

УДК 669.018.44:669.245

В.В. Сидоров¹, Д.Н. Петров¹, О.М. Косенков¹, А.В. Горюнов¹

**МЕТОДИКА ЭКСПРЕСС-КОНТРОЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
СОДЕРЖАНИЯ КИСЛОРОДА ПО ХОДУ ВАКУУМНОЙ
ИНДУКЦИОННОЙ ПЛАВКИ В РАСПЛАВАХ ЖАРОПРОЧНЫХ
НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ С ПРИМЕНЕНИЕМ
СПЕЦИАЛЬНЫХ КИСЛОРОДНЫХ ЗОНДОВ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-2-2

Разработана методика экспресс-контроля определения содержания кислорода в жаропрочных никелевых сплавах по ходу вакуумной индукционной плавки с применением измерительной системы Multi-Lab Celox в комплекте с кислородными зондами.

Сравнение результатов содержания кислорода в жаропрочных никелевых сплавах различных марок, выполненных по методике экспресс-контроля и методами газового анализа, подтверждает адекватность и достоверность разработанной методики. Внедрение методики в производство позволяет оперативно контролировать и корректировать параметры технологического процесса для обеспечения ультранизкого содержания кислорода в готовом металле.

Ключевые слова: вакуумная индукционная плавка, жаропрочные никелевые сплавы, методика экспресс-контроля, окисленность расплава, замер ЭДС, кислородные зонды, содержание кислорода.

V.V. Sidorov¹, D.N. Petrov¹, O.M. Kosenkov¹, A.V. Goryunov¹

**TESTING EXPRESS-METHODS
FOR DETERMINING THE OXYGEN CONTENT
IN THE COMPLEXLY ALLOYED NICKEL MELTS
UNDER VACUUM INDUCTION MELTING PROCESS
WITH THE USE OF OXYGEN PROBES**

The technique provides ultra-low oxygen content in the process of smelting complex alloyed heat-resistant nickel alloys with special oxygen probes. This technique allows rapid and efficiently manage the processes of regulating the concentration of oxygen in the melt.

Tested the developed method for installing in the melting of nickel-based superalloys. The technique of determining the oxygen content in the melt at can also be used for other, including newly developed alloys.

Keywords: vacuum melting, heat-resistant nickel alloys, method of express control, oxidation of the melt, measurement EDF, oxygen probes, oxygen content.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В настоящее время в отечественном авиационном и энергетическом двигателестроении особое место занимают проблемы совершенствования и развития технологии выплавки качественных литейных жаропрочных сплавов на никелевой основе, которые

являются исходными материалами для отливки деталей турбин. Узкие интервалы легирования, минимальное содержание вредных примесей (фосфора, серы, кремния, цветных металлов) и остаточных газов (кислорода, азота) являются важнейшими условиями для обеспечения высокой надежности и долговечности деталей, изготовленных из этих сплавов [1].

На металлургических предприятиях достаточно широко применяется экспресс-контроль химического состава жаропрочных сплавов на никелевой основе, что позволяет успешно решать задачи, связанные с обеспечением заданного состава сплава, включая содержание примесей, и вносить необходимые коррективы непосредственно по ходу вакуумной индукционной плавки. Однако при экспресс-контроле не представляется возможным определить содержание газовых примесей в сплаве, прежде всего кислорода, и, соответственно, отсутствует возможность эффективно управлять процессами раскисления по ходу плавки. Вместе с тем чрезвычайно важно обеспечить ультранизкое содержание кислорода в расплаве ниже величины его предельной растворимости при температуре солидус, поскольку резкое снижение растворимости кислорода в сплаве при его затвердевании приводит к образованию неметаллических включений. Неметаллические включения и оксидные плены резко снижают механические свойства и долговечность сплава, являясь концентраторами напряжений, вызывающих зарождение трещин при эксплуатации изделий [2].

Основными источниками поступления кислорода в сплав являются шихтовые материалы. Для некоторых шихтовых материалов содержание кислорода регламентируется нормативной документацией, однако для большинства применяемых материалов предельно допустимое содержание кислорода не устанавливается. При использовании в качестве шихтовых материалов отходов моторостроительных предприятий, фактическое содержание кислорода также неизвестно, причем в отходах, подвергавшихся многократному переплаву, содержание кислорода может даже превышать предельно допустимую величину, установленную для данной марки сплава.

