

На правах рукописи

УДК 621.785:621.73.073:669.15'26'24-194

ГРНТИ 53.49.21



ЕФИМОВ СЕМЕН ВИКТОРОВИЧ

Разработка комплексной технологии производства крупных штамповых плит Cr-Ni-Mo-V композиции легирования для предотвращения флокеноподобных дефектов и повышения эффективности термической обработки

Специальности:

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

2.6.2. Металлургия черных, цветных и редких металлов.

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

г. Санкт-Петербург

2022 г.

Работа выполнена в: Федеральном государственном унитарном предприятии «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» и ООО «ОМЗ-Спецсталь»

Научный руководитель:

Цуканов Виктор Владимирович доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Пышминцев Игорь Юрьевич доктор технических наук, доцент, генеральный директор, АО «Русский научно-исследовательский институт трубной промышленности» (АО «РусНИТИ»)

Кожухов Алексей Александрович доктор технических наук, доцент, заведующий кафедрой металлургии и материаловедения им. С.П. Угаровой, Старооскольский технологический институт им. А.А. Угарова (филиал) НИТУ «МИСиС»

Ведущая организация ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина»

Защита диссертации состоится **«22» июня 2022 г.** в 11 ч. 00 мин. на заседании диссертационного совета 75.1.018.01, созданного на базе Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», по адресу: 191015, г. Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, д. 49.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» и на сайте:

<http://dissovet.cris-m-prometey.ru/ThesisDetails.aspx?id=40>

Автореферат разослан « _____ » _____ 2022 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
доктор технических наук, профессор

Е.И. Хлусова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Высокий уровень конкуренции между предприятиями - производителями штамповой продукции приводит к постоянному решению задач, связанных с закупкой материалов для изготовления штамповой оснастки по наиболее низким ценам, при все возрастающих требованиях к ним. Важнейшие требования, предъявляемые ко всем видам штамповых сталей – сочетание твердости с высокой вязкостью, износостойкость. На сегодняшний день достаточно хорошо под указанные выше требования подходят среднеуглеродистые, хромоникельмолибденовые стали 5ХНМ отечественных разработок и 56NiCrMoV7 зарубежного исполнения. Для ООО «ОМЗ-Спецсталь», предприятие на базе которого выполнялась данная работа, данный вопрос имеет высокую актуальность, так как на протяжении многих лет периодически часть крупногабаритных заготовок толщиной свыше 600 мм, изготовленных из слитков массой до 100 т и выше, выходят в брак по дефектам ультразвукового контроля. Основным видом дефектов являются флокены. Данная проблема является комплексной и требует решения на всех ключевых переделах производства данных заготовок, начиная с выплавки (внепечная обработка), разливки в слитки, транспортировки, накопления и нагрева под ковку,ковки и заканчивая ключевым элементом – противфлокеной обработкой, ПФО (ПТО). Хотя многие аспекты этой проблемы уже решены, остались вопросы, по которым у исследователей имеются спорные позиции.

В связи с вышеизложенным, **целью настоящей работы** является: совершенствование технологии производства штамповых сталей Cr-Ni-Mo-V композиции для предотвращения образования дефектов типа флокены и повышение эффективности термообработки за счет: 1) управления процессом удаления водорода на всех этапах производства в сочетании с измельчением зерна и получением равномерной мелкозернистой феррито-перлитной структуры металла; 2) управления процессом $A \rightarrow \Phi + П$ превращения на стадии предварительной термообработки; 3) формирования неметаллических включений благоприятной формы в процессе раскисления и легирования и равномерного распределения их при кристаллизации.

Для решения поставленной цели были сформулированы и решены следующие **задачи**: 1. Проведение металлографических исследований и анализ технологии производства штамповых сталей, с определением ключевых условий и параметров, при которых начинается зарождение и развитие дефекта. 2. Установление основных механизмов и стадий образования дефектов типа флокены, даже при низком содержании водорода. 3. Обоснование выбора, подтвержденного расчетами и исследованиями основных параметров выплавки, внепечной обработки, разливки, условий кристаллизации,ковки и предварительной термической обработки обеспечивающих получение минимального содержания водорода. 4. Проведение комплекса исследований по определению оптимальных температурно–кинетических условий превращения аустенита в диффузионной области с проведением анализа структурных превращений, моделирования процесса нагрева, изотермических выдержек и охлаждения на стадии предварительной термической обработки с

обеспечением максимальных скоростей выделения водорода и получения мелкозернистой структуры. 5. Расчетное моделирование кинетики изменения содержания водорода в поковках при различных вариантах концентрации водорода и температурно – временных параметрах предварительной термической обработки.

Диссертация выполнена в соответствии с планом основных научных работ НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» и производственных планов ООО «ОМЗ – Спецсталь».

В результате выполнения диссертационной работы определены следующие **положения, выносимые на защиту:**

1. Механизмы и факторы, приводящие к образованию дефектов в виде флокенов (в т.ч. и при низких содержаниях водорода – менее 1,5 ppm).
2. Способы снижения загрязнённости стали неметаллическими включениями и содержания водорода за счет изменения параметров раскисления, режима внепечной обработки, разливки и конфигурации слитка.
3. Температурно–временные параметры диффузионных превращений и структурные изменения в процессе предварительной термической обработки применительно к производственным условиям для режимов накопления и изотермического отжига для сталей Cr-Ni-Mo-V композиции.
4. Результаты расчетного моделирования изменения концентрации водорода в сочетании с диффузионными фазовыми превращениями и изменяемыми расчетными коэффициентами диффузии водорода при проведении предварительной термической обработки.

Научная новизна диссертационной работы состоит в следующем:

1. Определено и экспериментально доказано, что механизм образования флокенов в крупногабаритных поковках носит многофакторный и комплексный характер. Для решения данной проблемы необходимо учитывать как металлургические, так и материаловедческие аспекты. Установлены факторы, влияющие на появление и развитие флокеноподобных дефектов: наличие крупных неметаллических включений в виде алюминатов, карбонитридов ванадия и титана, сульфидов марганца; режим предварительной термической обработки вне оптимального диапазона для полного протекания $A \rightarrow \Phi + \Pi$ превращения; форма слитка, влияющая на кинетику роста столбчатых кристаллов и формирование подсадочных зон слитка; недостаточная степень деформации без полного устранения границ дендритов; высокое содержание водорода более 1,0 ppm (несмотря на представления о том, что при содержании водорода менее 1,5 ppm флокены не возникают).
2. Установлен имеющийся резерв по снижению содержания водорода при внепечной обработке (который может составлять до 80% от фактически получаемых значений).
3. Определены основные параметры процесса внепечного ковшевого вакуумирования, позволяющие обеспечить минимальные концентрации водорода в стали: ограничение добавок извести для наведения шлака с основностью CaO/SiO_2 не более 3,5 (достаточной для десульфурации); вакуумирование металла следует производить при давлении 1 мм. рт. ст не менее 22 мин (для условий веса плавки 100

т); обеспечение максимальной интенсивности перемешивания в процессе вакуумирования путём продувки металла аргоном с расходом не менее 500 л/мин; присадки углеродсодержащих материалов осуществлять до начала вакуумирования; исключение попадания шлака в виде гарнисажа с предыдущих плавок, легированных титаном (как источника TiO_2).

4. Установлены режимы раскисления и модифицирования стали, обеспечивающие минимальный уровень загрязненности неметаллическими включениями. Наиболее чистый металл по неметаллическим включениям получается при проведении предварительного раскисления углеродом путем ввода его в виде карбида кальция или при использовании вакуум-углеродного раскисления с последующим полным раскислением алюминием без использования модифицирования в виде Са.

5. Установлено, что для обеспечения минимального уровня сульфидных включений необходимо обеспечивать содержание серы в металле не более 0,003%.

6. Показано, что полнота и эффективность фазовых превращений, происходящих при накоплении и изотермическом отжиге, влияет на образование дефектов типа флокены. Применение изотермических режимов превращения аустенита в феррито-перлитную структуру, с временем, достаточным для полного прохождения диффузионного превращения, в соответствии с полученными по новой методике диаграммами превращения аустенита в диффузионной области, полностью предотвращает образование бейнитной структуры и позволяет обеспечить удаление водорода за счет выдержки при протекании диффузионного превращения. Применение 2^x -стадийного процесса изотермического превращения аустенита в диффузионной области способствует ликвидации границ первичного аустенитного зерна и остатков дендритов с образованием мелкозернистой структуры без признаков структурной наследственности.

7. Расчётами по кинетике удаления водорода впервые показано, что при прохождении диффузионных процессов превращения аустенита в изотермических условиях на стадии накопления и в ходе непосредственно изотермического отжига, с учетом роста коэффициента диффузии водорода в γ - и α -фазах на несколько порядков, существует возможность достижения максимальной полноты удаления водорода.

8. Определены оптимальные температурно-временные параметры фазовых превращений на стадии накопления и основных этапах предварительной термической обработки, произведенной по изотермической схеме. Этот диапазон температур изотермических выдержек соответствует $\pm 15^\circ C$ от средней линии между Ag_3 и Ag_1 , полученных при реальных скоростях охлаждения при режиме предварительной термической обработки.

Степень достоверности научных положений, выводов и рекомендаций, полученных в работе, обеспечивается использованием современного оборудования и программного обеспечения, результатами механических испытаний, проведенных на этом оборудовании в соответствии с требованиями ГОСТов, применением взаимодополняющих методов исследования структуры и неметаллических включений, а также применением модельных исследований фазовых превращений в соответствии с реальными параметрами режимов (скорость охлаждения, нагрева), использование

научно обоснованных температурных режимов с учетом фактора времени во взаимосвязи с кинетикой фазовых превращений; применением расчетов диффузии водорода в ходе применяемых режимов на всех стадиях и сопоставление этих расчетных данных с фактическими результатами, полученными в промышленных условиях.

