thorough Microstructure Characterization / M. Roudnicka [at al.] // Metals. – 2021. – Vol. 11. – Iss. 5. – P. 687.
10. **Effect** of heat treatment on the anisotropic microstructural and mechanical properties of Co-Cr-Mo alloys produced by selective laser melting / A. Takaichi [at al.] // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. – 2019. – Vol. 102.
11. **Effect** of molybdenum content on structural, mechanical, and tribological properties of hot isostatically pressed b-type titanium alloys for orthopedic applications / M. Fellah [et al.] // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2019. – Vol. 28. – Iss. 10. – P. 5988–5999.
12. **Nalbant, M.** The effect of cutting speed and cutting tool geometry on machinability properties of nickel-base Inconel 718 super alloys / M. Nalbant, A. Altin, H. Gokkaya // Materials & Design. – 2007. – Vol. 28. – Iss. 4. – P. 1334–1338.

Поступила 04.10.2024

Received 04.10.2024

**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ
ОБРАЗЦОВ ПРОМЫШЛЕННЫХ КАТОДОВ-МИШЕНЕЙ
ИЗ ТИТАНСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ
ЛИТЕЙНО-ДЕФОРМАЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ**

А. Г. СЛУЦКИЙ, канд. техн. наук, **В. А. ШЕЙНЕРТ**, **К. А. МЕЛЬНИКОВ**
Белорусский национальный технический университет

В статье представлены обобщенные результаты исследований технологических особенностей изготовления составных катодов-мишеней из титансодержащих сплавов различными способами. С использованием литейно-металлургического варианта, включающего синтез сплавов на высокоскоростной плавильной установке с последующей заливкой металла в специальную форму, отработаны режимы изготовления составного катода-мишени. Экспериментально апробирован вариант литейно-деформационного способа изготовления катода-мишени, включающий получение слитка титансодержащего сплава с последующим его размолом в порошок требуемой фракции и дальнейшим горячим статическим прессованием катода-мишени. Подобраны составы сплава, содержащего титан, медь и алюминий. В лабораторных условиях изготовлены опытные образцы составных катодов-мишеней и проведены предварительные испытания.

***Ключевые слова:** титансодержащие сплавы, синтез, специальная форма, литой и прессованный катод, испытание*

**TECHNOLOGICAL FEATURES OF MANUFACTURING
SAMPLES OF INDUSTRIAL CATHODES-TARGETS
FROM TITANIUM-CONTAINING ALLOYS BY CASTING-
DEFORMATION METHODS**

A. G. SLUTSKY, Ph. D in Technical Science, **V. A. SHEINERT**,
K. A. MELNIKOV
Belarusian National Technical University

The article presents the generalized results of studies of the technological features of the manufacture of composite cathodes-targets from titanium-containing alloys by various methods. Using the foundry-metallurgical version,

which includes the synthesis of alloys on a high-speed melting plant with the subsequent pouring of metal into a special mold, the modes of manufacturing a composite target cathode have been worked out. A variant of the casting-deformation method for manufacturing the target cathode has been experimentally tested, including the production of an ingot of a titanium-containing alloy with its subsequent grinding into powder of the required fraction and further hot static pressing of the target cathode. Alloy compositions containing titanium, copper and aluminum were selected. In laboratory conditions, prototypes of composite cathodes-targets were made and preliminary tests were carried out.

Keywords: *titanium-containing alloys, synthesis, special mold, cast and pressed cathode, testing*

Введение. В настоящей работе обобщены результаты экспериментальных исследований процесса изготовления составных катодов-мишеней с использованием совмещенной литейно-деформационной технологии, суть которой заключается в получении слитка из титансодержащего сплава с последующим размолом в порошок требуемой фракции и дальнейшем горячем статическом прессовании заготовки катода-мишени.

Плавка титансодержащего сплава осуществлялась в высокоскоростной индукционной установке по методике, описанной в работах [1, 2]. В качестве шихтовых материалов использовали кристаллический кремний, электролитический никель и кусковой титан. Процесс осуществляли в соответствии со специально отработанной методикой, позволяющей минимизировать угар основных элементов сплава. Полученный расплав разливали в специальные формы, конструкция которых обеспечивала направленную кристаллизацию. В дальнейшем слитки подвергались дроблению и размолу в лабораторной мельнице с использованием стальных шаров (диаметром 8 мм и 35 мм), что обеспечило получение мелкой фракции размером менее 0,08 мм [2, 3].

На следующем этапе по методике, изложенной в работе [3], методом горячего статического прессования порошка из титансодержащего сплава были отработаны технологические режимы и получен опытный образец заготовки катода. Однако, несмотря на обнадеживающие результаты использования разработанной методики, в структуре прессованных заготовок катода обнаружена микропористость. При этом плотность прессовок составляла 80–85 % от

фактической плотности литой заготовки. По-видимому, это связано в первую очередь, несмотря на высокое удельное давление прессования, с несжимаемостью частиц сплава при полном отсутствии пластических свойств. Поэтому даже наращивание усилий прессования не обеспечит снижение пористости такого катода. Одним из вариантов решения данной задачи является применение специально подобранного фракционного состава порошка силицида для прессования, обеспечивающего наиболее плотную упаковку частиц полученной заготовки.

В связи с вышеизложенным был проведен анализ плотных упаковок сферических частиц и с помощью 3D моделирования гексагональной плотной упаковки определен размер и количество частиц для заполнения пустот вплоть до четвертого порядка с достаточным уровнем приближения, учитывающем коэффициент несферичности реальных частиц (0,6–0,8). С учетом полученных результатов и применительно к конкретной вакуумно-электродуговой испарительной установке в дальнейшем планируется порошок такого фракционного состава применять для получения прессованных заготовок катодов-мишеней с фактической плотностью 90–95 %.

Известно, что катоды-мишени, используемые для нанесения защитных покрытий, являются съемными и водоохлаждаемыми, и состоят обычно из двух частей: рабочей части, которая испаряется дугой, и токовода, обеспечивающего крепление катода в испарителе и его быструю замену, а также эффективный электрический контакт с его испаряемой частью. Применительно к данному способу изготовления катода-мишени был апробирован вариант его пайки к тоководу. Для этого нижняя поверхность прессованного катода-мишени полировалась и к ней припаивался медный токовод. На рисунке 1 представлены фотографии полученного катода-мишени и его элементов.

Применительно к промышленной вакуумно-плазменной установке УВНИПА-1-2 со штатным стационарно плазменным ускорителем (СПУ) и геометрическим размерам составного катода-мишени разработана и изготовлена технологическая оснастка для получения опытных образцов методом литья (рисунок 2). Из стали предварительно был изготовлен токовод, имеющий специальный «ласточкин хвост» для соединения с катодом в процессе литья (рисунок 2, а).



Рисунок 1 – Элементы опытного образца катода-мишени для вакуумных установок:

а – прессованная заготовка катода; *б* – медный токовод;
в – готовый образец катода-мишени

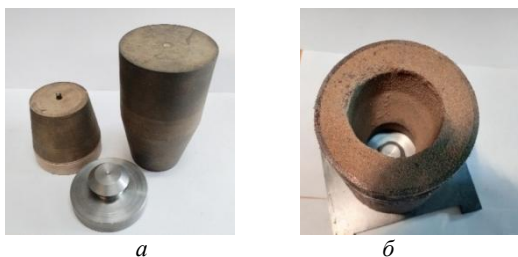


Рисунок 2– Технологическая оснастка (*а*) и форма в сборе (*б*) для получения составного катода-мишени методом литья

На основании анализа диаграмм состояния двухкомпонентных и многокомпонентных металлических систем был выбран сплав, обладающий высокими эксплуатационными свойствами, содержащий 50 % алюминия, 20 % меди и 30 % титана.

Известно, что процесс растворения титана при его добавках в жидкий расплав сопровождается значительным выделением тепла за счет растворения элементов друг в друге, а также поглощением газов и в первую очередь водорода. Это обстоятельство учитывалось при разработке варианта ввода компонентов шихты в процессе плавки.

На основании вышеизложенного и применительно к выбранному сплаву (алюминий-медь-титан) использована следующая схема синтеза в реакторе (графито-шамотный тигель): первая стадия включа-

ет получение расплава меди и ее перегрев до 1200 °С, вторая стадия – подогрев титана в пластинах до 500 °С, третья стадия – последовательный непрерывный ввод титана в расплав меди и добавки алюминия, четвертая стадия – по достижении температурного максимума перемешивание полученного расплава и быстрая разливка в литейную форму. Конечной целью этого литейного процесса является получение отливки катода. В качестве плавильного агрегата использовали инвертор электрической мощностью 30 кВт и частотой генерации в диапазоне 8–50 кГц, позволяющий развивать удельную тепловую мощность в садке до 250 Дж·с/см³. Это обеспечило скоростное расплавление исходных материалов, что крайне необходимо для синтеза титансодержащих сплавов. После кратковременного перегрева полученного сплава осуществлялась заливка литейной формы и велось наблюдение процесса его охлаждения. После полного охлаждения и обрезки прибыльной части отливки было обнаружено значительное количество газо-усадочных пор, что является характерным для титановых сплавов. Далее был использован вариант повторного переплава, что позволило получить плотный слиток промышленного составного катода-мишени (рисунок 3 *а, б*).



Рисунок 3 – Фотографии промышленного образца составного катода-мишени, полученного двойным переплавом титансодержащего сплава:
а – литая заготовка; *б* – образец промышленного составного катода

Ниже представлены результаты предварительных испытаний промышленного образца составного катода – мишени. Для этого использовался стационарный плазменный ускоритель (СПУ) с экспериментальным образцом составного многокомпонентного катода-

мишени из комплексно-легированного сплава, содержащего титан, алюминий, медь. Целью испытаний являлось определение режимов поджига и стабильного горения дугового разряда в СПУ и нанесение по установленным режимам покрытий на основе данного сплава, обеспечивающих высокие эксплуатационные свойства (прочность, жаростойкость, износостойкость). Для проведения испытаний использовалась промышленная вакуумно-плазменная установка УВНИПА-1-02 (УРМЗ.279.079) со штатным СПУ с установленным в нем испытуемым образцом катодом-мишени. Испытания проводились по следующим режимам: напряжение на поджигающем электроде – 600–800 В; частота следования поджигающих импульсов – 3 Гц; напряжение дугового разряда – 50–70 В; ток дугового разряда – 55–90 А; давление в камере установки – $5 \cdot 10^{-3}$ Па; время работы СПУ – 30–60 мин.

Применительно к выбранному составу сплава был использован литейно-металлургический вариант его синтеза на инверторе мощностью 30 кВт и частотой генерации в диапазоне 8–50 кГц, позволяющий осуществлять скоростное расплавление исходных материалов. Заливка полученного сплава осуществлялась в специальную литейную форму, в которую предварительно вставляли стальной токовод.

Получены следующие предварительные результаты: СПУ с экспериментальным образцом составного многокомпонентного катода-мишени отработал по установленным режимам без замечаний; получены образцы покрытий на деталях из стали Р6М5 и 12Х18Н10Т для последующего проведения исследований свойств. В качестве примера на рисунке 4 представлены фотографии общего вида опытного образца составного катода-мишени из титансодержащего сплава после предварительных испытаний.

Таким образом, в результате выполненных исследований отработаны особенности получения промышленного составного катода-мишени литейно-деформационной технологией. Изготовлены опытные образцы и проведены предварительные испытания на промышленной вакуумно-плазменной установке УВНИПА-1-02 ГНУ «Физико-технический институт» НАН РБ, которые дали положительные результаты.



a



б

Рисунок 4 – Общий вид опытного образца составного катода-мишени из титансодержащего сплава после испытаний:
a – на начальной стадии; *б* – на конечной стадии

Список литературы

1. Изготовление катодов-мишеней из композиционных силицидов для нанесения защитных покрытий с применением литейно-деформационной технологии / И. А. Иванов [и др.] // Литье и металлургия. – 2021. – № 2. – С. 68–75.

2. Даничев, А. О. Исследование особенностей процесса изготовления опытных образцов промышленных катодов-мишеней литейными технологиями / А. О. Даничев, И. В. Якимчук, И. В. Котов // Материалы XXV респ. студ. науч.-техн. конф. Минск, 18-19 апреля 2024 г. – Минск, БНТУ, 2024. – С. 22–26.

3. Сравнительный анализ технологий получения слитков из комплексных силицидов для катодов-мишеней / А. А. Оленцевич [и др.] // Материалы XXIV Респ. студ. науч.-техн. конф. Минск, 21-22 апреля 2023 г. – Минск, БНТУ, 2023. – С. 40–42.

References

1. Izgotovlenie katodov-mishenej iz kompozicionnyh silicidov dlya nanoseniya zashchitnyh pokrytij s primeneniem litejno-deformacionnoj tekhnologii [Production of target cathodes from composite silicides for applying protective coatings using casting-deformation technology] / I. A. Ivanov // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2021. – No. 2. – P. 68–75.

2. Danichev, A. O. *Issledovanie osobennostej processa izgotovleniya opytnyh obrazcov promyshlennyh katodov-mishenej litejnymi*

tehnologiyami [Study of the features of the process of manufacturing prototypes of industrial target cathodes using foundry technologies] / A. O. Danichev, I. V. YAKimchuk, I. V. Kotov // *Materialy XXV resp. stud. nauch.-techn. konf. Minsk, 18-19 April 2024.* – Minsk, BNTU Publ., 2024. – P. 22–26.

3. Sravnitel'nyj analiz tekhnologij polucheniya slitkov iz kompleksnyh silicidov dlya katodov-mishenej [Comparative analysis of technologies for producing ingots from complex silicides for target cathodes] / A. A. Olencevich [et al.] // *Materialy XXIV resp. stud. nauch.-techn. konf. Minsk, 21-22 April 2023.* – Minsk, BNTU Publ., 2023. – P. 40–42.

Поступила 23.10.2024

Received 23.10.2024

ПРОШИВНЫЕ ФИЛЬТРЫ НА ОСНОВЕ МУЛЛИТОВОГО ПОЛОТНА

Л. П. ДОЛГИЙ, канд. техн. наук, **И. Г. РАКОВ**,
А. М. МИХАЛЬЦОВ, канд. техн. наук, **С. В. МАРЦЕВА**
Белорусский национальный технический университет

В работе приведен анализ применяемых в промышленности муллитокремнеземистых материалов. Отходы производства и бывшие в употреблении элементы теплоизоляционных конструкций из указанных материалов предложены в качестве основы для изготовления объемных керамических фильтров для жидких расплавов. Разработана методика и изготовлена лабораторная оснастка для получения прошивных фильтров. Получены образцы прошивных фильтров с пропиткой термостойким связующим, в том числе с добавками активных дисперсных компонентов для придания фильтруемому расплаву в процессе заливки требуемых свойств.

Ключевые слова: муллитокремнеземное полотно, фильтрация, термостойкое связующие, лабораторная оснастка, прошивные фильтры

SILICON BASED FABRIC FIRMWARE FILTERS

L. P. DOLGI, Ph. D. in Technical Sciences, **I. G. RAKOV**,
A. M. MIKHALTSOV, Ph. D. in Technical Sciences, **S.V. MARTSEVA**
Belarusian National Technical University

In the study, an analysis of silica -based materials used in the industry was carried out. Production waste and former use elements of thermal insulation structures from these materials are proposed as the basis for the manufacture of volumetric ceramic filters for liquid melts. A technique has been developed and laboratory equipment was manufactured for obtaining firm filters. Samples of firmware filters with impregnation with heat -resistant binders were obtained, including with the additions of active dispersed components to give the filtering melt in the process of filling the required properties.

Keywords: silica canvas, filtering, heat-resistant bonds, laboratory equipment, firmware filters

Для тепловой изоляции нагревательных устройств в металлургии и литейном производстве получил распространение материал под названием муллит. Указанный материал предлагают в виде муллитокремнеземистого рулонного войлока, муллитовой ваты, муллитокремнеземистого волокна, рулонного материал, картона, кирпича.

Муллит – минерал из класса силикатов, имеет непостоянный химический состав от $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ до $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, плавится при температуре около $1810\text{--}1830\text{ }^\circ\text{C}$ [1].

Получить муллитовые ткани по текстильной технологии пока не удается ввиду малой длины нитевидных кристаллов соединения, образующихся при их получении (рисунок 1). Поэтому для изготовления компактного продукта из отдельных кристаллических волокон применяют, как правило, бумажную технологию с использованием связующих и прокатки.

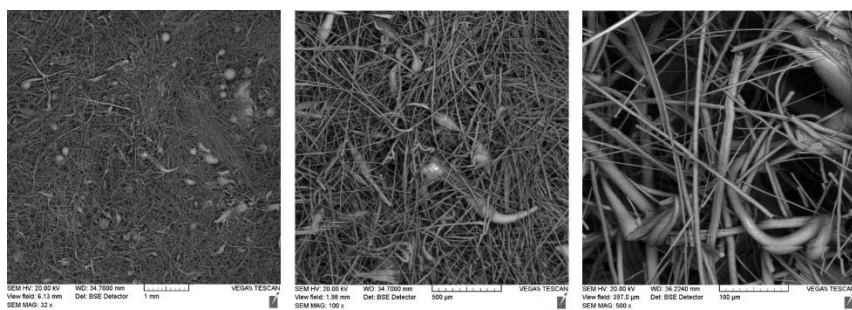


Рисунок 1 – Муллитовое полотно при различном увеличении

Наиболее подходящим составом для образования пространственного каркаса муллита является соотношение между оксидом алюминия и оксидом кремния 80/20 по массе, что соответствует формуле $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ [1]. На основании данного состава во ФГУП ВНИИАМ (Россия) был создан высокотемпературный материал ТЗМК-1700 с рабочей температурой $1700\text{ }^\circ\text{C}$ [2].

Можно предположить, что не все промышленно выпускаемые продукты из муллита обладают указанной рабочей температурой ввиду различных условий получения, наличия примесей, непостоянного состава. В качестве экспериментального материала в насто-

ящей работе было выбрано муллитовое полотно, использованное в качестве теплоизоляционного слоя муфельных печей.

С целью опробования указанного материала в качестве основы для изготовления фильтров для рафинирования металлических расплавов была разработана специальная методика.

Исходя из особенностей получения исходного продукта в виде рулонного материала небольшой толщины, целесообразной представляется технология получения прошивных объемных фильтров. Для ее реализации была разработана специальная оснастка, состоящая из основания (рисунок 2, позиция 1) и двух плит (протяжной, рисунок 2, позиция 2 и прижимной, рисунок 2, позиция 3), которые центрируются на основании. Основание представляет собой площадку размерами 100×100 мм, на которой расположены заостренные штыри. На основание помещается протяжная плита, затем послойно накладываются фрагменты муллитового волокна.

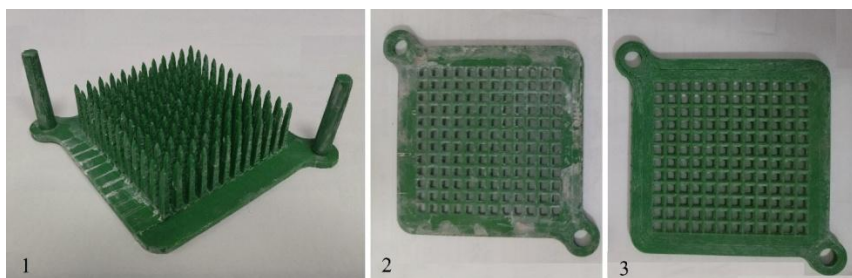


Рисунок 2 – Оснастка для формирования прошивных фильтров

В качестве связующего использовали 14%-й раствор этилсиликата в сиалите, хорошо зарекомендовавший себя при подготовке сетчатых фильтров [3]. Можно предположить, что связующее на основе сиалита с добавкой этилсиликата позволит получить не только компактный, обладающий необходимой конструкционной прочностью прошивной фильтр, но также способствующий дополнительному повышению его термостойкости. После укладки полотна на основание с протяжной плитой производилась его обработка указанным выше раствором. С целью равномерного распределения раствора по объему уложенного полотна производилась послойная опрессовка заготовки с помощью прижимной плиты. После не-

большой выдержки (3–5 мин) осуществляли подрыв полученной заготовки за счет подъема протяжной плиты на 2–3 мм относительно основания. Это необходимо для предотвращения формирования плотных контактов между заготовкой и прошивными элементами, что из-за значительной адгезии контактирующих материалов затруднит протяжку плиты при ее окончательном извлечении.

Использование сиалита в смеси с этилсиликатом, как было показано в работе [4], требует проведения операции отверждения фильтра в два этапа. На первом этапе протекает процесс золь-гель перехода адсорбированного на волокнах муллита раствора и формирование первичной прочности. Процесс протекает за счет интенсивной конвекции во время обдува заготовки при температуре 25–30 °С. При отработке технологии получения сетчатых фильтров этот этап завершается в пределах одного часа. Для случая изготовления объемных прошивных фильтров это время должно быть увеличено как минимум в 3 раза вследствие низкой объемной теплопроводности опрессованного полотна. На втором этапе, после завершения операции золь-гель перехода, из формирующегося фильтра удаляется избыток влаги за счет ее испарения при температуре 180 °С в течение 1 ч и происходит формирование окончательной каркасной прочности (рисунок 3).

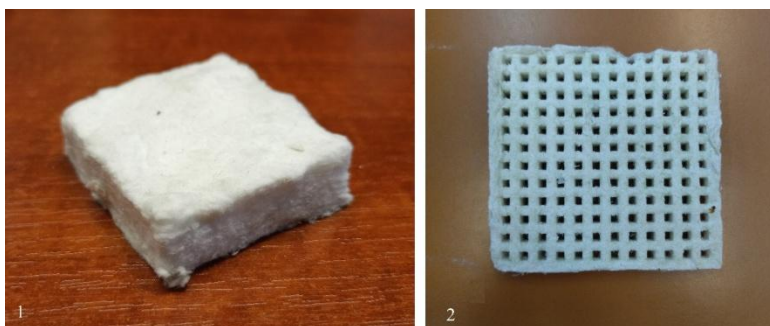


Рисунок 3 – Внешний вид не опрессованного (1) и прошитого (2) муллитового полотна

Предложенная технология позволяет наряду с формированием необходимой прочности вводить в связующий раствор добавки как для дополнительного повышения термостойкости фильтра, так и с

целью воздействия на фильтруемый сплав для получения в отливках заданных свойств. Для этой цели могут быть использованы дисперсные материалы, обладающие необходимыми физико-химическими свойствами и хорошо смачиваемые в растворе сиалита.

Предварительные эксперименты показали, что этому условию отвечают такие материалы, как графит серебристый (карбюризатор), оксид хрома, промытый и измельченный шлак алюминиевых сплавов (основа – Al_2O_3), оксиды железа. Образцы протяжных объемных фильтров на основе муллита с использованием растворов этилсиликата в сиалите с указанными добавками в количестве 5 % масс. представлены на рисунке 4.

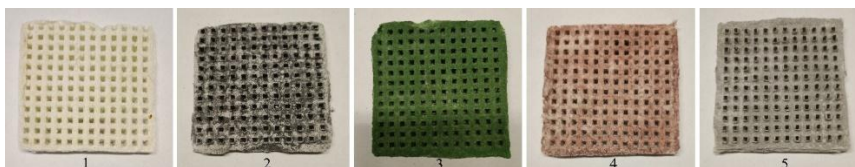


Рисунок 4 – Образцы прошивных объемных фильтров на основе муллита:

- 1 – без модифицирующей добавки; 2 – с добавкой 5 % масс. графита;
- 3 – с добавкой 5 % масс. оксид хрома; 4 – с добавкой 5 % масс. оксид железа;
- 5 – с добавкой 5 % масс. отмытого шлака алюминиевых сплавов

Список литературы

1. Щетанов, Б. В. Теплозащитные материалы / Б. В. Щетанов, Ю. А. Ивахненко, В. Г. Бабашов // Российский химический журнал. – 2010. – Т. LIV. – № 1. – С. 12–19.

2. Гибкий низкоплотный высокотемпературный материал на основе муллитокорундового волокна [Электронный ресурс] / – Режим доступа: <https://science-education.ru/ru/article/view?id=17613>. – Дата доступа: 09.10.2024.

3. Разработка технологии повышения термостойкости сетчатых фильтров / Л. П. Долгий [и др.] // Metallurgia: Республ. межвед. сб. науч. тр. – Минск, БНТУ, 2023. – Вып. 43. – С. 134–144.

4. Влияние армирующей пропитки на прочность сетчатых фильтров / Л. П. Долгий [и др.] // Metallurgia: Республ. межвед. сб. науч. тр. – Минск, БНТУ, 2024. – Вып. 44. – С. 61–66.

Reference

1. SHCHetanov, B. V. *Teplozashchitnye materialy* [Thermal protection materials] / B. V. SHCHetanov, YU. A. Ivahnenko, I. G. Babashov // *Rossijskij himicheskij zhurnal = Russian Chemical Journal*. – 2010. – Vol. LIV, No. 1. – P. 12–19.

2. <https://science-education.ru/ru/article/view?id=17613>.

3. *Razrabotka* tekhnologii povysheniya termostojkosti setchatyh fil'trov [Development of technology for increasing the heat resistance of mesh filters] / L. P. Dolgij [et al.] // *Metallurgiya: respublikanskij mezhdovedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers*. – Minsk: BNTU Publ., 2023. – Vyp. 43. – P. 134–144.

4. *Vliyanie* armiruyushchej propitki na prochnost' setchatyh fil'trov [The influence of reinforcing impregnation on the strength of mesh filters] / L. P. Dolgij [et al.] // *Metallurgiya: respublikanskij mezhdovedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers*. – Minsk: BNTU Publ., 2024. – Vyp. 44. – P. 61–66.

Поступила 17.10.2024

Received 17.10.2024

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ВНУТРЕННИХ ОХЛАЖДАЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ХРОМИСТЫХ ЧУГУНОВ

А. А. ЖУМАЕВ, канд. техн. наук

Навоийский государственный горно-технологический университет

К. Э. БАРАНОВСКИЙ, канд. техн. наук,

А. П. БЕЖОК, канд. техн. наук

Белорусский национальный технический университет

Ю. Н. МАНСУРОВ, д-р техн. наук

Ташкентский государственный транспортный университет

Г. Ф. ЛИВШИЦ

Белорусский национальный технический университет

Проведено моделирование процесса затвердевания отливок из износостойкого хромистого чугуна (ИЧХ) с внутренними металлическими охлаждающими элементами. Изучены результаты исследований структуры и механических свойств отливок из износостойких хромистых чугунов, полученных с применением внутренних охлаждающих элементов. Экспериментально установлено, что использование внутренних холодильников в процессе литья способствует значительному улучшению микроструктуры материала и его твердости. Использование внутренних охлаждающих элементов позволяет существенно уменьшить размеры зерен в структуре чугуна, приводя к их измельчению в 1,5–2 раза по сравнению с традиционными методами получения отливок. Повышение твердости отливок с 48 до 56 НРС является следствием качественного улучшения микроструктуры материала. Результаты работы имеют важное практическое значение для отраслей Республики Беларусь и экономики Узбекистана, где требуется использование износостойких материалов – машиностроения, горнодобывающей промышленности, производства оборудования для строительства и др.