Кроме перечисленных ранее источников, содержание кислорода в готовом металле зависит также от технических характеристик и состояния оборудования – объема внутреннего пространства плавильной печи и ее герметичности, производительности вакуумной системы, применяемого материала и способа изготовления плавильного тигля, технологических параметров выплавки сплава – продолжительности плавки, максимальной температуры перегрева расплава выше температуры ликвидус сплава и его выдержки при этой температуре. Учесть вклад каждого из вышеперечисленных факторов в итоговое содержание кислорода в готовом металле крайне затруднительно, поскольку их влияние является комплексным, взаимосвязанным и взаимообусловленным.

В последние годы в ВИАМ разработан ряд новых жаропрочных никелевых сплавов, таких как ВЖЛ-21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ, ВИНЗ-ВИ и других марок для перспективных изделий авиационной техники [3–6]. Указанные сплавы предназначены в основном для монокристаллического литья деталей современных ГТД, поэтому предельное содержание в них кислорода ограничено 0,0015% (по массе). По этой причине значительно усложнилась технология выплавки таких сплавов, предусматривающая предварительное раскисление расплава технологическими микродобавками (кальцием, магнием, барием) для обеспечения оптимального содержания в готовом металле микролегирующих элементов (церия, лантана, иттрия) [7]. Последнее условие является чрезвычайно важным, так как ресурс деталей во многом определяется содержанием в сплаве редкоземельных элементов.

Количество вводимых технологических микродобавок зависит не только от марки сплава, но и от фактического содержания растворенного кислорода в расплаве, величина которого, как отмечалось ранее, неизвестна. Введение технологических микродобавок без учета фактического содержания кислорода неоправданно, так как может привести к снижению механических свойств, вследствие высокого их остаточного содержания в готовом металле. Это же утверждение справедливо и по отношению к микролегирующим элементам, так как уровень долговечности сплава при их высоком остаточном содержании может оказаться даже ниже, чем у сплава той же марки, редкоземельные элементы в который не вводили вообще [8].

Характерной особенностью технологии производства безуглеродистых жаропрочных никелевых сплавов последнего поколения является введение в расплав окислителей для удаления углерода, содержащегося в компонентах шихты в виде примеси. Побочным эффектом обезуглероживания является увеличение содержания кислорода в расплаве, что приводит к необходимости его более полного раскисления.

Таким образом, определение содержания кислорода в расплаве по ходу вакуумной индукционной плавки является весьма важной и актуальной задачей. Ее решение позволит существенно повысить качество выплавляемых сплавов благодаря обеспечению установленного нормативной документацией содержания кислорода, оптимального содержания в готовом металле технологических микродобавок и микролегирующих элементов путем введения оптимального их количества в зависимости от фактического содержания кислорода.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10.1. «Ресурсосберегающие технологии выплавки перспективных литейных и деформируемых сплавов с учетом переработки всех видов отходов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

Оборудование

Существующие в настоящее время методы определения содержания кислорода в готовом металле не могут применяться непосредственно в процессе выплавки сплава в режиме экспресс-контроля. Эти методы включают отбор проб и изготовление из них образцов для проведения газового анализа, на выполнение которых требуются значительные затраты времени. Указанные недостатки не всегда позволяют гарантированно обеспечивать содержание кислорода в готовом металле в пределах требований технической документации, так как отсутствует возможность корректировать параметры технологического процесса по ходу плавки.

В черной металлургии при производстве сталей в открытых индукционных и дуговых печах применяется метод определения кислорода с помощью кислородных зондов. Сведения об использовании указанного метода при выплавке жаропрочных никелевых сплавов в вакуумных индукционных печах в научной литературе отсутствуют. Этот метод характеризуется отсутствием указанных ранее недостатков [9, 10].

Для решения поставленной задачи была выбрана измерительная система Celox, которую смонтировали на двух вакуумных индукционных печах VIM-12 и VIM-150. В состав системы входит зонд Celox, погружной жезл с контактным блоком и внутренним компенсационным кабелем, внешний компенсационный кабель, соединяющий погружной жезл и регистрирующий прибор Multi-Lab Celox.

