

ДЕРЖАВНА МЕТАЛУРГІЙНА АКАДЕМІЯ УКРАЇНИ

На правах рукопису

ВАНЖА Олександр Федорович

РОЗРОБКА ТА ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕХНОЛОГІЇ ВИПЛАВКИ  
СТАЛЕЙ АУСТЕНІТНОГО КЛАСУ, МІКРОЛЕГОВАНИХ  
СКАНДІЄМ

05.16.02 - "Металургія чорних металів"

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня  
кандидата технічних наук

Дніпропетровськ - 1994

ДВ 30.919

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана у Національному науковому центрі Харківський фізико-технічний інститут.

Науковий керівник: доктор фізико-математичних наук,  
професор  
Неклюдов Іван Матвійович

Офіційні опоненти: доктор технічних наук,  
професор  
Шифрин Володимир Мусійович  
кандидат технічних наук  
Карпов Микола Олексійович

Провідна установа: Нікопольський південнотрубний завод

Захист дисертації відбудеться "25" жовтня 1994р.  
о 12<sup>30</sup> годині на засіданні спеціалізованої ученої ради К 068.02.01  
при Державній металургійній академії України (320635, г.  
Дніпропетровськ, пр. Гагарина, 4).

З дисертацією можна ознайомитись в бібліотеці Державної металургійної академії України.

Автореферат разісланий "13" вересня 1994р.

Учений секретар  
спеціалізованої ради

ЛНБ ім. В. Стефаника  
АН України  
*Ю. С. Паніотов*

Ю. С. Паніотов



### ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність роботи. У варіантах реакторів на швидких нейтронах (ШР) та термоядерних установках (ТЯР), що проектується, закладаються вельми жорсткі умови експлуатації та високі вимоги до конструкційних матеріалів. Крім хороших технологічних властивостей та ядерно-фізичних характеристик, матеріали оболонок твелів ШР та першої стінки ТЯР при дозах опромінювання за всю кампанію роботи  $2-3 \cdot 10^{23}$  нейтр/см<sup>2</sup> і температурах 400-800 °С не повинні розпухати більше ніж на 5 %, змінювати лінійні розміри за рахунок повзучості не більше ніж на 1 %, а міцність і пластичність мають відповідати рівню, що забезпечує надійну та безпечну експлуатацію апаратів.

Нині накопичено великий обсяг експериментальних даних по радіаційній стійкості аустенітних хромо-нікелевих нержавіючих сталей, але, ні одна з сталей, що нині використовується, не задовольняє згаданим вище вимогам. Так, результати реакторних випробувань та імітаційних досліджень зразків сталей 12X18H10T, 06X16H15M3B, 09X16H15M3BP, 08X16H15M3TP свідчать, що при флюенсах понад  $1 \cdot 10^{23}$  нейтр/см<sup>2</sup> практично повністю вичерпується ресурс їх можливої експлуатації.

Можна окреслити кілька напрямків рішення проблеми реакторних матеріалів, які реалізуються:

- вдосконалення технології виплавки матеріалів, виготовлення та обробки напівфабрикатів та готових виробів;
- використання холодної деформації як кінцевої операції технології виготовлення;
- оптимізація хімічного складу використаних сталей і сплавів за рахунок легування малими добавками хімічно активних елементів;
- розробка принципово нових радіаційностійких матеріалів для виробів активних зон ШР та ТЯР.

Економічно найвигіднішим способом створення нових матеріалів для оболонок і чохлів ШР та першої стінки ТЯР є вдосконалення технології виплавки, оптимізація складу і термо-механічної обробки сталей, що використовуються нині у промисловості і добре освоєні у виробництві.

При цьому підвищення радіаційної стійкості матеріалів можливе завдяки підбору сполучення елементів, що додатково вводяться у сталі і сплави. Так, долегування аустенітних хромо-нікелевих сталей невели-

кою кількістю Ti, Nb, Si, B, Mo, W, а також рідкоземельними елементами (РЗЕ), зокрема Sc, підвищує радіаційну стійкість сталей.

Мета дисертації. Розробка технології виплавки сталей аустенітного класу, мікролегованих Sc, дослідження впливу різних методів виплавки та рівня мікролегування на їх структуру та властивості.

Відповідно до мети роботи вирішувались наступні задачі:

- розробити технологію дослідно-промислової виплавки сталей та оптимальні способи їх мікролегування Sc;
- виявити вплив мікролегування Sc і різних способів виплавки на макро- та мікроструктуру сталей, їх фазовий склад, на механічні, корозійні властивості аустенітних сталей, на радіаційне розпухання аустенітних сталей.

Наукова новизна роботи характеризується тим, що вперше отримано і досліджено аустенітні сталі, мікролеговані скандієм.

Визначено концентрію залежність впливу мікролегування скандієм на розчинність азоту в розплаві сталі 06X16N15M3B. Розраховано умови нітридоутворення ScN у розплаві при різних температурах.

Показано, що мікролегування скандієм істотно змінює мікроструктуру зливків, модифікуючи неметалеві вкраплення і інтерметалідні фази скандієм.