Ключевые слова: износостойкие хромистые чугуны, внутренние охлаждающие элементы, структура, твердость, износостойкость

STUDY OF THE INFLUENCE OF INTERNAL COOLING ELEMENTS ON THE WEAR RESISTANCE OF CHROMIUM CAST IRONS

A. A. ZHUMAEV, Ph. D. in Technical Sciences
Navoi State Mining and Technological University
K. E. BARANOVSKY, Ph. D. in Technical Sciences,
A. P. BEZHOK, Ph. D. in Technical Sciences
Belarusian National Technical University
Y. N. MANSUROV, Dr. of Engineering Sciences
Tashkent State Transport University
G. F. LIUSHYTS
Belarusian National Technical University

Modeling of the solidification process of wear-resistant chromium cast iron (WRCI) castings with internal metal cooling elements has been carried out. The results of investigations of structure and mechanical properties of castings from wear-resistant chromium cast iron obtained with the use of internal cooling elements have been studied. It is experimentally established that the introduction of internal coolers in the casting process contributes to a significant improvement of the material microstructure and hardness. The use of internal cooling elements allows to significantly reduce the size of grains in the structure of cast iron, leading to their reduction in size by 1.5-2 times compared to traditional methods of obtaining castings. Increase in hardness of castings from 48 to 56 HRC is a consequence of qualitative improvement of material microstructure. The results of the work have important practical significance for the industries of the Republic of Belarus and the economy of Uzbekistan, where the use of wear-resistant materials is required - mechanical engineering, mining, production of equipment for construction and others.

Keywords: wear-resistant chromium cast irons, internal cooling elements, structure, hardness, wear resistance

Введение. Износостойкие чугуны хромистые являются одними из наиболее распространенных износостойких материалов, которые широко применяют в машиностроении, горно-перерабатывающей промышленности, строительной отрасли и т. д. Из этих материалов изготавливают облицовки шаровых и центробежных мельниц, улитки насосов для перекачки шламов и пульпы, рабочие органы и элементы защиты дробебетных аппаратов и др. Износостойкие чу-

гуны хромистые (ИЧХ) содержат 16–28 % хрома, а также легирующие элементы (Ni, Mo, V, Mn), количество которых составляет 2–3 %. Часть отливок из ИЧХ эксплуатируется в тяжелых условиях (высокая твердость абразива, высокие скорости, нагрузки и интенсивность воздействия абразивных частиц). В таких условиях эксплуатируются центробежные дробилки и мельницы [1, 2]. Ресурс работы центробежных дробилок определяется износостойкостью деталей, работающих в условиях интенсивного абразивного воздействия. В таких условиях работают детали центробежных дробилок и мельниц, выпускаемых УП «НПО «Центр» (г. Минск), которые поставляются в Узбекистан. Это предприятие является крупнейшим в СНГ изготовителем оборудования для дробления и классификации минерального сырья.

Износостойкость деталей в значительной степени зависит от размеров эвтектических карбидов: чем они мельче, тем выше твердость и износостойкость. В свою очередь, при литье размер карбидов связан с толщиной детали (из-за меньшей скорости охлаждения в более толстых отливках образуются более крупные карбиды). В отливках имеется неравномерность по износостойкости, связанная с разным размером карбидов на поверхности детали и в центре. Поскольку в центре отливок из-за более низкой скорости затвердевания, чем на поверхности, кристаллизуются в 3–4 раза более крупные карбиды, чем в поверхностном слое, то и твердость в центре отливок ниже, а, следовательно, ниже и износостойкость [2, 3].

Отливки, особенно толстостенные, отлитые в песчаную форму (облицовка центробежных дробилок и мельниц), изготовленные из ИЧХ, обладают невысокой эксплуатационной стойкостью, так как при твердости наружной поверхности отливок в 48–50 HRC на глубине в 15–20 мм твердость составляет менее 46 HRC, а в центре отливок она еще ниже (менее 44 HRC). Это связано с неравномерной по толщине структурой отливок и крупным размером карбидов в центре [4]. Проблема усугубляется тем, что практически все отлитые в песчаную форму отливки имеют усадочную пористость и раковину.

Поэтому важной задачей является получение отливок, имеющих одинаковую структуру и твердость по всей толщине. Эту проблему можно решить, используя технологию литья ИЧХ с внутренними источниками теплоотвода (внутренними охлаждающими элемента-

ми). В этом случае твердость и структура получается более равномерной по толщине деталей [5].

Целью настоящей работы является определение влияния охлаждающих элементов на затвердевание отливок, полученных в земляных формах с помощью аппарата моделирования литейных технологий, исследование структуры и механические свойства отливок из износостойкого хромистого чугуна, полученных с использованием внутренних закладных охлаждающих элементов.

Для достижения цели в работе решены следующие задачи:

– проведено моделирование затвердевания отливок «Плитка» с внутренними охлаждающими элементами различного диаметра в программе LVMFlow (в земляной форме);

– определено влияние размера охлаждающих элементов на скорость охлаждения расплава в предкристаллизационный период с помощью графических возможностей программы LVMFlow;

– исследованы структуры и механические свойства (определена твердость отливок) отливок из износостойкого хромистого чугуна, полученных с использованием внутренних закладных охлаждающих элементов.

Материалы и методы исследования. При проведении исследований использован износостойкий хромистый чугун марки ИЧХ18ВН, химический состав которого приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Составы исследуемых чугунов

Марка чугуна	Содержание химических элементов, % по массе									
	C	Si	Cr	Mo	Mn	W	Ni	V	P	S
ИЧХ18ВН	3,4–3,6	0,47	18,5	0,34	0,59	0,38	0,55	0,2	≤ 0,05	≤ 0,01

Температура заливки ИЧХ составляла 1400 °С. Чугун применяют для отливок горно-обогачительного оборудования, работающих в условиях интенсивного абразивного износа (питающие диски, подложки, плиты для дробилок и др.).

Известно, что в литейном производстве для ускорения охлаждения и устранения усадочных дефектов в тепловых узлах устанавливают внутренние холодильники. При использовании внутренних закладных охлаждающих элементов скорость охлаждения отливки в центре увеличивается, что приводит к измельчению структуры. В

заводской практике используют внутренний закладной охлаждающий элемент. Он обеспечивает ускоренное охлаждение центральной части отливки, измельчает структуру, повышает твердость. Для выбора размеров холодильников можно использовать методику, применяемую для внутренних холодильников, используемых в литейном производстве [5].

Холодильники следует изготавливать из того же материала, что и отливки, а именно из хромистого чугуна. Холодильники имеют значительно меньшее поперечное сечение, чем отливки (приблизительно $0,2 D_b$, где D_b – диаметр окружности, вписанной в отливку по толщине). Структура самих холодильников значительно мельче, чем у отливки (а, следовательно, их твердость и износостойкость больше). В свою очередь, за счет ускоренного охлаждения структура отливки вокруг холодильника в центре будет значительно мельче, чем в отливке без холодильников.

В дальнейшем проведено моделирование процесса затвердевания отливок из ИЧХ с внутренними металлическими охлаждающими элементами разной толщины с помощью программы LVMFLow. Моделируемая литейная форма полностью соответствовала реально используемой песчаной форме (в форме находится 5 отливок), 3 отливки имеют внутренние охлаждающие элементы из ИЧХ диаметром 8; 12 и 15 мм, две отливки – без охлаждающих элементов для сравнения (рисунок 1, а). Использование аппарата моделирования затвердевания отливок позволяет оценить воздействие размера внутренних охлаждающих элементов на скорость охлаждения расплава в предкристаллизационный период, когда образуются центры кристаллизации, что в дальнейшем влияет на дисперсность структуры (рисунок 1, б).

Анализ распределения температур в затвердевающих отливках показал, что температура расплава в отливках с внутренними охлаждающими элементами значительно ниже, чем без их использования. Таким образом, для увеличения скорости охлаждения эффективно использовать только охлаждающие элементы диаметром не менее 15 мм (рисунок 2).

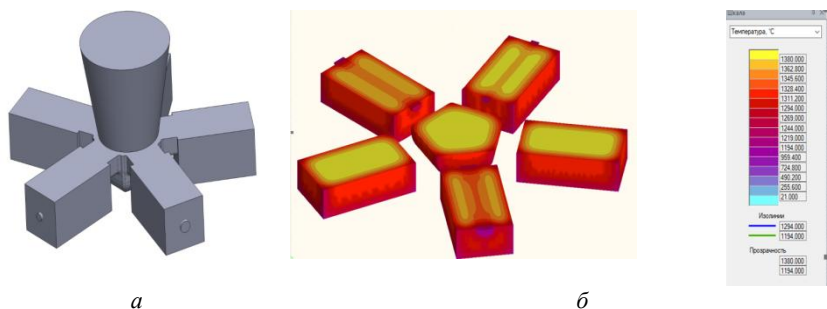


Рисунок 1 – Модель куста отливок:
a – «Плитка» с внутренними охлаждающими элементами различного диаметра и без них; *б* – распределение температурных полей в затвердевающих отливках с различными внутренними охлаждающими элементами и без них (15 с от начала охлаждения)

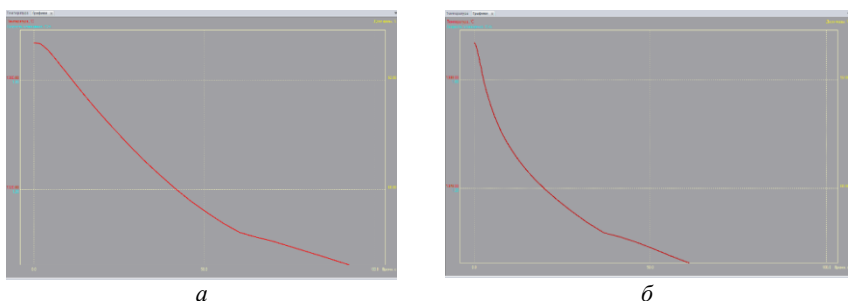


Рисунок 2 – Зависимость температуры расплава в песчаной форме от времени охлаждения в 9 мм от поверхности отливок:

- a* – отливка, охлаждающаяся без внутренних холодильников;
- б* – отливка, охлаждающаяся внутренним холодильником \varnothing 15 мм

Результаты и их обсуждение. Как видно из рисунка 2, скорость охлаждения расплава в предкристаллизационный период в отливке с внутренним холодильником \varnothing 15 мм в 2 раза выше, чем без его использования. В результате отливка с охлаждающим элементом будет иметь структуру в 1,5–2 раза более мелкую, а, следовательно, более высокую твердость и износостойкость, чем без охлаждающего элемента. Для эффективного измельчения структуры согласно результатам моделирования, необходимо использовать охлаждающие элементы массой не менее 2 % от массы отливки (\varnothing не менее 15 мм).

В качестве экспериментальной (для установки внутренних охлаждающих элементов) была выбрана отливка «Плитка». Отливка изготовлена в литейной форме из песчаной холодно-твердеющей смеси. Размеры отливки 90×50×50 мм. Изготовлены литейные формы из холодно-твердеющей смеси для отливки «Плитка». В литейные формы были вставлены внутренние охлаждающие элементы диаметром 8, 12, 15 мм (рисунок 3). Литейные формы с охлаждающими элементами были залиты расплавом ИЧХ18ВН. Полученные отливки показаны на рисунке 3, *а, б*.

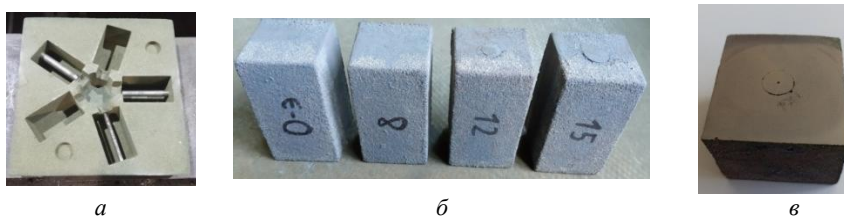


Рисунок 3 – Технология изготовления отливок с внутренними охлаждающими элементами:

а – литейная форма с закладными охлаждающими элементами;
б – отливки; *в* – отливка, разрезанная пополам

Как видно из рисунков, внутренние холодильники плотно удерживаются в центре отливок, они частично сварились с основным металлом. Все отливки не имеют трещин после затвердевания. Из разрезанных отливок были изготовлены шлифы для оценки микроструктуры (рисунок 4).

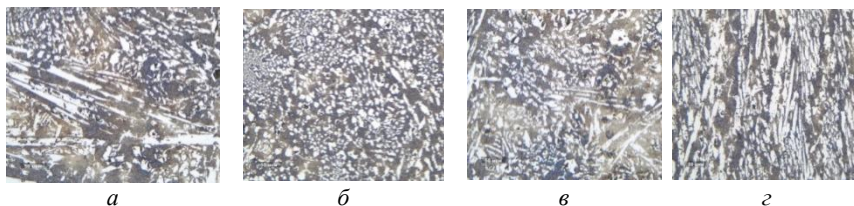


Рисунок 4 – Структура отливок:

а – структура в центре отливки без внутреннего холодильника; *б* – структура внутреннего холодильника Ø 15 мм; *в* – структура в 12,5 мм от поверхности отливки без внутреннего холодильника; *г* – структура в 12,5 мм от поверхности отливки с внутренним холодильником Ø 15 мм

Анализ структуры показал (рисунок 5), что использование внутренних охлаждающих элементов приводит к измельчению структуры (уменьшению размера эвтектических карбидов). Также показана зависимость размера эвтектических карбидов от диаметра внутреннего холодильника.



Рисунок 5 – Зависимость размера эвтектических карбидов от диаметра внутренних холодильников

Как следует из рисунка 5, использование внутренних холодильников приводит к измельчению карбидов в центре отливки почти вдвое (особенно при использовании холодильника Ø 15 мм). Использование холодильников повышает твердость в центре отливки от 48 HRC до 56 HRC. Наибольшую твердость (58 HRC) и износостойкость имеет внутренний закладной охлаждающий элемент, обладающий самой мелкой структурой.

На основании результатов настоящей работы на ПО «Навоийский машиностроительный завод» (г. Навои, Узбекистан) изготавливают отливки, полученные с помощью (внутренних) металлических холодильников из ИЧХ280Х29НЛ (рисунок 6).

Выводы. Применение внутренних холодильников позволило повысить износостойкость на 20 % деталей «Башмак» весом 45 кг для центробежных дробилок «СЕМКО KEV 96». Проведенные исследования износостойкости деталей, полученных с холодильниками для центробежных дробилок производства НПО «Центр» (г. Минск, Республика Беларусь), показали аналогичное повышение износостойкости на 20–25 %.



Рисунок 6 – Отливки «Башмак», полученные с помощью (внутренних) металлических холодильников из ИЧХ280Х29НЛ, *a* – внутренние холодильники

Анализ микроструктуры показал, что причиной повышения износостойкости, как и следовало ожидать, является использование внутренних холодильников, что приводит к измельчению карбидов в центре отливки почти вдвое (особенно при использовании холодильника Ø 15 мм).

Использование аппарата моделирования литейных процессов дает возможность определить размер охлаждающих элементов для различных отливок и литейных форм, который позволит существенно увеличить скорость охлаждения при кристаллизации отливок, за счет чего повышается твердость и износостойкость отливок. Работы по исследованию износостойкости отливок из хромистых чугунов, полученных с использованием внутренних охлаждающих элементов в промышленных условиях показали, что литье с их применением позволяют увеличить износостойкость деталей, не менее, чем на 20 %.

Список литературы

1. Гарбер, М. Е. Износостойкие белые чугуны: свойства, структура технология, эксплуатация/ М. Е. Гарбер. – М.: Машиностроение, 2010. – 280 с.

2. Результаты исследования структуры отливок из белых износостойких чугунов. / А. А. Жумаев [и др.] // Черные металлы. – 2022. – № 2 (1082). – С. 4–10.

3. Повышение ресурса работы деталей из износостойких хромистых чугунов / К. Э. Барановский [и др.] // Металлургия. Республ. межвед. сб. науч. тр. – Минск: БНТУ, 2019. – Вып. 40. – С. 78–83.

4. **Жумаев, А. А.** Анализ микроструктуры износостойких хромистых чугунов после термической обработки / А. А. Жумаев, К. Э. Барановский, Ю. Н. Мансуров // *Литье и металлургия*. – 2021. – № 1. – С. 142–148.

5. **Оптимизация** состава и структуры износостойких белых чугунов, используемых в горнодобывающей промышленности / А. А. Жумаев [и др.] // *Черные металлы*. – 2020. – № 12 (1068). – С. 4–10.

References

1. **Garber, M. E.** *Iznosostojkie belye chuguny: svojstva, structura, tekhnologiya, ekspluatatsiya* [Wear-resistant white cast irons: properties, structure, technology], operation / M. E. Garber. – Moscow: Mashinostroenie Publ., 2010. – 280 p.

2. **Rezul'taty issledovaniya struktury otливok iz belyh iznosostojkih chugunov** [Results of research of structure of castings from white wear-resistant cast irons] / А. А. Zhumaev [et al.] // *CHernye metally = Ferrous Metals*. – 2022. – No 2 (1082). – P. 4–10.

3. **Povyshenie resursa raboty detalej iz iznosostojkih hromistyh chugunov** [Increasing the service life of parts made of wear-resistant chromium cast irons] / К. Е. Baranovsky [et al.] // *Metallurgiya: Respublikanskij mezhdedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: Republican interdepartmental collection of scientific papers*. – Minsk: BNTU Publ., 2019. – Vyp. 40. – P. 78–83.

4. **Zhumaev, A. A.** *Analiz mikrostruktury iznosostojkih hromistyh chugunov posle termicheskoy obrabotki* [Analysis of microstructure of wear-resistant chrome cast irons after heat treatment] / А. А. Zhumaev, К. Е. Baranovsky, Y. N. Mansurov. // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2021. – No. 1. – P. 142–148.

5. **Optimizatsiya sostava i struktury iznosostojkih belyh chugunov, ispol'zuemyh v gornodobyvayushchej promyshlennosti** [Optimisation of composition and structure of wear-resistant white cast irons used in the mining industry] / А. А. Zhumaev [et al.] // *CHernye metally = Ferrous Metals*. – 2020. – No. 12 (1068). – P. 4 – 10.

Поступила 11.11.2024
Received 11.11.2024

СТРУКТУРА ГИБРИДНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВЫДЕЛЕННЫХ ИЗ ЛИТЕЙНЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ ШЛАКОВ ПОРОШКОВ

И. В. РАФАЛЬСКИЙ, канд. техн. наук,
П. Е. ЛУЩИК, канд. техн. наук, **А. Д. РУЛЕНКОВ**
РИУП «НТП БНТУ «Политехник»
Л. П. ДОЛГИЙ, канд. техн. наук, **О. Г. ДЕВОЙНО**, д-р техн. наук,
Г. В. ДОВНАР, канд. техн. наук
Белорусский национальный технический университет

Представлены результаты исследования структуры гибридных функционально-градиентных материалов, полученных с использованием порошков, выделенных из литейных алюминиевых шлаков, образующихся при металлургической переработке алюмоматричных кварцсодержащих композиций. Установлено, что в результате лазерной обработки покрытий, полученных газопламенным напылением на поверхность стальной подложки дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций, формируется беспористая, мелкодисперсная структура поверхностного покрытия.

***Ключевые слова:** функционально-градиентные материалы, покрытия, структура, лазерная обработка*

STRUCTURE OF HYBRID FUNCTIONAL-GRADIENT MATERIALS OBTAINED USING POWDERS SEPARATED FROM CASTING ALUMINUM SLAGS

I. V. RAFALSKI, Ph. D. in Technical Sciences,
P. E. LUSHCHIK, Ph. D. in Technical Sciences, **A. D. RULENKOV**,
Science and Technology Park of BNTU “Polytechnic”
L. P. DOLGIY, Ph. D. in Technical Sciences **O. G. DEVOINO**, Dr.
of Engineering Sciences **G. V. DOVNAR**, Ph. D. in Technical Sciences
Belarusian National Technical University

The article presents the results of the study of the structure of hybrid functionally graded materials obtained using powders of foundry aluminum slags formed during metallurgical processing of aluminum-matrix quartz-containing

compositions. The laser processing coatings obtained by flame spraying on the surface of a steel substrate of dispersed materials synthesized during metallurgical processing of foundry aluminum-matrix compositions results to pore-free, finely dispersed structure of the surface coating.

Keywords: *functionally graded materials, coatings, structure, laser processing*

Введение. Функционально-градиентные материалы (ФГМ) представляют собой класс материалов, состав, структура и свойства которых постепенно изменяются в заданном направлении [1]. Концепция ФГМ характеризует качественно новый этап в развитии материалов, которые отличаются большим структурно-конструкционным разнообразием и могут включать разнородные материалы с различными физико-механическими свойствами.

В зависимости от назначения при получении ФГМ могут быть использованы металлические, керамические, полимерные материалы, а также их комбинации – гибридные функционально-градиентные материалы (ГФГМ). Обладая требуемым сочетанием свойств, ГФГМ могут быть широко востребованы в различных отраслях промышленности [2].

Существующие технологии изготовления ГФГМ интенсивно развиваются с целью обеспечения требуемого уровня эксплуатационных свойств изделий. Изменения структуры поверхности ГФГМ реализуются в методах лазерной обработки, в которых совмещаются физико-химические процессы плавления и взаимодействия разнородных материалов подложки и слоев поверхностных покрытий, прежде всего, для повышения твердости и износостойкости материалов [3]. При этом материал покрытия может быть предварительно нанесен одним из известных способов, таких как напыление газотермическими или газодинамическими методами, физико-химическим осаждением, либо может быть нанесен в виде клеювого порошкового состава на поверхность подложки. Последующая лазерная обработка покрытий приводит к чрезвычайно быстрым процессам расплавления, диффузии материалов покрытий и поверхности подложки в локальной зоне плавления с последующим образованием закалочных структур [1–4].

Перспективы развития способов получения и применения ГФГМ с использованием процессов лазерной обработки керамических и металлических материалов определяются совершенствованием методов формирования поверхностных покрытий, в том числе применением бесклеевых способов предварительного нанесения материалов поверхностных покрытий на детали, поскольку клеевые материалы являются дополнительным источником примесей и газов, способствующих образованию дефектов в формируемых при лазерной обработке структурах, а также использованием дисперсных материалов для поверхностных покрытий, полученных из вторичного сырья и отходов металлургического производства литейных сплавов. Для реализации поставленной задачи были проведены экспериментальные работы по оценке возможности получения ГФГМ с использованием дисперсных материалов с высоким содержанием алюмооксидных фаз, выделенных из литейных алюминиевых шлаков, образующихся при металлургической переработке алюмоматричных кварцсодержащих композиций [5].

Методика исследования. Процесс переработки литейного алюминиевого шлака включал этапы предварительного просеивания для удаления крупных фрагментов металлической фракции и конгломератов (более 3 мм), выщелачивания шлаковых фаз с последующей сушкой, размельчения и механической классификации полученного порошкового материала на основе системы Al_2O_3-Al [6].

Предварительное нанесение подготовленного порошкового материала, выделенного из литейного алюминиевого шлака, на поверхность подложки осуществляли методом газопламенного напыления, при этом первоначальная толщина осажденного материала составляла около 500 мкм. В качестве подложки для экспериментальных образцов использовали пластины из стали 65Г. После нанесения материала газопламенным методом на поверхность подложки полученные покрытия подвергали лазерной обработке. Лазерная обработка поверхности проводилась волоконным иттербиевым лазером YLR-1 мощностью 1 кВт при скорости сканирования 5 мм/с.

Исследование структуры покрытий системы Al_2O_3-Al , полученных с использованием дисперсных материалов, образующихся при металлургической переработке алюмоматричных кварцсодержащих

композиций, проводили с использованием оптической и электронной (СЭМ VEGA II LMU) микроскопии.

Результаты исследований и их обсуждение. На рисунках 1–4 представлены макро- и микроструктуры полученных газопламенных покрытий до и после лазерной обработки.

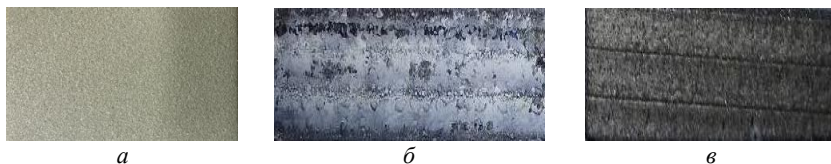


Рисунок 1 – Макроструктура поверхности покрытий на основе системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, полученного газопламенным напылением дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций:

a – до лазерной обработки; *б* – после лазерной обработки при скорости сканирования 100 мм/мин и дистанции до покрытия 135 мм; *в* – после лазерной обработки при скорости сканирования 500 мм/мин и дистанции до покрытия 400 мм

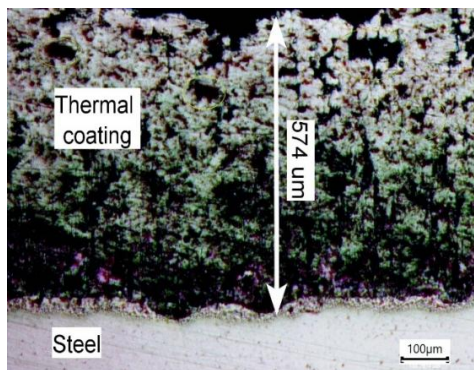


Рисунок 2 – Микроструктура покрытия (поперечный срез) на основе системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, полученного газопламенным напылением дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций

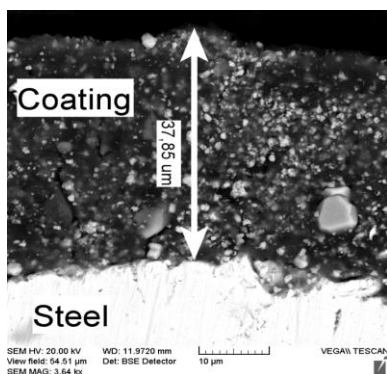
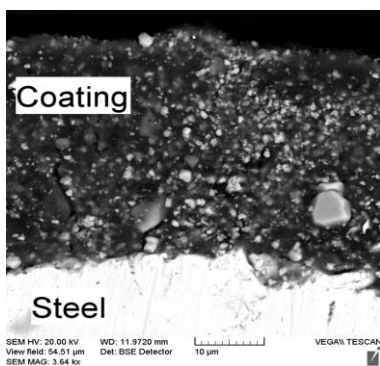


Рисунок 3 – Микроструктура покрытия (поперечный срез) на основе системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, полученного газопламенным напылением дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций, после лазерной обработки (режим обработки: скорость сканирования 100 мм/мин; дистанция до покрытия 135 мм)

Структура покрытия на основе системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, полученного газопламенным напылением дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций, характеризуется достаточно высокой закрытой пористостью (рисунок 2). В среднем толщина покрытия составила 500–600 мкм.

Покрытие после лазерной обработки (скорость сканирования 100 мм/мин; дистанция до покрытия 135 мм, рисунок 3) характеризуется видимым отсутствием пор, со структурой хорошо сплавленных металлических и неметаллических составляющих различной размерности (микронной, субмикронной, наноразмерной), находящейся, в основном, в пределах от 100 нм до 10 мкм, преимущественно неправильной формы (морфологии).

В структуре покрытия после лазерной обработки идентифицируются продольные и поперечные микротрещины (от 1 мкм до 10 мкм). Толщина покрытия после лазерной обработки составила около 38 мкм, что более, чем в 10 раз меньше начальной толщины поверхностного покрытия, полученного газопламенным напылением (рисунок 3).

Изменение параметров лазерной обработки (скорости и дистанции сканирования) приводит к существенному изменению структу-

ры покрытия. На рисунке 4 представлено изображение микроструктуры покрытия, полученного газопламенным напылением после лазерной обработки с использованием следующих параметров: скорость сканирования 500 мм/мин, дистанция до покрытия 400 мм.