Зонд включает высокотемпературную гальваническую электрохимическую ячейку (датчик окисленности) и Pt/Pt-Rh термопару (рис. 1). Выводы электродов

гальванической ячейки, термоэлектродов термопары и токосъемника ванны выходят на контактную головку зонда, которая при надевании зонда на погружной жезл входит в соединение с его контактным блоком. Датчик окисленности и термопара смонтированы в коническом керамическом корпусе и защищены стальным и картонным шлакозащитными колпачками, предохраняющими их от контакта со шлаком при погружении зонда в ванну. Токосъемник ванны выполнен в виде стального кольца. Керамический корпус запрессован в торец картонной гильзы, защищающей погружной жезл от воздействия расплава.

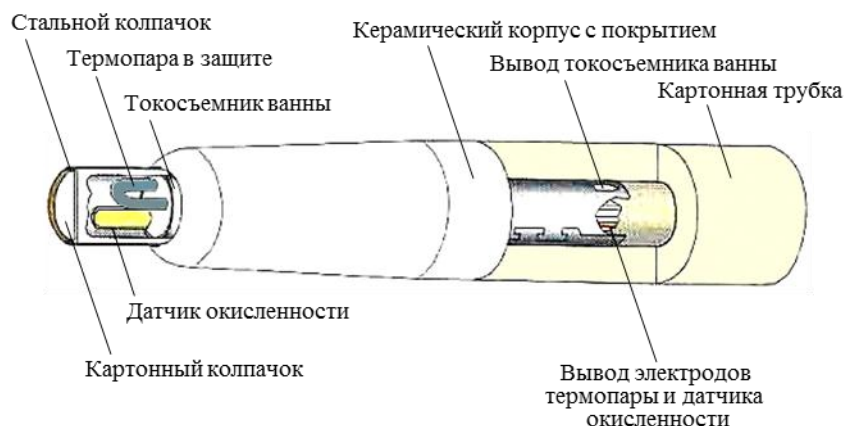


Рис. 1. Кислородный зонд фирмы Heraeus Electro-Nite тип Celox Al

Теоретические основы метода

Определение активности кислорода в расплавах металлов основано на использовании высокотемпературной гальванической электрохимической ячейки с твердым электролитом из стабилизированного оксидом магния диоксида циркония. В этой ячейке твердый электролит обеспечивает перенос ионов кислорода между анализируемым жидким металлом и эталонным электродом. В результате в ячейке возникает разность потенциалов (ЭДС), пропорциональная логарифму отношения парциальных давлений кислорода, равновесных с анализируемым расплавом и с материалом эталонного электрода. Схематично электрохимическая ячейка может быть представлена в следующем виде:

Мо	Cr+Cr ₂ O ₃	ZrO ₂ ·MgO	(O) Ni	Ni
Токосъемник	Эталонный электрод	Твердый электролит	Анализируемый металл	Токосъемник

Измерив значение ЭДС ячейки и температуру анализируемого металла и зная парциальное давление кислорода, равновесное с материалом эталонного электрода, по уравнению Нернста можно рассчитать парциальное давление кислорода, равновесное с кислородом, растворенным в анализируемом расплаве. При 100%-ной ионной проводимости твердого электролита во всем интервале температур, характерных для выплавки жаропрочных сплавов, уравнение Нернста имеет вид [11]:

$$E = \frac{RT}{4F} \ln \frac{P_{O_2(x)}}{P_{O_2(c)}}, \quad (1)$$

где E – измеренная величина ЭДС, мВ; R – универсальная газовая постоянная, равная 8,314 Дж/(К·моль); T – температура расплава, К; F – постоянная Фарадея, равная 96485 Кл/моль; $P_{O_2(c)}$ – равновесное парциальное давление в электроде сравнения; $P_{O_2(x)}$ – парциальное давление кислорода, равновесное с эталонным электродом.

При выполнении этого условия теми же авторами предложено уравнение для расчета активности кислорода, которое применительно к никелевым расплавам имеет вид:

$$a_{\text{O}} = \exp \left[-\frac{\Delta G_{\text{O}}^0}{RT} \right] \cdot \left[-\frac{2FE}{RT} \right] P_{\text{O}_2(\text{c})}^{1/2}, \quad (2)$$

где ΔG_{O}^0 – стандартное изменение энергии Гиббса реакции $1/2\text{O}_{2\text{раз}} = [\text{O}]_{1\%}^{\text{Ni}}$.