Досліджено вплив рівня мікролегування скандієм на кількість та величину скупчень скандій-містких неметалевих вкраплень та інтерметалідних фаз. Встановлено максимально припустимий рівень мікролегування сталей аустенітного класу скандієм, що дозволяє проводити гарячу деформацію зливків.

Показано, що фазовий склад сталей, що досліджувались визначається рівнем мікролегування, чистотою вихідних матеріалів по сірці, фосфору та ступеню рафінування від розчинених газових домішок. Досліджено розчинність скандію у сталі 06X16N15M3B. Визначено оптимальний, з точки зору фазового складу сталі, рівень мікролегування.

Вивчено вплив способу виплавки на величину мікрохімічної неоднорідності зливків та трубних заготовок. Відмічено мінімальний рівень мікрохімічної неоднорідності при виплавці аустенітних сталей методом вакуумного відцентрового лиття.

На підставі теорії капілярної коагуляції неметалевих вкраплень розглянуто закономірності утворення і розподілу неметалевих вкраплень при різних способах виплавки. Пояснено причину значно меншого забруднення зливків скупченнями РЗЕ-містких вкраплень при вакуумно-відцентровому литті у порівнянні з стаціонарним литтям.

Досліджено вплив мікрولهгування скандієм на фізико-механічні та корозійні властивості сталей аустенітного класу. Показано, що мікрولهгування через структурні чинники суттєво впливає на властивості трубних заготовок і готових виробів - твельних труб.

З'ясовано, що мікрولهгування скандієм призводить до подавлення вакансійного розпухання аустенітних сталей при іонному та нейтронному опроміюванні.

Практична значущість роботи. В процесі проведення досліджень було розроблено і випробувано хімічно- і ерозійностійкі тиглі для індукційної виплавки сталей, вакуумна індукційна піч з донним розливом металів і сплавів, способи мікрولهгування скандієм аустенітних сталей та скандій-місткі лігатури.

Розроблено метод вакуумного відцентрового лиття сталей і сплавів (ВВЛ), виготовлено обладнання, що дозволяє отримувати високоякісні трубні заготовки.

На підставі проведених експериментів відпрацьовано технологію виробництва трубних заготовок методом вакуумної індукційної плавки з послідовними вакуумним дуговим переплавом та термо-механічною обробкою (ВІП+ВДП). Здійснені дослідно-промислові плавки в умовах заводу "Електросталь" загальним обсягом 50 т, що дозволило виготовити біля 6 км чохлових і твельних труб. Випущено технічні умови на трубну заготовку з розробленої аустенітної сталі, мікрولهгованої скандієм, 06X16H15M2TPч ІД, якій присвоєно Держ. марку ЕК99 ІД.

До захисту виносяться:

1. Технологія отримання аустенітних сталей, мікрولهгованих скандієм, стійких до радіаційного розпухання, що забезпечує отримання необхідних технологічних і корозійних властивостей.

2. Метод вакуумного відцентрового лиття, що дозволяє отримувати трубні заготовки з сталей і сплавів з низьким рівнем неметалевих включень, з високою густиною і однорідністю хімічного складу, а також суттєво підвищуючий техніко-економічні показники їх виробництва.

3. Параметри оптимальних технологічних режимів вакуумної індукційної виплавки, вакуумного дугового переплаву і способів мікрولهгування скандієм аустенітних сталей.

4. Оптимізована по хімічному складу аустенітна сталь, мікрولهгована скандієм, - 06X16H15M2TPч (Держ. марка ЕК-99 ІД), що має високу технологічність і радіаційну стійкість.

Апробація роботи. Основні результати досліджень по темі дисер-

тації доповідалися і обговорювалися на Всесоюзних нарадах по фізиці радіаційних пошкоджень і радіаційному матеріалознавству (Харків: 1982, 1984, 1986 рр.), на V, VI, VII, VIII школах по фізиці радіаційних пошкоджень (Харків 1985 р., Алушта: 1987 р., 1989 р., 1992 р.), на 7 Всесоюзній науково-технічній нараді по проблемам спецелектрометалургії (Москва 1987 р.), на Всесоюзній нараді "Досвід виробництва нержавірчих труб для атомної енергетики" (Москва, 1989 р.), Міжнародній конференції по радіаційному матеріалознавству (Алушта 1990 р.).

Публікації. По темі дисертації опубліковано 14 друкованих робіт, отримано 4 авторських свідоцтва.

Об'єм і структура дисертації. Дисертація складається з вступу, 3 глав, висновків та додатку, викладена на 168 сторінках, включаючи 130 сторінок машинописного тексту, 31 таблицю, 44 малюнка та бібліографію, що містить 130 джерел.

#### ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі коротко обгрунтовано актуальність поставленої задачі, визначено мету роботи, зформульовано основні положення, що виносять-ся автором на захист, викладено короткий зміст дисертації.

В першій главі дисертації подано аналіз сучасних методів виплавки аустенітних сталей при виробництві чохових і твельних труб. Описано вплив супутних домішок та розчинених газів на властивості сталей, вплив вакууму на поведінку домішок і газів при виплавці сталей, способи впливу на величину і кількість неметалевих вкраплень і фазовий склад зливоків. Розглянуто теоретичні основи процесу кристалізації зливка, вплив кінетичних і термодинамічних чинників на процес кристалізації. Систематизовано літературні дані по впливу мікролегування РЗЕ на властивості сталей, впливу легування різними елементами на радіаційну стійкість сталей аустенітного класу.