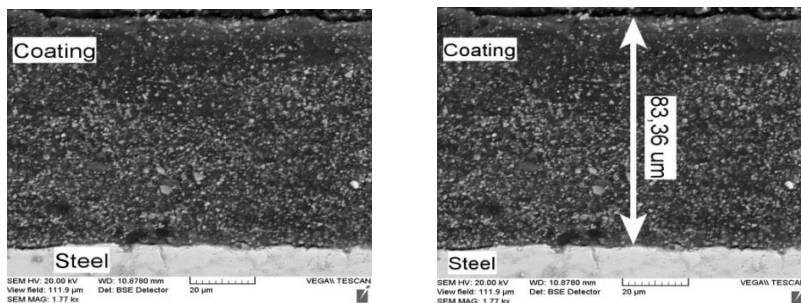


Рисунок 4 – Микроструктура покрытия (поперечный срез) на основе системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, полученного газопламенным напылением дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций, после лазерной обработки (режим обработки: скорость сканирования 500 мм/мин, дистанция до покрытия 400 мм)

Установлено, что полученное покрытие характеризуется однородной структурой с хорошо сплавленными металлическими и неметаллическими частицами, размер которых варьируется от 100 нм до 6–8 мкм, преимущественно глобулярной морфологии и равномерным распределением по сечению покрытия. При этом в структуре покрытия не наблюдается дефектов в виде пор и трещин. Толщина покрытия составила около 80 мкм, что примерно в 7 раз меньше начальной толщины поверхностного покрытия, полученного газопламенным напылением.

Таким образом, экспериментально установлено, что в результате лазерной обработки толщина материала покрытия на основе системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, полученного газопламенным напылением на поверхность стальной подложки дисперсных материалов, синтезированных при металлургической обработке литейных алюмоматричных композиций, уменьшается в 7–10 раз. При этом отмечается формирование плотной, беспористой мелкодисперсной структуры материала, в отличие от исходной пористой структуры газопламенного покрытия. Максимальные значения твердости полученных после лазерной обработки покрытий составили 680 HV.

Полученные результаты исследований по формированию защитных покрытий с использованием дисперсных материалов на основе системы «оксид алюминия–алюминий», выделенных из шлаков литейного производства алюминиевых сплавов, могут быть использованы при разработке составов и способов получения функционально-градиентных материалов с применением методов высокоэнергетической лазерной обработки.

Список литературы

1. Минько, Д. В. Теория и практика получения функционально-градиентных материалов импульсными электрофизическими методами / Д. В. Минько, К. Е. Белявин, В. К. Шелег. – Минск: БНТУ, 2020. – 450 с.

2. Time efficient laser modification of steel surfaces for advanced bonding in hybrid materials / D. Voswinkel [et al.] // Production Engineering. – 2021. – Vol. 15. – P. 263–270.

3. Dutta Majumdar, J. Laser processing of materials / J. Dutta Majumdar, I. Manna // Sadhana. – 2003. – Vol. 28, Parts 3&4. – P. 495–562.

4. Woldetinsay G. Jiru. Laser Surface Alloying of Copper, Manganese, and Magnesium with Pure Aluminum Substrate / Woldetinsay G. Jiru, M. Ravi Sankar, Uday S. Dixit // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2016. – Vol. 25 (3). – P. 1172–1181.

5. Структура и свойства шлаков, образующихся при металлургической переработке алюмоматричных кварцсодержащих композиций / И. В. Рафальский [и др.] // Металлургия: Республ. межвед. сб. науч. тр. – Минск: БНТУ, 2021. – Вып. 42. – С. 26–34.

6. Процессы переработки солевых шлаков алюминиевого производства для получения порошкового материала с высоким содержанием алюмооксидных фаз / Б. М. Немененок [и др.] // Литье и металлургия. – 2022. – № 4. – С. 88–96.

References

1. Minko, D. V. *Teorija i prakтика poluchenija funkcionalno-gradientnyh materialov impulsnymi elektrofizichesкими metodami* [Theory and practice of obtaining functionally graded materials by pulsed elec-

trophysical methods] / D. V. Minko, K. E. Beljavin, V. K. Sheleg. – Minsk: BNTU Publ., 2020. – 450 p.

2. Time efficient laser modification of steel surfaces for advanced bonding in hybrid materials / D. Voswinkel [et al.] // *Production Engineering*. – 2021. – Vol. 15. – P. 263–270.

3. Dutta Majumdar, J. Laser processing of materials / J. Dutta Majumdar, I. Manna // *Sadhana*. – 2003. – Vol. 28, Parts 3&4. – P. 495–562.

4. Woldetinsay G. Jiru. Laser Surface Alloying of Copper, Manganese, and Magnesium with Pure Aluminum Substrate / Woldetinsay G. Jiru, M. Ravi Sankar, Uday S. Dixit // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2016. – Vol. 25 (3). – P. 1172–1181.

5. *Struktura i svojstva shlakov, obrazujuschisja pri metallurgicheskoj pererabotke aljumomatricznych kvartcsoderzhaschih kompozitsij* [Structure and properties of slags formed during metallurgical processing of aluminum matrix quartz-containing compositions] / I. V. Rafalski [et al.] // *Metallurgija: Respublikanskij mezhvedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: Republican interdepartmental collection of scientific papers*. – Minsk: BNTU, 2021. – Vyp. 42. – P. 26–34.

6. *Processy pererabotki solevyh shlakov aljuminievogo proizvodstva dlja poluchenija poroshkovogo materiala s vysokom sodержaniem aljumooksidnyh faz* [Processes of salt slag recycling in aluminum production to obtain powder material with a high content of aluminum oxide phases] / B. M. Nemenenok [et al.] // *Litje i metallurgija = Foundry production and metallurgy*. – 2022. – No 4. – P. 88–96.

Поступила 11.11.2024

Received 11.11.2024

УДК 669.35–539.389.3

**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ МЕТОД СНИЖЕНИЯ КОРОбЛЕНИЯ
ИЗДЕЛИЙ МАЛОЙ ЖЕСТКОСТИ**

А. В. ТОЛСТОЙ, канд. физ.-мат. наук
Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси

Предложен метод, позволяющий снизить величину коробления изделий малой жесткости типа мембран анероидных чувствительных элементов. На основании изучения остаточных напряжений в поверхностных слоях мембран, величины их коробления и исследования механических свойств материала выбран температурно-временной интервал старения, обеспечивающий минимальное коробление при сохранении изделием требуемого уровня эксплуатационных свойств.

Ключевые слова: бериллиевая бронза, упругие чувствительные элементы, остаточные напряжения, коробление, старение

**TECHNOLOGICAL METHOD FOR REDUCING WARPING
OF LOW-RIGIDITY PRODUCTS**

A.V. TOLSTOJ, Ph. D. in Physical and Mathematical Sciences
Joint Institute of Mechanical Engineering of the National Academy
of Sciences of Belarus

A method has been proposed to reduce the amount of warping of low-rigidity products such as membranes of aneroid sensitive elements. Based on a study of residual stresses in the surface layers of membranes, the magnitude of their warping and a study of the mechanical properties of the material, a temperature-time aging interval was selected that ensures minimal warping while maintaining the required level of performance properties of the product.

Keywords: beryllium bronze, elastic sensitive elements, residual stresses, warping, aging

Введение. Основой многих приборов, применяемых в различных областях современной техники, являются упругие чувствительные элементы (УЧЭ). Они используются в измерительных системах, устройствах контроля и регулирования. Особенно ответственна роль упругих элементов в измерительных приборах, если они применяются в качестве датчиков, воспринимающих измеряемую величину. В этих случаях точность и надежность работы прибора во многом зависит от качества чувствительного упругого элемента. К упругим чувствительным элементам относятся пружины, мембраны, сильфоны, манометрические трубки и др. Эти элементы в основном используются для преобразования давлений, разрежений, усилий, деформаций и моментов в механическое, линейное или угловое перемещение. В авиационных приборах в основном используют датчики мембранного типа. Мембрана представляет собой тонкую круглую пластину, закрепленную по наружному контуру. Под действием разности давлений мембрана прогибается и ее центр получает перемещение, которое через передаточный механизм передается на стрелку или на промежуточный элемент прибора. При этом наибольшее распространение получили гофрированные мембраны. Гофры представляют собой кольцевые волны на поверхности мембраны. Профиль их может быть различным и определяется требуемой зависимостью между ходом мембраны и давлением. Вид профиля, форма и размер упругого элемента, а также толщина материала, из которого он будет изготовлен, выбираются на стадии проектирования упругого элемента [1–6]. В авиационной технике наибольшее распространение получили анероидные чувствительные элементы (АЧЭ), представляющие собой закрытую манометрическую коробку, из внутренней полости которой выкачан воздух, т. е. давление внутри коробки почти отсутствует. Датчики этого типа применяются в высотомерах, самописцах высоты, датчиках высоты и других приборах. Технология изготовления упругих элементов типа мембран предусматривает ряд операций, включающих формирование самого элемента (обычно это штамповка) и термическую (термомеханическую) обработку материала, из которого он изготовлен. Методам получения упругих чувствительных элементов посвящен ряд патентов, в частности [7]. Достаточно подробный аналитический обзор патентов, посвященных этой теме, приведен в работах [8, 9]. При этом предполагается, что упругие элементы по-

сле всех технологических операций их изготовления будут иметь «идеальную» форму, заданную в конструкторской документации.

Большинство анероидных чувствительных элементов ответственного назначения изготавливается из сплавов медь-бериллий или, как их называют иначе, бериллиевых бронз. Бериллиевые бронзы представляют собой типичные дисперсионно-твердеющие сплавы, высокие прочностные свойства которых достигаются в процессе их термической обработки [10–13]. В классической схеме термообработка бериллиевых бронз включает в себя закалку и последующее старение. Кроме этого, применяют термомеханическую обработку, в которой закаленный материал перед старением подвергается холодной пластической деформации (прокатке) со степенями обжатия от 11 до 37 %. Старение является одной из важнейших операций, в процессе которой, собственно, и формируются прочностные и упругие свойства бериллиевых бронз. От правильности ее выполнения (точнее, от грамотного выбора соотношения температура – продолжительность выдержки и точности реализации выбранного режима старения) зависит уровень прочностных и упругих характеристик материала. Именно структура материала, сформировавшаяся в процессе его старения, обуславливает основные служебные свойства упругих элементов, стабильность их рабочих характеристик и, как следствие этого, надежность и долговечность изделий в целом.

Важной технологической характеристикой изделий из стареющих сплавов, в частности бериллиевых бронз, является величина их коробления (деформации). Наиболее предрасположены к короблению изделия особо малой жесткости, например такие, как мембраны большого диаметра и малой толщины. В то же время к геометрической форме этих изделий предъявляются очень высокие требования. Известно, что причиной коробления изделий являются внутренние напряжения, обусловленные значительными объемными изменениями, которые развиваются по сечению детали неоднородно. Для уменьшения величины коробления на всех приборостроительных предприятиях старение изделий из бериллиевой бронзы проводят в специальных оправках (зажимах) т. е. в так называемом «заневоленном» состоянии. Однако после такой термообработки геометрическая форма далеко не всех мембран соответствует строгим допускам.

Несмотря на важность проблемы, существует весьма ограниченное число работ, опубликованных в 1980-х годах, в которых предлагаются методы снижения деформаций изделий из бериллиевой бронзы [16, 17]. Следует отметить, что в последующие годы в научной и технической литературе отсутствуют публикации по данной теме, а также сведения о практическом применении указанных в работах [16, 17] способов. Кроме того, как будет показано ниже, предлагаемые в них рекомендации либо не приводят к желаемому результату, либо существенно увеличивают трудоемкость и продолжительность термообработки, что нерационально в условиях массового производства.

Методика эксперимента. Объектом исследования являлись мембраны анероидных чувствительных элементов, изготовленных из сплава БрБНТ-1,9Мг. Их старение проводили в расплаве солей следующего состава: KNO_3 – 50 %, NaNO_2 – 50 %. Температуру в соляной ванне регулировали с помощью прибора БРМ–2000, позволяющего поддерживать заданную температуру с точностью ± 2 °С. Величину коробления мембран определяли как разность положений точек профиля мембраны до и после старения. При измерении фиксировали положение вершины и впадины каждого гофра в точках, расположенных в двух взаимно перпендикулярных направлениях. За меру коробления принималась высота конуса мембраны. Величину остаточных напряжений в поверхностном слое мембран определяли рентгенографически с использованием метода наклонных съемок ($\sin^2\Psi$ – метод [18]). Для оценки уровня механических свойств материала изучали его твердость, предел упругости и релаксационную стойкость. С этой целью одновременно с мембранами термообработывали образцы из того же материала размером $100 \times 5 \times 0,3$ мм.

Результаты и их обсуждение. *Анализ существующих методов снижения коробления изделий.* Как указывалось выше, основным методом снижения коробления изделий является их старение в оправках. Этот прием хорошо известен и широко применяется в производстве.

В качестве иллюстрации на рисунке 1 приведено схематическое изображение и общий вид оправки, которая применялась в данной работе при старении гофрированных мембран.

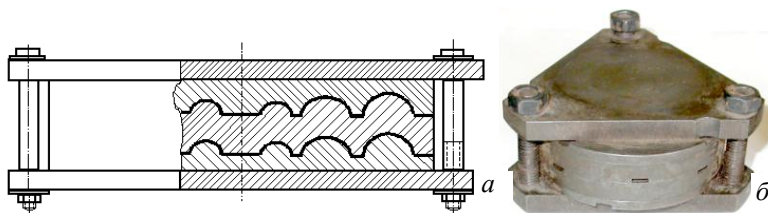


Рисунок 1 – Схематическое изображение (а) и общий вид (б) оправки для старения мембран

Однако, как указывают авторы работы [15], установленный на основании изучения механических свойств сплава БрБНТ-1,9Мг оптимальный режим старения при $t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 3\text{ ч}$ не может обеспечить высокой стабильности размеров, а, следовательно, и рабочих характеристик упругих элементов. Это мотивируется тем, что величина остаточных напряжений в поверхностных слоях материала после такой термообработки довольно высока (60 МПа). Ее можно снизить до 50–45 МПа, вдвое увеличив время старения, но при этом произойдет заметное снижение механических свойств сплава.

В качестве другого пути снижения коробления предлагается проведение ступенчатого старения [16]. Этот метод заключается в том, что сначала проводится низкотемпературное старение заготовок (при 100–200 $^{\circ}\text{C}$), затем осуществляется формовка деталей и последующее их старение по режиму, обеспечивающему максимальное упрочнение сплава. При этом, по мнению авторов, коробление изделий будет меньше. Для проверки этого предложения был выполнен следующий эксперимент. В соответствии с рекомендациями [16] заготовки мембран, зажатые в струбцинах, подвергали старению по двум режимам: $t = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{ ч}$ и $t = 200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{ ч}$. Затем мембраны помещали в оправки и дополнительно старили при 320 $^{\circ}\text{C}$ в течение 3 ч. Результаты измерения геометрии мембран после ступенчатого и обычного старения приведены в таблице 1. Видно, что ступенчатое старение не приводит к сколь-нибудь заметному снижению величины коробления по сравнению с обычной термообработкой.

Одной из разновидностей ступенчатого старения является стабилизирующее старение. Его суть заключается в том, что после стандартного старения ($t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 3\text{--}4\text{ ч}$) проводят дополнительный

нагрев при температуре $t = 140\text{--}160\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 6–10 ч. В результате уровень остаточных напряжений снижается. Повторенный нами эксперимент показал, что геометрия мембран после такой комбинированной термообработки лучше, чем после стандартной, однако ее реализация почти втрое увеличивает продолжительность термообработки, что крайне нерационально при массовом производстве.

Таблица 1 – Влияние режимов термической обработки на свойства и величину коробления мембран

Режим старения	Δ , мкм	HV, МПа	$\sigma_{0,002}$, МПа
340 °С, 3 ч	725	3800	790
340 °С, 6 ч	660	3100	690
100 °С, 2 ч + 320 °С, 2 ч	710	3600	690
200 °С, 2 ч + 320 °С, 2 ч	720	3600	700
340 °С, 1 ч + 340 °С, 2 ч	680	3800	790
360 °С, 2 ч	280	3700	790
360 °С, 3 ч	270	3650	780
370 °С, 2 ч	265	3640	780

Еще один метод, обеспечивающий по мнению автора получение заданной геометрии изделий, предлагается в работе [17]. Используя свойство аддитивности режима термообработки бериллиевой бронзы, т. е. то обстоятельство, что старение, например, при $t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 3\text{ ч}$ адекватно старению при $t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 1,5\text{ ч} + t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 1,5\text{ ч}$, предлагается проводить термообработку в два этапа. На первом этапе изделие термообрабатывается некоторое время (например, 1 ч при общей продолжительности 3 ч) в свободном состоянии. Затем изделие охлаждается до комнатной температуры, помещается в оправку и старение продолжается в течение оставшихся 2 ч. В результате изделие должно принять форму, повторяющую форму оправки. Для оценки эффективности этого метода было проведено старение мембран по режиму $t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 1\text{ ч} + t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 2\text{ ч}$, представляющему собой двухступенчатую имитацию стандартного для данного сплава режима термообработки ($t = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 3\text{ ч}$). Прежде всего, отметим, что старение в сво-

бодном состоянии, как и следовало ожидать, привело к сильному короблению мембран. Они оказались изогнутыми, скрученными. Последующее старение в оправках существенно изменило форму мембран. Исчезло их скручивание, мембраны по борту вновь стали плоскими. Однако, как показало измерение их геометрии, форма мембран сильно отличалась от заданной техническими условиями. Кроме того, геометрия всех измеренных мембран оказалась различной. Изменение соотношений продолжительностей выдержки на первом и втором этапах старения (10–45 мин на первом и 1 ч 50 мин – 1 ч 15 мин на втором) также не привели к желаемому результату, т. к. геометрия мембран во всех случаях заметно отличалась от требуемой по ТУ. Причем, после каждой из этих термообработок мембраны имели свою индивидуальную геометрию. Наблюдаемое различие в геометрии мембран может быть объяснено тем, что возникающее на первом этапе старения коробление мембран ввиду многообразия вызывающих его факторов является неуправляемым и полностью не устраняется при последующем старении в оправке.

Таким образом, полученные данные показывают, что данный метод не может быть рекомендован для снижения коробления изделий сложной формы. Возможно, он применим для изделий более простой формы (типа витых и плоских пружин [4]), но для мембран малой жесткости этот метод оказывается неэффективным.

Разработка технологического режима снижения коробления изделий. Как следует из сказанного выше, выполненные нами в соответствии с рекомендациями авторов [16, 17] эксперименты не выявили каких-либо преимуществ предлагаемых ими комбинированных приемов термообработки перед обычным старением в оправках. Поэтому дальнейшие исследования по изысканию метода снижения коробления мембран были направлены на определение режима их старения в оправках, обеспечивающего минимальное коробление изделий при сохранении максимально высоких значений механических свойств материала. Известно, что величину коробления изделий можно уменьшить, увеличивая продолжительность старения. Однако это приводит к существенному разупрочнению материала. Существует и другой путь – изменение температуры старения. В этом случае представляется возможным путем соответствующего подбора температуры и продолжительности

сти выдержки не только снизить величину коробления, но и сохранить требуемый уровень основных механических свойств материала.

Одной из причин, вызывающих коробление изделий из бериллиевых бронз, являются остаточные напряжения, возникающие в материале в процессе его термообработки. Однако эта проблема практически не отражена в научной литературе.

Результаты изучения остаточных напряжений $\sigma_{ост}$ в поверхностных слоях мембран приведены на рисунке 2. В закаленном состоянии остаточные напряжения на поверхности мембран оказались сжимающими, равными -12 МПа. После 15 мин выдержки при всех исследованных температурах старения их знак изменился на положительный, т. е. сжимающие напряжения изменились на растягивающие. Дальнейшее старение при температурах 320 и 340 °С приводит к резкому возрастанию $\sigma_{ост}$, затем, после достижения пика, они начинают уменьшаться. Причем чем выше температура старения, тем меньше максимальный уровень остаточных напряжений и тем быстрее он достигается.

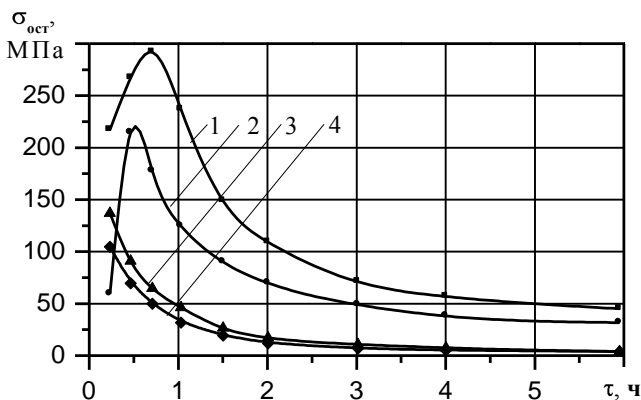


Рисунок 2 – Изменение остаточных напряжений в поверхностных слоях мембран в процессе старения при (°С):
1 – 320; 2 – 340; 3 – 360; 4 – 370

Так, при $t = 320$ °С максимальное значение (290 МПа) достигается после 45 мин старения, а при $t = 340$ °С – после 30 мин выдержки (220 МПа). Наиболее интенсивно остаточные напряжения уменьшаются в интервале выдержки 0,5–2 ч, затем скорость их изменения

резко замедляется. После 3 ч выдержки при $t = 340$ °С величина остаточных напряжений равна 50 МПа и после 6 ч уменьшается до 30 МПа. Для температур 360 и 370 °С на графике наблюдается только нисходящая часть кривой. По истечении 3 ч старения при $t = 360$ °С остаточные напряжения в поверхностных слоях мембран уменьшаются до 10 МПа и далее практически не изменяются.

Для изучения влияния температуры старения на величину коробления мембран была проведена их термообработка в интервале температур 320–370 °С. Продолжительность выдержки для каждой из температур составляла 3 ч. Результаты измерения величины коробления мембран в зависимости от температуры старения приведены на рисунке 3.

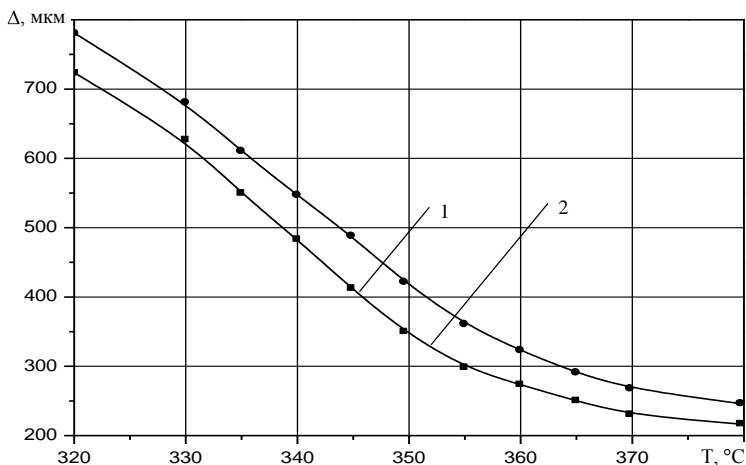


Рисунок 3 – Зависимость величины коробления (Δ) мембран толщиной 0,117–0,120 мкм (1) и 0,135–0,140 мкм (2) от температуры старения. Продолжительность выдержки – 3 ч

Очевидно, что коробление мембран существенно уменьшается с ростом температуры старения. Так, для мембран толщиной 0,136–0,140 мм величина коробления уменьшается от 725 мкм после старения при $t = 320$ °С, в течение $\tau = 3$ ч до 230 мкм после обработки при $t = 370$ °С, $\tau = 3$ ч. Аналогичная картина наблюдается и для более тонких мембран (0,117–0,120 мм) – коробление уменьша-

ется в том же интервале температур от 780 мкм до 270 мкм. Дальнейшее повышение температуры старения не оказывает заметного влияния на коробление. Оно оказывается практически одинаковым у мембран, состаренных при температурах 360 и 370 °С. Эти данные показывают, что удовлетворительные результаты по величине коробления мембран можно получить, проводя их термообработку при температуре 360–370 °С.

В дальнейшем выполнено исследование механических свойств материала, результаты которых представлены в таблице 1. Видно, что значения твердости и предела упругости материала после старения при температурах 360–370 °С длительностью 2–3 ч близки к тем, которые соответствуют старению по стандартному режиму (при $t = 340$ °С, $\tau = 3$ ч).

Кривые релаксации напряжений в сплаве медь–бериллий, состаренном по режимам при $t = 360$ °С, $\tau = 3$ ч, $t = 370$ °С, $\tau = 2$ ч и $t = 340$ °С, $\tau = 3$ ч, приведены на рисунке 4. Видно, что после старения при температурах 360–370 °С для всех исследованных уровней начального напряжения релаксационная стойкость сплава не хуже, чем после стандартной термообработки (340 °С, 3 ч).

Таким образом, после старения при температурах 360–370 °С продолжительностью 3 ч изделия имеют минимальное коробление и уровень остаточных напряжений. При этом основные механические свойства материала близки к тем, которыми он обладает после стандартной термообработки. Следовательно, с целью минимизации величины коробления изделий малой жесткости, изготовленных из бериллиевой бронзы, можно рекомендовать проводить их термообработку в стандартных оправках по режиму 360 °С, 3 ч или 370 °С, 2 ч.

Заключение. Предложен метод снижения коробления изделий малой жесткости, заключающийся в том, что старение мембран, помещенных в специальные оправки, проводят при повышенных температурах (360–370 °С). На основании изучения механических свойств сплава медь–бериллий, величины остаточных напряжений и коробления мембран, изготовленных из этого материала, установлено, что старение изделий малой жесткости (типа мембран большого диаметра и малой толщины) при 360–370 °С длительностью

2–3 ч обеспечивает минимальное их коробление при сохранении изделием требуемого уровня эксплуатационных свойств.

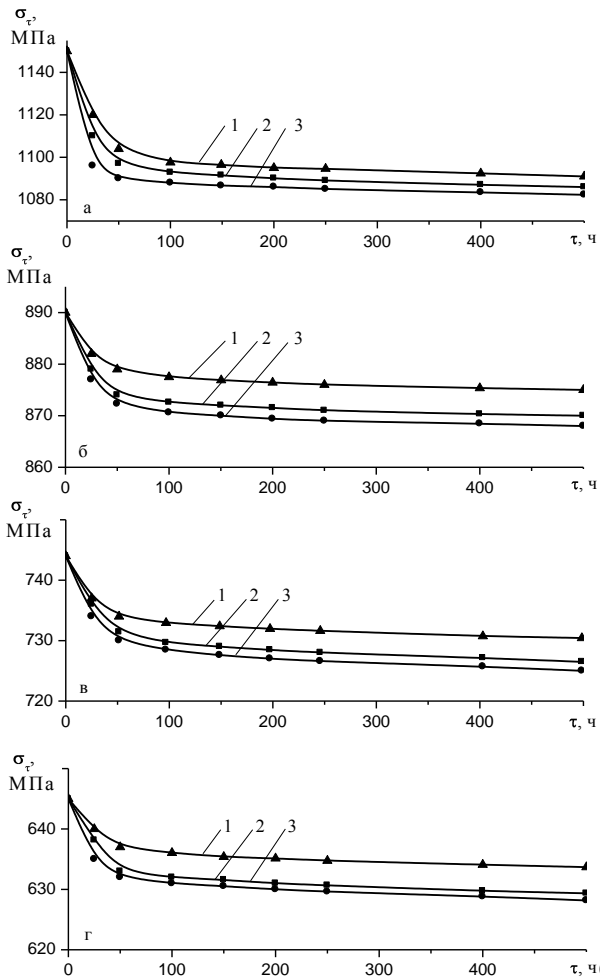


Рисунок 4 – Релаксация напряжений в сплаве БрБНТ–1,9Мг при комнатной температуре и уровнях начального напряжения (МПа)

1150 (а), 890 (б), 744 (в), 645 (г), состаренном по режимам:

1 – $t = 360^\circ\text{C}$, $\tau = 3$ ч; 2 – $t = 370^\circ\text{C}$, $\tau = 2$ ч; 3 – $t = 340^\circ\text{C}$, $\tau = 3$ ч

Список литературы

1. **Андреева, Л. Е.** Упругие элементы приборов / Л. Е. Андреева. – М.: Металлургия, 1981. – 456 с.