После математических преобразований уравнения (2) имеем:

$$E = -\frac{\Delta G_{\text{O}}^0}{2F} - RT \ln \frac{a_0}{2F} + RT \ln \frac{P_{\text{O}_2(\text{c})}^{1/2}}{2F}. \quad (3)$$

В соответствии с данными работы [12], при выборе в качестве стандартного состояния 1%-ный раствор кислорода, значение активности кислорода в расплаве будет иметь вид:

$$a_0 = f_0 \cdot [\% \text{O}]. \quad (4)$$

В то же время, согласно работе [13]:

$$\lg f_0 = \sum e_0^j \cdot [j] + \sum r_0^j \cdot [j]^2, \quad (5)$$

где j – легирующий элемент; e_0^j – параметр взаимодействия элемента j по кислороду первого порядка; r_0^j – параметр взаимодействия элемента j по кислороду второго порядка,

тогда уравнение (3) можно представить в виде:

$$E = -\frac{\Delta G_{\text{O}}^0}{2F} - 2,303RT \cdot \frac{(\sum e_0^j \cdot [j] + \sum r_0^j \cdot [j]^2) + \lg [\text{O}]}{2F} + RT \ln \frac{P_{\text{O}_2(\text{c})}^{1/2}}{2F}. \quad (6)$$

Принимая значения $\ln P_{\text{O}_2(\text{c})}^{1/2} = \ln a_{0(\text{c})}$ и с учетом уравнения, представленного в работе [11]:

$$\ln a_{0(\text{c})} = 2/3 \cdot \Delta G_{\text{Cr}_2\text{O}_3}^0 / RT, \quad (7)$$

уравнение (6) принимает вид, конечный для расчетов:

$$E = -\frac{\Delta G_{\text{O}}^0}{2F} - 2,303RT \cdot \frac{\sum e_0^j \cdot [j] + \sum r_0^j \cdot [j]^2}{2F} - RT \ln \frac{[\text{O}]}{2F} - \frac{2}{3} \cdot \frac{\Delta G_{\text{Cr}_2\text{O}_3}^0}{2F}, \quad (8)$$

где $\Delta G_{\text{Cr}_2\text{O}_3}^0 = -1077682 + 232,49T$, Дж/моль [11]; $\Delta G_{\text{O}}^0 = -71600 + 1,84T$, Дж/моль [11].

Для расчета компоненты $\sum e_0^j \cdot [j] + \sum r_0^j \cdot [j]^2$ (в уравнении (8)) приняты значения параметров взаимодействия первого e_0^j и второго порядка r_0^j , опубликованные в работе [13], а также в работах [14, 15], представленные в табл. 1.

Таблица 1

Значения параметров взаимодействия первого и второго порядка при температуре 1873 К

Элемент	$e_{0(T)}^j$	r_0^j [13]
C	-21,6 [13]	111,8
Al	-1,06 [13]	0,27
Cr	-0,231 [13]	0,009
Co	-0,004 [13]	0
W	-0,004 [13]	0
Mo	-0,024 [13]	0
Ti	-0,51 [13]	0,36
V	-0,394 [13]	0,037
Re	-0,284 [14]	0
Nb	-0,13 [15]	0
Ta	-0,013 [15]	0

Значения параметров взаимодействия первого порядка являются функцией от температуры расплава, при расчете ЭДС проводили перерасчет значений $e_{0(T)}^j$ в соответствии с уравнением, приведенным в работе [13]:

$$e_{0(T)}^j = (2557/T - 0,365)e_{0(1873)}^j. \quad (9)$$

Поскольку сведений о температурной зависимости параметров взаимодействия второго порядка r_0^j в научной литературе не обнаружено, их величину принимают постоянной во всем исследуемом диапазоне температур.

Однако применение уравнения (8) для инженерных расчетов содержания кислорода в расплаве представляется неудобным для повседневного применения. Следует также отметить, что, по данным различных исследователей, значения параметров взаимодействия первого и второго порядка значительно отличаются как по знаку, так и по абсолютной величине. Кроме того, температурная зависимость параметров взаимодействия, для расчета которой предложено использовать универсальное уравнение (9), также может вносить дополнительные неточности в расчет. В этой связи представляется целесообразным для определения содержания кислорода в расплаве разработать математические модели применительно к каждой марке сплава, построенные по результатам статистической обработки зависимости окисленности расплава от его температуры и величины ЭДС.