У другій главі викладено результати експериментів по розробці способів виплавки і мікролегування скандієм аустенітних сталей 12Х18Н10Т, 08Х16Н11МЗ, 00Х16Н15МЗБУ (ЕІ844), 06Х16Н15МЗБ (ЕІ847), 09Х16Н15МЗБР (ЕП172), 08Х16Н15МЗТР (ЧС68) методами вакуумної металургії. Технологія виготовлення, фізико-механічні властивості та дані по термостійкості розроблених для вакуумної індукційної виплавки сталей термо- і ерозійностійких мулітокорундових і циркономулітокорундових тиглів.

Обґрунтовано вибір вихідних шихтових матеріалів для індукційної виплавки. Показано необхідність застосування основних легуючих елементів з низькою місткістю домішок кольорових металів, кобальту, кисню, азоту і водню.

Описано досліджені способи виплавки і отримання трубних заготовок: вакуумна індукційна плавка (ВІП), вакуумна індукційна плавка у "холодному" тиглі (ІХТ), вакуумний дуговий рафінуючий перепад (ВДП), метод вакуумного відцентрового лиття (ВВЛ). Наведено конструкції розробленого експериментального устаткування та особливості процесу виплавки.

Розроблено способи легування Sc аустенітних сталей при різних методах виплавки, показано, що мінімальні технологічні втрати Sc на стадії ВІП мають місце при його введенні у розплав у вигляді розроблених лігатур системи Fe-Sc та компактованої суміші Mo-Ni-Fe-Sc (засвоєння Sc розплавом - 60-65% мас. при введенні на стадії ВІП і до 85% мас. - при ІХТ).

Описано відпрацьовану технологію виплавки оптимізованої по хім. складу аустенітної мікролегованої Sc сталі 06X16H15M2TPч (ЕК99 ІД) методом ВІП+ВДП (Таблиця 1) і схема отримання трубних заготовок по розробленим технічним умовам.

Таблиця 1. Хімічний склад сталі 06X16H15M2TPч ІД по ТУ 14-1-4476-88

Марка	Масова доля елементів, %											
	C	Cr	Ni	Mo	Ti	Mn	Si	S	P	N	B	Sc
ЕК99 ІД	0,04	15,0	15,0	2,0	0,2	0,9	0,2	н.б.	н.б.	н.б.	0,001	0,05
	0,08	16,0	16,0	2,5	0,4	1,3	0,4	0,006	0,010	0,010	0,005	0,20

Третя глава присвячена дослідженню впливу різних способів виплавки і рівня мікролегування Sc на властивості аустенітних сталей.

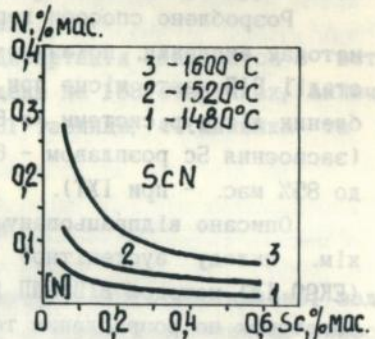
Як відомо РЗЕ, що використовуються для розкислення та десульфатції сталей і сплавів, значною мірою зменшують концентрацію [O] і [N] в розплавах заліза і сталей, а отже і у твердому розчині металу, що виплавляється, але дані по впливу такого РЗЕ як скандій не повні, у зв'язку з цим було досліджено фізико-хімічні закономірності впливу Sc на поведінку азоту при виплавці сталей.

Сталь 06X16H15M3Б отримували методом ВІП+ВДП, концентрація Sc у металі становила 0,06-0,18 % мас. Аналіз поведінки газів у процесі виплавки показав, що після введення Sc концентрація [N] у пробах

значно зменшується (з 0,0150-0,0120 % мас. до 0,0015-0,0012 % мас.), тоді як рівень [O], внаслідок доброї розкисленості розплаву, слабо змінюється і залишається в межах 0,006-0,002 % мас.

Додаткові експерименти провадилися по ізохорному варіанту методу Сівертса, що ґрунтується на зміні тиску газу в герметичній системі сталого об'єму внаслідок поглинання газу розплавом.

Зразки плавили індукційними струмами у корундових тиглях при температурі 1600 °С. Sc у розплав вводили після досягнення рівноваги у системі газоподібний азот - основа зплаву. Використовувався як чистий Sc, так і Fe-Sc лігатура. Визначивши в результаті математичної обробки експериментальних кінетичних залежностей розчинності азоту у сталі 06X16H15M3B з Sc величину коефіцієнту активності Sc ( $\gamma_{Sc}^{\infty} = 0,34$ ) і використовуючі табличні дані по зміні стандартної енергії Гіббса, з урахуванням проміжних реакцій дисоціації і розчинення азоту були обчислені умови утворення ScN у розплаві по реакції

$$[Sc] + [N] = ScN$$


Мал.1. Криві двохфазної рівноваги розчинений N-ScN у розплаві сталі 06X16H15M3B + Sc при різних температурах.

Результати розрахунку наведені на мал.1. Отримані результати використовуються для прогнозування первісного нітридоутворення у аустенітних сталях, мікролегованих Sc.