2. **Пономарев, С. Д.** Расчет упругих элементов машин и приборов / С. Д. Пономарев, Л. Е. Андреева. – М.: Машиностроение, 1980. – 376 с.

3. **Андреев, А. И.** Разработка методики в области проектирования мембранных датчиков давления / А. И. Андреев, А. В. Жуков, А. С. Яковичин // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2022. – Т. 24, № 1. – С. 28–34.

4. **Андреев, А. И.** Повышение надежности датчика давления на основе выбора оптимальной формы чувствительного элемента / А. И. Андреев, И. Н. Янкин // Научные исследования и разработки последнего десятилетия: взаимодействие прошлого и современного: Материалы XXII Всероссийской научно-практической конференции, Ростов-на-Дону, 25 ноября 2019 г. Ростов-на-Дону: Южный университет, 2019. – С. 74–76.

5. **Основные** принципы конструирования и расчёта компенсирующих полужестких мембранных металлических муфт / С. А. Граков [и др.] // Ученые записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета – 2019. – Т. 1, № 4 (40). – С. 37–45.

6. **Проектирование** мембранных чувствительных элементов круглой формы / А. И. Андреев [и др.]. // Universum: технические науки. – 2022. – № 11(104).

7. **Способ** изготовления мембраны для термочувствительных элементов: Патент РФ RU 2 292 532С1 / Босов Б. П., Полькин В. С., Фигуровский Д. К. Оpubл.: 2007.01.27.

8. **Исследование** методов обработки тонкостенных деталей из цветных материалов методом холодного выдавливания на основе анализа патентных источников. Часть 1 / А. В. Платонов [и др.] // Новый взгляд: междунар. научный вестник. – 2017. – Вып. 16. – С. 56–66.

9. **Исследование** методов обработки тонкостенных деталей из цветных материалов методом холодного выдавливания на основе анализа патентных источников. Часть 2. / А. В. Платонов [и др.] //

Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – 2017. – № 3. – С. 20–27.

10. Влияние старения на микротвердость и электропроводность сплава Cu–2 вес. % Be / Л. И. Зайнуллина [и др.] // *Frontier Materials & Technologies*. – 2022. – С. 69–75.

11. Толстой, А. В. Влияние технологических методов термической обработки мембран на свойства анероидных чувствительных элементов / А. В. Толстой // *Литье и металлургия*. – 2019. – № 3. – С. 126–132.

12. Толстой, А. В. Закономерности упрочнения сплава медь-бериллий / А. В. Толстой // *Весці НАН Беларусі, сер. фіз.-тех. наук*. – 2000. – № 4. – С. 8–13.

13. Толстой, А. В. Влияние холодной пластической деформации на структуру и свойства сплава медь-бериллий. II. Субмикроскопическая структура и свойства деформированных бериллиевых бронз / А. В. Толстой // *Материалы, технологии, инструменты*. – 2006. – Т. 11, № 1. – С. 18–24.

14. Ступенчатое старение медно-бериллиевых сплавов / Ж. П. Пастухова [и др.] // *Металлы*. – 1977. – № 5. – С. 155–162.

15. Пастухова, Ж. П. Пружинные сплавы меди / Ж. П. Пастухова, А. Г. Рахштадт. – М.: Металлургия, 1979. – 496 с.

16. Способ циклического старения бериллиевой бронзы: Авторское свид-во SU 1 412 356 A1 / Еремин А. И. [и др.]. Оpubл. 2005.07.10.

17. Комяк, Н. И. Рентгеновские методы и аппаратура для определения напряжений / Н. И. Комяк, Ю. Г. Мясников. – М.: Машиностроение, 1972. – 88 с.

18. Толстой, А. В. Сопротивление сплава медь-бериллий микропластической деформации / А. В. Толстой // *Весці НАН Беларусі, сер. фіз.-тех. наук*. – 2001. – № 4. – С. 13–17.

References

1. Andreeva, L. N. *Uprugie element priborov* [Elastic elements of devices] / L. A. Andreeva. – Moscow: Metallurgiya Publ., 1981. – 456 p.

2. Ponomarev, S. D. *Pascet uprugih elementov mashin i priborov* [Calculation of elastic elements of machines and devices] //

S. D. Ponomarev, L. N. Andreeva. – Moscow: Mashinostroenie Publ., 1980. – 376 p.

3. Andreev, A. I. *Razrabotka metodiki v oblasti proektirovaniya membrannyh datchikov davleniya* [Development of a methodology in the field of designing membrane pressure sensors] / A. I. Andreev, A. V. Zhukov. A. S. Yakovishin // *Vestnik Permskogo nacional'nogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie = Bulletin of the Perm National Research Polytechnic University. Mechanical engineering, materials science.* – 2022. – Vol. 24, No.1. – P. 28–34.

4. Andreev, A. I. *Povyshenie nadezhnosti datchika davleniya na osnove vybora optimal'noj formy chuvstvitel'nogo elementa* [Increasing the reliability of a pressure sensor based on choosing the optimal shape of the sensing element] / A. I. Andreev, I. N. Yankin // Research and development of the last ten years: interaction between the past and the modern: Materialy XXII Vseros. nauch.-pract. konf. Rostov-na-Dony, 25 November 2019. – P. 74–76.

5. Osnovnye princip konstruirovaniya i rascheta kompensiruyushchih poluzhestkih membrannyh metallicheskih muft [Basic principles of design and calculation of compensating semi-rigid membrane metal couplings] / S. A. Grakov [et al.] // *Uchenye zapiski Komsomol'skogo-na Amure gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta = Scientific notes of Komsomolsk-on-Amur State Technical University.* – 2019. – Vol. 1, No. 4 (40). – P. 37–45.

6. Proektirovanie membrannyh chuvstvitel'nyh elementov krugloj formy [Design of circular membrane sensing elements] / A. I. Andreev [et al.] // *Universum: tekhnicheskie nauki = Universum: technical sciences.* – 2022. – No. 11 (104).

7. Sposob izgotovleniya membrany dlya termochuvstvitel'nyh elementov [Method for manufacturing a membrane for temperature sensitive elements] / Bosov V. P., Pol'kin V.S., Figurovskij D. K.: Patent RF RU 2 292 532C1. Publ. 2007.01.27.

8. Issledovanie metodov obrabotki tonkostennyh detalej iz cvetnyh materialov metodom holodnogo vydavlivaniya na osnove analiza patentnyh istochnikov. CHast' I [Study of methods for processing thin-walled parts made of non-ferrous materials using the cold extrusion method based on an analysis of patent sources. Part 1] / A. V. Platonov [et al.] //

Novyj vzglyad: mezhdunarodnyj nauchnyj vestnik = New look: international scientific bulletin. – 2017. – Vyp. 16. – P. 56–66.

9. Issledovanie metodov obrabotki tonkostennykh detalej iz cvetnykh materialov metodom holodnogo vydavlivaniya na osnove analiza patentnykh istochnikov. *CHast' 2* [Study of methods for processing thin-walled parts made of non-ferrous materials using the cold extrusion method based on an analysis of patent sources. Part 2] / A. V. Platonov [et al.] // *Mezhdunarodnyj zhurnal prikladnyh i fundamental'nyh issledovanij = International Journal of Applied and Basic Research.* – 2017. – No. 3. – P. 20–27.

10. Vliyanie stareniya na mikrotverdest' i elektroprovodnost' splava Cu -2 ves.% Be [Effect of aging on microhardness and electrical conductivity of Cu-2 wt.% Be alloy] / L. I. Zajnullina [et al.] // *Frontier Materials & Technologies.* – 2022. – P. 69–75.

11. Tolstoj, A. V. *Vliyanie tekhnologicheskikh metodov termicheskoy obrabotki membran na svoystva aneroidnykh chuvstvitel'nyh elementov* [The influence of technological methods of thermal treatment of membranes on the properties of aneroid sensitive elements] / A. V. Tolstoj // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy.* – 2019. – No. 3. – P. 126–132.

12. Tolstoj, A. V. *Zakonomernosti uprochneniya splava med'-berillij* [Patterns of hardening of copper-beryllium alloy] / A. V. Tolstoj // *Vesci National'noj akademii nauk Belarusi, seriya fis.-techn. Nauk = News of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical and Technical Sciences Series.* – 2000. – No. 4. – P. 8–13.

13. Tolstoj, A. V. *Vliyanie holodnoj plasticheskoy deformacii na strukturu i svoystva splava med'-berillij* [The influence of cold plastic deformation on the structure and properties of a copper-beryllium alloy] / A. V. Tolstoj // *Materials, .tehnologii, instrument = Materials, technologies, tools.* – 2006. Vol.11, No. 1. – P. 18–24.

14. Stupenchatoe starenie medko-berillievyyh splavov [Stepped aging of copper-beryllium alloys] / ZH. P. Pastuhova [et al.] // *Metally = Metals.* – 1977. – No. 5. – P. 155–162.

15. Pastuhova, ZH. P. *Pruzhinnye splavy medi* [Spring alloys of copper] / ZH. P. Pastuhova, A. G. Rahshtadt. – Moscow: Metallurgiya Publ., 1979. – 496 p.

16. Sposob ciklicheskogo stareniya berillievoj bronzy [Method of cyclic aging of beryllium bronze] / Eremin A. I. [et al.]. Copyright certificate SU 1 412 356 A1. Publ. 2005.07.10.

17. Komyak, N. I. Rentgenovskie metody i apparatura dlya opredeleniya napryazhenij [X-ray methods and equipment for determining stresses] / N. I. Komyak, YU. G. Myasnikov. – Moscow: Mashinostroenie Publ., 1972. – 88 p.

18. Tolstoj, A. V. Soprotivlenie splava m ed'-berillij mikroplasticheskoj deformacii [Resistance of copper-beryllium alloy to microplastic deformation] / A. V. Tolstoj // *Vesci National'noj akademii nauk Belarusi, seriya fis.-techn. Nauk = News of the National Academy of Sciences of Belarus. Physical and Technical Sciences Series.* – 2001. – No. 4. – P. 13–17.

Поступила 10.10.2024

Received 10.10.2024

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СТАЛЕЙ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ
МЕТАЛЛОРЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА
ПОСЛЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ДИФФУЗИОННОГО
УПРОЧНЕНИЯ БЕЗ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБОРУДОВАНИЯ**

М. В. СИТКЕВИЧ, д-р техн. наук
Белорусский национальный технический университет

В статье приведена технология низкотемпературного диффузионного упрочнения без использования специального оборудования. Технология предусматривает применение новых видов диффузионноактивных смесей для боркарбонитрирования, которые используются для засыпки готовых, изготовленных в окончательный размер, изделий. Процесс осуществляется в обычных печах с воздушной атмосферой. За счет повышения твердости, износостойкости поверхностных слоев обеспечивается увеличение долговечности изделий. Технология предназначена для упрочнения быстрознашивающихся деталей металлорежущего инструмента, деформирующей оснастки, оборудования.

Ключевые слова: технология диффузионного упрочнения, смеси, боркарбонитрирование, повышение твердости поверхностных слоев, быстрознашивающиеся детали оснастки

**STRUCTURE AND PROPERTIES OF STEELS
FOR THE MANUFACTURE METAL-CUTTING TOOLS
AFTER LOW-TEMPERATURE DIFFUSION HARDENING
WITHOUT THE USE OF SPECIAL EQUIPMENT**

M. V. SITKEVICH, Dr. of Engineering Sciences
Belarusian National Technical University

The article discusses the technology of low-temperature diffusion hardening without the use of special equipment. The technology is based on the use of new types of diffusion-active mixtures for borocarbonitriding, which are covered with finished products made in the final size. The process is carried out in conventional furnaces with an air atmosphere. An increase in the durability of products is provided by increasing the hardness, wear resistance of the surface

layers. The technology is designed for hardening of wear-resistant parts of die tooling, metal-cutting tools, equipment.

Keywords: *diffusion hardening technology, mixtures, borocarbonitriding, increased hardness of surface layers, wear-resistant parts of dies tooling*

На промышленных предприятиях используются сотни видов деталей оборудования, инструмента, техоснастки, изготавливаемых из дорогостоящих легированных инструментальных сталей типа P18, P6M5, P6M5K5, P12, P9, P6M3, P3M3ф2, X12M, X12Ф1, 4X5MФC, 5X3B3MФC, 7X3, 5XHM и др. В большинстве случаев преимущественной причиной выхода из строя деталей, производящихся из указанных марок стали, является преждевременное изнашивание, замедлить которое можно с применением химико-термической обработки (ХТО).

Наиболее сильно повышается износостойкость рабочих поверхностей деталей после процессов борирования, хромирования, боросилицирования, борохромирования, в результате осуществления которых в поверхностных слоях формируются сверхтвердые бориды железа, карбиды хрома [1].

Эти процессы проводятся при температурах 900–1100 °С. Однако, использование указанных высокотемпературных методов ХТО требует для повышения свойств сердцевины изделий последующей их закалки, что неизбежно вызывает изменение размеров, а, следовательно, приводит к необходимости окончательной механической обработки рабочих поверхностей. Это частично или полностью устраняет эффект от формирующихся при ХТО износостойких диффузионных покрытий и, кроме того, затрудняет, а иногда делает и невозможной механическую обработку.

В связи с указанными недостатками высокотемпературных процессов ХТО заслуживают внимание процессы ХТО, осуществляемые при температурах, которые не превышают температуры общепринятого для большинства деталей из высоколегированных инструментальных сталей отпуска. В этом случае низкотемпературной химико-термической обработке подвергаются изготовленные в окончательный размер детали, включая шлифовку и даже полировку. В результате такой ХТО размеры и чистота поверхности не изменяются, а твердость и износостойкость существенно возрастают.

Кроме того, так как температура ХТО не превышает температуры отпуска, сохраняются структура и свойства сердцевины изделия.

Известные процессы низкотемпературной ХТО (газовое азотирование, жидкостные цианирование и карбонитрация) требуют использования специального оборудования, отдельных площадей и помещений, а также квалифицированного обслуживающего персонала [2]. Выпускаемое для этих процессов оборудование предназначено для ХТО сравнительно больших партий (более тысячи штук) мелкогабаритных деталей. В то же время упрочнять многие виды инструмента, изготавливаемого в небольших количествах (десятки и сотни штук), представляется нецелесообразным, так как это связано с большим перерасходом энергозатрат и насыщающих материалов при недозагрузках оборудования. При этом невозможно также упрочнять крупногабаритные изделия, например, кузнечные штампы, масса которых в некоторых случаях может быть более тонны.

В связи с изложенным особое внимания заслуживают разработанные на кафедре «Материаловедение в машиностроении» Белорусского национального технического университета технологические процессы низкотемпературного многокомпонентного диффузионного упрочнения бором, азотом, углеродом (карбоазотирование, бороазотирование, борокарбоазотирование) в порошковых смесях и обмазках, не требующие применения специального оборудования.

Объектами для упрочнения являются детали инструмента и технологической оснастки, изготавливаемые, как правило, из дорогостоящих легированных сталей, такие как быстрорежущий инструмент (сверла, развертки, фрезы, метчики, резцы, зенкеры, прошивки и др.), деформирующая оснастка (детали штампов для горячей и холодной обработки материалов давлением, фильеры, волокни и др.), металлоформы для литья или прессования различных материалов. В этом случае возможно упрочнение определенных видов быстроизнашивающихся деталей из углеродистых сталей и чугунов, а также замена дорогостоящих высоколегированных сталей на низколегированные, прошедшие ХТО. Диффузионному упрочнению подвергаются готовые, изготовленные в окончательный размер изделия, прошедшие полный цикл общепринятой термической обработки (закалка, отпуск).

В случае режущего инструмента (метчики, развертки, зенкеры, сверла, фрезы, прошивки и др.), изготавливаемого из быстрорежу-

щих сталей типа P6M5, P18, P9, P3M3Ф2, как показывают испытания, оптимальная толщина диффузионного слоя составляет 20–60 мкм.

При упрочнении мелкогабаритных деталей (сверла, метчики, зенкеры, развертки, фрезы, пуансоны, матрицы и др.) их помещают в емкость из любой стали, засыпают диффузионноактивной смесью и выдерживают в печи при температурах 520–560 °С в зависимости от вида деталей и марки стали. При этом для инструмента из быстрорежущих сталей (P6M5, P6M5K5, P18, P3M3Ф2 и др.), традиционной термической обработкой которого являются закалка и последующие три отпуска при температуре 560 °С, в ряде случаев возможно 3-й режим отпуска совмещать с диффузионным упрочнением. Следует отметить, что весьма эффективно предлагаемое низкотемпературное упрочнение и для ранее окисленного режущего инструмента.

После упрочняющей обработки шероховатость поверхности не изменяется, а твердость, износостойкость и другие свойства резко увеличиваются, что обеспечивает существенное повышение долговечности изделий. При этом следует отметить, что по твердости и износостойкости формирующиеся борокарбонитрированные слои на 10–15 % превосходят азотированные, а их хрупкость существенно ниже. Специализированного оборудования не требуется, так как используются традиционные камерные печи с воздушной атмосферой, применяемые при обычной термообработке. Указанные преимущества достигаются за счет применения новых видов диффузионноактивных порошковых смесей и обмазок, которые в отличие от известных обеспечивают эффективное диффузионное упрочнение в диапазоне температур 500–600 °С в окислительной печной среде.

В связи с тем, что предлагаемые технологии повышения долговечности можно совмещать с традиционными процессами термической обработки инструмента и технологической оснастки, предприятие не нуждается в приобретении дополнительного специализированного оборудования, выделении отдельных производственных площадей, что в свою очередь обеспечивает высокую рентабельность и низкую энергоемкость, высокую эффективность процессов упрочнения.

В настоящей работе представлены результаты исследований образцов быстрорежущих сталей P6M5, P18, P6M5K5, P3M3Ф2. Ука-

занные стали используются преимущественно для изготовления различных видов металлорежущего инструмента, который работает в наиболее жестких условиях изнашивания рабочих поверхностей, зачастую сопровождающихся динамическими воздействиями.

Термическая обработка инструмента из сталей Р6М5, Р6М5К5, Р3МЗФ2 предусматривает закалку с температур нагрева 1220 °С и трехкратный отпуск при температуре 560 °С. В случае термической обработки инструмента из стали Р18 температура нагрева под закалку составляет 1280 °С с последующим трехкратным отпуском при температуре 560°С. Твердость после термообработки – не менее 62 HRC. После термической обработки проводится окончательная механическая обработка для устранения неизбежных последствий термообработки (деформации, коробления, окисления и обезуглероживания поверхностного слоя).

Для повышения стойкости такой оснастки целесообразно создавать на их рабочих поверхностях высокотвердые фазы, обеспечивающие повышенную износостойкость в сочетании с приемлемым сопротивлением хрупкому растрескиванию в процессе резания. В первую очередь необходимо уделить внимание процессам упрочнения, которые проводятся при температурах, сопоставимых с температурами нагрева под отпуск инструмента и технологической оснастки (540–560 °С). При таких температурах поверхностного диффузионного насыщения не разупрочняя сердцевину можно получить существенный прирост износостойкости поверхностного слоя без изменения размеров и состояния поверхности. При этом целесообразно диффузионное химико-термическое упрочнение проводить при температурах на 10–20°С ниже, чем температура отпуска стальных деталей в обычных камерных печах с воздушной атмосферой.

В настоящей работе ХТО проводили при температуре 550 °С 1–4 ч в специально разработанных порошковых смесях для низкотемпературного борокарбозотирования, в которых поставщиками диффундирующих атомов являются активированные соединения бора, азота и углерода со стабилизирующими добавками, позволяющими эффективно осуществлять процессы диффузионного в обычных отпускных камерных электрических печах с воздушной атмосферой без использования специального оборудования.

Как показал микроскопический анализ, в структуре карбоазотированных образцов вблизи поверхности исследуемых сталей находится светлая полоска ϵ -фазы. Эта фаза состава $Fe_{2-3}(N,C)$ с гексагональной решеткой. Под ней располагается темнотравящаяся зона гетерогенного строения (рисунок 1). В темнотравящейся зоне наряду со структурными составляющими основного материала присутствуют включения борокарбонитридов ряда химических элементов, присутствующих в исследуемых сталях.

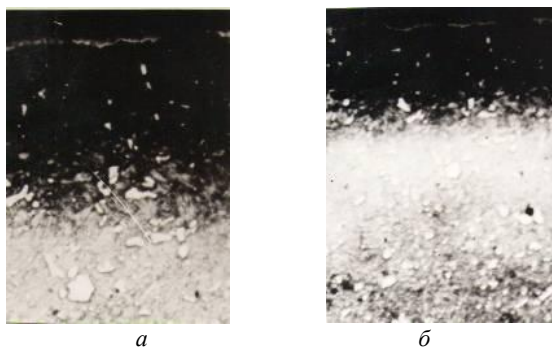


Рисунок 1 – Микроструктуры поверхностных слоев стали Р6М5 после борокарбоазотирования при 550 °С в течение 4 ч (а) и 1 ч (б)

Установлено, что в случае присутствия в составе сталей таких легирующих элементов как хром, вольфрам, ванадий, молибден и др. наряду с борокарбонитридами железа в структуре диффузионного слоя появляются и карбонитриды указанных элементов. Концентрация карбонитридных фаз плавно уменьшается по мере удаления от поверхности к сердцевине, что вызывает уменьшение микротвердости. При этом микротвердость борокарбонитридов легирующих элементов существенно превышает твердость борокарбонитридов железа, что приводит к повышению микротвердости всего диффузионного слоя. Причем, чем больше легирующих элементов в стали, тем выше ее твердость.

Результаты исследований микротвердости борокарбоазотированных образцов сталей Р6М5, Р18, Р6М5К5, Р3М3Ф2 представлены на рисунках 2, 3. Микротвердость измерялась на изготовленных микрошлифах с помощью прибора ПМТ-3 путем вдавливания в исследуемую поверхность алмазной пирамиды при нагрузке 0,49 Н.

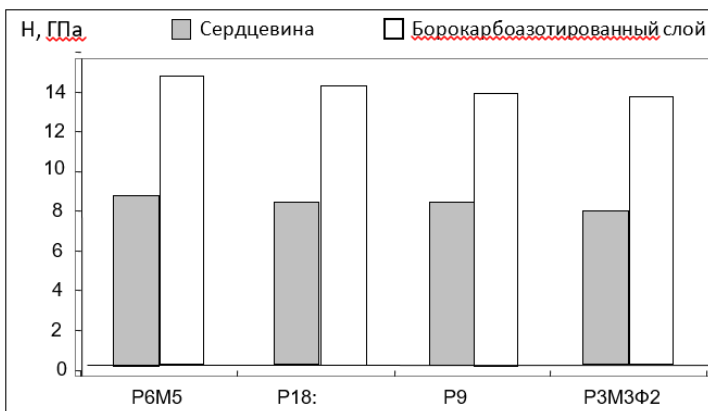


Рисунок 2 – Микротвердость карбозотированных сталей, после ХТО при температуре 550 °С, 1 ч

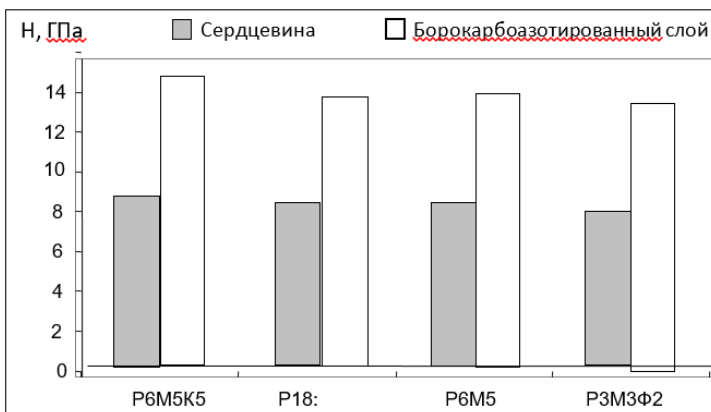


Рисунок 3 – Микротвердость карбозотированных сталей, после ХТО при температуре 550 °С, 4 ч

Как видно из представленных на рисунках 2, 3 результатов диаметрических измерений, микротвердость исследованной поверхности практически не изменяется при увеличении длительности карбозотирования. Однако увеличение времени ХТО с 1 до 4 ч

приводит к существенному росту толщины диффузионного слоя (рисунок 1).

Наиболее высокая твердость вблизи поверхности после карбоазотирования у самой высоколегированной стали Р6М5К5 – 14,5 ГПа. У сталей Р18 и Р6М5 микротвердость ниже – на уровне 14–14,2 ГПа, для стали Р3М3Ф2 микротвердость находится в пределах 13,6–13,8 ГПа.

В условиях реального производства при упрочнении стальных деталей режущего инструмента их помещают в металлический контейнер, засыпают диффузионноактивной смесью и выдерживают в камерных печах при температурах нагрева под отпуск несколько часов в печах с воздушной атмосферой. Контейнер коробчатого типа можно изготовить из листовой углеродистой стали. Время диффузионного упрочнения при температурах 520–550 °С от 0,5 ч до 2 ч после полного прогрева контейнера.

На Минском тракторном заводе диффузионноупрочненные по предложенной низкотемпературной технологии метчики, сверла, долбяки, развертки, зенкеры, некоторые виды деформирующей оснастки обеспечивают высокую стойкость (более чем в 2 раза) по сравнению с инструментом без ХТО.

На Минском мотовелозаводе после низкотемпературного диффузионного упрочнения фрезы диаметром 26 мм при обработке отливок из стали Х23Н18Т обеспечивали повышение стойкости в 6–8 раз; сверла диаметром 5,1 мм для глубокого сверления деталей из стали 12ХН3А – в 2–2,2 раза; комбинированные сверла при сверлении тормозных колодок – в 10–12 раз.

Таким образом, данные производственной эксплуатации показывают, что стойкость различных видов инструмента и оснастки, подвергнутых новому методу химико-термической обработки значительно выше, чем у аналогичных изделий без специальных покрытий.

Список литературы

1. Ситкевич М. В. Совмещенные процессы химико-термической обработки с использованием обмазок / М. В. Ситкевич, Е. И. Бельский. – Минск: Выш. школа, 1987. – 156 с.

2. Герасимов, С. А. Структура и износостойкость азотированных конструкционных сталей и сплавов / С. А. Герасимов, Л. И. Куксенова, В. Г. Лаптева. – М.: Изд. МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2012. – 518 с.

References

1. Sitkevich M. V. *Sovmeshchennye processy himiko-termicheskoj obrabotki s ispol'zovaniem obmazok* [Combined processes of chemical-thermal treatment using coatings] / M. V. Sitkevich, E. I. Belsky. – Minsk.: Vyshejschaya shkola Publ., 1987. – 156 p.