Практическая значимость:

1. Усовершенствованы и внедрены в условиях ООО «ОМЗ–Спецсталь» технологические параметры производства штамповых сталей 56NiCrMoV7 и 5XHM, в части режимов раскисления, выбора параметров слитков, температурно–деформационных режимов ковки и предварительной термической обработки, позволяющие исключить дефекты в виде флокенов. Брак в производстве по причинам флокенов был снижен с 50% до 1,1%.

2. Параметры оптимизации слитка (переход с вакуумного на сифонный) позволяют снизить металлоёмкость производимых заготовок на 10%.

3. Сокращена длительность режимов предварительной термической обработки на 20–30%.

4. Результаты, продемонстрированные подходы, полученные в работе, могут быть использованы при разработке и оптимизации сквозных технологий производства крупногабаритных поковок среднеуглеродистых, углеродистых, среднелегированных и легированных марок сталей.

Личный вклад автора в получении научных результатов, изложенных в диссертации, заключается в: постановке задач исследования; разработке плана проведения экспериментов; обработке полученных экспериментальных данных; анализе и интерпретации полученных результатов исследования неметаллических включений на различных этапах производства; анализе содержания водорода в стали и в разработке модели его поведения, расчетной оценке возможности снижения его содержания до концентрации ниже критической; разработке, опробовании и внедрении рекомендаций в технологический процесс для предотвращения образования дефектов типа флокены; публикации результатов научных исследований по теме диссертации и подготовке докладов к научно – техническим конференциям.

Апробация работы. Основные положения работы доложены и обсуждены на следующих научных конференциях: Третьей международной научно–технической конференции «Научно–технический прогресс в черной металлургии – 2017, (Череповец 2017 г.); Международной научно–практической конференции "Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханики: IPDME–2018 (Санкт–Петербург 2018); Международной научно–практической конференции "Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханики: IPDME–2020 (Санкт–Петербург 2020); I-й Международной конференции «Чистая сталь: от руды до проката» (Москва 2020); XVI-ом Международном конгрессе *сталеплавильщиков* и производителей металла ISCON (Первоуральск 2021).

Публикации. Основное содержание диссертации отражено в 13 печатных работах, 9 работ в изданиях, рекомендованных перечнем ВАК, в том числе 5 статей в изданиях, индексируемых в международных базах данных. Всего опубликованы 22 статьи и 11 патентов РФ.

Структура диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, основных выводов и списка литературы. Объем диссертации составляет 223 страницы текста, включая 166 рисунков и 35 таблиц. Список литературы содержит 120 источников.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертации, направленной на совершенствование технологии производства крупногабаритных толстых плит из среднеуглеродистых, среднелегированных сталей типа 5ХНМ, 56NiCrMoV7 с целью решения проблемы дефектов (флокены), выявляемых методами ультразвукового контроля заготовок. Сформулированы основные цели и задачи исследований, показана научная новизна и практическая значимость работы, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен литературный обзор, основная часть которого посвящена изучению проблемы образования флокенов в заготовках. Рассмотрен накопленный научно-исследовательский опыт по данной проблеме. Выделены основные теории и механизмы образования дефектов в виде флокенов. По результатам литературного обзора можно сделать вывод, что в основном авторами рассматривается проблема флокенообразования путем изучения и установления одной основной причины (фактора), хотя данная проблема, как это будет показано далее, носит многофакторный характер.

Во второй главе приведены материалы и методы исследований. Работа выполнялась для заготовок из сталей 5ХНМ и 56NiCrMoV (таблицы 1-2), производимых на ООО «ОМЗ-Спецсталь» и предназначенных для штамповой оснастки при изготовлении элементов шоссийной группы самолетов Boeing и Airbus на АО «ВСМПО-АВИСМА».

Таблица 1 Химический состав стали 56NiCrMoV7 по Din 17350-1980

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V
0,5-0,6	0,1-0,4	0,6-0,9	0,03	0,03	0,8-1,2	1,6-1,8	0,35-0,55	0,05-0,015

Таблица 2 Химический состав стали 5ХНМ по ГОСТ 5950-2000

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V
0,5-0,6	0,1-0,4	0,5-0,8	0,03	0,03	0,5-0,8	1,4-1,8	0,15-0,30	0,05-0,015

Сложность решаемой задачи заключалась в необходимости обеспечения достаточно высоких требований по качеству по неметаллическим включениям и ультразвуковому контролю заготовок. Минимально допустимый уровень включений, определенный по методу А ASTM E45, должен составлять не более 2 балла. При ультразвуковом контроле заготовка должна соответствовать классу качества не ниже 3 по EN 10228-3, т.е. должны отсутствовать фиксируемые несплошности эквивалентным диаметром более 5 мм².

Для решения данной задачи были проведены всесторонние исследования образцов литого металла и поковок (в дефектных и бездефектных зонах) с определением фазового состава, количества и размеров неметаллических включений, микроструктуры. Исследованы температурные диапазоны фазовых превращений. Проведены расчеты с использованием современного программного обеспечения («Полигон-Софт» версия 2019.5., Thixomet.Pro).

В третьей главе по результатам металлографических исследований, анализа сквозных технологических параметров производства были определены основные механизмы и факторы, приводящие к образованию флокеноподобных дефектов. На этапе освоения технологии до 50% заготовок имели дефекты ультразвукового контроля классифицированными, как флокены. Следует отметить, что анализируемые дефектные заготовки имели достаточно низкое содержание водорода (не более 1,5 ppm), при котором считалось, что флокены уже не образуются (рисунок 1).

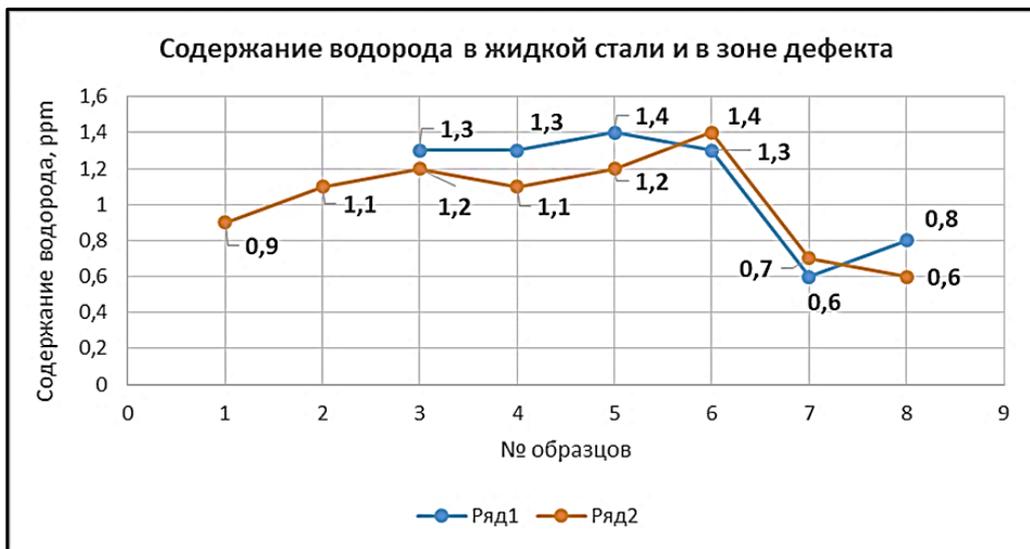


Рисунок 1 - Содержание водорода в жидкой стали и в поковке в зоне дефекта (Ряд 1 – содержание водорода в жидкой стали, Ряд 2- содержание водорода в зоне дефекта)

Это связано с тем, что растворенный в стали водород, выделяясь при низких температурах за счет диффузии, проникает в поры или несплошности (коллекторы), переходит в молекулярную форму и теряет способность диффундировать. Накопление молекулярного водорода приводит к повышению его давления, которое может в результате превзойти предел прочности стали, вследствие чего и образуются флокены. Поэтому необходимо исключить образование даже микронесплошностей.

В результате исследований установлены два основных механизма развития дефектов: через внутрзеренное хрупкое разрушение и межзеренное. Можно выделить следующие основные факторы, приводящие к развитию этих механизмов (с этапа образования коллекторов): наличие зон с локально высоким содержанием водорода в слитке, несмотря на низкое содержание водорода в жидкой стали; размер, форма и состав неметаллических включений; проведение процесса предварительной термической обработки вне диапазона А-Ф-П превращения и получение нехарактерной для исследуемых сталей бейнитной структуры; разрушение по

границам наследственной структуры слитка - дендритов; недостаточность по длительности предварительной термической обработки для обеспечения полноценного удаления водорода.

Наличие высокого содержания водорода. Проведенные эксперименты показали, что содержание водорода в слитке распределяется неравномерно. В подприбыльной зоне его концентрация может увеличиться более чем в 2-а раза по отношению к жидкой стали, приводя к значениям, при которых образование дефектов становится возможным (таблица 3). Исследования образца плавки 184229 (поковка 114520) показали, что даже при отсутствии крупных несплошностей в виде неметаллических включений, трещин (коллекторов) наблюдался межзеренный механизм разрушения. Разрушение происходило по причине накопления водорода в межзеренном пространстве, а способствовало этому полученное крупное зерно, содержание водорода в жидкой стали 1,3 ppm (соответственно в отдельных зонах оно могло достигать 2,6 ppm) и длительное нахождение заготовки на воздухе перед ПТО (снижение температуры заготовки способствовало уменьшению растворимости водорода и его подвижности).