Вивчення впливу методів виплавки аустенітних сталей та рівня мікролегкування на макро- і мікроструктуру виявило, що зливки після ВП і зливу в виливниці мають як поверхневі дефекти (тріщини, плівки), так і внутрішні, поява яких була спричинена великою фізичною, структурною і хімічною неоднорідністю металу, що закристалізувався. Відмінною особливістю макроструктури після IXТ є наявність великої кількості внутрішніх пор та раковин, що пов'язано з технологічною неможливістю перегріву розплаву при виплавці і зливці. Після ВДП структура злиwkів стає досконалішою, збільшується їх густина і однорідність, формується чітко виражена стовпчаста структура в якій кристали орієнтовані під деяким кутом до вісі зливка, що зменшуєть-

ся при збільшенні швидкості плавки і кристалізації. Зливки сталей, що виплавлені методом ВВЛ, характеризуються наявністю кількох структурних зон, причому підбором параметрів лиття можливо формувати їх макроструктуру аж до зливоків з одним типом кристалізації (наприклад, дрібних рівновісних, або стовпчатих кристалів). Метал при цьому способі виплавки має мінімальний рівень макро- і мікродефектів кристалізаційного походження. Макроструктура кутих трубних заготовок характеризується наявністю сильнодеформованих рекристалізаційних зерен без наявних макродефектів. Мікролегування Sc значною мірою скорочує центральну зону рівновісних кристалів при ВІП, роздільняючи макроструктуру зливоків при ВДП, ВВЛ та в кутих трубних заготовках.

Дослідження мікроструктури аустенітних сталей, мікролегованих Sc, провадилося за допомогою металографічного аналізу. Визначалися кількість неметалевих вкраплень (НВ) і інтерметалідних фаз, характер розподілу їх скупчень, мікротвердість, густина зливоків, трубних заготовок та готових твельних труб.

Показано, що на мікроструктуру зливоків сталі після ВІП визначний вплив має чистота вихідних шихтових матеріалів, ерозійна і хімічна стійкість матеріалів плавильних тиглів, спосіб і рівень мікролегування скандієм, умови кристалізації металу. Відзначено, що застосування розроблених мулітокорундових і цирконумулітокорундових тиглів разом з донним розливом розплаву у кристалізатор, що охолоджується водою, дозволило практично очистити зливки від екзогенних НВ, а використання високочистих шихтових матеріалів різко зменшує забрудненість зливка газовими і шкідливими домішками.

Мікролегування Sc має сильний вплив на мікроструктуру зливоків після ВІП, оскільки скандій через свою хімічну активність, навіть у максимально очищеному розплаві прагне до утворення сполук з розчинними газами, активно взаємодіє з вогнетривами пічі та шлаком.

Зливки після ВДП характеризуються найменшою місткістю скандій-містких НВ у середній частині зливку та збільшеною у вузькій периферійній зоні біля стінок кристалізатору, а при ВВЛ - поблизу вісьової порожнини. Розподіл скупчень НВ по висоті зливоків практично рівномірний при всіх способах виплавки.

Термо-механічна обробка має істотний вплив на мікроструктуру аустенітних сталей, мікролегованих Sc. Гаряча деформація в сполученні з проміжними високотемпературними відпалами роздільнює зерно, а процеси рекристалізації істотно покращують мікроструктуру. Співста-

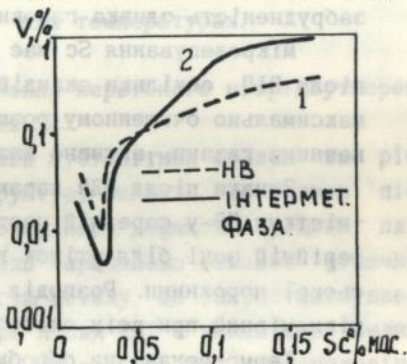
влення рівня скандій-містких НВ в трубних заготовках отриманих методом ВІП+ВДП з подальшою термо-механічною обробкою і методом ВВЛ показало, що при однаковому рівні мікролегування кількість рядкових НВ у твельних трубах після ВВЛ менше, ніж при ВІП+ВДП, однак в обох випадках припустима для проведення подальших трубних переділів, що вказує на перспективність цих технологічних схем їх виробництва (Таблиця 2).

Таблиця 2. Вплив способів виплавки на місткість НВ у сталі 06X16H15M2TPч.

Спосіб виплавки	Місткість вкраплень у балах			
	оксиди	сілікати	карбонітриди	скупчення
ВВЛ	0,5	<0,5	1,5 - 2,5	<1
ВІП+ВДП, кутий	0,5 - 1,0	0,5 - 1,0	2,0 - 3,0	1

Дослідження залежності загальної забрудненості зливоків скандій-місткими вкрапленнями та інтерметалідними фазами виявило рафінуючу роль Sc при малих концентраціях (приблизно 0,01-0,03 % мас.) і збільшення числа надлишкових фаз при концентрації Sc у металі понад 0,11 % мас. (мал. 2). Виходячи з критеріїв технологічності трубного переділу зливоків аустенітних сталей було визначено граничний рівень мікролегування Sc, пов'язаний з загальним рівнем місткості у металі НВ і інтерметалідних фаз - не більш як 0,13 % мас.