2. Gerasimov, S. A. *Struktura i iznosostojkoc't' azotirovannyh konstrukcionnyh stalej i spлавov* [Structure and wear resistance of nitride structural steels and alloys] / S. A. Gerasimov, L. I. Kuksenova, V. G. Lapteva. – Moscow: Publishing house of Bauman Moscow State Technical University, 2012. – 518 p.

Поступила 07.10.2024
Received 07.10.2024

**ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЕ ОКИСЛЕНИЕ
КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ. СООБЩЕНИЕ 1.
ОКИСЛЕНИЕ КАРБИДНОЙ И НИТРИДНОЙ КЕРАМИКИ**

Е. С. ГОЛУБЦОВА, д-р техн. наук, **А. Н. ШАВЕЛЬ**, канд. физ.-мат. наук
Белорусский национальный технический университет

В работе представлен статистический анализ кинетики окисления керамических материалов на основе SiC и Si₃N₄ на воздухе в интервале температур 960–1060 °С. Образцы получали путем высокотемпературного спекания из порошков тугоплавких материалов. Для оценки изменения массы образца (Δm) использовали метод непрерывного взвешивания на установке ИМБ–1, который позволяет производить автоматическую запись изменения массы образца с точностью до $\pm 0,025$ мг. Процесс окисления Si₃N₄ и SiC с открытой пористостью (Π) 33–34 % подчиняется параболическому временному закону. При температуре 960 °С более стойким к окислению на воздухе является Si₃N₄. При дальнейшем повышении температуры скорость окисления Si₃N₄ превышает скорость окисления SiC, что обусловлено свойствами образующихся промежуточных фаз оксикарбида и оксинитрида кремния.

Ключевые слова: тугоплавкие материалы, карбид кремния, нитрид кремния, углеродографитовая футеровка, коррозия в расплавах, электролизер, высокотемпературное окисление, трехфакторный план эксперимента, параметр оптимизации, ошибка воспроизводимости, изменение массы

**HIGH TEMPERATURE OXIDATION OF CERAMIC
MATERIALS. MESSAGE 1. OXIDATION OF CARBIDE AND
NITRIDE CERAMICS**

E. S. GOLUBTSOVA, Dr. of Engineering Sciences,
A. N. SHAVEL, Ph.D. in Physical and Mathematical Sciences
Belarusian National Technical University

The paper presents a statistical analysis of the oxidation kinetics of ceramic materials based on SiC and Si₃N₄ in air in the temperature range 960–1060 °C. The samples were obtained by high-temperature sintering from

powders of refractory materials. To assess the change in sample mass (Δm), we used the continuous weighing method on the IMB-1 installation, which allows automatic recording of changes in sample mass with an accuracy of $\pm 0,025$ mg. The oxidation process of Si_3N_4 and SiC with an open porosity (P) of 33–34 % obeys a parabolic time law. At a temperature of 960 °C, Si_3N_4 is more resistant to oxidation in air. With a further increase in temperature, the oxidation rate of Si_3N_4 exceeds the oxidation rate of SiC, which is due to the properties of the resulting intermediate phases of silicon oxycarbide and silicon oxynitride.

Keywords: *refractory materials, silicon carbide, silicon nitride, carbon-graphite lining, corrosion in melts, electrolyzer, high-temperature oxidation, three-factor experimental design, optimization parameter, reproducibility error, mass change*

Тугоплавкие материалы на основе карбида и нитрида кремния (SiC и Si_3N_4) находят все большее широкое применение в промышленности, например, в качестве футеровки алюминиевых электролизеров вместо углеродографитовой футеровки [1]. Это обусловлено их высокой коррозионной стойкостью в расплавах электролита, алюминии и при высокотемпературном окислении на воздухе. В частности в период разогрева (обжига) и пуска электролизера указанные соединения окисляются, а образующиеся оксиды затем растворяются в криолитоглиноземном расплаве и алюминии, усиливая тем самым коррозию в расплавах. Особое значение это имеет для пористых материалов, которые в начальный период процесса окисляются по всему объему изделий.

Проведенные ранее исследования окисления указанных материалов в среде кислорода и воздуха [2] не всегда позволяют сделать однозначный выбор материала для боковой футеровки, поскольку недостаточно учитывают конкретные особенности его получения. При прессовании исходных порошков тугоплавких материалов принципиально изменяются их свойства, что связано с введением в материал активирующих (спекающих) добавок, с определенными изменениями фазового состава, размера зерен, состояния поверхности и т. д. [3, 4].

В связи с этим представляет интерес изучение процесса высокотемпературного окисления образцов футеровочных плит из карбидной и нитридной керамики, которые могут быть использованы в металлургической промышленности.

В настоящей работе представлены результаты исследования кинетики окисления керамических материалов на основе SiC и Si₃N₄ и AlN на воздухе в интервале температур 960–1060 °С.

Образцы получали путем высокотемпературного спекания из порошков тугоплавких материалов, основную примесь в которых составляет железо. Его содержание в AlN составляло 0,3, а в Si₃N₄ и SiC – 0,8 и 1,5 (масс.)/% соответственно.

Для оценки изменения массы образца (Δm) использовали метод непрерывного взвешивания на установке ИМБ–1, который позволяет производить автоматическую запись изменения массы образца с точностью до $\pm 0,025$ мг. Спрессованные образцы с равной геометрической поверхностью площадью F шлифовали и методом гидростатического взвешивания [5] определяли их плотность и открытую пористость. Высушенный до постоянной массы образец закрепляли на платиновой проволоке, соединенной с электромагнитными весами, и помещали в печь СШОЛ–1.14 на уровне горячего спая ХА-термопары. Точность поддержания установленной температуры составляет $\pm 2,5$ °С. С целью уменьшения влияния конвекционных потоков от нагрева воздуха в печи устанавливали кварцевый экран, изолировавший образец от нагревателя. Пористость (Π) образцов составляла 34 % для SiC и 33 % для Si₃N₄ соответственно.

Для проведения эксперимента был выбран трехфакторный план $2 \times 3 \times 3$, где 2 – два уровня керамики (SiC и Si₃N₄), а 3 – три уровня температуры испытания (960, 1010 и 1060 °С) и три уровня времени выдержки при этих температурах (1, 3 и 5 ч) соответственно.

В качестве отклика (параметра оптимизации) была выбрана потеря массы Δm образца, мг/см³ ($y_1 = \Delta m$). Ошибка воспроизводимости опытов составляла 0,413 мг/см³ (~ 55% от средней величины $\Delta m = 8,42$ мг/см³), а в качестве факторов – вид керамики (x_1), температура испытаний (x_2) и время выдержки (x_3).

Матрица плана и результаты эксперимента представлены в таблице 1, где x_1, x_2, x_3 – кодированные уровни факторов ($x_1 = -1$ (SiC), $x_1 = +1$ (Si₃N₄); $x_2 = -1$ (960 °С), $x_2 = 0$ (1010 °С), $x_2 = +1$ (1060 °С); $x_3 = -1$ (1 ч), $x_3 = 0$ (3 ч), $x_3 = +1$ (5 ч); N – номер опыта (строки). Обработку результатов проводили по методике, изложенной в работе [6].

Таблица 1 – Матрица плана 2×3×3 и результаты опытов

N	x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_1 x_3$	$x_2 x_3$	x_2^2	x_3^2	$y_1 = \Delta m,$ МГ/СМ ³	y_2
1	-	-	-	+	+	+	+	+	3,6	3,1
2	-	-	0	+	0	0	+	0	5,6	3,7
3	-	-	+	+	-	-	+	+	8,0	4,4
4	-	0	-	0	+	0	0	+	6,0	4,5
5	-	0	0	0	0	0	0	0	8,0	6,4
6	-	0	+	0	-	0	0	+	11,2	9,5
7	-	+	-	-	+	-	+	+	7,6	5,3
8	-	+	0	-	0	0	+	0	10,0	9,9
9	-	+	+	-	-	+	+	+	13,2	13,2
10	+	-	-	-	-	+	+	+	2,8	3,6
11	+	-	0	-	0	0	+	0	6,0	4,4
12	+	-	+	-	+	-	+	+	9,6	5,2
13	+	0	-	0	-	0	0	+	4,8	5,6
14	+	0	0	0	0	0	0	0	8,8	7,6
15	+	0	+	0	+	0	0	+	14,0	12,4
16	+	+	-	+	-	-	+	+	5,2	7,2
17	+	+	0	+	0	0	+	0	10,4	13,6
18	+	+	+	+	+	+	+	+	16,8	17,6
Σ	5,2	27,6	42,8	0,4	12,4	6	98,2	102,8	151,6	137,2
	(1Y)	(2Y)	(3Y)	(12Y)	(13Y)	(23Y)	(22Y)	(33Y)	(0Y)	

Коэффициенты уравнения регрессии определяли по формулам:

$$b_0 = A_0(0Y) - A_{02}(22Y) - A_{03}(33Y); \quad (1)$$

$$b_i = A_i(iY); \quad (2)$$

$$b_{ij} = A_{ij}(ijY); \quad (3)$$

$$b_{ii} = A_{ii}(iiY) - A_{02}(0Y) - A_{03}(0Y), \quad (4)$$

где $A_0, A_{02}, A_{03}, A_i, A_{ij}, A_{ii}$ брали из таблицы 2.19 [3]; (0Y), (22Y), (33Y), (iY), (ijY), (iiY) – алгебраические суммы произведений последнего столбца матрицы плана на кодированные уровни факторов соответствующим им столбцам.

Значимость коэффициентов уравнения определяли по формуле:

$$\Delta b_i = \pm t_{\alpha, f} \cdot S_{b_i}, \quad (5)$$

где Δb_i – доверительный интервал для b_i (при $\Delta b_i > b_i$ – коэффициент незначим, т. е. полагается равным 0); $t_{\alpha, f}$ – табличный коэффициент Стьюдента (при уровне значимости α и степенях свободы f); S_{b_i} – средняя квадратическая ошибка коэффициента, равная $S_{b_i} = \sqrt{A_i} \cdot S_y$, где S_y – ошибка эксперимента.

После расчета коэффициентов уравнения и проверки значимости получена адекватная модель в виде полинома второго порядка:

$$y_1 = \Delta m = 8,61 + 0,29x_1 + 2,3x_2 + 3,57x_3 + \\ + 1,03x_1x_3 + 1,5x_2x_3 - 0,72x_2^2 + 0,43x_3^2. \quad (6)$$

Адекватность этого уравнения подтверждается значением расчетного критерия Фишера:

$$F_p = \frac{0,6816}{0,413^2} = 3,8 < F_{кр} = 3,82 \text{ (при } \alpha = 0,01; f_1 = 10 \text{ и } f_2 = 17).$$

Анализ уравнения (6) показывает, что наибольшее влияние на потери массы Δm оказывает время выдержки (x_3), при этом влияние температуры (x_2) несколько меньше. Влияние вида материала (x_1) во много раз меньше указанных факторов (x_3 и x_2).

Максимальная величина потери массы 17 мг/см^3 будет, когда все факторы находятся на верхнем уровне ($x_1 = +1$; $x_2 = +1$; $x_3 = +1$), т. е. материал Si_3N_4 , температура $1060 \text{ }^\circ\text{C}$ и 5 ч выдержки. Минимальная величина $y = 2,8 \text{ мг/см}^3$ получена при $x_1 = +1$; $x_2 = -1$ и $x_3 = -1$, т. е. у Si_3N_4 при температуре $960 \text{ }^\circ\text{C}$ и выдержке 1 ч.

Параболический характер уравнения (6) свидетельствует о диффузионном процессе окисления исследуемых материалов Si_3N_4 и SiC. При температуре $960 \text{ }^\circ\text{C}$ более стойким к окислению на воздухе является Si_3N_4 . При дальнейшем повышении температуры скорость окисления Si_3N_4 превышает скорость окисления SiC, что обусловлено свойствами образующихся промежуточных фаз оксикарида и оксинитрида кремния.

Для более наглядного отображения полученных результатов на рисунке 1 приведены графики зависимости потери массы вышеуказанных керамических материалов от времени выдержки и температуры, построенные для каждого материала по уравнению (6).

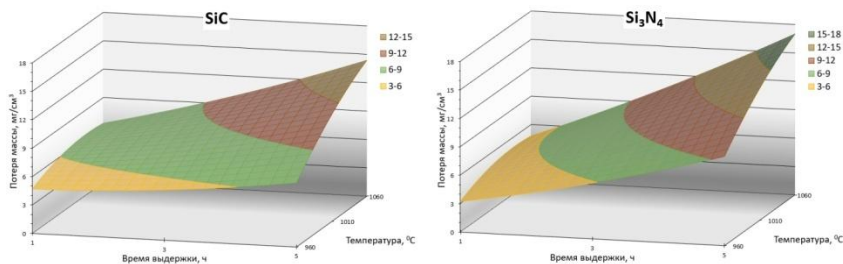


Рисунок 1 – Зависимость потери массы материала от времени выдержки и температуры

Список литературы

1. **Войтович, Р. Ф.** Окисление тугоплавких соединений : справ. / Р. Ф. Войтович, Э. А. Пугач. – М. : Metallurgiya, 1978. – 108 с.
2. **Самсонов, Г. В.** Тугоплавкие соединения : справ. / Г. В. Самсонов, И. М. Виницкий. – М. : Metallurgiya, 1976. – 558 с.
3. **Неметаллические** тугоплавкие соединения / Т. Я. Косолапова [и др.] – М.: Metallurgiya, 1985. – 224 с.
4. **Лавренко В. А.** Коррозия конструкционной керамики / В. А. Лавренко, Ю. Г. Гогоци. – М.: Metallurgiya, 1989. – 198 с.
5. **Вознесенский, В. А.** Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях / В. А. Вознесенский. – М.: Финансы и статистика, 1981. – 263 с.

References

1. **Vojtovich, R. F.** *Okislenie tugoplavkikh soedinenij : sprav.* [Oxidation of refractory compounds : Reference Guide] / R. F. Vojtovich, E. A. Pugach. – Moscow : Metallurgiya Publ., 1978. – 108 p.

2. Samsonov, G. V. *Tugoplavkie soedineniya : sprav.* [Refractory compounds : Reference Guide] / G. V. Samsonov, I. M. Vinickij. – Moscow : Metallurgiya Publ., 1976. – 558 p.

3. Nemetallicheskie tugoplavkie soedineniya [Non-metallic refractory compounds] / T. Y. Kosolapova, [et al.] – Moscow : Metallurgiya Publ., 1985. – 224 p.

4. Lavrenko V. A. *Korroziya konstrukcionnoj keramiki* [Corrosion of structural ceramics] / V. A. Lavrenko, Y. G. Gogoci. – Moscow : Metallurgiya Publ., 1989. – 198 p.

5. Voznesenskij, V. A. *Statisticheskie metody planirovaniya eksperimenta v tekhniko-ekonomicheskikh issledovaniyah* [Statistical methods of experiment planning in feasibility studies] / V. A. Voznesenski. – Moscow: Finansy i statistika Publ., 1981. – 263 p.

Поступила 02.09.2024

Received 02.09.2024

**ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЕ ОКИСЛЕНИЕ
КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ. СООБЩЕНИЕ 2.
ОКИСЛЕНИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ НИТРИДА
АЛЮМИНИЯ**

А. Н. ШАВЕЛЬ, канд. физ.-мат. наук, **Е. С. ГОЛУБЦОВА**, д-р техн. наук
Белорусский национальный технический университет

В работе представлен статистический анализ кинетики окисления керамических материалов на воздухе на основе AlN с пористостью 20 и 23 % в интервале температур 930–1030 °С, времени выдержки (окисления) 1, 3 и 5 ч по изменению массы (Δm) образцов. Установлено, что наибольшее влияние на окисление (потерю массы) оказывает время окисления, влияние температуры несколько меньше. Сделан вывод, что AlN может быть использован в качестве бортовой футеровки электролизеров, тем более, что он обладает высокой коррозионной стойкостью в криолитоглиноземных расплавах.

Ключевые слова: нитрид алюминия, пористость, коррозионная стойкость, температура испытаний, время выдержки, состав материала, параметр оптимизации, трехфакторный план эксперимента, ошибка воспроизводимости, изменение массы

**HIGH TEMPERATURE OXIDATION OF CERAMIC
MATERIALS. MESSAGE 2. OXIDATION OF CERAMICS
BASED ON ALUMINUM NITRIDE**

A. N. SHAVEL, Ph. D. in Physical and Mathematical Sciences,
E. S. GOLUBTSOVA, Dr. of Engineering Sciences
Belarusian National Technical University

The paper presents a statistical analysis of the oxidation kinetics of AlN-based ceramic materials in air with a porosity of 20 and 23 % in the temperature range 930–1030 °C, holding (oxidation) times of 1, 3 and 5 hours based on the change in mass (Δm) of the samples. It has been established that oxidation time has the greatest influence on oxidation (mass loss), the influence of temperature is somewhat less. It is concluded that AlN can be used as an on-board

lining of electrolyzers, especially since it has high corrosion resistance in cryo-lite-alumina melts.

Keywords: *aluminum nitride, porosity, corrosion resistance, test temperature, exposure time, material composition, optimization parameter, three-factor experimental design, reproducibility error, mass change*

Среди тугоплавких материалов большой интерес представляет нитрид алюминия (AlN), который обладает высокой коррозионной стойкостью в криолитоглиноземных расплавах [1]. Однако скорость его окисления превышает аналогичные показатели для SiC и Si₃N₄. Этот вывод подтверждает эксперимент, проведенный по плану 2×3×3, где 2 – два уровня пористости образцов AlN (20 и 23 %), а 3 – три уровня выдержки (1, 3 и 5 ч) и три уровня температуры испытаний (930, 980, 1030 °C). Ошибка воспроизводимости опыта составляла 0,43 ($S_2 = 0,43 \text{ мг/см}^3$).

Результаты эксперимента приведены в таблице 1 (см. Сообщение 1, с. 140), где x_1 , x_2 , x_3 – кодированные уровни пористости, времени выдержки и температуры испытания.

После обработки результатов эксперимента по методике [1] и проверки значимости коэффициентов уравнения получена адекватная модель ($F_p = 2,43 < F_{кр} = 2,51$ ($\alpha = 0,05$, $f_1 = 11$, $f_2 = 11$)) в виде полинома

$$y_2 = \Delta m = 7,6 + 1,01x_1 + 3,5x_2 + 2,8x_3 + 0,7x_1 x_2 + 0,4x_1 x_3 + 1,9x_2 x_3. \quad (1)$$

Здесь наибольшее влияние оказывает x_2 (время окисления), влияние температуры (x_3) несколько меньше. Еще меньше влияние пористости (x_1). Максимальная потеря массы ($y_2 = 17,6 \text{ мг/см}^2$) получена в условиях опыта 18 (таблица 1, с. 140), т. е. когда факторы находились на верхних уровнях (при $x_1 = +1$, $x_2 = +1$, $x_3 = +1$, т. е. при пористости 23 %, времени выдержки 5 ч и температуре испытаний 1030 °C).

Минимальная потеря массы $y_2 = 3,1 \text{ мг/см}^2$ получена при $x_1 = -1$, $x_2 = -1$ и $x_3 = -1$. т. е. при пористости 20 %, времени выдержки 1 ч и температуре 930 °C. Впрочем, учитывая ошибку опыта ($S_2 = 0,43$), примерно такое же окисление (потеря массы) $y_2 = 3,6$ получено при $\Pi = 23 \%$, $\tau = 1 \text{ ч}$ и $T = 930 \text{ °C}$.

Следовательно, уменьшение пористости только на 3 % (см. таблицу 1, с. 140) на 2–30 % повышает стойкость AlN в окислительной среде. Таким образом, AlN вполне может быть использован в качестве бортовой футеровки. Тем более, что он обладает высокой коррозионной стойкостью в криолитоглиноземных расплавах.

Состав материала и режим спекания компактных материалов оказывает существенное влияние на их окисляемость. Этот вывод подтверждают результаты эксперимента, в котором исследовали влияние времени выдержки материала (x_1) при температуре 1010 °С и состава материала (x_2), спеченного при разных скоростях нагрева при спекании.

В качестве параметра оптимизации ($y_3 = \Delta m$, мг/см²) была выбрана, как и прежде, потеря массы Δm , а в качестве факторов – время выдержки (2, 4 и 6 ч) и состав материала (1 – 48,75 масс. % SiC + 48,75 масс. % Si₃N₄ + 2,5 масс. % MgO; 2 – 80 масс. % AlN + 20 масс. % Si₃N₄; 3 – 70 масс. % AlN + 30 масс. % Al₂O₃).

Первый состав спекался со скоростью нагрева 300 °С/ч, второй – при скорости 200 °С/ч, третий – при скорости нагревания 150 °С/ч. Пористость спеченных образцов соответственно составляла 34 %, 34 % и 40 %.

Для проведения эксперимента был выбран план 3×3, где 3 – три уровня времени выдержки образцов при температуре 1010 °С (2, 4 и 6 ч) и три уровня состава сплава.

Ошибка воспроизводимости опытов S_3 была равна 0,5 мг/см² (5 % от средней величины $\bar{y}_3 = \Delta m = 10$ мг/см²).

Опыты проводились в случайном порядке для исключения систематических ошибок. Матрица плана и результаты эксперимента приведены в таблице 2, где x_1 и x_2 кодированные уровни времени выдержки и состава материала.

После обработки результатов эксперимента по методике [2] и проверки значимости коэффициентов получена адекватная модель ($F_p = 3,07 < F_{кр} = 3,7$ при $\alpha = 0,05$; $f_1 = 5, f_2 = 8$) в виде полинома

$$y_3 = \Delta m = 9,8 + 2,8x_1 + 7x_2 + 2,4x_1x_2. \quad (2)$$

Анализ этого уравнения показывает, что наибольшее влияние на потерю массы образцов оказывает вид материала (x_2), влияние времени выдержки существенно, но меньше.

Таблица 2 – Матрица плана 3×3 и результаты эксперимента

N	x_1	x_2	$x_1 x_2$	x_1^2	x_2^2	$y_3 = \Delta m$
1	–	–	+	+	+	2,4
2	–	0	0	+	0	7,6
3	–	+	–	+	+	11,2
4	0	–	0	0	+	3,0
5	0	0	0	0	0	9,6
6	0	+	0	0	+	18,0
7	+	–	–	+	+	4,0
8	+	0	0	+	0	11,6
9	+	+	+	+	+	22,4
Код	(1Y)	(2Y)	(12Y)	(11Y)	(22Y)	(0Y)
Σ	16,8	42,2	9,6	59,2	61	89,8

Максимальная величина потери массы $y_3 = 22,4 \text{ мг/см}^2$ получена при $x_1 = +1$ и $x_2 = +1$, т.е. при времени выдержки 6 ч и для материала состава 70 масс. % AlN + 30 масс. % Al₂O₃. Наименьшая величина этого параметра получена при $x_1 = -1$ и $x_2 = -1$, т. е. при времени 2 ч и материала состава 48,75 масс. % SiC + 48,75 масс. % Si₃N₄ + 2,5 масс. % MgO.

График зависимости величины потери массы от времени выдержки и вида материала приведен на рисунке 2.

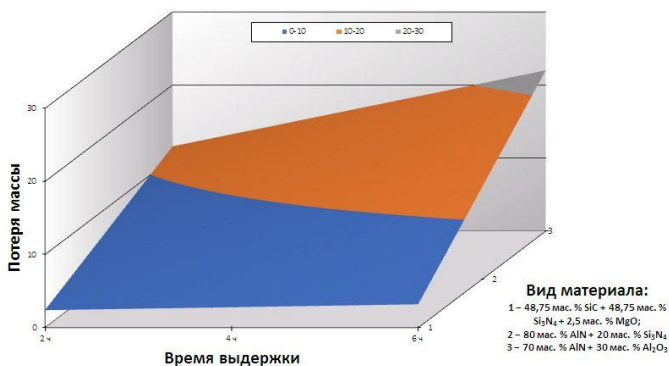


Рисунок 2 – Зависимость величины потери массы от времени выдержки и вида материала

Таким образом, на основании проведенных исследований кинетики окисления спеченных образцов из тугоплавких материалов и существующего уровня технологии их изготовления можно сделать вывод о возможном применении материалов на основе SiC, Si₃N₄ и AlN в качестве боковой футеровки алюминиевых электролизеров.

Список литературы

1. Чуйкин, А. Ю. Взаимодействие спеченного нитрида алюминия с расплавом KF–AlF₃ при температурах 700–800 °С / А. Ю. Чуйкин, Ю. П. Зайков, А. Р. Бекетов // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2014. – № 4 – С. 25–29.
2. Вознесенский, В. А. Статистические методы планирования эксперимента в технико-экономических исследованиях / В. А. Вознесенский. – М.: Финансы и статистика, 1981. – 263 с.

References

1. Chujkin, A. Y. *Vzaimodejstvie spechennogo nitrída alyuminiya s rasplavom KF–AlF₃ pri temperaturah 700–800 °С* [Interaction of sintered aluminium nitride with melt KF–AlF₃ at temperature 700–800 °C] / A. Y. Chujkin, Y. P. Zajkov, A. R. Beketov // *Izvestija vuzov. Chernaja metallurgija = Proceeding of universities. Ferrous metallurgy*. – 2014. – No. 4 – P. 25–29.
2. Voznesenskij, V. A. *Statisticheskie metody planirovaniya eksperimenta v tekhniko-ekonomicheskijh issledovaniyah* [Statistical methods of experiment planning in feasibility studies] / V. A. Voznesenski. – Moscow: Finansy i statistika Publ., 1981. – 263 p.

Поступила 02.09.2024

Received 02.09.2024

**АНАЛИЗ СВОЙСТВ ЦИНКОВЫХ ПОКРЫТИЙ,
ПОЛУЧЕННЫХ РАЗНЫМИ МЕТОДАМИ
ДИФфуЗИОННОГО ЦИНКОВАНИЯ, В ТОМ ЧИСЛЕ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВТОРИЧНЫХ ОТХОДОВ**

Н. И. УРБАЛОВИЧ, канд. техн. наук,
К. Э. БАРАНОВСКИЙ, канд. техн. наук,
М. А. СУДНИКОВ, П. С. МЫШКЕВИЧ
Белорусский национальный технический университет

В работе представлены результаты анализа свойств цинковых покрытий, полученных разными методами диффузионного цинкования, в том числе с использованием отходов горячего цинкования – цинковой пыли и изгари. Установлено, что более высокую твердость имеют покрытия, полученные термодиффузионным цинкованием в порошковой среде, где в качестве цинксодержащего компонента применяли вторичный отход. Показано, что прочность сцепления покрытия, полученного с применением цинксодержащих отходов, не уступает другим диффузионным цинковым покрытиям.

***Ключевые слова:** диффузионное цинкование, твердость покрытия, прочность сцепления, отход горячего цинкования, цинковая пыль, изгарь*

**ANALYSIS OF THE PROPERTIES OF ZINC COATINGS
OBTAINED BY VARIOUS METHODS OF DIFFUSION
GALVANIZING, INCLUDING THE USE
OF SECONDARY WASTE**

N. I. URBANOVICH, Ph. D. in Technical Sciences,
K. E. BARANOVSKY, Ph. D. in Technical Sciences,
M. A. SUDNIKOV, P. S. MYSHKEVICH
Belarusian National Technical University

The paper presents the results of the analysis of the properties of zinc coatings obtained by different methods of diffusion galvanizing, including the use of hot-dip galvanizing waste - zinc dust and dross. It has been established that coatings obtained by thermal diffusion galvanizing in a powder medium, where secondary waste was used as a zinc-containing component, have higher hard-

ness. It has also been shown that the adhesion strength of the zinc coating to the base metal obtained using zinc-containing production waste is not inferior to other diffusion zinc coatings.