Таблица 3 Результаты определения содержания водорода в стали 5ХНМ

№ плавки	102610	102729	102629
Содержание водорода в пробе из-под струи в середине разливки (жидкая сталь), ppm	2,1	1,4	0,9
Содержание водорода в прибыльной части слитка, ppm	2,3	2,8	1,9

Крупные неметаллические включения. При наличии крупных неметаллических включений возможен как внутризёренный, так и межзёренный механизм разрушения. На образце плавки 193385-2 (поковка) дефектного металла было определено, что разрушение развивалось по хрупкому внутризеренному механизму, были выявлены крупные неметаллические включения (размером до 50 мкм) состава $\text{CaO} \times 6\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{MgO} \times \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{CaO} \times 2\text{Al}_2\text{O}_3$, MnO , SiO_2 и крупное зерно от 3 до 5 балла. В данном случае: при горячей деформации из-за наличия крупных неметаллических включений происходило разрушение зерен с образованием зародышей трещин, с последующим накоплением водорода в образовавшихся коллекторах и образованием дефекта.

Следующим типом неметаллических включений, который может приводить к дефектам по межзеренному механизму, является сульфид марганца (рисунок 2). Характерным представителем данного вида дефекта является образец, отобранный от поковки 903582 плавки 188047. При достаточно низком содержании водорода в жидком металле 0,8 ppm и зерне балла 5–7 на микрошлифах подтверждено наличие тонких извилистых трещин, которые классифицированы как флокены.

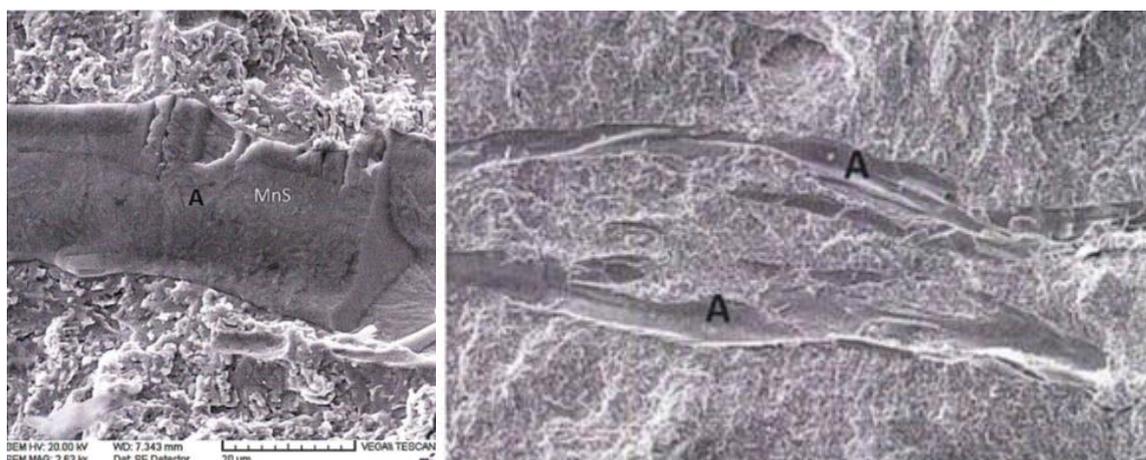


Рисунок 2- Фрактограммы поверхности разрушения излома (А-коллектор водорода – сульфиды марганца)

Анализ микроструктуры показал, что на данной поковке помимо ферритно-перлитной смеси присутствует бейнит (нехарактерная структура), что говорит о неоптимальности режима предварительной термической обработки и возможных фазовых напряжениях. Аналогичная картина была обнаружена при исследовании образца с плавки 102806 (поковка 905843) стали 56NiCrMoV7, когда при достаточно низком содержании водорода в жидкой стали 0,8 ppm и достаточно небольшом размере зерен (6 балл) заготовка имеет брак УЗК по причине наличия флокенов. При исследовании микрошлифов после травления выявлена микроструктура отпущенного бейнита с примесью перлита, что свидетельствует о не оптимальности примененного режима ПТО. Коллектором водорода послужили скопления сульфидов марганца (MnS) и карбонитридов титана и ванадия (Ti,V)(C,N) (рисунок 3).

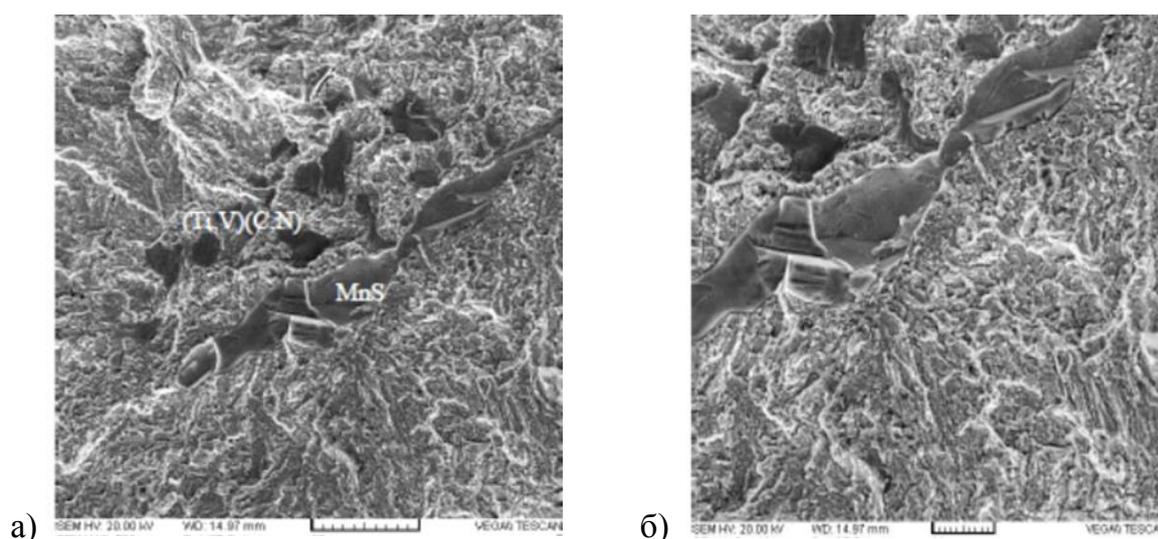


Рисунок 3- а) коллекторы в виде неметаллических включений, б) зона микрофлокенов

Разрушение по границам наследственной структуры слитка-дендритов. При исследовании микро и макрошлифов образцов металла плавки 101693 (поковка 904963) стали 56NiCrMoV7 было установлено, что развитие дефектов может

происходить и по причине наличия наследственных границ дендритов слитка. Данная ситуация возможна при недостаточной степени укова (2,16 в данном случае) в процессе горячей деформации. Особенностью дефектных зон на данной заготовке являлось: на макрошлифах выявлена структура с сохранившимся дендритным рисунком; после травления выявлена неоднородная микроструктура, состоящая из зернистого и пластинчатого перлита в разных соотношениях и участков отпущенного бейнита; крупные карбиды V, Mo, Nb и Ti; стадия образования после ПТО.

Механизм образования дефектов: в силу неоптимальных параметров кристаллизации, сформировалась литая структура слитка с крупной дендритной структурой. В процессековки из-за небольших степеней деформации не произошло полной проработки структуры. Крупные карбонитриды, как коллекторы, способствовали накоплению водорода, образованию флокенов с последующим развитием трещины путем их слияния.

Основываясь на данных, полученных выше, можно сформулировать следующие задачи, которые требуется решить при построении технологии, предотвращающей образование флокенов. **Сталеплавильный передел:** получение минимально-возможного содержания водорода в жидкой стали и слитке, создание условий удаления неметаллических включений. **Ковка:** обеспечение полной проработки структуры, и устранение дендритной структуры. **Предварительная термообработка:** разработка режима, обеспечивающего полное А-Ф-П превращение с образованием мелкозернистой структуры без образования бейнита с максимальным удалением водорода.

В четвертой главе рассмотрены вопросы снижения содержания водорода на стадии сталеплавильного передела. Изучение поведения водорода и разработка способов его снижения в жидкой стали проводилась на ООО «ОМЗ-Спецсталь». Выплавка стали осуществлялась в 120 т электродуговой печи с последующим выпуском металла в основной сталеразливочный ковш. Перед проведением операции вакуумирования на установке «печь-ковш» производилось легирование на заданный химический состав, присадка извести для наведения рафинировочного шлака и десульфурации, раскисление металла алюминием и нагрев до температуры позволяющей произвести вакуумирование с целью удаления водорода. Вакуумирование металла проводилось на установке ковшевого вакуумирования. После вакуумирования металла осуществлялась доводка металла по химическому составу, модифицирование Са и нагрев до заданной температуры разливки стали. Разливка стали осуществлялась в слитки до 100 т под вакуумом сверху или сифонным способом. Основной этап, на котором возможно обеспечить значительное удаление водорода - это внепечная обработка стали, а именно вакуумирование металла. С целью определения параметров фактически влияющих на содержание водорода по ходу внепечной обработки, была подготовлена база данных по 51 плавке сталей 5ХНМ и 56NiCrMoV7, выплавленных на ООО «ОМЗ-Спецсталь». Анализ данных проводился по 97 параметрам.

Выполненный расчет равновесного содержания водорода в металле для фактических условий окончания процесса вакуумирования показал, что для условий

анализируемых плавков, равновесное содержание водорода в жидкой стали составляет 0,10-0,19 ppm при фактической концентрации водорода от 0,5 до 1,5 ppm (таблица 4).

Таблица 4 Результаты расчета равновесного содержания водорода

№ Плавки	T _{К_{вак}} , °C	Рост, мм рт.ст.	K _H	[H] равн, ppm	[H] факт, ppm
Среднее	1560	0,80	0,00257	0,160	0,853
Максимальное	1572	1,05	0,00260	0,184	1,5
Минимальное	1550	0,35	0,00253	0,106	0,5

T_{К_{вак}} – температура конца вакуумирования, °C
 Рост – остаточное давление, мм рт.ст.
 K_H – константа равновесия

Это свидетельствует о том, что система не достигает равновесия, и имеются резервы по снижению содержания водорода. Значительную эффективность данного процесса можно увеличить за счет кинетических факторов.