Аналогичный подход для определения активности кислорода (содержания кислорода) в сталях предлагает применять и изготовитель этой измерительной системы, рекомендуя использовать следующее уравнение:

$$a(0) = \exp\left(f_1 + \frac{f_2}{T}\right) \left(\exp\left(f_3 + \frac{f_4}{T}\right) \right)^{0,25} + \left(\exp\left(f_5 + \frac{f_6}{T}\right) \right)^{0,25} \cdot \left(\exp\left(\frac{f_7 E}{T} + \frac{f_8}{T} + f_9\right) \right) - \left(\left(\exp\left(f_3 + \frac{f_4}{T}\right) \right)^{0,25} \right)^2 + f_{10}, \quad (10)$$

где $f_1=8,87402$; $f_2=16486,2$; $f_3=56,2291$; $f_4=-171243$; $f_5=18,6325$; $f_6=-86370$; $f_7=11,6114$; $f_8=290,28$; $f_9=f_{10}=0$.

Следует отметить, что в измерительной системе Multi-Lab Celox предусмотрена возможность применения расчетных формул для определения содержания кислорода в расплаве, общий вид и коэффициенты которых могут быть установлены пользователем. Это обеспечивает вывод на монитор прибора величины содержания кислорода в расплаве непосредственно при измерении величины его окисленности и позволяет исключить выполнение сложных расчетов.

Методика проведения экспериментов

В качестве объекта исследований выбраны наиболее перспективные жаропрочные сплавы на никелевой основе: углеродистые – ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ВЖЛ21-ВИ, безуглеродистые – ЖС36-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и безуглеродистый интерметаллидный – ВИН3-ВИ.

Для проведения экспериментов в вакуумной индукционной печи выплавлено по одной плавке каждого сплава с доводкой химического состава сплава до расчетных значений. Выплавку сплавов осуществляли по серийной технологии.

Шихтовые заготовки каждого сплава переплавляли в вакуумной индукционной печи VIM-12 и определяли влияние содержания кислорода в расплаве и его температуры на величину окисленности (ЭДС). Содержание кислорода в расплаве увеличивали с 0,0005 до 0,0025% (по массе) относительно его начального содержания (по расчету) с шагом 0,0005% (по массе), а температуру расплава – с 1550 до 1650°C с шагом 10°C. Для этого после полного расплавления заготовки доводили температуру расплава до требуемой и выдерживали его при этой температуре от 4 до 5 мин. Осуществляли замер окисленности расплава и отбирали из него пробу для последующего изготовления образцов для газового анализа. Затем последовательно увеличивали содержание кислорода в расплаве путем ввода оксида никеля. Оксид никеля при каждой температуре расплава вводили за пять приемов. За один прием вводили оксид никеля, количество которого соответствовало приращению содержания кислорода в расплаве на 0,0005% (по массе). После каждого приема вновь выполняли замер окисленности расплава при той же температуре и отбирали пробу. Интервал времени между замерами составлял от 5 до 7 мин.

Из полученных проб изготавливали образцы для газового анализа по действующей технологии. Содержание кислорода определяли на газоанализаторе TS 600 фирмы Лесо по действующей на предприятии методике.

Результаты и обсуждение

В результате проведенных экспериментов на вакуумной индукционной плавильной установке VIM-12 установлена следующая закономерность для всех исследованных марок сплавов: содержание кислорода в расплаве увеличивается с уменьшением величины ЭДС и понижением температуры расплава, что полностью согласуется с теоретическими положениями работы [10]. Для примера указанные зависимости для сплавов ЖС26-ВИ и ВЖЛ-21-ВИ представлены на рис. 2.

Полученные результаты экспериментов обрабатывали статистическими методами, что позволило разработать математические модели содержания кислорода в расплаве в зависимости от величины окисленности и температуры металла для сплавов ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС36-ВИ, ВЖЛ-21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ. Все модели имеют следующий вид:

$$[O]=A+E(B+E(C+DE)), \quad (11)$$

где $[O]$ – содержание кислорода в расплаве, ppm ($10^{-4}\%$ (по массе)); E – величина окисленности расплава, мВ; $A=f_1+f_2T+f_3T^2+f_4T^3$; $B=f_5+f_6T+f_7T^2+f_8T^3$; $C=f_9+f_{10}T+f_{11}T^2$; $D=f_{12}+f_{13}T+f_{14}T^2$; T – температура расплава, °C; $f_1, f_2, f_3, f_4, f_5, f_6, f_7, f_8, f_9, f_{10}, f_{11}, f_{12}, f_{13}, f_{14}$ – коэффициенты.