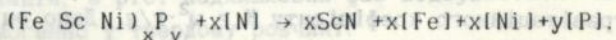
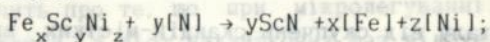
Дослідження фазового складу металу провадилось на мікрозондових аналізаторах MS-46 "Самеса", CX-42 "Самебах" та мікрозондовій приставці "Link system 860" до електронного мікроскопу EM-100 CX. Вивчався вплив методів виплавки і рівня мікролегування на тип, морфологію, кількісний та якісний склад надлишкових фаз, що утворюються в процесі плавки, кристалізації і деформації аустенітних сталей.



Мал. 2. Об'ємна доля НВ (1) і інтерметалідної фази (2) в залежності від рівня мікролегування Sc в сталі 06X16H15M3Б.

Після проведення аналізу зливків досліджуваних сталей (таких, як 06X16H15M3E, 12X18H10T, 08X16H11M3, 06X16H15M2TP), виплавлених методами вакуумної металургії, виявилось, що в них мають місце відносно дрібні карбонітриди Ti і Nb, а також більш крупні і складні інтерметалідні вкраплення з 49 % Ti, 35,5 % Nb і 1,5 % Fe. При мікролегуванні скандієм з'являються окремі вкраплення оксиду скандія, скандій-місткі карбонітриди, інтерметаліди та фосфіди складного складу, причому, якщо загальна кількість фаз і скупчень Nb залежить від способу виплавки сталей, то їх якісний склад залежить від чистоти вихідної шихти по фосфору і газам та рівня мікролегування скандієм. Так, було визначено, що при концентрації фосфора у розплаві менш ніж 0,008 % і при 0,08-0,13 % скандію в металі не утворюється легкоплавка евтектика  $(Ni+Sc+Fe)+(Ni,Sc,Fe)_{x,y}P$ , а величина і кількість оксиду скандію  $Sc_2O_3$  різко зменшується.

В структурі трубних заготовок, отриманих методом ВП+ВДП з подальшою термо-механічною обробкою, спостерігаються чотири типи вкраплень: огранені виділення карбїду скандію, що містять біля 80 % Ni, 7 % Sc, 4 % Mo, 1 % Cr, 0,5 % Ni, інше - вуглець; вкраплення оксиду скандію  $Sc_2O_3$  що рівномірно розподілені по тілу зерна; фосфоро-містка евтектична фаза з великими у порівнянні з литим металом коливаннями складу (Fe - 8-32 %, Ni - 25-41 %, Sc - 8-36 %, P - 0,2-20 %); четвертий і головний тип вкраплень - рядкові гострокуті вкраплення нітриду скандію, що утворюються в процесі гарячої деформації по реакції:



Проведені дослідження дозволили сформулювати вимоги до способів виплавки і складу радіаційностійких сталей, що забезпечують проведення гарячої деформації сталі без утворення нітридів скандію. глибоке розкислення розплав перед вводом скандію, мінімальну концентрацію фосфору у вихідних шихтових матеріалах (менш ніж 0,008 % мас.), подавлення ліквіаційних процесів при кристалізації, чому сприяє виплавка сталей методом ВВЛ.

При проведенні мікрозондових досліджень було визначено границю розчинності скандію в сталі 06X16H15M3E при мікролегуванні, яка становила 0,080 % мас. Sc.

За допомогою мікрохімічного аналізу проведеного на мікрорентгенівському аналізаторі MS-46 "Самеса" та металографічних дослід-

жень вивчено вплив способу виплавки аустенітних сталей на величину мікрохімічної неоднорідності. Встановлено, що мінімальна хімічна неоднорідність між вісями дендритів по головним легуючим елементам (Fe, Cr, Ni, Mo, Nb) спостерігається при виплавці сталей методом ВВЛ, при цьому величина дендритів та їх доля максимальні (мал. 3).

На підставі теорії капілярної коагуляції НВ, було пояснено причину значно меншого забруднення зливоків скупченнями НВ при ВВЛ у порівнянні із стаціонарним литтям у виливницю.

Показано, що головним чинником, який впливає на степінь рафі-



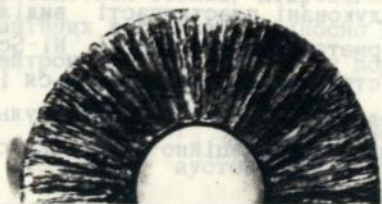
Рис. 3. Структура зливоків сталі 06X16H15M3B після травлення на мікрохімічну неоднорідність (темні ділянки - вісі дендритів, світлі - міждендритні області), х50:

- а) - без мікролегуювання, : VIP+ВДП;
- б) - мікролегована скандієм, VIP+ВДП;
- в) - мікролегована скандієм, ВВЛ.

нування металу від скупчень скандій-містких вкраплень є величина гравітаційного коефіцієнту  $K = \omega^2 \cdot r / g$ . Дано оцінку максимальним розмірам скупчень при різних способах лиття, що утримуються у ліквідаційній зоні при стаціонарному литті Sc-містких сталей (біля 0,5 мкм - при ВВЛ і біля 50 мкм при стаціонарному литті).