Keywords: diffusion galvanizing, coating hardness, adhesion strength, hot-dip galvanizing waste, zinc dust, ash

В последние годы широкое применение находят диффузионные защитные цинковые покрытия. К диффузионным цинковым покрытиям в основном относят покрытия, которые получены методом горячего цинкования, т. е. в расплаве цинка и методом термодиффузионного цинкования, т. е. путем химико-термической обработки в порошковых средах на основе цинка. Авторами данной статьи предлагается использовать для получения цинкового покрытия методом термодиффузионного цинкования в качестве цинксодержащего компонента отход производства – цинковую пыль, образованную в результате продувки труб после их горячего цинкования [1]. В связи с этим цель данной работы – проведение анализа механических свойств цинковых покрытий, полученных разными методами и в различных порошковых средах по результатам их сравнительных испытаний.

С целью проведения сравнительного анализа механических свойств цинковых покрытий, полученных разными методами диффузионного цинкования, покрытия наносили на образцы из стали марки Ст3. Метод термодиффузионной обработки осуществляли с применением различных порошковых сред. Составы насыщающих сред и условия получения покрытий приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Составы насыщающих сред и условия получения покрытий

Массовая доля компонентов в насыщающих средах, %	Условия ХТО	
	t , °С	τ , ч
50 % порошок цинка (ПЦ1) + 49 % Al_2O_3 + + 1 % NH_4Cl	420	1,5
50 % цинковая пыль + 50 % Al_2O_3 + + 0,1% изгарь цинка	420	1,5

Для получения сравнимых между собой экспериментальных данных термодиффузионная обработка проводилась при одинаковом расположении образцов в контейнере. Упакованный контейнер загружали в электрическую муфельную печь шахтного типа, разогревая до требуемой температуры.

После проведения процесса диффузионного насыщения контейнер выгружали из печи, охлаждали на воздухе до комнатной температуры и распаковывали.

На рисунке 1 представлен внешний вид образцов после термодиффузионного цинкования.

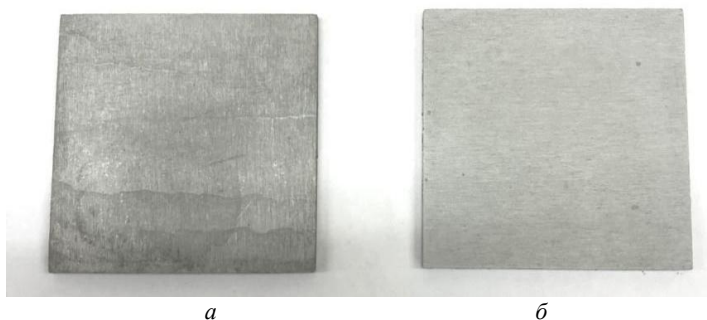


Рисунок 1 – Внешний вид образцов после цинкования:
a – в порошковом цинке марки ПЦР-1; *б* – в цинковой пыли

Следует отметить, что цинковое покрытие на образце, полученном на стандартном цинке, характеризуется более темным цветом, чем на цинковой пыли.

На рисунке 2 представлен внешний вид образцов, цинковые покрытия которых получены на участке термодиффузионного цинкования ОАО «Конус», г. Лида. Технология термодиффузионного цинкования заключалась в нанесении покрытия на стальные образцы во вращающемся контейнере. При этом использовался цинковый порошок марки ПЦ1, температура цинкования составляла 410–420 °С, время цинкования – 1,5 ч.

Анализ цвета покрытия, полученных образцов, показал, что они характеризуются темно-серым цветом.

На рисунке 3 представлены образцы покрытий, полученные на этом же заводе методом горячего цинкования.

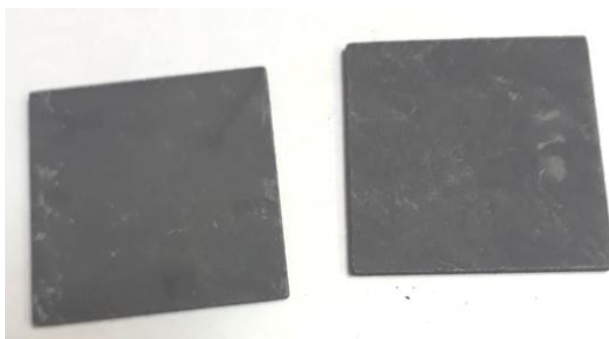


Рисунок 2 – Внешний вид образцов после цинкования в заводских условиях во вращающемся контейнере



Рисунок 3 – Внешний вид образцов после горячего цинкования (после обработки в ванне с жидким цинком)

Цинковое покрытие, нанесенное методом горячего цинкования, имеет блестящий серебристый цвет. Толщину цинковых покрытий, полученных разными методами диффузионного цинкования, измеряли магнитным толщиномером «Константа К5», представляющим собой multifunctional прибор для измерения толщины различных покрытий. Данный прибор позволяет измерять покрытия всех типов, в том числе цинковые, хромовые, кадмиевые и т. д.

Толщина покрытия, полученного методом термодиффузионного цинкования в порошковой смеси с применением в качестве цинкодержателя компонента порошкового цинка марки ПЦ1, составила 30–40 мкм, а в порошковой смеси с цинковой пылью – 25–35 мкм.

На образцах, изготовленных в заводских условиях, покрытие, полученное методом термодиффузионного цинкования в подвижном контейнере, имеет толщину 50–60 мкм, а покрытие, полученное методом горячего цинкования, имеет толщину около 100 мкм.

На рисунке 4 приведена гистограмма, на которой показаны результаты замеров твердости цинкового покрытия в зависимости от применяемой технологии диффузионного цинкования. Оценку твердости слоев производили путем определения микротвердости по ГОСТ 9450-76 на приборе ПМТ-3 при нагрузке 25 г.

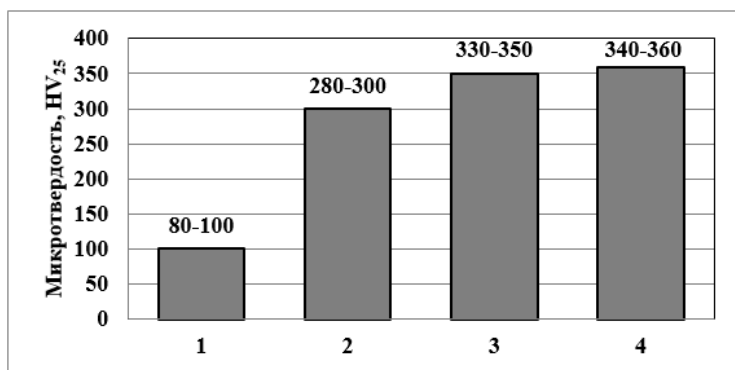


Рисунок 4 – Величина микротвердости цинковых покрытий, полученных по разным технологиям:

- 1 – горячее цинкование; 2 – термодиффузионное покрытие, полученное на цинковом порошке ПЦ1 в заводских условиях; 3 – термодиффузионное покрытие на цинковом порошке ПЦ1 в стационарном контейнере; 4 – термодиффузионное покрытие, полученное на цинковой пыли и изгари цинка в стационарном контейнере

Таким образом, результаты анализа микротвердости цинковых покрытий показали, что твердость покрытия, полученного при термодиффузионном цинковании с использованием отходов горячего цинкования – цинковой пыли и изгари, несколько превышает твердость цинкового покрытия, полученного в смеси с применением цинкового порошка марки ПЦ1. Самую низкую твердость имеет покрытие, полученное методом горячего цинкования.

Также в данной работе были проведены испытания цинковых покрытий на прочность их сцепления с основным металлом, кото-

рая определяется согласно ГОСТ 9.302–88 «Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы контроля». ГОСТ 9.302–88 предлагает следующие методы контроля прочности сцепления: крацевание, навивка, растяжение, нанесение сетки царапин, нагрев, изменение температур, вдавливание. Наиболее подходящим для полученной толщины покрытия является метод нагрева, который, кроме того, является и наиболее простым. При проведении контроля образцы (детали) нагревают до 190 °С, выдерживают при данной температуре в течение 1 ч и охлаждают на воздухе. После контроля не должно быть вздутий или отслаивания покрытия.

Образцы (детали) с разными цинковыми покрытиями были помещены в печь, нагретую до 190 °С. В печи при этом размещали: плоский образец с термодиффузионным покрытием, полученным на отходах производства; плоский образец с термодиффузионным покрытием – на цинковом порошке марки ПЦ1; гайку М16 с термодиффузионным покрытием – на отходах производства; гайку М16 с термодиффузионным покрытием, полученным в заводских условиях; пластину с покрытием – горячим цинкованием в ванне с жидким цинком (рисунок 5).

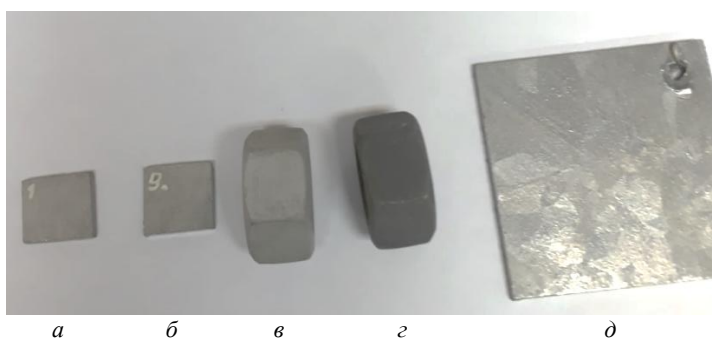


Рисунок 5 – Образцы (детали) экспериментальной партии, с разными цинковыми покрытиями после испытаний на прочность сцепления:

- а* – плоский образец с термодиффузионным покрытием на отходах производства;
- б* – плоский образец с термодиффузионным покрытием на эталонном цинковом порошке;
- в* – гайка М16 с термодиффузионным покрытием на отходах производства;
- з* – гайка М16 термодиффузионным покрытием, полученным в заводских условиях;
- д* – пластина с покрытием горячим цинкованием в ванне с жидким цинком

Как видно из рисунка 5, на всех образцах покрытий, полученных разными методами диффузионного цинкования, после испытаний на прочность сцепления методом нагрева по ГОСТ 9.302–88 отсутствуют вздутие, отслаивание покрытий, обдирка и шелушение покрытия, что соответствует норме для прочности сцепления по ГОСТ 9.316-2006. Результаты испытаний по данному показателю приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Сравнение адгезии (прочности сцепления) диффузионных покрытий методом нагрева по ГОСТ 9.302-88 «Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы контроля» и соответствие требованиям ГОСТ 9.316-2006

Наименование покрытия и способ его получения	Контроль на вздутия и отслаивания по ГОСТ 9.302–88	Показатели качества покрытия после проведения испытаний, (норма) по ГОСТ 9.316-2006	Результаты испытаний на адгезию (прочность сцепления)
1	2	3	4
Плоский образец с термодиффузионным покрытием на отходах производства (цинковой пыли и изгари цинка)	на образце отсутствует вздутие и отслаивание покрытий	на образце отсутствует отслаивание, обдирка или шелушение покрытия	норма, покрытие прошло испытание по ГОСТ 9.302–88 и соответствует требованиям ГОСТ 9.316-2006
Плоский образец с термодиффузионным покрытием на эталонном цинковом порошке	на образце отсутствует вздутие и отслаивание покрытий	на образце отсутствует отслаивание, обдирка или шелушение покрытия	норма, покрытие прошло испытание по ГОСТ 9.302–88 и соответствует требованиям ГОСТ 9.316-2006
Гайка М16 с термодиффузионным покрытием на отходах производства (цинковой пыли и изгари цинка)	на детали отсутствует вздутие и отслаивание покрытий	на детали отсутствует отслаивание, обдирка или шелушение покрытия	норма, покрытие прошло испытание по ГОСТ 9.302–88 и соответствует требованиям ГОСТ 9.316-2006

Окончание таблицы 2

1	2	3	4
Гайка М16 с термодиффузионным покрытием, полученным в заводских условиях	на детали отсутствует вздутие и отслаивание покрытий	на детали отсутствует отслаивание, обдирка или шелушение покрытия	норма, покрытие прошло испытание по ГОСТ 9.302–88 и соответствует требованиям ГОСТ 9.316-2006
Пластина с покрытием горячим цинкованием в ванне с жидким цинком	на пластине отсутствует вздутие и отслаивание покрытий	на пластине отсутствует отслаивание, обдирка или шелушение покрытия	норма, покрытие прошло испытание по ГОСТ 9.302–88 и соответствует требованиям ГОСТ 9.316-2006

Анализ результатов испытаний покрытий по прочности сцепления к основному металлу показал, что все покрытия соответствуют норме по ГОСТ 9.316-2006. Термодиффузионное покрытие, полученное на отходах производства, не уступает другим видам покрытий и может использоваться в промышленности.

Выводы. Установлено, что твердость покрытия, полученного при термодиффузионном цинковании с использованием отходов горячего цинкования – цинковой пыли и изгари, несколько превышает твердость цинкового покрытия, полученного в смеси с применением цинкового порошка марки ПЦ1. Самую низкую твердость имеет покрытие, полученное методом горячего цинкования.

Показано, что прочность сцепления покрытия, полученного с применением цинксодержащих отходов, не уступает другим диффузионным цинковым покрытиям.

Таким образом установлено, что термодиффузионное покрытие, полученное на отходах производства, может использоваться в промышленности.

Список литературы

1. Состав порошковой смеси для термодиффузионного цинкования стальных изделий : Патент ВУ 24325 С1 / Н. И. Урбанович, К. Э. Барановский, опубли. 2024.07.05.

References

1. Composition of powder mixture for thermal diffusion galvanizing of steel products : Patent BY 24325 C1 / N. I. Urbanovich, K. E. Baranovsky, Publ. 2024.07.05.

Поступила 15.11.2024

Received 15.11.2024

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ
И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
КОМПОЗИЦИОННЫХ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ
НА БАЗЕ СИСТЕМЫ Fe-Al, ПОДВЕРГНУТЫХ
ИОННО-ПЛАЗМЕННОМУ АЗОТИРОВАНИЮ¹**

В. А. КУКАРЕКО, д-р физ.-мат.наук, **А. Н. ГРИГОРЧИК**, канд.техн.наук
Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси
В. М. КОНСТАНТИНОВ, д-р техн.наук, **В. Г. ДАШКЕВИЧ**, канд. техн.
наук, **И. М. МАТЮКОВ**, **П. С. МЫШКЕВИЧ**
Белорусский национальный технический университет

Проведено исследование структуры, фазового состава, дюрометрических свойств и износостойкости композиционных газотермических покрытий «08Г2С + АК12» и «06Х19Н9Т + АД1» после ионно-плазменного азотирования по различным режимам. Показано, что в результате ионного модифицирования покрытий азотом в их поверхностных слоях формируются азотированные слои глубиной от 5 до 100 мкм. Установлено, что в фазовом составе подвергнутых ионному азотированию алюмосодержащих композиционных газотермических покрытий регистрируется образование нитрида AlN. Сделан вывод, что нитрид алюминия, наряду с нитридами железа и хрома, образуется в легированных алюминием стальных частицах, формирующихся в процессе напыления газотермических покрытий. Показано, что образование нитрида алюминия в композиционных газотермических покрытиях обуславливает их высокую микротвердость (до 1100 HV 0,025) и износостойкость в условиях сухого и граничного трения. Установлено, что композиционные покрытия на базе системы Fe-Al после азотирования имеют более высокую износостойкость (в 1,1–2,0 раза) по сравнению с монопокрытиями из сталей 08Г2С и 06Х19Н9Т, прошедшими ионно-плазменное азотирование по аналогичным режимам.

Ключевые слова: газотермическое напыление, композиционные покрытия, ионное азотирование, нитрид алюминия, износостойкость

¹ Работа выполнена при финансовой поддержке БРФФИ в рамках договора № Т23 УЗБ-162

STRUCTURAL-PHASE STATE AND TRIBOTECHNICAL PROPERTIES OF COMPOSITE GAS-THERMAL COATINGS BASED ON THE Fe-Al SYSTEM SUBJECT TO ION-PLASMA NITRIDING

V. A. KUKAREKO, Dr. in Physical and Mathematical Sciences,
A. N. GRIGORCHIK, Ph. D. in Technical Sciences
United Institute of Mechanical Engineering of the National Academy
of Sciences of Belarus

V. M. KONSTANTINOV, Dr. of Engineering Sciences,
V. G. DASHKEVICH, Ph. D. in Technical Sciences,
I. M. MATUKOV, P. S. MYSHKEVICH
Belarusian National Technical University

A study was carried out of the structure, phase composition, durometer properties and wear resistance of composite thermal gas coatings "08G2S + AK12" and "06Kh19N9T + AD1" after ion-plasma nitriding in various modes. It has been shown that as a result of ion modification of coatings with nitrogen, nitrated layers with a depth of 5 to 100 μm are formed in their surface layers. It has been established that in the phase composition of aluminum-containing composite gas-thermal coatings subjected to ion nitriding, the formation of AlN nitride is recorded. It was concluded that aluminum nitride, along with iron and chromium nitrides, is formed in aluminum-alloyed steel particles formed during the spraying of thermal coatings. It has been shown that the formation of aluminum nitride in composite gas-thermal coatings determines their high microhardness (up to 1100 HV 0.025) and wear resistance under conditions of dry and boundary friction. It has been established that composite coatings based on the Fe-Al system after nitriding have 1.1 to 2.0 times higher wear resistance compared to monocoatings made from 08G2S and 06Kh19N9T steels that have undergone ion-plasma nitriding in similar modes.

Keywords: thermal spraying, composite coatings, ion nitriding, aluminum nitride, wear resistance

Введение. Ранее в работах [1, 2] было показано, что газотермическое напыление покрытий из сталей различных классов и их последующее ионное азотирование позволяют формировать на поверхностях изделий слои с повышенной износостойкостью, которые могут работать в высоконагруженных узлах трения. Отмечено, что высокая износостойкость наблюдается у газотермических покрытий с повышенным содержанием хрома (из сталей 40X13, 06X19N9T,

95Х18), который в процессе азотирования образует высокопрочный нитрид CrN [3]. Вместе с тем, известно [3, 4], что для изготовления деталей с повышенной микротвердостью и износостойкостью разработаны специальные стали с повышенным содержанием алюминия (38Х2МЮА, 38ХВФЮА и др.). В результате азотирования этих сталей в их поверхностных слоях образуется нитрид алюминия, имеющий высокие физико-механические характеристики. В частности, микротвердость нитрида алюминия AlN достигает 12 ГПа, а нитрида хрома – 11 ГПа [3]. В то же время введение в сталь при выплавке большого количества алюминия (более 1,0 масс. %) сопровождается рядом трудностей, обусловленных его интенсивным выгоранием, образованием оксида Al₂O₃, который может понижать пластичность стали. Вместе с тем, как было показано в работах [5–7], совместное газотермическое напыление стальной и алюминиевой проволок приводит к формированию композиционных покрытий, содержащих стальные частицы, легированные 4–5 масс. % алюминия. Таким образом, можно полагать, что азотирование композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al будет способствовать выделению в них специальных нитридов, в том числе, нитрида алюминия. Вместе с тем, в литературе не представлено данных о влиянии ионного азотирования на структурно-фазовое состояние, твердость и износостойкость композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al. В связи с этим целью работы являлось исследование структуры, фазового состава, твердости и износостойкости в различных условиях трения, подвергнутых ионно-плазменному азотированию композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al.

Методики получения образцов и исследований. Газотермическое напыление покрытий на базе системы Fe-Al осуществлялось за счет одновременного распыления проволочных материалов из стали 08Г2С и алюминиевого сплава АК12. Кроме того проводилось напыление покрытий из стали 06Х19Н9Т и алюминиевого сплава АД1. Для сравнения износостойкости ионно-модифицированных композиционных покрытий с монопокрытиями также проводилось ионное азотирование газотермических покрытий из сталей 08Г2С и 06Х19Н9Т. Ионно-плазменное азотирование (ИПА) образцов напыленных монопокрытий и покрытий из композиционных материалов проводилось на установке ФТИ 0.361.

Проводили металлографические исследования (с использованием микроскопа АЛЬТАМИ МЕТ 1МТ), рентгеноструктурный анализ (на дифрактометре POWDIX 600). Сравнительные испытания триботехнических свойств образцов напыленных покрытий проводили в условиях трения без смазочного материала при удельной нагрузке 1,5 МПа, а также в смазочном материале И-20А при удельной нагрузке испытаний 10 МПа. В качестве контртела использовалась закаленная сталь У8 с твердостью 800 HV 10. Износостойкость призматических образцов с покрытиями в условиях граничного трения определялась посредством измерения величины их линейного износа [8]. При трении без смазочного материала определялась величина массового износа. Путь трения при испытаниях составлял 1200 м. Измерения твердости и микротвердости по Виккерсу проводились на твердомере DuraScan20.

Результаты исследований и их обсуждение. В результате совместного газотермического напыления стальной и алюминиевой проволок формировались плотные композиционные покрытия, пористость которых не превышала 2–3 об. % [6, 7]. Фазовый состав напыленных композиционных покрытий «08Г2С + АК12» включает в себя матричные фазы α -Fe, Al и небольшое количество оксидов FeO и Fe₃O₄, а в покрытиях «06Х19Н9Т + АД1» регистрируется, помимо вышеперечисленных фаз, большое количество γ -Fe [9]. В процессе напыления композиционных покрытий на базе системы Fe-Al происходит легирование стальных частиц алюминием, содержание которого в различных участках стальных напыленных частиц варьируется в широком диапазоне и может достигать 4–20 масс. % [10]. В результате ионно-плазменного азотирования в поверхностных слоях газотермических покрытий из «08Г2С + АК12» формируются волнообразные (повторяющие профиль напыленных частиц) модифицированные азотом слои глубиной 20–95 мкм при температуре азотирования 470 °С (4 ч) и глубиной 40–105 мкм при температуре 520 °С (5 ч) (рисунок 1, таблица 1). Глубина азотированных слоев в газотермическом покрытии из «06Х19Н9Т+АД1» составляет 5–20 мкм после ИПА при 470 °С (4 ч) и 10–30 мкм после ионного азотирования при 520 °С (5 ч) (рисунок 2, таблица 1). Пониженная глубина азотированных слоев в покрытиях «06Х19Н9Т + АД1» обусловлена высоким содержанием в покрытии хрома, который являет-

ся сильным нитридообразующим элементом и замедляет диффузионный перенос атомов азота [3, 11, 12].

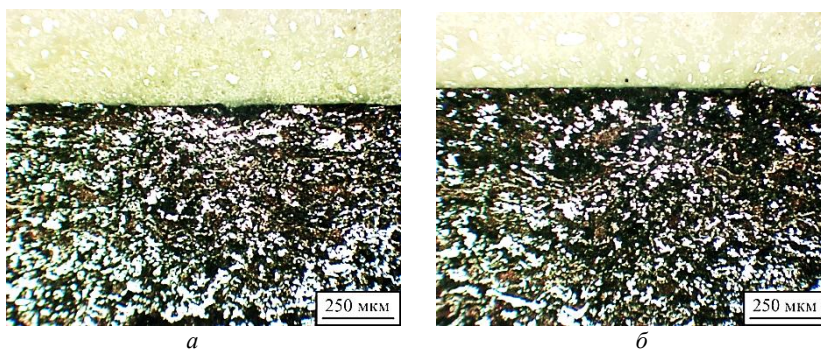


Рисунок 1 – Характерные микроструктуры композиционных газотермических покрытий из «08Г2С + АК12», подвергнутых ионно-плазменному азотированию:
a – ИПА при температуре 470 °С в течение 4 ч;
б – ИПА при температуре 520 °С в течение 5 ч

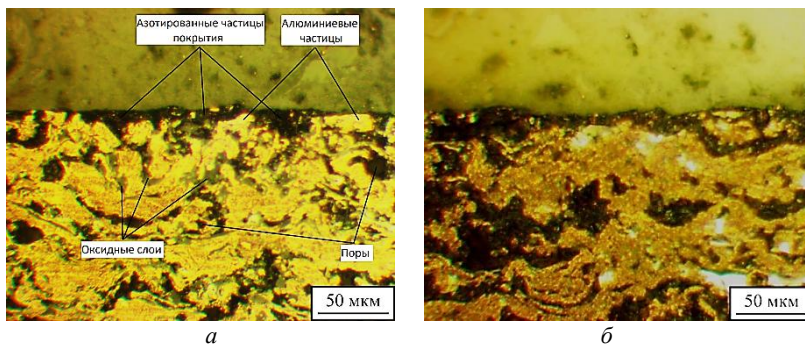


Рисунок 2 – Характерные микроструктуры композиционных газотермических покрытий из «06Х19Н9Т + АД1», подвергнутых ионно-плазменному азотированию:
a – ИПА при температуре 470 °С в течение 4 ч;
б – ИПА при температуре 520 °С в течение 5 ч

Таблица 1 – Глубина азотированных слоев и пористость газотермических покрытий, подвергнутых различным видам упрочняющей обработки

Материал покрытия и режим его обработки	Глубина азотированного слоя, мкм	Пористость покрытий, об. %
«08Г2С + АК12» после напыления	–	2–3
«08Г2С + АК12» + отжиг 510 °С (1 ч)	–	3–5
08Г2С + ИПА при 510 °С (5 ч)	90–100	3–5
«08Г2С + АК12» + ИПА при 470 °С (4 ч)	20–95	8–12
«08Г2С + АК12» + ИПА при 520°С (5 ч)	40–105	12–15
«06Х19Н9Т + АД1» после напыления	–	2–3
«06Х19Н9Т + АД1» + отжиг 510 °С (1 ч)	–	3–5
06Х19Н9Т + ИПА при 510 °С (5 ч)	40–45	3–5
«06Х19Н9Т + АД1» + ИПА при 470 °С (4 ч)	5–20	7–11
«06Х19Н9Т + АД1» + ИПА при 520 °С (5 ч)	10–30	10–15

Несплощность азотированных слоев и их волнообразная морфология обусловлена как формой напыленных частиц, так и наличием на поверхности и в подповерхностных слоях композиционных покрытий частиц чистого алюминиевого сплава, имеющего на поверхности плотные оксидные пленки, выступающие барьером для диффузии атомов азота и препятствующие его диффузионному перемещению в более глубокие слои покрытий (рисунок 3). Кроме этого, как было показано в работе [13], оксидные прослойки, состоящие из FeO и Fe₃O₄ и располагающиеся на границах стальных частиц, также препятствуют диффузионному переносу атомов азота между смежными стальными частицами (рисунок 3), что, в свою очередь, обуславливает пониженную глубину азотированных слоев в монопокрытиях из сталей, но при этом обеспечивает повышенную концентрацию азота в поверхностных слоях покрытий. Таким образом, поверхность композиционного газотермического покрытия на базе системы Fe-Al после азотирования включает стальные частицы с различной концентрацией атомов азота, а также немодифицированные атомами азота алюминиевые частицы (рисунок 3).