Исходя из описанных выше механизмов, была сделана обработка данных с целью выявления критических параметров, которые оказывают влияние на достижение минимальных концентраций водорода в стали.

Продолжительность вакуумирования и достигаемое остаточное давление. В результате регрессионного анализа данных было получено уравнение (1) с дальнейшим практическим его использованием по ходу ведения плавки для определения требуемого времени вакуумирования:

$$[H] = 0,742 + 0,466 \times \text{Рост} - 0,0173 \times \text{т_{вак}} \quad (1)$$

где: Рост – остаточное давление в вакуумкамере, мм рт.ст., т_{вак} – время вакуумирования при остаточном давлении, мин.

Химический состав шлака. Влияние состава шлака может проявляться через следующее. Необходимость наведения высокоосновного шлака для проведения процесса десульфурации требует ввода извести, которая является источником водорода. Следует контролировать процесс шлакообразования исходя из ввода минимального количества извести, достаточного для проведения процесса десульфурации, т.е. работать с основностью CaO/SiO₂ не более 3,5.

Для обеспечения максимального удаления водорода из металла в процессе вакуумирования, необходимо создать условия прямого контакта металла с газовой фазой. Для этого требуется жидкоподвижный шлак, который позволяет создать «пятно» зеркала металла при перемешивании и выделении газов в процессе вакуумирования. Положительное влияние на уменьшение вязкости шлака оказывает оксид марганца, при отрицательном влиянии оксида титана. На рисунке 4 показано влияние этих компонентов на конечное содержание водорода после вакуумирования.

Интенсивность перемешивания. Комплексными (в т.ч. косвенными) параметрами, которые могут характеризовать эффективный массоперенос растворенных атомов водорода из объема металла к поверхности раздела металл—газ,

могут быть фактические показатели степени десульфурации и деазотации, так как при отсутствии интенсивного перемешивания данные процессы не протекают.

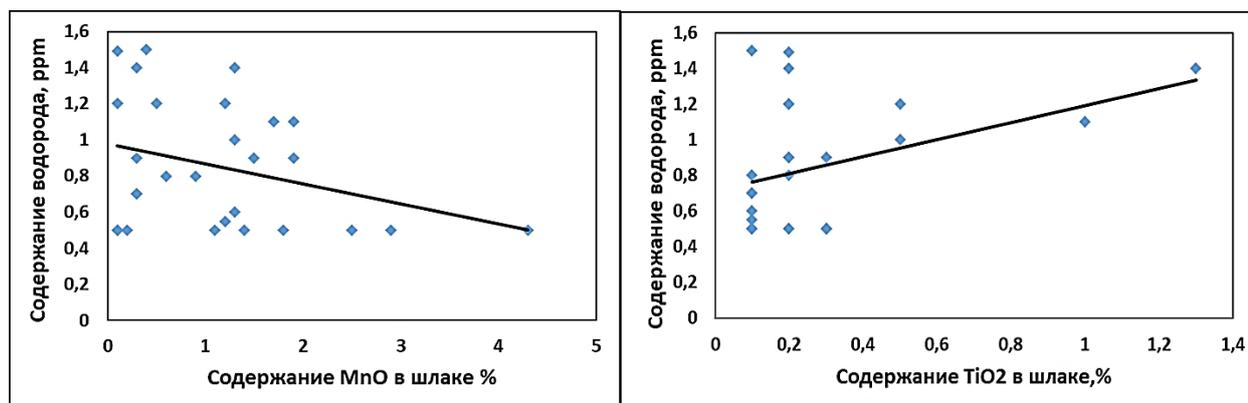


Рисунок 4 – Влияние оксида марганца и оксида титана на содержание водорода после вакуумирования

Углеродсодержащие добавки. Несмотря на высокое исходное содержание углерода для данных марок сталей в металле перед началом процесса внепечной обработки, ввод углеродсодержащих ферросплавов перед вакуумированием положительно влияет на процесс удаления водорода, за счет развития условий протекания процесса удаления водорода с пузырьками CO. Следует ограничивать ввод углеродсодержащих материалов в конце обработки, так как они являются источниками поступления водорода в металл.

Обработка данных позволила получить уравнение регрессии (2), позволяющее с достаточно высокой точностью прогнозировать конечное содержание водорода для условий ООО «ОМЗ-Спецсталь».

$$[H] = 2,326 - 0,0156 \times dS + 0,319 \times dNi - 0,0085 \times dN + 0,198 \times P_{\text{ост}} - 0,0537 \times \tau_{\text{вак}} + 0,178 \times TiO_2 + 0,0512 \times MnO + 0,206 \times (CaO/SiO_2) \quad R^2=0,82 \quad (2)$$

где: dS, dN – степень десульфурации и деазотации (характеризуют интенсивность перемешивания и оголение зеркала металла); dNi – прирост содержания никеля (влияет на величину последующего нагрева и переход водорода из атмосферы после окончания вакуумирования в районе дуги); TiO_2, MnO – содержание оксидов в шлаке после вакуумирования, влияют на вязкость и раскрытие зеркала металла под вакуумом, %; $P_{\text{ост}}$ – остаточное давление при вакуумировании, мм рт. ст.; $\tau_{\text{вак}}$ – время вакуумирования при остаточном давлении, мин; (CaO/SiO_2) – основность шлака пере вакуумированием, R^2 – среднеквадратичное отклонение.

Основываясь на результатах обработок данных, были рекомендованы следующие параметры, позволяющие получать содержание водорода перед разливкой не более 0,5 ppm: ограничить добавки извести для наведения шлака с основностью CaO/SiO_2 не более 3,5 (достаточной для десульфурации); вакуумирование металла производить при давлении 1 мм. рт. ст не менее 22 мин.

При снижении остаточного давления в вакуумкамере, время вакуумирования возможно уменьшать; - присадки углерод-содержащих материалов осуществлять до начала вакуумирования; обеспечить максимальную интенсивность перемешивания в

процессе вакуумирования путем продувки металла аргоном с расходом не менее 500 л/мин; исключить попадание шлака в виде гарнисажа с предыдущих плавов, легированных титаном (как источника TiO_2).

В пятой главе представлены результаты проведенных экспериментов и исследований, направленных на определение режимов раскисления и модифицирования, способа разливки обеспечивающих минимальную загрязненность металла неметаллическими включениями. Как было показано ранее, основными включениями, обнаруженными в зоне дефектов являются алюминаты кальция и магния, силикаты и сульфиды марганца: $CaO \times 6Al_2O_3$, $MgO \times Al_2O_3$, $CaO \times 2Al_2O_3$, MnO , SiO_2 .

Для выбора наиболее оптимального варианта раскисления и модифицирования было разработано 5 вариантов по которым проведены исследования. С целью выбора оптимального типа слитка разливку осуществляли в сифонные и вакуумные слитки. Для проведения комплекса исследований были отобраны пробы металла: перед вводом $FeCa$, CaC_2 ; до начала вакуумирования; после вакуумирования; перед разливкой; на разливке из-под струи металла; от прибыльной и донной части поковки.

Анализ загрязненности образцов литого металла и поволоков неметаллическими включениями проводился в соответствии со стандартом ASTM E1245, также поковки анализировались по стандарту ГОСТ 1778-70 метод Ш6.

Раскисление карбидом кальция, алюминием и модифицирование кальцием до вакуумирования. Данный вариант предусматривает следующую схему обработки: после выпуска металла в сталеразливочный ковш, в начале внепечной обработки на установке кош-печь (УПК) осуществляется ввод CaC_2 для снятия окисленности металла и шлака в количестве 1-1,5 кг/т жидкой стали. При этом часть кислорода, связываясь с углеродом, образуют газообразные продукты раскисления и удаляются из металла. Далее после наведения рафинировочного шлака и замера активности кислорода осуществляется ввод алюминия из расчета окончательного раскисления металла. В зависимости от содержания серы вводится $FeCa$ в количестве до 2 кг/т для модифицирования серы. После этого проводится вакуумирование металла в процессе которого происходит ассимиляция шлаком включений. Разливка металла осуществлялась в вакуумный слиток. Результаты исследований неметаллических включений представлены на рисунке 5.

Из полученных данных видно: после ввода кальция, оксидные включения на основе алюминия резко снижаются при незначительном росте загрязненности сульфидными включениями. После вакуумирования получаем наименьший уровень загрязненности по обоим типам включений. Далее идет уменьшение по количеству, но с ростом загрязненности и размера за счет процессов вторичного окисления. После разливки, в донной части слитка уровень загрязненности сохраняется на достигнутом уровне при этом в районе прибыльной части слитка получаем практически исходный уровень включений до начала внепечной обработки.