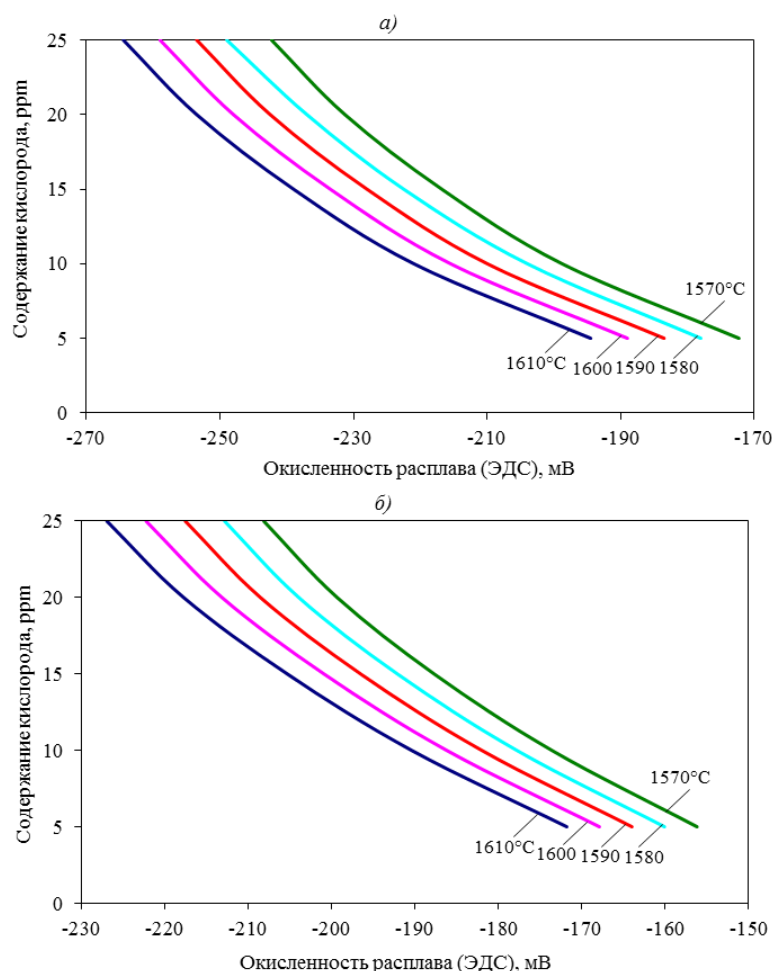


Рис. 2. Зависимость содержания кислорода в сплавах ЖС26-ВИ (а) и ВЖЛ-21-ВИ (б) от величины окисленности расплава и его температуры

Значения коэффициентов, указанных в уравнении (11) для вышеперечисленных марок сплавов, представлены в табл. 2.

Таблица 2

Значения коэффициентов f_1-f_{14}

Сплав	f_1	f_2	f_3	f_4	f_5	f_6	f_7
ЖС26-ВИ	-3984,12	5,6917	0,0020	0	12,0902	-0,0085	0
ЖС32-ВИ	-187530,21	241,26	-0,0783	0	-2593,90	3,2613	0,0010
ЖС36-ВИ	2872,87	-3,0028	0,0008	0	36,1284	-0,0385	1,0607
ВЖЛ-21-ВИ	1249,32	-0,9900	2,8286	0	1350,59	-1,6912	0,0005
ВЖМ4-ВИ	60386,63	-103,06	0,0593	$-1,14 \cdot 10^{-5}$	173,44	-0,1975	5,6887
ВЖМ5-ВИ	-16867,96	18,9303	-0,0054	0	-96480,43	181,66	-0,1140
ВИНЗ-ВИ	-203114,85	402,93	-0,2659	5,8333	281,73	-0,3658	0,0001