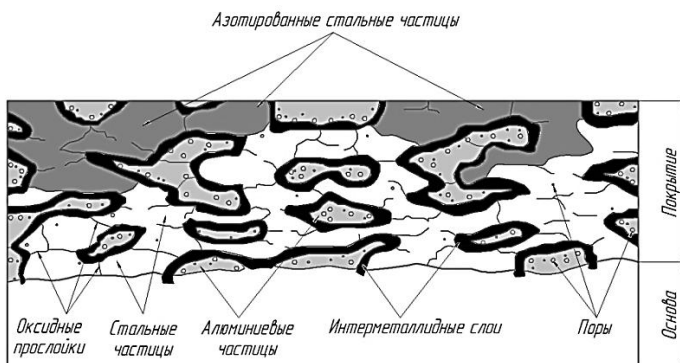


Рисунок 3 – Схема формирования азотированного слоя в композиционном покрытии на базе системы Fe-Al

Установлено, что в результате длительной выдержки в процессе ионного азотирования протекает диффузионный перенос атомов более активного при данных температурах алюминия в стальные прослойки с образованием в них интерметаллидных соединений (таблица 1). При этом, диффузия атомов алюминия в стальные частицы сопровождается переносом на их место вакансий с последующим формированием в процессе изотермической выдержки диффузионной пористости. Пористость композиционных покрытий в результате ионно-плазменного азотирования при температуре 470 °С (4 ч) возрастает до 7–12 об. %, а в результате ионного азотирования при температуре 520 °С (5 ч) – до 10–15 об. %. При этом необходимо отметить, что пористость покрытий на базе системы Fe-Al после напыления не превышает 2–3 об. %.

Фазовый состав композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al представлен на рисунке 4 и в таблице 2. Очевидно, что в процессе ионного азотирования композиционных покрытий из «08Г2С + АК12» в его поверхностных слоях сохраняются частицы из алюминия и легированной алюминием стали, образуется нитрид железа Fe_4N и специальный нитрид AlN (таблица 2, рисунок 4, а, б), а также выделяются интерметаллидные соединения $Al_{13}Fe_4$, Al_3Fe_2 . При этом необходимо отметить, что образование нитрида алюминия происходит в стальных частицах, легированных алюминием в процессе напыления покрытий. В свою очередь, вы-

деление интерметаллидных частиц происходит на границах стальных и алюминиевых частиц за счет активного диффузионного переноса атомов алюминия в стальные прослойки при температурах азотирования [10]. В газотермическом покрытии из «06X19H9T + АД1» при ионном азотировании протекают подобные диффузионные процессы, приводящие к образованию нитрида алюминия и интерметаллидов, а также к формированию твердого раствора азота в аустените [14] и нитрида CrN (таблица 2, рисунок 4, в, з) [3, 11, 12]. Кроме этого, необходимо отметить, что повышение температуры ионно-плазменного азотирования от 470 до 520 °С и увеличение времени выдержки от 4 до 5 ч приводит к укрупнению выделившихся частиц AlN (таблица 2), а также повышению его количества в покрытии, о чем свидетельствует возрастание интегральной площади дифракционных линий от данной фазы (рисунок 4).

Таблица 2 – Фазовый состав композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al, а также размер кристаллитов AlN

Материал покрытия и режим его обработки	Фазовый состав	Размер кристаллитов AlN, нм
«08Г2С + АК12» + ИПА при 470 °С (4 ч)	α -Fe, Al, Fe ₄ N, Al ₁₃ Fe ₄ , Al ₅ Fe ₂ , AlN	9,7
«08Г2С + АК12» + ИПА при 520 °С (5 ч)	α -Fe, Al, Fe ₄ N, Al ₁₃ Fe ₄ , Al ₅ Fe ₂ , AlN	12,8
«06X19H9T + АД1» + ИПА при 470 °С (4 ч)	α -Fe, γ -Fe, Al, γ'_N , Al ₁₃ Fe ₄ , Al ₅ Fe ₂ , Fe ₄ N, CrN, AlN	10,8
«06X19H9T + АД1» + ИПА при 520 °С (5 ч)	α -Fe, γ -Fe, Al, γ'_N , Al ₁₃ Fe ₄ , Al ₅ Fe ₂ , Fe ₄ N, CrN, AlN	11,6

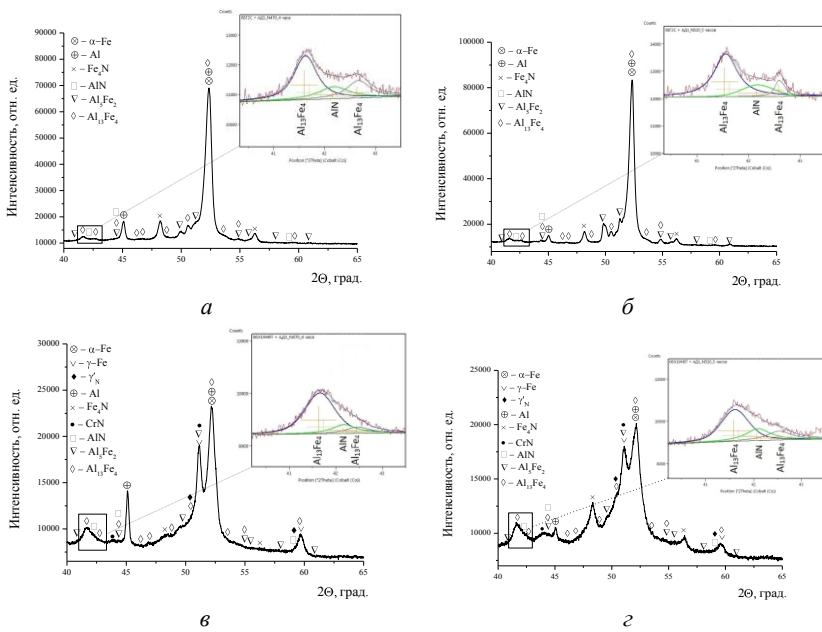


Рисунок 4 – Фрагменты рентгеновских дифрактограмм ($\text{CoK}\alpha$) от поверхностных слоев композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al, подвергнутых ионно-плазменному азотированию:

а – ИПА при температуре 470 °C в течение 4 ч;

б – ИПА при температуре 520 °C в течение 5 ч; в – ИПА при температуре 470 °C в течение 4 ч; г – ИПА при температуре 520 °C в течение 5 ч

Образование в процессе ИПА в композиционных покрытиях на базе системы Fe-Al нитрида алюминия приводит к существенному возрастанию микротвердости поверхностных слоев покрытия. Макротвердость композиционных покрытий, подвергнутых ионно-плазменному азотированию (470 и 520 °C) незначительно снижается по сравнению с исходным состоянием после напыления (таблица 3). Понижение значений твердости азотированных композиционных газотермических покрытий обусловлено повышением их пористости (таблица 2) в процессе ионного модифицирования за счет развития диффузионной пористости. В то же время значения микротвердости частиц на поверхности композиционных покрытий находятся в широком диапазоне (таблица 3). Микротвердость поверхностных частиц композиционных покрытий «08Г2С + АК12»

после ИПА составляет 100–1050 HV 0,025, а покрытия из «06X19H9T + АД1» – 100–1100 HV 0,025. Существенное различие значений микротвердости поверхностных частиц покрытий после ионного азотирования связано с наличием в поверхностных слоях композита как ионно-модифицированных стальных прослоек, так и прослоек из неазотированного алюминиевого сплава (рисунки 1– 3). Более высокие значения микротвердости стальных частиц покрытия из «06X19H9T + АД1» связаны с образованием в них в процессе ионного азотирования, помимо частиц нитрида алюминия, также и частиц высокопрочного нитрида хрома CrN (рисунок 4).

Таблица 3 – Твердость и микротвердость композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al после ионно-плазменного азотирования

Материал покрытия и режим его обработки	Твердость, HV 10	Микротвердость, HV 0,025
«08Г2С + АК12» после напыления	190	100–300
«08Г2С + АК12» + ИПА при 470 °С (4 ч)	170	100–950
«08Г2С + АК12» + ИПА при 520°С (5 ч)	170	100–1050
«06X19H9T + АД1» после напыления	180	100–400
«06X19H9T + АД1» + ИПА при 470 °С (4 ч)	175	100–1050
«06X19H9T + АД1» + ИПА при 520 °С (5 ч)	170	100–1100

Результаты триботехнических исследований (таблица 4, рисунок 5) свидетельствуют о следующем. В условиях сухого трения композиционные газотермические покрытия имеют относительно невысокую износостойкость. В частности, интенсивность массового изнашивания покрытия из «08Г2С + АК12» составляет $400,0 \times 10^{-3}$ мг/м, а покрытия из «06X19H9T + АД1» – $115,0 \times 10^{-3}$ мг/м (таблица 4). Более высокий уровень износостойкости покрытия, включающего сталь 06X19H9T, обусловлен наличием в нем аустенита, который в условиях жесткого адгезионного взаимодействия при трении претерпевает деформационное мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение, в результате которого растет твердость и износостойкость поверхностных слоев покрытия. Отжиг композиционных покрытий при температуре 510 °С в течение 1 ч приводит к повышению их износостойкости (таблица 4, рисунок 5) за счет

дисперсионного упрочения при выделении интерметаллидных соединений Al_3Fe_4 , Al_5Fe_2 [6, 7]. При этом в случае использования легированной стали 06X19H9T при формировании композиционных покрытий количество выделившихся интерметаллидных соединений в процессе отжига меньше по сравнению с покрытием из «08Г2С + АК12» [10]. Это обусловлено пониженной диффузионной подвижностью атомов алюминия в высоколегированных стальных частицах по сравнению со скоростью диффузионного переноса в частицах из стали 08Г2С. Ионно-плазменное азотирование композиционного покрытия «08Г2С + АК12» при температурах 470 °С (4 ч) и 520 °С (5 ч) приводит к существенному возрастанию его износостойкости в условиях трения без смазочного материала. Повышенная износостойкость композиционного покрытия, подвергнутого ИПА, связана с выделением в его поверхностных слоях при упрочняющей обработке нитрида железа Fe_4N , твердого нитрида AlN , а также интерметаллидных соединений Al_3Fe_4 , Al_5Fe_2 . Следует отметить, что износостойкость композиционного покрытия «08Г2С + АК12» после ионного модифицирования в 1,4–2,0 раза выше по сравнению с монопокрытием из стали 08Г2С после ИПА (таблица 4, рисунок 6), что обусловлено наличием в фазовом составе упрочненного композита нитрида алюминия AlN . В то же время в результате ионно-плазменного азотирования композиционного покрытия «06X19H9T + АД1» при температуре 470 °С в течение 4 ч интенсивность массового изнашивания снижается до $42,5 \times 10^{-3}$ мг/м (таблица 4, рисунок 5). При этом на начальных стадиях сухого трения (600 мм) покрытие из «06X19H9T + АД1», обработанное ионами азота при температуре 470 °С в течение 4 ч, характеризуется относительно высокой износостойкостью, а затем происходит резкое повышение массового износа, что обусловлено изнашиванием в процессе трения тонкого упрочненного азотом слоя (таблица 1, рисунок 2) и выходом в зону трения неазотированных слоев покрытия. Ионно-плазменное азотирование покрытия из «06X19H9T + АД1» при температуре 520 °С в течение 5 ч обеспечивает увеличение толщины азотированного слоя и приводит к повышению износостойкости покрытия примерно в 160 раз по сравнению с исходным состоянием (таблица 4, рисунок 5). Существенный прирост износостойкости покрытия «06X19H9T + АД1» после ИПА связан с обра-

зованием в его поверхностных слоях нитрида Fe_4N , твердого раствора азота в аустените и нитридов CrN и AlN (таблица 2, рисунок 4). Вместе с тем, необходимо отметить, что износостойкость композиционного покрытия «06X19H9T + АД1» после ИПА в условиях сухого трения ниже, чем у монопокрытия из стали 06X19H9T, подвергнутого ионному азотированию (таблица 4, рисунок 5). Это связано с формированием в поверхностных слоях покрытия из «06X19H9T + АД1» при ионном азотировании относительно неглубоких модифицированных азотом слоев и повышением его пористости до $\approx 10-15$ об. % (таблица 1).

Таблица 4 – Интенсивности массового и линейного изнашивания композиционных газотермических покрытий на базе системы Fe-Al в условиях сухого и граничного трения, соответственно

Материал покрытия и режим его обработки	Интенсивность массового изнашивания в условиях сухого трения ($p = 1,5$ МПа) $I_q, \times 10^{-3}$ мг/м	Интенсивность линейного изнашивания в условиях граничного трения ($p = 10$ МПа) $I_{lx}, \times 10^{-10}$
«08Г2С + АК12» после напыления	400,0	4,3
«08Г2С + АК12» + отжиг 510 °С (1 ч)	150,0	3,3
08Г2С + ИПА при 510 °С (5 ч)	3,9	2,7
«08Г2С + АК12» + ИПА при 470 °С (4 ч)	2,8	2,8
«08Г2С + АК12» + ИПА при 520 °С (5 ч)	1,9	2,3
«06Х19Н9Т + АД1» после напыления	115,0	7,0
«06Х19Н9Т + АД1» + отжиг 510 °С (1 ч)	92,6	6,6
06Х19Н9Т + ИПА при 510 °С (5 ч)	0,5	2,4
«06Х19Н9Т + АД1» + ИПА при 470 °С (4 ч)	42,5	2,3
«06Х19Н9Т + АД1» + ИПА при 520 °С (5 ч)	0,7	2,1

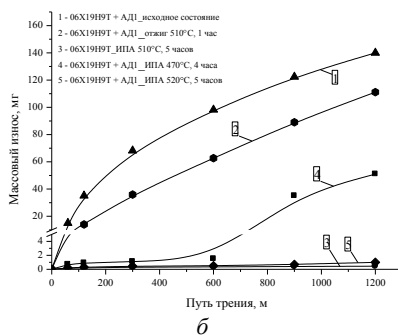
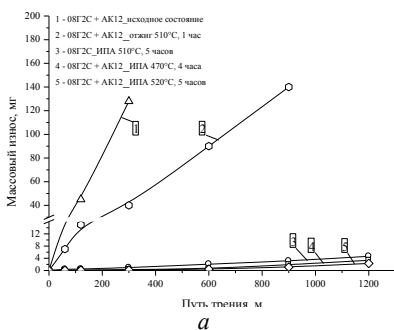


Рисунок 5 – Зависимости массового износа от пути трения для композиционных газотермических покрытий «08Г2С + АК12» (а) и «06Х19Н9Т + АД1» (б), испытанных в условиях сухого трения при удельной нагрузке 1,5 МПа

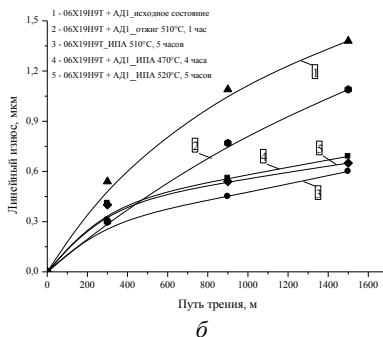
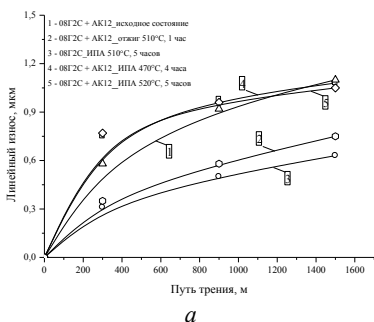


Рисунок 6 – Зависимости линейного износа от пути трения для композиционных газотермических покрытий «08Г2С + АК12» (а) и «06Х19Н9Т + АД1» (б), испытанных со смазочным материалом И-20А при удельной нагрузке 10 МПа

В условиях трения со смазочным материалом И-20А интенсивность линейного изнашивания покрытия из «08Г2С + АК12» составляет $4,3 \times 10^{-10}$, а покрытия из «06Х19Н9Т + АД1» – $7,0 \times 10^{-10}$ (таблица 4, рисунок 6). Повышенная износостойкость в условиях граничного трения покрытия из «08Г2С + АК12» по сравнению с покрытием из «06Х19Н9Т + АД1» обусловлена более высокой твердостью первого из них, которая обусловлена наличием в нем алюминиевого сплава с повышенным содержанием кремния. Последующий отжиг композиционных покрытий при температуре 510 °С в течение 1 ч приводит к увеличению их износостойкости в

условиях трения со смазочным материалом И-20А (таблица 4, рисунок 6). В частности, износостойкость покрытия из «08Г2С + АК12» после отжига увеличивается в 1,3 раза по сравнению с исходным состоянием, а покрытия из «06Х19Н9Т + АД1» – в 1,1 раза. Повышение сопротивления изнашиванию отожженных покрытий обусловлено образованием в них в процессе отжига интерметаллидных соединений $Al_{13}Fe_4$, Al_5Fe_2 , которые повышают твердость и микротвердость композиционных покрытий. Ионно-плазменное азотирование композиционного газотермического покрытия «08Г2С + АК12» при температурах 470 °С (4 ч) 520 °С (5 ч) приводит к увеличению его износостойкости в 1,5–1,9 раз по сравнению с исходным состоянием (таблица 4, рисунок 6). Высокая износостойкость покрытий из «08Г2С + АК12» в результате ИПА достигается за счет формирования относительно глубоких модифицированных ионами азота поверхностных слоев, имеющих повышенный уровень микротвердости (таблица 3) вследствие образования в них нитридов Fe_4N и AlN . Также необходимо отметить, что интенсивность линейного изнашивания композиционного покрытия «08Г2С + АК12», обработанного ионами азота при 520 °С в течение 5 ч, в 1,2 раза ниже по сравнению с монопокрытием из стали 08Г2С после ИПА (таблица 4, рисунок 6), что связано с присутствием в композите неазотируемых частиц алюминия. Обработка ионами азота композиционного покрытия «06Х19Н9Т + АД1» при температурах 470 °С (4 ч) и 520 °С (5 ч) также приводит к существенному повышению его износостойкости при трении со смазочным материалом И-20А (таблица 4, рисунок 6). В частности, ионно-модифицированные покрытия из «06Х19Н9Т + АД1» имеют более высокую износостойкость (в 3,0–3,3 раза) по сравнению с исходным состоянием (таблица 4, рисунок 6). Высокая износостойкость композиционных покрытий из «06Х19Н9Т + АД1», подвергнутых ИПА, достигается за счет образования в процессе азотирования в поверхностных слоях покрытий твердых нитридов CrN и AlN , а также твердого раствора азота в аустените и нитрида Fe_4N (таблица 2). Кроме этого, износостойкость композиционных покрытий, подвергнутых ионно-плазменному азотированию, выше на 14 % по сравнению с износостойкостью монопокрытия из аустенитной стали 06Х19Н9Т (таблица 4, рисунок 6). Более высокая износостойкость обработанных

ионами азота покрытий из «06X19H9T + АД1» связана с наличием в их фазовом составе нитрида AlN, который наряду с нитридом CrN, характеризуется повышенной твердостью.

Таким образом, напыление композиционных покрытий на базе системы Fe-Al и их последующее ионно-плазменное азотирование позволяют формировать слои с повышенной износостойкостью, которые могут работать в различных условиях трения при высоких контактных давлениях.

Заключение. Исследовано структурно-фазовое состояние и износостойкость композиционных газотермических покрытий «08Г2С + АК12» и «06X19H9T + АД1», подвергнутых ионно-плазменному азотированию. Показано, что в процессе ионно-плазменного азотирования в поверхностных слоях газотермических покрытий формируются модифицированные азотом слои глубиной от 5 до 105 мкм, содержащие высокопрочный нитрид алюминия. В частности, фазовый состав азотированных слоев в композиционных покрытиях из «08Г2С + АК12» включает в себя α -Fe, Al, Fe₄N и AlN, а также интерметаллидные соединения Al₁₃Fe₄, Al₃Fe₂. Модифицированные азотом слои в покрытиях из «06X19H9T + АД1» содержат α -Fe, γ -Fe, Al, γ'_N , Fe₄N, CrN, AlN и интерметаллиды Al₁₃Fe₄, Al₃Fe₂. Микротвердость композиционных покрытий после ионно-плазменного азотирования находится в интервале от 100 до 1100 HV 0,025. Широкий диапазон значений микротвердости поверхностных слоев покрытий, подвергнутых ионному азотированию, обусловлен наличием на его поверхности как азотированных стальных частиц, так и прослоек из чистого неазотируемого алюминия. Показано, что износостойкость ионно-модифицированных азотом композиционных покрытий выше (до 240 раз) в условиях сухого трения и выше в условиях трения со смазочным материалом И-20А (до 3,3 раз) по сравнению с исходным состоянием. Установлено, что азотированные композиционные покрытия «08Г2С + АК12» и «06X19H9T + АД1» имеют более высокую износостойкость, чем покрытия из сталей 08Г2С и 06X19H9Т. Повышенное сопротивление изнашиванию композиционных покрытий «08Г2С + АК12» и «06X19H9Т + АД1», подвергнутых ионно-плазменному азотированию, достигается за счет образования в их поверхностных слоях твердого и высокопрочного нитрида алюминия.

Список литературы

1. Влияние ионно-лучевого азотирования на структурно-фазовое состояние и триботехнические свойства экономичных газотермических покрытий из проволочных сталей различных классов / В. А. Кукареко [и др.] // Трение и износ. – 2013 (34). – № 6. – С. 621–627.

2. Структурно-фазовое состояние и износостойкость в условиях граничного трения обработанных ионами азота газотермических покрытий из сталей различных классов / В. А. Кукареко [и др.] // Трение и износ. – 2015 (36). – № 6. – С. 661–670.

3. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин [и др.]. – М.: Металлургия, 1991. – 320 с.

4. Лахтин, Ю. М. Химико-термическая обработка металлов / Ю. М. Лахтин, Б. Н. Арзамасов. – М.: Металлургия, 1984. – 256 с.

5. Хасуи, А. Наплавка и напыление / А. Хасуи, О. Моригаки. – М.: Машиностроение, 1985. – 240 с.

6. Высокотемпературная термическая обработка газотермических покрытий из псевдосплава «Fe-Al» / А. Н. Григорчик [и др.] // Письма о материалах. – 2021. – Т.11. – № 2. – С. 198–203.

7. Структурно-фазовое состояние и коррозионная стойкость покрытий из псевдосплавов Fe-Al, Fe-Cr-Ni-Al и Ni-Cr-Al, напыленных методом гиперзвуковой металлизации / Е. В. Астрашаб [и др.] // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: Сб. научных трудов. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2022. – Кн. 2. – С. 8–15.

8. Ионно-модифицированные субмикроструктурные титановые и циркониевые сплавы для медицины и механики // А. Г. Кононов [и др.] // Механика машин, механизмов и материалов. – 2013. – № 1 (22). – С. 47–53.

9. Влияние отжига на структурно-фазовое состояние и свойства газотермического покрытия из псевдосплава «Al-Fe-Cr-Ni», полученного методом высокоскоростного распыления проволочных материалов / Е. В. Астрашаб [и др.] // Механика машин, механизмов и материалов. – 2021. – № 4. – С. 71–77.

10. Астрашаб, Е. В. Структурно-фазовые превращения в материалах систем Fe-Al, (Fe-Cr-Ni)-Al и (Ni-Cr)-Al при получении износостойких и коррозионностойких покрытий для деталей машиностроения

ния: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / Е. В. Астрашаб; Физико-технический институт НАН Беларуси. – Минск, 2023. – 193 с.

11. A comparison of sensitization kinetics in 304 and 316 stainless steels / E. Almanza [et al.] // *Journal of Material Science*. – 2000. – Vol. 35. – P. 3181–3188.

12. Nitrogen diffusion in stainless steel during irradiation with mass-selected low-energy N⁺ ion beams / N. Tsubouchi [et al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 2005. – Vol. 196. – P. 271–274.

13. Особенности формирования модифицированного азотом слоя при ионно-лучевой обработке гиперзвукового газотермического покрытия из аустенитной стали / А. Н. Григорчик [и др.] // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. – 2016. – № 7. – С. 41–46.

14. Белый, А. В. Инженерия поверхностей конструкционных материалов концентрированными потоками ионов азота / А. В. Белый, В. А. Кукареко, А. Патеюк. Минск: Белорус. навука, 2007. – 244 с.

References

1. Vliyanie ionno-luchevogo azotirovaniya na strukturno-fazovoe sostoyanie i tribotekhnicheskie svoystva ekonomichnykh gazotermicheskikh pokrytij iz provolochnykh stalej razlichnykh klassov [The influence of ion-beam nitriding on the structural-phase state and tribological properties of economical gas-thermal coatings made of wire steels of various classes] / V. A. Kukareko [et al.] // *Trenie i iznos = Friction and wear*. – 2013 (34). – No. 6. – P. 621–627.

2. Strukturno-fazovoe sostoyanie i iznosostojkost' v usloviyah granichnogo treniya obrabotannykh ionami azota gazotermicheskikh pokrytij iz stalej razlichnykh klassov [Structural-phase state and wear resistance under conditions of boundary friction of gas-thermal coatings treated with nitrogen ions from steels of various classes] / V. A. Kukareko [et al.] // *Trenie i iznos = Friction and wear*. – 2015 (36). – No. 6. – P. 661–670.

3. Teoriya i tekhnologiya azotirovaniya [Theory and technology of nitriding] / YU. M. Lahtin [et al.]. – Moscow: Metallurgiya Publ., 1991. – 320 p.

4. Lahtin, YU. M. *Himiko-termicheskaya obrabotka metallov* [Chemical-thermal treatment of metals] / YU. M. Lahtin, B. N. Arzamasov. – Moscow: Metallurgiya Publ., 1984. – 256 p.

5. Hasui, A. *Naplavka i napylenie* [Surfacing and spraying] / A. Hasui, O. Morigaki. – Moscow: Mashinostroenie Publ., 1985. – 240 p.

6. Vysokotemperaturnaya termicheskaya obrabotka gazotermicheskikh pokrytij iz psevdosplava «Fe-Al» [High-temperature heat treatment of gas-thermal coatings made of “Fe-Al” pseudo-alloy] / A. N. Grigorichik [et al.] // *Pis'ma o materialah = Letters about materials*. – 2021. – Vol. 11. – No. 2. – P. 198–203.

7. Strukturno-fazovoe sostoyanie i korrozionnaya stojkost' pokrytij iz psevdosplavov Fe-Al, Fe-Cr-Ni-Al i Ni-Cr-Al, napylenykh metodom giperzvukovoj metallizacii [Structural-phase state and corrosion resistance of coatings made of Fe-Al, Fe-Cr-Ni-Al and Ni-Cr-Al pseudo-alloys, sprayed by hypersonic metallization] / E. V. Astrashab [et al.] // *Sovremennye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov: sbornik nauchnykh trudov = Modern methods and technologies for creating and processing materials: collection of scientific papers* / - Minsk: Institute of Physics and Technology of the National Academy of Sciences of Belarus Publ., 2022. – Book 2. – P. 8–15.

8. Ionno-modificirovannyye submikrokristallicheskie titanovyye i cirkonievyye splavy dlya mediciny i mekhaniki [Ion-modified submicrocrystalline titanium and zirconium alloys for medicine and mechanics] // A. G. Kononov [et al.] // *Mekhanika mashin, mekhanizmov i materialov = Mechanics of machines, mechanisms and materials*. – 2013. – No. 1 (22). – P. 47–53.

9. Vliyanie otzhiga na strukturno-fazovoe sostoyanie i svoystva gazotermicheskogo pokrytiya iz psevdosplava «Al-Fe-Cr-Ni», poluchennogo metodom vysokoskorostnogo raspyleniya provolochnykh materialov [The influence of annealing on the structural-phase state and properties of a gas-thermal coating made of “Al-Fe-Cr-Ni” pseudo-alloy, obtained by high-speed sputtering of wire materials] / E. V. Astrashab [et al.] // *Mekhanika mashin, mekhanizmov i materialov = Mechanics of machines, mechanisms and materials*. – 2021. – No. 4. – P. 71–77.