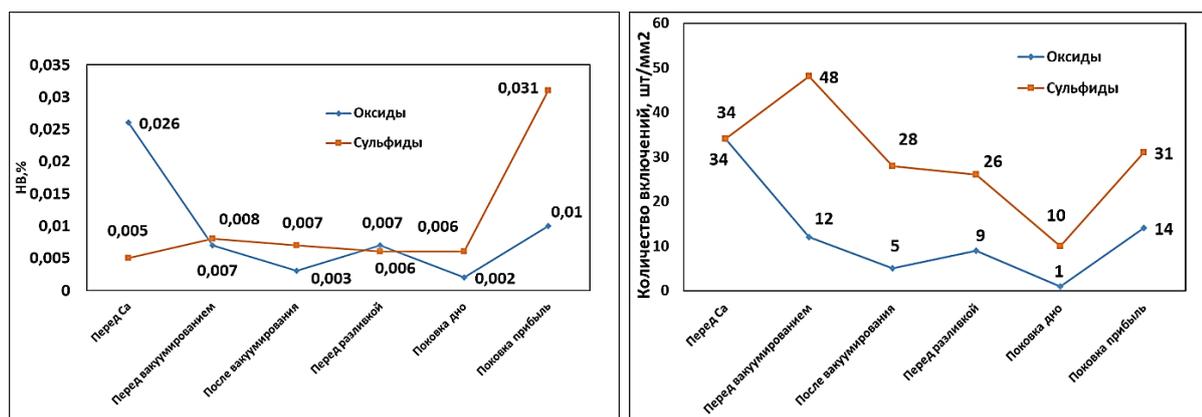


Рисунок 5-Загрязненность оксидными и сульфидными неметаллическими включениями по ходу технологического процесса по варианту 1 ([S]– 0,005%)

Рост сульфидных включений обусловлен ликвацией серы. То есть достигнутого содержания серы перед разливкой 0,005% не достаточно для предотвращения образования сульфидов. Повышенная загрязненность оксидными включениями в прибыльной части, обусловлена неэффективной защитой металла от вторичного окисления при разливке в вакуумный слиток на участке стальной ковш-промежуточный ковш (особенность технологического процесса). Металлографические исследования литой пробы металла показали наличие следующих включений: $\text{CaO} \times 2\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{MnO} \times \text{SiO}_2$ (рисунок 6-а), $\text{MnS} + \text{Al}_2\text{O}_3$ (рисунок 6-б). На основании полученных данных можно сделать вывод, что стандартный вариант технологии может обеспечивать низкий уровень загрязненности неметаллическими включениями при снижении содержания серы до более низких концентраций, организации защиты металла от вторичного окисления и при максимально возможном удалении подприбыльной части слитка в процессековки (что не всегда является экономически целесообразным).

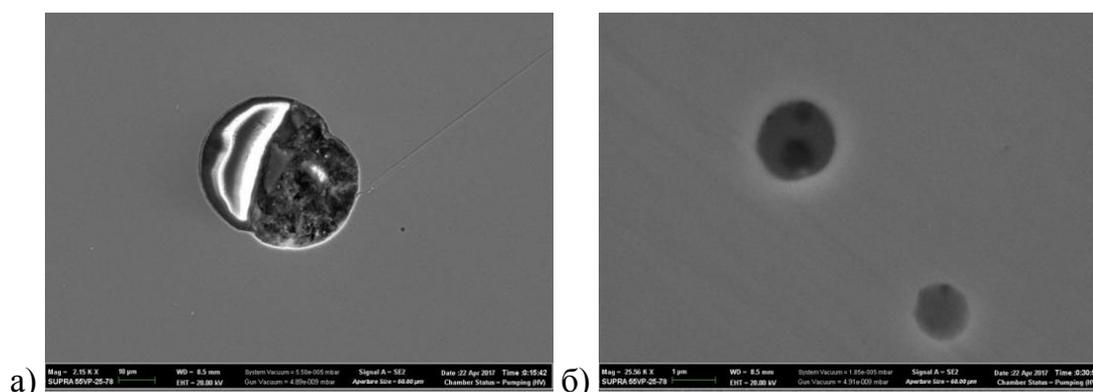


Рисунок 6 – а) $\text{CaO} \times 2\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{MnO} \times \text{SiO}_2$ б) $\text{MnS} + \text{Al}_2\text{O}_3$

Раскисление алюминием и модифицирование кальцием до вакуумирования.

Рассматриваемый вариант предусматривает следующую схему внепечной обработки: после выпуска металла в сталеразливочный ковш, в начале внепечной обработки на УПК после измерения окисленности металла осуществляется ввод Al для полного раскисления металла и шлака. Далее после наведения рафинировочного шлака вводится FeCa в количестве до 2 кг/т для связывания серы. После этого проводится

вакуумирование металла в процессе которого происходит ассимиляция шлаком включений. Разливка осуществлялась сифонным способом.

Основным типом неметаллических включений (рисунок 7) в образце после отдачи кальция перед вакуумом являются мелкие (2-4 мкм) оксисульфидные включения системы Al_2O_3 - MgO - CaO - MnS с содержанием кальция 4-5%. Сера преимущественно связывается в сульфиды марганца MnS , сульфиды кальция CaS встречаются достаточно редко. В структуре металла (образец с разливки) обнаружены неметаллические включения двух типов: оксиды системы - Al_2O_3 - MgO - MnO , часто содержащие в своем составе до 2% SiO_2 и TiO_2 . Одиночные остроугольные включения Al_2O_3 . Все частицы имеют небольшой размер до 5 мкм.

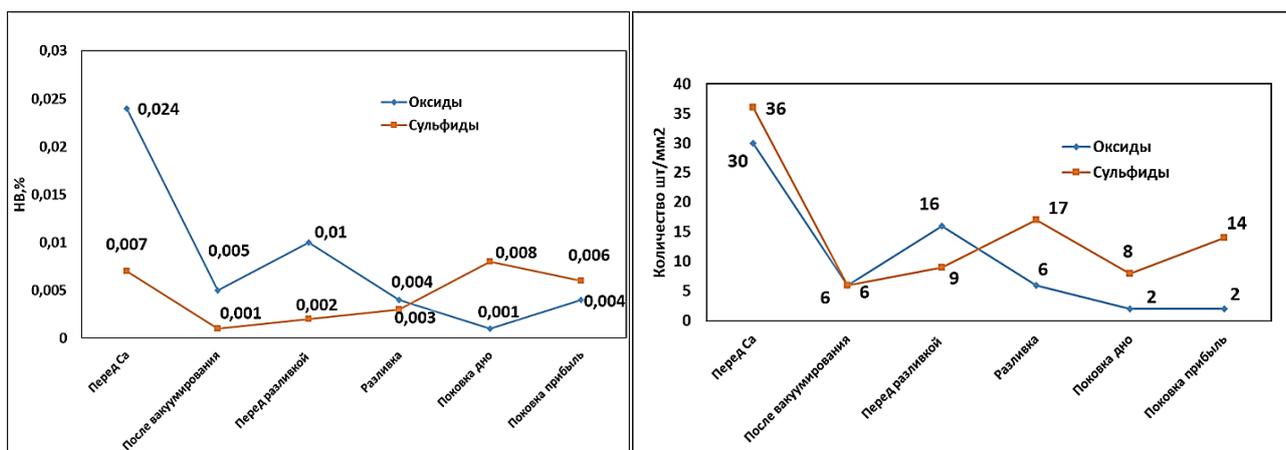


Рисунок 7 -Загрязненность неметаллическими включениями оксидными и сульфидными по ходу технологического процесса по варианту 2 ([S] – 0,003%)

Исходя из результатов анализа, можно сделать следующие выводы: кальций не является основным компонентом включений в образце после отдачи кальция, поэтому не используется как модификатор, а скорее как шлакообразующий компонент.

В целом данный вариант технологии демонстрирует неплохой результат: после ввода алюминия на раскисление происходит резкий рост загрязненности и количества включений, но уже после модифицирования кальцием и вакуумирования достигается высокая чистота металла как по загрязненности 0,005% (оксиды) и 0,001% (сульфиды). Использование сифонного слитка, где технологически обеспечивается защита металла от вторичного окисления в процессе разливки – предотвращает рост загрязнённости. Достигнутый уровень содержания серы 0,003% не приводит к значительному образованию сульфидов в зонах ликвации. Данный вариант может быть рекомендован к внедрению.

Раскисление карбидом кальция до вакуумирования и алюминием после (без модифицирования Ca). В данном варианте опробовали следующую схему обработки: после выпуска металла в сталеразливочный ковш, в начале внепечной обработки на УПК осуществляется ввод CaC_2 для снятия окисленности металла и шлака в количестве 1-1,5 кг/т жидкой стали. При этом часть кислорода связываясь с углеродом образует

газообразные продукты раскисления. После наведения рафинировочного шлака и замера активности кислорода вводили алюминий на окончательное раскисления металла. Модифицирование кальцием в данном варианте не проводили (рисунок 8). Разливка стали производилась под вакуумом.

Основными типами включений, обнаруженными в образцах по данному варианту в пробах перед разливкой, являются соединения системы $Al_2O_3-CaO-SiO_2-MgO$ и сульфиды марганца MnS . Предварительное раскисление карбидом кальция позволяет обеспечить низкий уровень загрязненности по оксидам 0,006% и сульфидам 0,003%. Наличие высокого содержания серы в металле – 0,01% приводит в конечном итоге к образованию значительного количества сульфидов – уровень загрязненности по сульфидам составил 0,026% в донной части с увеличением до 0,048% в прибыльной части при увеличении их количества с 8 до 42 штук на mm^2 .