Продолжение

Сплав	f_8	f_9	f_{10}	f_{11}	f_{12}	f_{13}	f_{14}
ЖС26-ВИ	0	0,0327	$-2,54 \cdot 10^{-5}$	0	$1,52 \cdot 10^{-5}$	0	0
ЖС32-ВИ	0	-13,1573	0,0162	$-5,03 \cdot 10^{-6}$	-0,0017	$9,07 \cdot 10^{-7}$	0
ЖС36-ВИ	0	0,1122	-0,0001	$3,37 \cdot 10^{-8}$	0	0	0
ВЖЛ-21-ВИ	0	-0,0535	$1,95 \cdot 10^{-5}$	0	0	0	0
ВЖМ4-ВИ	0	0,5154	-0,0006	1,7168	0	0	0
ВЖМ5-ВИ	$2,38 \cdot 10^{-5}$	-3,0306	0,0036	$-1,08 \cdot 10^{-6}$	$-5,46 \cdot 10^{-3}$	$6,51 \cdot 10^{-6}$	$-1,95 \cdot 10^{-9}$
ВИНЗ-ВИ	0	$-6,73 \cdot 10^{-3}$	$-1,07 \cdot 10^{-4}$	$6,43 \cdot 10^{-8}$	$-3,91 \cdot 10^{-3}$	$4,59 \cdot 10^{-6}$	$-1,35 \cdot 10^{-9}$

В табл. 3 представлены результаты проверки адекватности и достоверности разработанной математической модели для сплава ЖС26-ВИ в интервале температур 1570–1610°C при содержании кислорода от 5 до 25 ppm.

Дальнейшие работы по освоению и внедрению методики экспресс-контроля определения содержания кислорода в расплавах жаропрочных никелевых сплавов по ходу вакуумной индукционной плавки проводили на промышленной плавильной установке VIM-150 с емкостью тигля 650 и 1000 кг, оснащенной анализатором кислорода Multi-Lab III Celox.

Объектом исследования являлись сплавы ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ – выплавляли по две плавки каждого сплава. Выплавку сплавов проводили согласно действующей технологической инструкции. Замер ЭДС осуществляли после доводки химического состава сплава до расчетных значений. Содержание кислорода в расплаве определяли по уравнению (11) для этих марок сплавов. На каждой плавке после замера ЭДС отбирали пробы для последующего изготовления образцов и определения содержания кислорода.

Таблица 3

Результаты проверки адекватности и достоверности математической модели для сплава ЖС26-ВИ

Параметры измерений		Содержание кислорода, ppm		Относительная погрешность, %
E , мВ	t , °C	фактическое	расчетное	
-172,3	1570	5,0	4,68	6,42
-198,8		10,0	9,67	3,29
-216,8		15,0	14,50	3,36
-231,3		20,0	19,65	1,74
-242,3		25,0	24,50	1,99
-178,0	1580	5,0	5,33	6,58
-204,0		10,0	10,32	3,22
-222,5		15,0	15,35	2,32
-237,0		20,0	20,57	2,87
-249,0		25,0	25,97	3,89
-183,5	1590	5,0	5,52	10,49
-210,0		10,0	10,66	6,61
-228,0		15,0	15,59	3,93
-242,5		20,0	20,82	4,13
-253,5		25,0	25,74	2,98
-189,0	1600	5,0	5,27	5,31
-215,5		10,0	10,36	3,56
-233,5		15,0	15,25	1,67
-248,0		20,0	20,46	2,30
-259,0		25,0	25,35	1,42
-194,5	1610	5,0	4,52	9,57
-221,0		10,0	9,49	5,09
-239,0		15,0	14,30	4,68
-253,5		20,0	19,44	2,79
-264,5		25,0	24,28	2,87

Полученные результаты содержания кислорода в плавках сплавов ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ представлены в табл. 4. Как видно из данных табл. 4, величина относительной погрешности содержания кислорода в сплавах обеих марок, рассчитанная по разработанной математической модели и определенная на газоанализаторе, составляет в

среднем 2,84%, что сопоставимо с погрешностью метода определения кислорода в жаропрочных никелевых сплавах. Это подтверждает, что разработанная методика может применяться для проведения экспресс-контроля определения содержания кислорода при выплавке жаропрочных никелевых сплавов.