10. Astrashab, E. V. *Strukturno-fazovyye prevrashcheniya v materialakh sistem Fe-Al, (Fe-Cr-Ni)-Al i (Ni-Cr)-Al pri poluchenii iznoso- i korrozionnostojkikh pokrytij dlya detalej mashinostroeniya* [Structural-phase transformations in materials of the Fe-Al, (Fe-Cr-Ni)-Al and

(Ni-Cr)-Al systems when obtaining wear- and corrosion-resistant coatings for mechanical engineering parts]: dis. ... kand. techn. nauk: 05.16.09 / E. V. Astrashab; Institute of Physics and Technology of the National Academy of Sciences of Belarus. – Minsk, 2023. – 193 p.

11. A comparison of sensitization kinetics in 304 and 316 stainless steels / E. Almanza [et al.] // Journal of Material Science. – 2000. – Vol. 35. – P. 3181 – 3188.

12. Nitrogen diffusion in stainless steel during irradiation with mass-selected low-energy N⁺ ion beams / N. Tsubouchi [et al.] // Surface and Coatings Technology. – 2005. – Vol. 196. – P. 271 – 274.

13. Osobennosti formirovaniya modifitsirovannogo azotom sloya pri ionno-luchevoj obrabotke giperzvukovogo gazotermicheskogo pokrytiya iz austenitnoj stali [Features of the formation of a nitrogen-modified layer during ion-beam treatment of a hypersonic gas-thermal coating made of austenitic steel] / A. N. Grigorchik [et al.] // *Poverhnost'. Rentgenovskie, sinhrotronnye i nejtronnye issledovaniya = Surface. X-ray, synchrotron and neutron research.* – 2016. – No. 7. – P. 41–46.

14. Belyj, A.V. Inzheneriya poverhnostej konstrukcionnyh materialov koncentrirovannymi potokami ionov azota [Engineering of surfaces of structural materials by concentrated flows of nitrogen ions] / A. V. Belyj, V. A. Kukareko, A. Pateyuk. Minsk: Belarusian navuka Publ., 2077. – 244 p.

Поступила 18.11.2024

Received 18.11.2024

**ПРИМЕНЕНИЕ КАРБЮРИЗАТОРА НА ОСНОВЕ
ПОРОШКА УГЛЕРОДА, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ
ПИРОЛИЗА (БИОУГЛЕРОДА), ДЛЯ ЦЕМЕНТАЦИИ
СТАЛЬНЫХ ИЗДЕЛИЙ**

В. М. КОНСТАНТИНОВ, д-р техн. наук, **В. А. ЛЕШОК**
Белорусский национальный технический университет
С. А. ЯНКОВСКИЙ, канд. техн. наук
Научно-образовательный центр И. Н. Бутакова

Изучены составы для порошковой цементации на основе порошка углерода, полученного методом пиролиза биологической массы, представленной кофейным жмыхом. Применение данных составов карбюризатора позволяет увеличить эффективную толщину цементованного слоя и износостойкость изделий в сравнении с цементацией в известном карбюризаторе и повышает качество поверхности изделия.

Ключевые слова: цементация, углерод, пиролиз, биоуглерод, химико-термическая обработка, термодиффузионное насыщение

**APPLICATION OF A CARBURETOR BASED ON CARBON
POWDER, OBTAINED BY PYROLYSIS (BIOCARBON),
FOR CEMENTATION OF STEEL PRODUCTS**

V. M. KONSTANTINOV, Dr. of Engineering Sciences, **V. A. LESHOK**
Belarusian National Technical University
S. A. YANKOVSKY, Ph. D in Technical Science
I. N. Butakov Scientific and Educational Center

Compositions for powder cementation based on carbon powder obtained by pyrolysis of the biological mass represented by coffee cake have been studied. The use of these carburetor compositions makes it possible to increase the effective thickness of the cemented layer and the wear resistance of products in comparison with cementation in a known carburetor and improves the surface quality of the product.

Keywords: cementation, carbon, pyrolysis, biocarbon, chemical and thermal treatment, thermal diffusion saturation

Введение. Проблема снижения энергетических затрат при химико-термической обработке (ХТО) была актуальна всегда. В структуре себестоимости многих изделий машиностроения ХТО занимает существенное место [1, 2]. Ранее были рассмотрены некоторые эффективные направления ускорения процессов ХТО [3–6]. Как известно, цементация – один из самых распространенных и энергоемких процессов ХТО. Так, например, цементация крупногабаритных колец специальных подшипников ОАО «Минский подшипниковый завод» требует не менее 45 ч при температуре 950 °С. Актуальными являются исследования с целью сокращения энергоемкости термодиффузионного насыщения стали углеродом [7].

Известны процессы насыщения стальных изделий в твердом карбюризаторе [8]. Общим признаком многих порошковых карбюризаторов является присутствие основного компонента – носителя углерода. Выполнены исследования по применению различных углеродсодержащих компонентов [9–11]. Очевидно, что цементация в твердом карбюризаторе не имеет широкого промышленного применения. Однако изучение альтернативных порошковых насыщающих смесей вместо традиционного карбюризатора может дать новые научные знания по интенсификации цементации. Речь идет об изучении процесса цементации в насыщающей смеси биоуглерода, который получен методом пиролиза кофейного жмыха.

Материалы и методики проведения исследований. В качестве исходной биологической массы для углерода, полученного методом пиролиза (УППП), применялся кофейный жмых, который предварительно обрабатывали паром. Температура пара составляла 110–130 °С, давление – 1,5–1,6 МПа. Кофейный жмых укладывали в термостойкий стальной контейнер, который загружали в муфельную электрическую печь. Скорость нагрева печи составляла 20 °С/мин, нагрев производился до температуры 600 °С. Пиролиз происходил в течение 1 ч в инертной среде аргона, который вдувался в муфель печи через систему обдува. С одной стороны система подключена к источнику газа, который подается в муфель печи через патрубок, обдувая биомассу. С другой стороны система отводит газы контейнера печи в вентиляционную шахту через газоанализатор. Скорость потока аргона составляла 145 мл/мин. После окончания пиролиза УППП охлаждался вместе с печью до комнатной

температуры, извлекался, измельчался на лабораторной мельнице и просеивался через сито на фракцию 70 мкм.

Карбюризатор состоял из смеси УПМП и углекислого бария при различной концентрации компонентов (таблица 1). Для приготовления смеси компоненты смешивались в лабораторном смесителе согласно заявленным пропорциям.

Таблица 1 – Состав карбюризатора для цементации на основе УПМП

№ состава	УПМП, масс. %	Углекислый барий, масс. %
1	100	0
2	99	1
3	98	2
4	97	3
5	96	4
6	95	5
7	94	6
8	93	7
9	92	8
10	91	9
11	90	10
12	89	11
13	88	12
14	87	13
15	86	14
16	85	15
17	84	16
18	83	17
19	82	18
20	81	19
21	80	20

Цементации подвергались образцы из стали марки 08А (таблица 2) диаметром 3 мм, длиной 15 мм (рисунок 1). Для термодиффузионного насыщения применялся стальной контейнер, дно которого покрыто слоем карбюризатора толщиной 20 мм. Стальные изделия укладывались горизонтально, сверху засыпался слой карбюризатора толщиной 20 мм. На каждом этапе засыпки карбюризатор подвер-

гался плотной трамбовке. С целью герметизации насыщающей среды и образцов от внешней атмосферы в процессе термодиффузионного насыщения предусматривалась система плавкого затвора контейнера: 1-й слой – просеянный кварцевый песок, фракция 90 мкм; 2-й слой – борный ангидрид (B_2O_3). Упакованный контейнер помещался в нагретую до 950 °С электрическую камерную печь, скорость нагрева печи – 15 °С/мин. Для достижения требуемой толщины диффузионного слоя было выбрано время выдержки равное 2,5 ч. Контейнер с опытными образцами извлекался из печи, охлаждался на воздухе (скорость охлаждения – 185 °С/ч) и распаковывался.



Рисунок 1 – Внешний вид опытных образцов

Таблица 2 – Химический состав стали 08А

C, %	Mn, %	Si, %	P, %	S, %
≤ 0,10	0,35–0,60	≤ 0,03	≤ 0,03	≤ 0,03

После цементации образцы подвергали традиционной закалке. Температура нагрева под закалку изделий составляла 890 °С, время выдержки при данной температуре – 10 мин. Охлаждающая среда – вода (температура – 20 °С). После закалки образцы подвергали отпуску при температуре 160 °С с охлаждением на воздухе.

Металлографические исследования структуры исследуемых образцов осуществляли с помощью оптического микроскопа Leica, оснащенного цифровой камерой. Сканирующий электронный микроскоп MIRA3 TESCAN (Чехия) применялся для анализа морфологии поверхности изделий, а также для изучения порошка УППП.

МикродюрOMETрические исследования проводили с использованием твердомера ПМТ-3М при нагрузке на индентор 200 г. Трибологические испытания проводились на инерционном стенде ИМ-58. Скорость скольжения поверхностей составляла 14 м/с, давление в зоне контактного взаимодействия – 6 МПа. Материал контртела – сталь 40.

Результаты исследований и их обсуждение. Согласно результатам сканирующей электронной микроскопии, частицы порошка биоуглерода имеют различный размер (рисунок 2). Преобладающий размер частиц в смеси составляет 30–40 мкм. Также были отмечены конгломераты частиц размерами 190–210 мкм, составляющие 3–5 % от общего количества частиц.

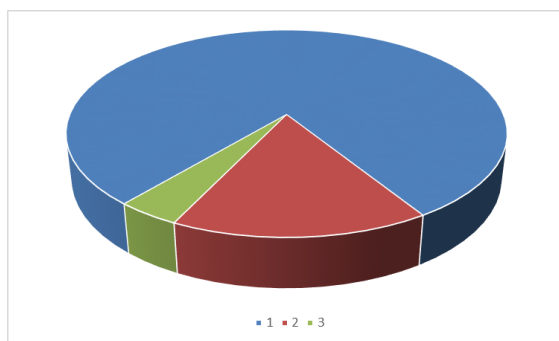


Рисунок 2 – Распределение размеров частиц порошка УПМП в объеме:
1 – 30–40 мкм; 2 – менее 30 мкм; 3 – более 40 мкм

Частицы УПМП имеют шаровидную и овальную форму, грани и ребра скруглены (рисунок 3, а). Доля острых углов в структуре порошка минимальна (рисунок 3, б). Отмечается слоистая повторяющаяся пористо-капиллярная структура частиц порошка УПМП. Средняя толщина слоя составляет 2–3 мкм. Количество слоев на частицу – 7–15 штук (рисунок 3, в). Диаметр капилляров – 0,4–1,2 мкм (рисунок 3, г).

Был проведен химический анализ применяемого биоуглерода (таблица 3). Следует отметить наличие в составе биоуглерода определенного количества калия. Это может оказывать определенное влияние на процесс цементации.

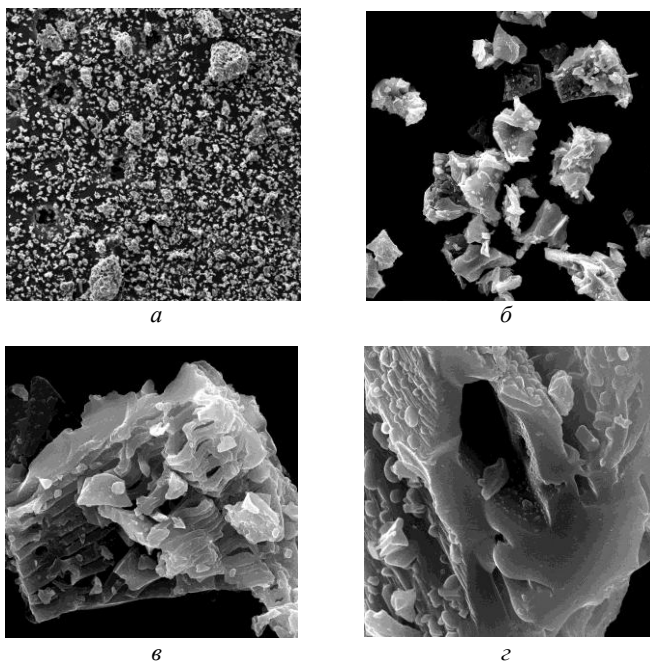


Рисунок 3 – Снимки сканирующей электронной микроскопии порошка УПМП при:
a – $\times 150$; *б* – $\times 2000$; *в* – $\times 10000$; *г* – $\times 20000$

Таблица 3 – Химический состав биоуглерода на основе кофейного жмыха

C, %	O, %	K, %	Ca, %	Mg, %	Al, %	P, %
89,0–93,0	4,2–4,5	4,8–5,4	$\leq 0,5$	$\leq 0,5$	$\leq 0,5$	$\leq 0,5$

В качестве эталонного состава карбюризатора для порошковой цементации принят состав масс, %: углекислый барий – 20, древесный уголь – 80 [12]. За эффективную толщину диффузионного слоя бралось значение твердости 50 HRC. Установлено, что эффективная толщина цементованного слоя при насыщении с помощью предлагаемых составов на основе УПМП больше на 5–20 % в сравнении с традиционным составом (таблица 4).

Таблица 4 – Анализ толщины цементованного слоя

№ состава	Эффективная толщина цементованного слоя h_3 , мкм	Относительное увеличение толщины цементованного слоя ε , %
Эталон	0,625	–
1	0,650	4
2	0,656	5
3	0,656	5
4	0,656	5
5	0,663	6
6	0,681	9
7	0,694	11
8	0,725	16
9	0,731	17
10	0,750	20
11	0,744	19
12	0,725	16
13	0,688	10
14	0,669	7
15	0,663	6
16	0,656	5
17	0,656	5
18	0,656	5
19	0,656	5
20	0,650	4
21	0,656	5

Среди всех предложенных составов (таблица 1) лучшими себя показывают составы с содержанием компонентов, масс. %: УПМП – 89–93, углекислый барий – 7–11 (рисунок 4). Предполагается, что повышение эффективной толщины термодиффузионного слоя связано с морфологическим строением и химическим составом порошка УПМП на основе кофейного жмыха. Металлографический анализ подтвердил факт увеличения толщины цементованного слоя (рисунок 5).

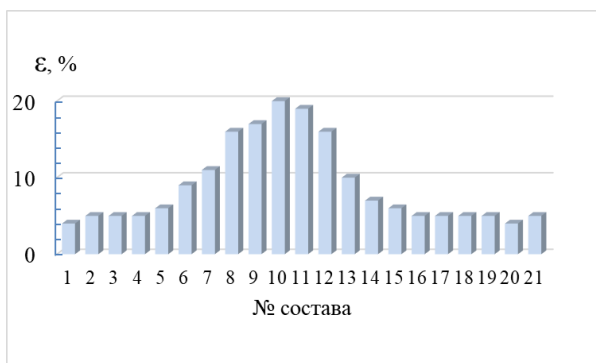


Рисунок 4 – Оценка относительного увеличения толщины цементованного слоя предлагаемых составов

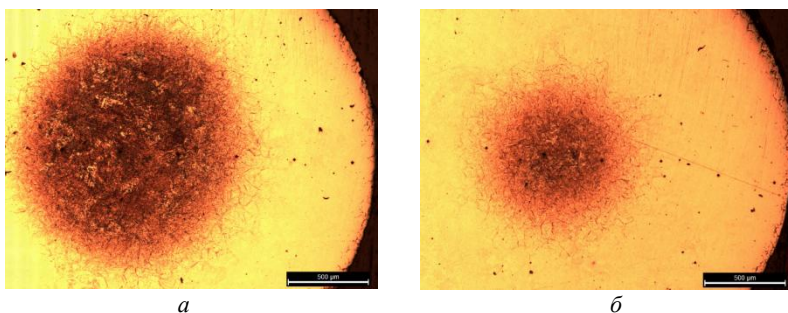


Рисунок 5 – Микроструктуры образцов после цементации в карбюризаторе: *а* – эталонном; *б* – на основе УПМП

Как известно [1, 2, 8], процесс твердой цементации характеризуется переносом углерода с поверхности углеродсодержащего компонента карбюризатора (образование СО) на поверхность насыщаемого изделия с последующей диссоциацией. Высказано предположение, что увеличение поверхности углеродсодержащего вещества приводит к повышению количества образования СО за единицу времени. Согласно данному предположению, была проведена оценка адсорбирующей поверхности методом, предложенным Брунауэром, Эмметом и Теллером (БЭТ). Результаты исследования по методу БЭТ УПМП составляет – 14,24 м²/г, древесного угля в составе карбюризатора – 7,48 м²/г. Следовательно, площадь поверхности пористого тела УПМП больше древесного угля. В процессе насыщения с поверхности УПМП образуется большее количество моле-

кул СО за единицу времени. Тем самым, повышается градиент концентрации углерода в реакционном объеме, обеспечивается увеличение толщины диффузионного слоя за равную единицу времени (интенсификация цементации).

Пиролиз биологической массы, представленной кофейным жмыхом после обработки паром в кофе-машине, позволяет получить УПМП чистотой 93 % по углероду с пониженным содержанием примесей (магний, алюминий, фосфор), в сравнении с древесным углем. Чистота и отсутствие примесей в УПМП предотвращают спекание карбюризатора и увеличивают качество поверхности изделия.

Увеличение эффективной толщины диффузионного слоя при применении предлагаемого состава (таблица 1, поз. 10) приводит к повышению износостойкости на 10 % в сравнении с эталонным составом (рисунок 6).

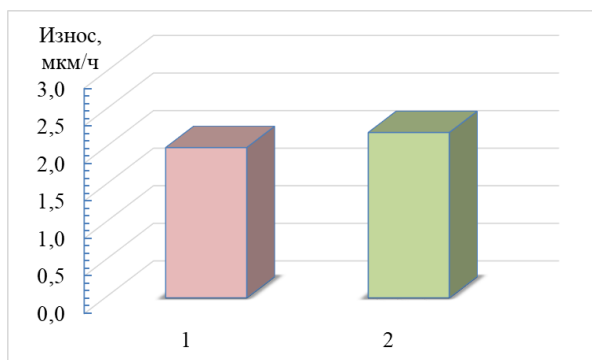


Рисунок 6 – Результаты трибологических испытаний цементованных образцов: 1 – цементация в экспериментальном составе (91 % УПМП, 9 % углекислый барий); 2 – цементация в стандартном карбюризаторе

Заключение. Изучена возможность цементации углеродистой стали в составе для порошковой цементации на основе углерода, полученного методом пиролиза. Исходной биологической массой для УПМП являлся кофейный жмых после обработки паром. Установлена возможность цементации в вышеуказанном составе. Установлено, что эффективная толщина цементованного слоя при насыщении в предлагаемых составах на основе УПМП больше на 5–20 % в сравнении с цементацией в традиционном твердом карбю-

ризаторе. Среди всех предложенных составов лучшим себя показали составы с содержанием компонентов, масс. %: УПМП – 89–93, углекислый барий – 7–11. Высказано предположение, что повышение эффективной толщины термодиффузионного слоя связано с морфологическим строением и химическим составом порошка УПМП. Данный вопрос требует дальнейшего исследования. Чистота и отсутствие примесей в УПМП, видимо, предотвращают спекание карбюратора и увеличивают качество поверхности изделия. Увеличение эффективной толщины диффузионного слоя при применении предлагаемого состава приводит к повышению износостойкости на 10 % в сравнении с эталонным составом.

Список литературы

- 1. Материаловедение:** Учебник / Б. Н. Арзамасов [и др.]. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2003. – 648 с.
- 2. Химико-термическая обработка металлов и сплавов.** Справочник / Г. В. Борисенок [и др.]. – М.: Metallurgia, 1981. – 424 с.
- 3. Константинов, В. М.** Пути энергосбережения при термической и химико-термической обработке сталей за счет ускорения диффузионных процессов / В. М. Константинов, В. А. Кукареко // *Литье и металлургия.* – 2023. – № 4. – С. 72–80.
- 4. Пантелеенко, Ф. И.** О классификации способов интенсификации процессов химико-термической обработки металлов и сплавов / Ф. И. Пантелеенко, Л. С. Ляхович, Б. С. Кухарев // *Металлургия: Республ. межведом. сб. науч. тр.* – Минск: Вышэйшая школа, 1980. – С. 5–6.
- 5. Интенсификация процессов химико-термической обработки сталей / Л. Г. Петрова [и др.].** – М.: МАДИ, 2019. – 160 с.
- 6. Константинов, В. М.** Ускоренная диффузия легирующих элементов в железе при химико-термической обработке порошков во вращающемся контейнере / В. М. Константинов // *Доклады НАН Беларуси.* – 2007. – Т. 51. № 2. – С. 103.
- 7. Гринчук, П. С.** О проблемах развития отечественных технологий цементации конструкционных сталей / П. С. Гринчук, В. М. Константинов // *Наука и инновации.* – 2023. – № 1 (239). – С. 21–23.

8. **Минкевич, А. Н.** Химико-термическая обработка сталей / А. Н. Минкевич. – М.: Машгиз, 1950. – 432 с.
9. **Минкевич, А. Н.** Химико-термическая обработка металлов и сплавов / А. Н. Минкевич. – М.: Машиностроение, 1965. – 493 с.
10. **Твердый карбюризатор:** Авторское свид-во SU 111009 / Л. К. Лукша. – Опубл.: 1957.01.01.
11. **Состав карбюризатора для цементации деталей из низкоуглеродистой стали:** Патент РФ RU 2690630 / М. В. Чучкалов [и др.]. – Опубл.: 2019. 06.04.
12. **Карбюризатор** для цементации стальных изделий: Авторское свид-во SU 1836486 / И. М. Спиридонова [и др.]. – Опубл. 1993.08.23.
13. **Карбюризатор** древесноугольный. Технические условия: ГОСТ 2407-83. – М.: Государственный комитет по стандартам, 1983. – 11 с.

References

1. **Materialovedenie** [Materials Science]: Textbook / B. N. Arzamasov [et al.] – Moscow: Moscow State Technical University named after N. E. Bauman Publ., 2003. – 648 p.
2. **Himiko-termicheskaya obrabotka metallov i spлавov: spravochnik** [Chemical-thermal treatment of metals and alloys: directory] / G. V. Borisenok [et al.] – Moscow: Metallurgiya Publ., 1981. – 424 p.
3. **Konstantinov, V. M.** *Puti energosberezheniya pri termicheskoy i himiko-termicheskoy obrabotke stalej za schet uskoreniya diffuzionnyh processov* [Ways to save energy during thermal and chemical-thermal treatment of steels by accelerating diffusion processes] / V. M. Konstantinov, V. A. Kukareko // *Lit'e i metallurgiya = Foundry production and metallurgy*. – 2023. – No. 4. – P. 72–80.
4. **Panteleenko, F. I.** *O klassifikacii sposobov intensivizacii processov himiko-termicheskoy obrabotki metallov i spлавov* [On the classification of methods for intensifying the processes of chemical-thermal processing of metals and alloys] / F. I. Panteleenko, L. S. Lyahovich, B. S. Kuharev // *Metallurgiya: respublikanskij mezhhvedomstvennyj sbornik nauchnyh trudov = Metallurgy: republican interdepartmental collection of scientific papers*. – Minsk: Vyshejschaya shkola Publ., 1980. – P. 5–6.

5. Intensifikaciya *processov himiko-termicheskoy obrabotki stalej* [Intensification of chemical-thermal treatment processes of steels] / L. G. Petrova [et al.] – Moscow: Moscow Automobile and Highway Institute Publ., 2019. – 160 p.

6. Konstantinov, V. M. *Uskorennaya diffuziya legiruyushchih elementov v zheleze pri himiko-termicheskoy obrabotke poroshkov vo vrashchayushchemsya kontejnere* [Accelerated diffusion of alloying elements in iron during chemical-thermal treatment of powders in a rotating container] / V. M. Konstantinov // *Doklady Nacional'noj akademii nauk Belarusi = Reports of the National Academy of Sciences of Belarus*. – 2007. Vol. 51, No. 2. – P. 103.

7. Grinchuk, P. S. *O problemah razvitiya otechestvennyh tekhnologij cementacii konstrukcionnyh stalej* [On the problems of development of domestic technologies for cementation of structural steels] / P. S. Grinchuk, V. M. Konstantinov // *Nauka i innovacii = Science and innovation* – 2023. – No (239). – P. 21–23

8. Minkevich, A. N. *Himiko-termicheskaya obrabotka stalej* [Chemical-thermal treatment of steels] / A. N. Minkevich. – Moscow: Mashgiz Publ., 1950. – 432 p.

9. Minkevich, A. N. *Himiko-termicheskaya obrabotka metallov i splavov* [Chemical-thermal treatment of metals and alloys] / A. N. Minkevich. – Moscow: Mashinostroenie Publ., 1965. – 493 p.

10. Tverdyj karbyurizator [Solid carburizer] / L. K. Luksha. Copyright certificate SU 111009. Publ. 1957.01.01.

11. Sostav karbyurizatora dlya cementacii detalej iz nizkouglerodistoj stali [Carburizer composition for case hardening of low carbon steel parts] / M. V. Chuchkalov: Patent RF RU 2690630. Publ. 2019. 06.04.

12. Karbyurizator dlya cementacii stal'nyh izdelij [Carburizer for carburizing steel products] / I. M. Spiridonova [et al.]. Copyright certificate SU 1836486. Publ. 1993.08.23.

13. Karbyurizator drevesnougol'nyj [Charcoal carburizer]. Specifications: State standard 2407-83. – Moscow: State Committee on Standards, 1983. – 11 p.

Поступила 23.11.2024
Received 23.11.2024

The collection contains materials in the field of metallurgy of ferrous and non-ferrous metals and alloys, foundry, materials science and metallurgy in metallurgy and mechanical engineering. At the same time, both modern issues and development trends of these industries are considered, as well as the results of our own research aimed at improving the quality of metal products, improving technological modes and creating new technologies.

The results of theoretical and practical research are used and implemented in the conditions of metallurgical and machine-building enterprises of the republic.

Designed for engineering and technical and scientific workers, teachers, graduate students, undergraduates and university students of the relevant profile.

В сборнике представлены материалы в области металлургии черных и цветных металлов и сплавов, литейного производства, материаловедения и металловедения в металлургии и машиностроении. При этом рассмотрены как современные вопросы и тенденции развития указанных производств, так и результаты собственных исследований, направленных на повышение качества металлопродукции, совершенствование технологических режимов и создание новых технологий.

Результаты теоретических и практических исследований используются и внедряются в условиях металлургических и машиностроительных предприятий республики.

Предназначен для инженерно-технических и научных работников, преподавателей, аспирантов, магистрантов и студентов вузов соответствующего профиля.

Научное издание

МЕТАЛЛУРГИЯ

**РЕСПУБЛИКАНСКИЙ МЕЖВЕДОМСТВЕННЫЙ
СБОРНИК НАУЧНЫХ ТРУДОВ**

Основан в 1967 году

Выпуск 45

Подписано в печать 06.12.2024. Формат 60×84 ¹/₁₆. Бумага офсетная. Ризография.

Усл. печ. л. 11,88. Уч.-изд. л. 8,39. Тираж 50. Заказ 781.

Издатель и полиграфическое исполнение: Белорусский национальный технический университет.

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя
печатных изданий № 1/173 от 12.02.2014. Пр. Независимости, 65. 220013, г. Минск.