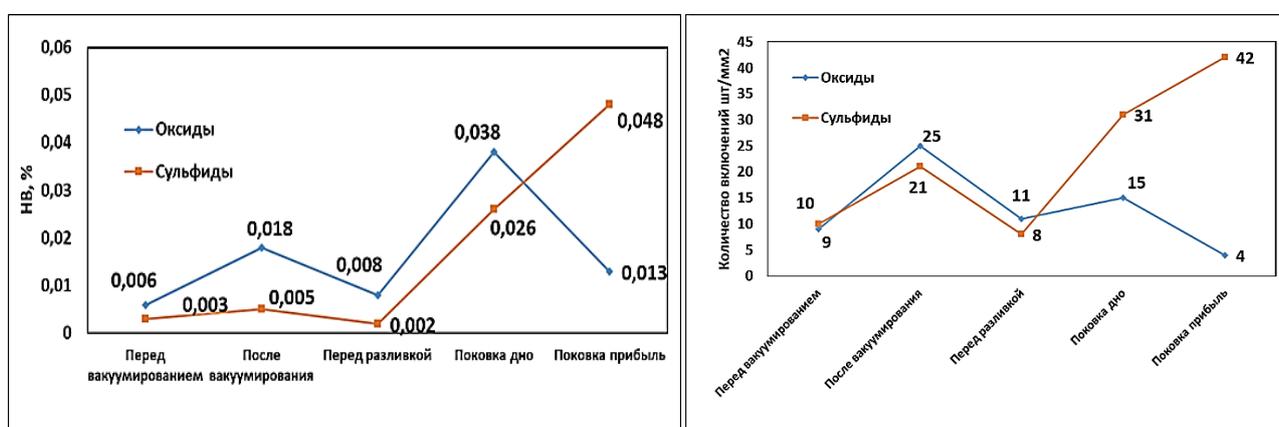


Рисунок 8- Загрязненность оксидными и сульфидными неметаллическими включениями по ходу технологического процесса по варианту 3 ([S] - 0,01%)

Раскисление алюминием. Схема раскисления предусматривает ввод алюминия до внепечной обработки, без модифицирования серы Са-содержащими материалами. Разливка стали осуществлялась сифонным способом. Отбор проб осуществлялся на разливке, от прибыльной и донных частей слитка. Основными типами включений (рисунок 9), обнаруженными в образце с разливки, являются соединения системы $Al_2O_3-CaO-SiO_2-MgO$ с содержанием Al_2O_3 до 80% и оксисульфидные включения типа $MnS+Al_2O_3$. Также встречаются мелкие (до 2 мкм) соединения магниальной шпинели. Обеспечение низкого содержания серы и использование сифонного слитка позволили получить достаточно низкий уровень загрязненности по оксидам – 0,001% и сульфидам - 0,003%. Данный вариант может быть рекомендован для внедрения.

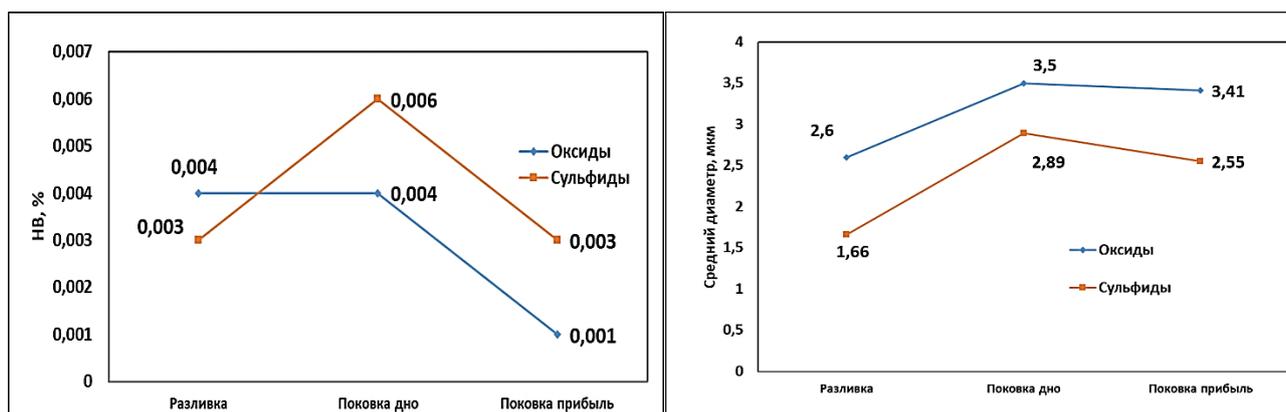


Рисунок 9-Загрязненность неметаллическими включениями оксидными и сульфидными по ходу технологического процесса по варианту 4 ($[S] - 0,004\%$).

Вакуум-углеродное раскисление и алюминием до основного вакуумирования.

Данный вариант предусматривает схему с двумя вакуумированиями: первое вакуумирование проводится нераскисленного металла. Раскисление происходит углеродом под вакуумом с образованием газообразных продуктов. Далее после наведения рафинировочного шлака и замера активности кислорода осуществляется ввод алюминия на окончательное раскисление металла и проводится 2-е основное вакуумирование на удаление водорода и десульфурацию металла. Вариант опробован с разливкой стали в сифонный слиток. По химическому составу обнаруженные эндогенные неметаллические включения (рисунок 10) в образце с разливки можно разделить на две группы: мелкие оксиды (1-2 мкм) системы $Al_2O_3-SiO_2-MnO$ в состав которых также может входить до 10% CaO и TiO_2 ; MnS размером до 4 мкм.

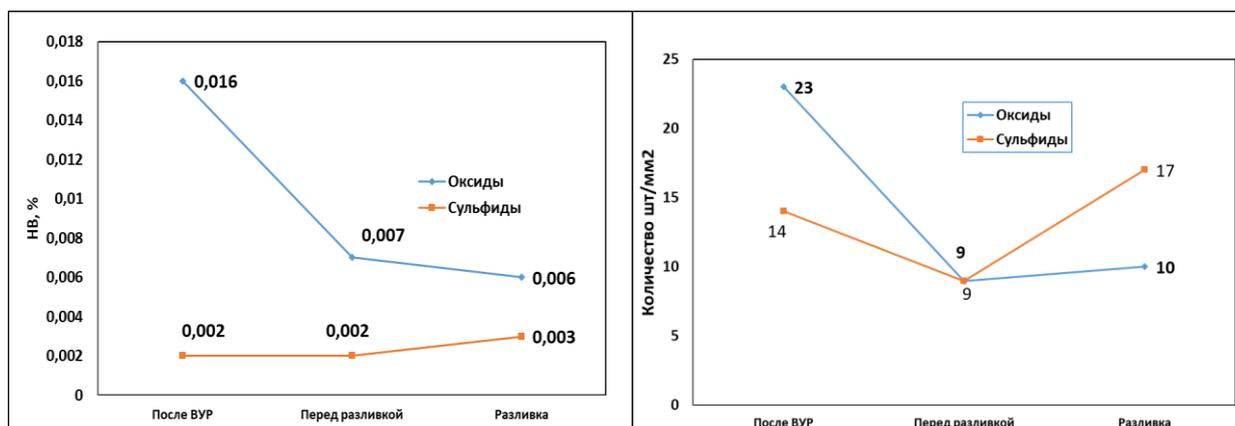


Рисунок 10 - Загрязненность неметаллическими включениями оксидными и сульфидными по варианту 5 (содержание $[S] - 0,007\%$).

Также в структуре металла обнаружены многофазные включения типа $Al_2O_3-TiO_2+MnS$. Наличие включений титана обусловлено попаданием гарнисажа стальной ванны с предыдущей плавки нержавеющей стали. Применение данного варианта позволяет получить чистый металл как по оксидным, так и по сульфидным включениям. Обобщенные результаты по проведенным исследованиям представлены в таблице 5.

Таблица 5 Сводный анализ суммарной загрязненности стали 56NiCrMoV7 в зависимости от варианта технологии и типа слитка

№ плавки	Вариант технологии	Тип слитка	Содержание серы, %	Загрязненность металла на разливке, об. %	Средний размер включений мкм	Основные типы включений	СаО во включениях, масс. %
102685	ВУР+Al	Сифонный	0,007	0,0044	1,44	Al ₂ O ₃ -SiO ₂ -MnO(+CaO, TiO ₂) MnS	до 10% (единичные нв)
102610	CaC2+Al	Сифонный	0,008	0,0049	1,56	Al ₂ O ₃ (+MgO, TiO ₂); MnS; MnO-SiO ₂	≈ 42% (экзогенное)
102593	Al+Ca	Сифонный	0,003	0,0096	1,65	Al ₂ O ₃ -MgO; MnS	<2% (единичные нв)
189476	CaC2+Al+Ca	Вакуумный	0,005	0,0122	2,545	Al ₂ O ₃ ; MnS; CaO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂ -MgO	≈ 40% (экзогенное)
102576	Al	Сифонный	0,004	0,0063	2,735	Al ₂ O ₃ (+CaO, SiO ₂); MnS	до 10% (единичные нв)
189507	CaC2+Al	Вакуумный	0,01	0,0096	2,46	Al ₂ O ₃ -CaO(+SiO ₂); MnS	≈ 30% (основной тип)
102737	CaC2+Al+Ca	Сифонный	0,007	0,0165	3,73	Al ₂ O ₃ -SiO ₂ (+CaO+MgO); MnS	до 20% (единичное нв)

Наилучшие результаты обеспечиваются при использовании предварительного раскисления углеродом путем ввода его в виде карбида кальция или при использовании вакуум углеродного раскисления.

Для обеспечения минимального уровня сульфидных включений необходимо обеспечивать содержание серы в металле не более 0,003 %. При содержании серы в металле выше 0,003% необходимо использовать модификатор на основе кальция.

В шестой главе представлены материалы по определению температурного диапазона А → Ф + П превращения для стали 56NiCrMoV7, его кинетике с использованием дилатометрических исследований в совокупности с металлографическими и физическими методами.

На базе данных исследований разработаны и предложены оптимизированные режимы предварительной термической обработки. Выполнены расчеты поведения водорода в процессе предварительной термической обработки. Представлены данные по внедрению результатов работы.