Підтверджено, що переваги ВВЛ зберігаються у всіх структурних зонах металу, що кристалізується: поблизу виливниці у зоні кіркових кристалів, у зоні стовпчастих кристалів і у зоні рівновісних кристалів. Однак вони найсильніше виражені у зоні стовпчастих кристалів, яка формується підбором оптимального гравітаційного коефіцієнту та технологічних параметрів лиття (мал. 4). Встановлено подавлення зустрічного фронту кристалізації при ВВЛ у порівнянні з відцентровим литтям у повітрі.

Вивчення фізико-механічних і корозійних властивостей аустеніт-



Мал. 4. Макроструктура радіаційної сталі 06X16N15M2TPч, що отримана методом вакуумного відцентрового лиття ( $\times 0,3$ ).

зазначити, що трубні заготовки з сталей, що виплавлені методом ВВЛ показали більш високу міцність та пластичність у порівнянні із заготовками отриманими методом ВП+ВДП, що пов'язано з їх меншою хім. неоднорідністю. Дослідження впливу мікрولةгування Sc на тривалу міцність показали, що при мікрولةгуванні відбувається додаткове дисперсійне твердіння. Так, якщо вихідна мікротвердість сталі 06X16N15M3Б, мікрولةгованої до рівня 0,064 % мас. Sc, була 1100 МПа, то після старіння тривалістю 600 годин при 650-750°C вона сягає 1400 МПа. Це свідчить про те, що при мікрولةгуванні відбувається екранування дислокацій, а ріст надлишкових фаз відбувається не на дислокаціях, а гомогенно у твердому розчині.

Мікрولةгування Sc мало впливає на швидкість корозії аустенітних сталей, однак відзначається їх дещо вища прихильність до міжкристалітної корозії (МКК), оскільки ця властивість є структурнозалежною. Обрані способи виплавки та термообробки дозволили отримати сталь не прихильну до МКК при концентраціях Sc до 0,18 % мас.

Вплив мікрولةгування Sc на радіаційностимульовану зміну мікроструктури і вакансійне розпухання аустенітних сталей вивчався після опромінювання іонами хрому на прискорювачах ПВІ-1 (з енергією 1 MeV) та ЕСПВІ (4 MeV) при температурах 500-700°C на електронному мікроскопі ЭМ-100 СХ. Дослідження показали, що під впливом опромінювання в базових аустенітних сталях відбувається збільшення густини дислокацій, яка при дозі 30-40 зна досягає насичення і становить  $8 \cdot 10 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , причому у процесі опромінювання відбувається випадан-

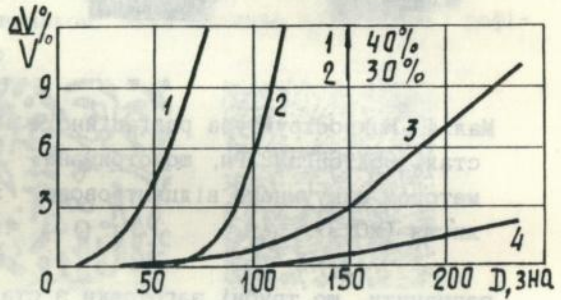
тних сталей, мікрولةгованих скандієм показало, що їх рівень залежить, головним чином, від степеню рафінування металу від скупчень скандій-містких вкраплень і степеню мікрولةгування сталей. Так, короточасні механічні властивості чистих по скупченням НВ а сталей при концентрації скандія до 0,18 % мас. знаходяться на рівні сталей без мікрولةгування і залишаються досить високими у всьому дослідженому інтервалі температур (20-1000°C). Треба

ня з твердого розчину карбонітрідів, фаз Лавеса, карбідів складного складу,  $\sigma$ - і  $G$ -фази. У сталях, мікролегованих Sc, крім того, зазначені дрібні (до 50 нм) радіаційноіндуковані пластинчасті виділення карбонітрідів титану і ніобію, інтерметалідів на основі Ni-Sc. У процесі опромінювання дислокаційна структура, що розвивається і радіаційноіндуковані виділення взаємодіють між собою, в результаті чого утворюється термодинамічно тривка дислокаційно-домішкова структура.

Мікролегування Sc (0,08-0,13 % мас.) призводить до значного зменшення радіаційної пористості аустенітних сталей, причому збільшується інкубаційний період (відсутність розпухання) та зменшується швидкість розпухання на стадії, що встановилася, у всьому інтервалі температур опромінювання досліджених сталей (мал. 5). Значення розпухання при дозі 100 знаходиться в межах 0,4-3 %.

Різні методи виплавки посередньо впливають на величину розпухання, тому найменші величини розпухання спостерігаються у зразках, що мають мінімальну хім. неоднорідність, величину і число первинних Sc-містких НВ та інтерметалідів (після виплавки методами ВІП+ВДП і ВВЛ).

Таблиця 3. Розпухання та остатнє рівномірне відносне здовження після опромінювання тепловиділяючих зборок в реакторі на швидких нейтронах БН-350 до дози 50 зна.



Мал. 5. Розпухання сталі 06X16H15M3B в залежності від дози опромінювання іонами хрому при температурі 650 °C:  
 1 - вихідна, відпал 1050 °C, 30 хв.;  
 2 - вихідна, з 30% холодною дефор.;  
 3 - із Sc, відпал 1050 °C, 30 хв.;  
 4 - із Sc, з 30% холод. деформацією.