Таблица 4

**Содержание кислорода в сплавах ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ
по данным разработанной методики и газового анализа**

Условный номер плавки	Параметры измерений		Содержание кислорода, ppm		Относительная погрешность, %
	E , мВ	t , °C	по расчетной методике	на основе газового анализа	
Сплав ЖС26-ВИ					
1	-215,7	1573,2	14,5	14,0	3,57
2	-212,5	1615,0	7,9	8,1	2,47
Сплав ЖС32-ВИ					
1	-223,2	1579,7	13,0	13,4	3,08
2	-232.4	1605.0	11,1	10.8	2.23

Таким образом, на примере сплавов ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ, выплавленных на установке VIM-150, подтверждена адекватность и достоверность разработанных для плавильной установки VIM-12 математических моделей для определения содержания кислорода в зависимости от величины окисленности и температуры расплава. Это позволяет предположить, что разработанные для сплавов ЖС36-ВИ, ВЖЛ-21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ математические модели также могут применяться при их выплавке на установке VIM-150.

Заключения

1. Разработана методика экспресс-контроля определения содержания кислорода в расплавах жаропрочных никелевых сплавах по ходу вакуумной индукционной плавки на плавильных установках VIM-12 и VIM-150 с применением прибора Multi-Lab Celox в комплекте с кислородными зондами.

2. Установлены зависимости содержания кислорода в расплаве от величины его окисленности и температуры металла для сплавов ЖС26-ВИ, ЖС32-ВИ, ЖС36-ВИ, ВЖЛ-21-ВИ, ВЖМ4-ВИ, ВЖМ5-ВИ и ВИН3-ВИ, выплавленных на опытной плавильной установке VIM-12, и разработаны соответствующие математические модели для каждого из этих сплавов.

3. Проведено опробование разработанной методики на промышленной плавильной установке VIM-150 при выплавке серийных жаропрочных никелевых сплавов ЖС26-ВИ и ЖС32-ВИ, которое подтвердило адекватность и достоверность математических моделей, разработанных для опытной плавильной установки VIM-12.

4. Разработанная методика экспресс-контроля определения содержания кислорода в расплавах жаропрочных никелевых сплавов в процессе вакуумной индукционной плавки на установках VIM-12 и VIM-150 может быть адаптирована для любых других сплавов на никелевой основе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

2. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007: юбил. науч.-технич. сб. М.: ВИАМ, 2007. С. 125–132.
3. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Монокристаллические жаропрочные никелевые сплавы для турбинных лопаток перспективных ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2017. №5. С. 72–103. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-72-103.
4. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г., Туренко Е.Ю. Высокотемпературные интерметаллидные сплавы для деталей ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2013. №3. С. 26–31.
5. Петрушин Н.В., Оспенникова О.Г., Висик Е.М., Рассохина Л.И., Тимофеева О.Б. Жаропрочные никелевые сплавы низкой плотности // Литейное производство. 2012. №6. С. 5–11.
6. Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л., Демонис И.М. Литейные жаропрочные сплавы нового поколения // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007: юбил. науч.-технич. сб. М.: ВИАМ, 2007. С. 27–44.
7. Орехов Н.Г., Старостина И.В. Анализ качества литой прутковой (шихтовой) заготовки из жаропрочных сплавов производства ФГУП «ВИАМ» // Авиационные материалы и технологии. 2014. №55. С. 23–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-23-30.
8. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
9. Лузгин В.П., Явойский В.И. Газы в стали и качество металла. М.: Metallurgy, 1983. 232 с.
10. Григорян В.А., Белянчиков Л.Н., Стомахин А.Я. Теоретические основы сталеплавильных процессов. М.: Metallurgy, 1987. 272 с.
11. Падерин С.Н., Серов Г.В., Шильников Е.В., Алпатов А.В. Электрохимический контроль и расчеты сталеплавильных процессов. М.: Изд. Дом МИСиС, 2011. 284 с.
12. Жуховицкий А.А., Шварцман Л.А. Физическая химия. М.: Гос. науч.-техн. изд-во лит-ры по черн. и цветн. металлургии, 1963. 676 с.
13. Лузгин В.П., Зинковский И.В., Покидышев В.В., Иванов А.А. Кислородные зонды в сталеплавильном производстве. М.: Metallurgy, 1989. 144 с.
14. Ригин В.Е., Сидоров В.В., Бурцев В.Т. Исследование активности кислорода в расплавах никеля, содержащих рений, при вакуумной индукционной плавке // Электromеталлургия. 2012. №11. С. 21–26.
15. Зубарев К.А. Исследование процессов рафинирования сплавов на основе железа и никеля в вакууме с целью совершенствования технологии плавки в вакуумной индукционной печи: дис. ... канд. техн. наук. М.: МИСиС, 2016. 166 с.