Таблица 7 Температуры начала и окончания фазовых превращений с нагрева 860 °С

Хар-ки	Скорость охлаждения с температуры 860°С, °С/с									
	0,005	0,01	0,015	0,02	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5	5
Ar ₃ , °С	685	671	668	557	-	-	-	-	-	-
Ar ₁ , °С	619	606	586	491	-	-	-	-	-	-
Б _н , °С	462	511	490	461	494	480	464	438	449	-
Б _к , °С	369	336	329	306	313	315	270	297	-	-
М _н , °С	-	-	-	-	-	-	215	233	241	247
М _к , °С	-	-	-	-	-	-	<100	<100	<100	~ 60

На построенной термокинетической диаграмме превращений при охлаждении с 1200°С зафиксированы следующие зоны фазовых превращений: зона диффузионного превращения аустенита (весьма узкая по температурному диапазону 760÷680°С (с началом устойчивого превращения при температуре 730°С) и достаточно заторможенная по времени начала превращения (~10⁵ сек при V_{охл}=0,05°С/с)). Диаграмма имеет широкую (по температуре) область бейнитного превращения, которая показывает, что в режиме нормализации и других режимах охлаждения со скоростями выше критической по отношению к области диффузионного превращения, превращение будет происходить в бейнитной области, с получением высокой твердости, и, практически, без дегазации по водороду. При охлаждении с температуры 860 °С и скоростями охлаждения менее 0,02 °С/с зона устойчивого диффузионного превращения аустенита соответствует диапазону 550÷700 °С (с началом устойчивого превращения при 620 °С).

В производственных условиях охлаждение заготовки послековки происходит на операциях внешнего осмотра поковки, зачистки (если это необходимо) внешних дефектов типа трещин и завоков при помощи газового резака, транспортировки в печь для накопления, в которой в последующем проводят операцию отжига. Обычно эти операции (от операции окончанияковки до посадки в печь на накопление) занимают 20÷30 мин. Температура окончанияковки обычно регламентирована температурой не ниже 850 °С (и фактически обеспечивается ~860 °С) по поверхности, а в центре поковки плиты толщиной 600÷800 мм температура достигает 1000÷1200 °С.

Проведенные дилатометрические исследования при различных скоростях охлаждения, температурах изотермических выдержек позволили сделать следующие выводы: для исключения попадания в бейнитную область превращения и получения бейнитной структуры необходимо обеспечивать температуру охлаждения до изотермических выдержек на стадии накопления и предварительной термической обработке не выше 0,015 °С/с (54 °С /час), а сами изотермические выдержки проводить в диапазоне температур 650-680°С с продолжительностью выдержек не менее 30 часов для каждого этапа (рисунок 12, 13). Получение чистой мелкозернистой феррито – перлитной структуры (рисунок 14) свидетельствует о полноценном протекании А→Ф+П превращения. Для гарантированного обеспечения полного А→Ф+П превращения для промышленных условий суммарное время выдержки на коже и при

ПТО при температуре 670 °С установим +5-10 часов к каждой стадии по 30 часов. Таким образом общая выдержка для промышленных условий будет составлять 70-80 часов. Для оценки режима с точки зрения эффективности удаления водорода была разработана модель изменения объемной доли водорода в поковке через расчет коэффициента диффузии водорода для условий проведения предварительной термической обработки по стандартному и предлагаемому режиму.

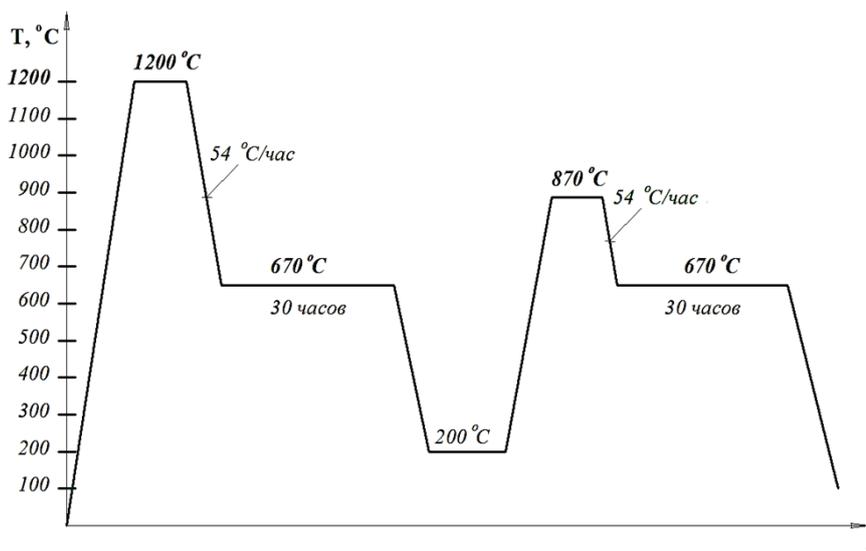


Рисунок 12-Разработанный режим предварительной термической обработки

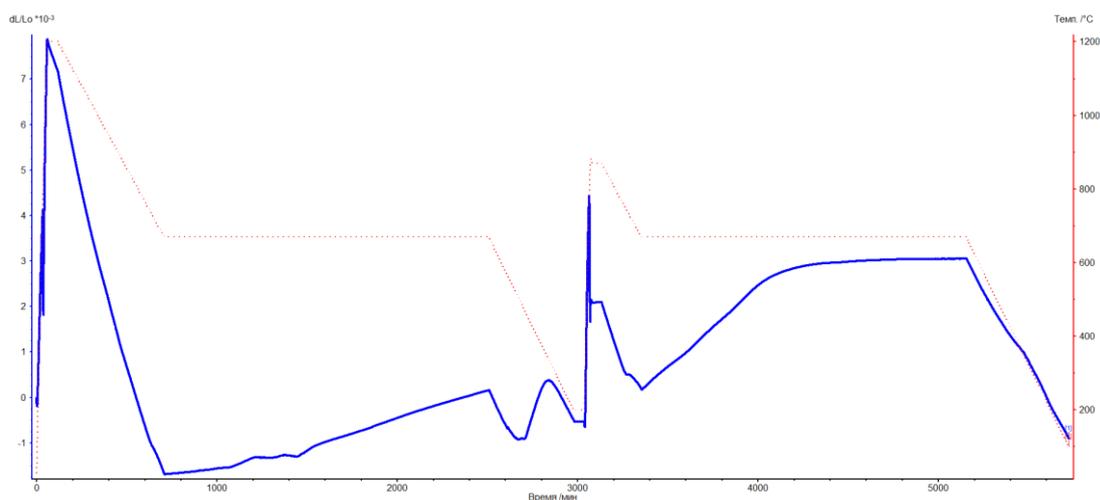


Рисунок 13-Дилатометрическая кривая полного цикла предварительной термической обработки

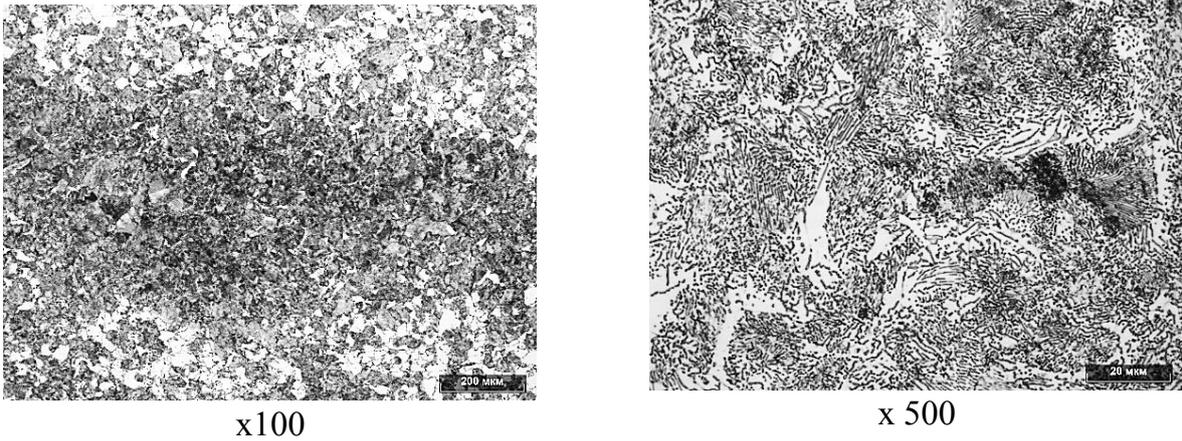


Рисунок 14- Микроструктура металла по предложенному варианту ПТО

Термические циклы при предварительной термической обработке с изменением доли остаточного аустенита представлены на рисунке 15.

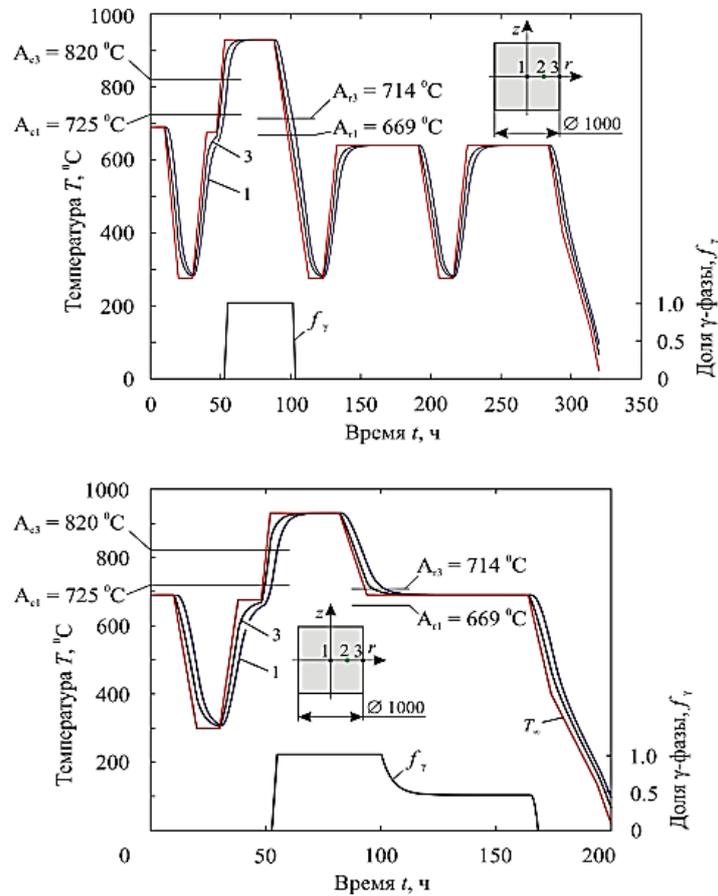


Рисунок 15 - Термические циклы точек 1 и 3 и кинетика γ -фазы в точке 1 поковки диаметром 1000 мм из сталей 5ХНМ и 56NiCrMoV7 при предварительной термической обработке по существующей технологии (верхний рисунок) и усовершенствованной технологии (нижний рисунок)

Результаты решения задачи диффузии представлены в относительных единицах: относительной концентрацией C/C_0 . На рисунке 16 показаны изменения концентрации водорода во времени в двух характерных точках: в центре ($r = 0$) и в середине между центром и поверхностью ($r = 250$ мм). На оси концентрация изменяется мало, к концу ПФО она равна $\sim 0,91 C_0$ для существующей технологии и $0,97$ для усовершенствованной технологии.