Матеріал	Температура опромін., °C	Температура, випроб., °C	Розпухання, $\Delta V/V$ , %	Здовження, $\delta_p$ , %
06X16H15M3B	480	500	10	0
"- + 0,1%Sc	480	500	<1,5	9,4
06X16H15M2TP	480	500	10	0
06X16H15M2TPч	480	500	<0,5	9,5

Реакторні випробування тепловиділяючих зборок з оболонками із аустенітних сталей, мікролегованих Sc, підтвердили результати імітаційних досліджень відносно їх високої радіаційної стійкості при нейтронном опроміюванні у порівнянні з базовими сталями (табл. 3).

Оцінка техніко-економічної ефективності виробництва аустенітних сталей, мікролегованих скандієм.

Дослідження якості трубних заготовок провадилося на деформованому металі після кування дослідних заводських плавок зливків вагою 0,5 і 1,0 т на заготовку 0 105 мм та після виплавки методом ВВЛ 0 140 мм з стенкою завтовшки 65 мм. Крім хімічного складу контролювалися місткість газів, забрудненість сталі Nb, механічні та корозійні властивості. З'ясовано, що при введенні до 0,13 % мас. Sc технології виплавки методом ВП+ВДП і ВЛ дозволяють отримати трубні заготовки з рівнем пластичності, якого досить для виготовлення з них тонкостінних твельних труб  $\varnothing 6,9 \times 0,4$  мм та  $\varnothing 6,0 \times 0,3$  мм. Головним джерелом ефективності застосування цього методу отримання трубних заготовок є введення Sc на стадії ВП у вигляді Fe-Sc та Mo-Ni-Fe-Sc лігатур, що дозволило зменшити угар РЗЕ до 30 %.

Головними перевагами отримання трубних заготовок методом ВВЛ є:

- виключення операції рафінуючого переплава;
- виключення операції кування зливків;
- зменшення витратного коефіцієнту металу при механічній обробці зливків (з 3-4 при ВП+ВДП до 1,2-2 при ВВЛ).

Результати економічного розрахунку при проведенні дослідно-промислових плавок і отримання трубних заготовок з мікролегованих Sc аустенітних сталей показали, що при річному обсязі виробництва 5,000 т трубних заготовок економічна ефективність від запровадження методу ВВЛ становить 248,2 тис. руб/т (у цінах 1990 року).

## В И С Н О В К И

1. Розроблено технологію виробництва трубних заготовок з мікролегованих скандієм сталей аустенітного класу методом вакуумної індукційної плавки з подальшим вакуумним дуговим переплавом та термо-механічною обробкою. Виконана серія дослідно-промислових плавок у заводських умовах, виготовлені трубні заготовки, що дозволило отримати кінцеву продукцію: тонкостінні твельні труби, чохлові труби

для встановлення на реакторні випробування. Випущені технічні умови на трубку заготовку з мікрولهгованої скандієм сталі 06X16H15M2TPч ІД, якій присвоєно Держ. марку ЕК99 ІД.

2. Розроблено та випробувано хімічно- і ерозійностійкі тигли для індукційної виплавки сталей і сплавів, вакуумна індукційна піч з донним зливом розплаву, модулі для вакуумного відцентрового лиття, способи мікрولهгування скандієм аустенітних сталей, скандій-місткі лігатури.

3. Розроблено метод вакуумного відцентрового лиття сталей і сплавів, що дозволяє отримувати високоякісні трубні заготовки та істотно поліпшує техніко-економічні показники їх виробництва.

4. Досліджено вплив мікрولهгування скандієм на розчинність азоту у розплавах чистого заліза і сталі 06X16H15M3Б. Розраховано термодинамічні параметри взаємодії і умови нітридоутворення ScN при різних температурах.

5. Досліджено вплив методів виплавки на структуру мікрولهгованих скандієм сталей аустенітного класу. Показано, що найкращими методами для формування потрібної макро- і мікроструктури трубних заготовок є:

- метод вакуумної індукційної плавки з подальшим вакуумним дуговим переплавом;
- метод вакуумного відцентрового лиття.

6. Досліджено вплив степеню мікрولهгування скандієм аустенітних сталей на концентрацію і розподіл неметалевих вкраплень та інтерметалідних фаз. Встановлено, що введення у сталь скандія вище границі розчинності супроводжується появою скупчень з скандій-містких неметалевих вкраплень та інтерметалідних фаз. Визначено максимально припустимий рівень мікрولهгування скандієм сталей аустенітного класу, що дозволяє провадити гарячу деформацію зливоків (не більш як 0,13 % мас. ).

7. Визначено фазовий склад мікрولهгованих скандієм аустенітних сталей різних способів виплавки. Показано, що фазовий склад визначається рівнем мікрولهгування, чистотою вихідних матеріалів по сірці, фосфору та степеню рафінування розплаву від розчинених газових домішок.

8. Досліджено вплив способу виплавки на величину мікрохімічної неоднорідності сталевих зливоків і трубних заготовок. Відмічено мінімальне значення мікрохімічної неоднорідності при виплавці аустенітних сталей методом вакуумного відцентрового лиття.

9. На підставі теорії капілярної коагуляції неметалевих вкраплень розглянуто закономірності утворення та розподілу неметалевих вкраплень при різних способах розливки сталей, мікролегованих скандієм. Пояснено причину значно меншого забруднення скупченнями скандій-містких вкраплень відливок при вакуумному відцентровому литті у порівнянні із зливками, отриманими розливом сталі у виливниці.

10. Досліджено вплив мікролегування скандієм на фізико-механічні та корозійні властивості сталей аустенітного класу. Показано, що мікролегування, через структурні чинники, впливає на властивості трубних заготовок та кінцевих виробів.

11. Досліджено вплив опромінювання на мікроструктуру та розпухання аустенітних сталей, мікролегованих скандієм. З'ясовано, що мікролегування скандієм до 0,13 % мас. призводить до подавлення вакансійного розпухання аустенітних сталей при іонному опроміненні в інтервалі температур 500 - 700 °С до дози 100 зна.

Основний зміст дисертації викладено у слідуючих друкованих працях:

1. Исследование радиационного распухания и структурно-фазовых превращений аустенитной нержавеющей стали Х13Н13ТЗГЗ после облучения тяжелыми ионами / Брык В. В., Ванжа А. Ф., Матвиенко Б. В. и др. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. - Харьков, 1988. - Вып. 3, 4. - С. 17-22.

2. Выплавка и исследование литой структуры сталей ХНС / Беспалова В. Р., Зейдлиц М. П., Рябчиков Л. Н., Рыбальченко Н. Д., Саенко Е. М., Черный Б. П., Шевченко С. В., Ванжа А. Ф. // Там же. - С. 68-73.

3. Рафинирование стали ХНС при центробежном литье в вакууме / Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Беспалова В. Р., Ванжа А. Ф. и др. // Там же. - С. 74-78.

4. Освоение промышленной технологии производства трубной заготовки из стали ХНС / Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Рябчиков Л. Н., Ванжа А. Ф. и др. // Там же. - 1988. - Вып. 1. - С. 35-39.

5. Разработка метода вакуумного центробежного литья из сталей и сплавов / Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Ванжа А. Ф. и др. // Там же. - С. 40-43.

6. Исследование фазового состава центробежнолитых труб из сталей ХНС-1 и ЭИ847. Рабинович А. В., Заславский Ю. Б., Милова И. К., Волюшко К. И., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Рыбальченко Н. Д., Стефаниа А.

лова В. Р., Ванжа А. Ф. и др. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. - Харьков, 1988. - Вып. 1. - С. 44-48.

7. Сравнительный анализ структуры и свойств металла особотонкостенных холоднодеформированных труб, полученного методом вакуумного центробежного литья и по традиционной технологии / Лезинская Е. Я., Попов М. В., Гудзенко Л. Н., Даниленко Т. П., Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Ванжа А. Ф., Сафонов В. А. // Там же. - С. 49-53.

8. Исследования качества слитков, полученных методом центробежного литья в вакууме / Черный Б. П., Рябчиков Л. Н., Зейдлиц М. П., Ванжа А. Ф. и др. // Проблемы и перспективы развития спецэлектрометаллургии: Отраслевой тематический сборник. - Москва, 1989. - Ч. 3. - С. 64-67.

9. Рафинирование жидкой стали в условиях вакуума путем применения керамических фильтров / Сосков Д. А., Шалимов А. Н., Юнакова И. В., Топилина Т. А., Волков А. Е., Петровский В. А., Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Рубашко В. Г., Ванжа А. Ф. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. - Харьков, 1989. - Вып. 1, 2. - С. 88-92.

10. Влияние высокотемпературных обработок на микроструктуру и механические свойства стали X16H15M2TP, легированной скандием / Неклюдов И. М., Черный Б. П., Ванжа А. Ф. и др. // Там же. - С. 97-103.

11. Неклюдов И. М., Черный Б. П., Ванжа А. Ф. Особенности образования и удаления неметаллических включений при вакуумном центробежном литье // Там же. - С. 104-109.

12. Производство трубных заготовок и оболочек твэлов методом центробежного литья / Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Ванжа А. Ф. и др. // Атомная энергия. - Москва, 1989. - Т. 67., Вып. 1. - С. 35-37.

13. Особенности структуры трубных заготовок коррозионностойких сталей для атомной энергетики, полученных центробежным литьем в вакууме / Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черный Б. П., Зейдлиц М. П., Рябчиков Л. Н., Ванжа А. Ф. и др. // Радиационное материаловедение: Тр. Международной конф. - Харьков, 1991. - Т. 7. С. 132-138.

14. Исследование фазового состава радиационностойкой стали 06X16H15M2T / Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Ванжа А. Ф. и др. // Там же. - Т. 8, С. 7-14.



АВ 30.919  
**АВ 30.919**

Підп. до друку 8.07.94. Формат 60x84/16. Папір  
офсет. Друк офсет. Умов. друк. арк. 1,14. Умов.  
фарбо-відб. 1,16. Тираж 100 прим. Зам. 255.

---

Ротап rint ННЦ ХФТІ  
310108, м. Харків, вул. Академічна, 1