Для разработанного режима концентрация водорода в центре поковки диаметром 1000 мм после ПФО составляет 97 % от начальной, а среднее содержание по сечению поковки составляет не более 50 % от начальной его концентрации при существенном сокращении времени обработки на 40% (120 часов).

На основании полученных результатов были разработаны и внедрены рекомендации по технологическому процессу изготовления штамповых сталей 56NiCrMoV7 и 5XHM начиная со стадии выплавки и заканчивая предварительной термической обработкой.

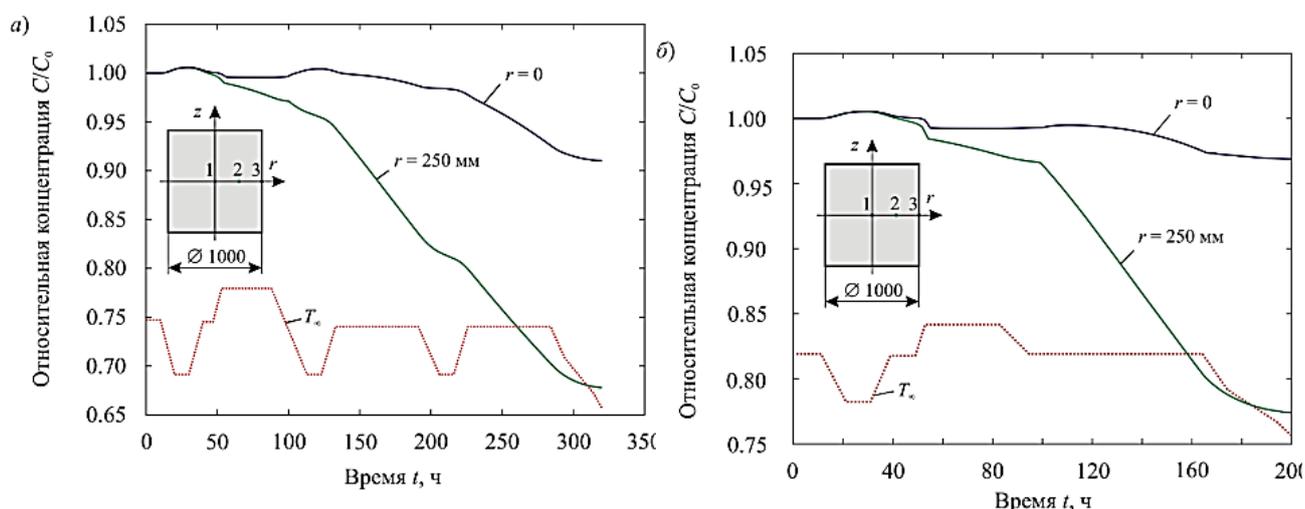


Рисунок 16 - Временные зависимости относительной концентрации водорода в поковке диаметром 1000 мм из сталей 5XHM и 56NiCrMoV7 при предварительной термической обработке по существующей технологии (а) и усовершенствованной технологии (б)

С учетом разработанных рекомендаций с 2018 по 2020 год было выплавлено 17 280 т (160 плавов). Из них было забраковано по дефектам УЗК 189,67 т или 1,1% от выплавленного металла, что является достаточно низким уровнем.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

В проведенной работе была решена значимая научно-производственная задача. Комплекс проведенных расчетов, экспериментов и исследований, позволил уточнить механизмы образования флокенов при производстве крупногабаритных поволоков и разработать усовершенствованную технологию, позволяющую предотвратить их образование. Разработанные подходы к определению параметров предварительной

термической обработке позволяют гарантированно получать мелкозернистую феррито-перлитную структуру и значительно снижать продолжительность обработки.

В ходе проделанной работы:

1. Установлено, что образование дефектов в виде флокенов происходит по двум механизмам разрушения: внутрезеренный и межзеренный. Выявлено 5 значимых факторов, влияющих на образование флокенов: наличие крупных неметаллических включений в виде алюминатов, карбонитридов ванадия и титана, сульфидов марганца; режим предварительной термической обработки вне оптимального диапазона для полного протекания $A \rightarrow \Phi + \Pi$ превращения; форма слитка; недостаточная степень деформации, не позволяющая устранить границы бывших дендритов; высокое содержание водорода;

2. Первопричиной образования дефекта (в условиях низких концентраций водорода) является образование несплошностей (в т.ч. на микроуровне) в поковке.

3. Установлено, что содержание водорода в отдельных зонах слитка могут превышать содержание в жидкой стали более чем в 2 раза.

4. Уточнено, что при требованиях к сталям по содержанию серы не более 0,010% для повышения уровня ударной вязкости, закономерности по положительному ее влиянию на интенсивность удаления водорода при предварительной термической обработке не работают. Для исключения образования сульфидов марганца (как ловушек для водорода) следует обеспечивать ее содержание не более 0,003%.

5. Определены факторы определяющие содержание водорода в жидкой стали после внепечной обработки с использованием ковшевого вакуумирования стали.

6. Установлено, что основными включениями в зоне дефектов являются алюминаты кальция и магния, силикаты и сульфиды марганца, карбонитриды: $CaO \times 6Al_2O_3$, $MgO \times Al_2O_3$, $CaO \times 2Al_2O_3$, MnO , SiO_2 , MnS , $(Ti, V)(C, N)$.

7. Наиболее чистый металл по неметаллическим включениям получается при предварительном раскислении металла с образованием газообразных продуктов реакции.

8. Разработку режимов термической обработки следует проводить с определением критических точек при нагреве и охлаждении с использованием дилатометрического оборудования. При построении следует учитывать, что изменение температуры от поверхности к центру будет различным, и температурный диапазон выдержек следует выбирать с перекрытием областей аустенитного превращения для различных температур начала охлаждения и скоростей охлаждения.

9. Сравнение термокинетических диаграмм при непрерывном охлаждении с нагрева 1200 и 860 °С показало существенное изменение температурных интервалов превращений: температурный интервал бейнитного превращения смещается в область более низких температур (начало бейнитного превращения смещается с 600 до 500°С); температурный интервал феррито-перлитного превращения также смещается в область медленных скоростей, так как минимум устойчивости аустенита в области превращения снижается с 730 до 620 °С.

11. Для сталей 56NiCrMoV7 и 5XHM оптимальным температурным диапазоном для изотермической выдержки будет являться 650 до 680 °С при скорости охлаждения до нее не выше 54 (~60) °С/час.

12. Установлен оптимальный режим ПТО: охлаждение послековки со скоростью 30-60 °С/час до температуры изотермической выдержки 670° с продолжительностью не менее 60 часов (с учетом стадии капеза). Наиболее интенсивно диффузионное превращение в сталях 56NiCrMoV7 и 5XHM происходит при температуре 650–680 °С.

12. Проведение предварительной термообработки за пределами указанных параметров будет приводить к получению бейнитной структуры, а процесс удаления водорода будет затруднен.

13. Показано, что при прохождении диффузионных процессов превращения аустенита в изотермических условиях на стадии накопления и в ходе непосредственно изотермического отжига, с учетом роста коэффициента диффузии водорода в γ и α -фазах на несколько порядков, существует возможность достижения максимальной полноты удаления водорода.

14. Приведенные данные по расчету изменения концентрации водорода по сравниваемым режимам с учетом всех эффектов по фазовым превращениям показывают практическую идентичность по эффекту удаления водорода, но при сокращении режима ПФО (на ~120 часов (на 40%).

15. Разработанные в ходе диссертационной работы подходы к исследованиям для решения проблем по предотвращению образования дефектов типа флокены могут применяться на предприятиях черной металлургии и машиностроения.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Ефимов С. В., Дуб А. В., Баруленкова Н. В., Морозова Т. В. и др. Неметаллические включения в низколегированной трубной стали // **Металлург**. 2004. № 4. С. 8–14.
2. Ефимов С. В., Попков А. Г., Павлова А. Г. Новые технологии при производстве крупногабаритных поковок ООО «ОМЗ-Спецсталь»: опорные валки // Бюллетень научно-технической и экономической информации «Черная металлургия». 2016. № 7. С. 94–97.
3. Ефимов С. В., Зинченко С. Д., Ламухин А. М., Филатов М. В., Родионова И. Г., Зайцев А. И., Бакланова О. Н. Разработка рекомендаций по повышению чистоты трубных сталей производства ОАО «Северсталь» по коррозионно-активным неметаллическим включениям // **Металлург**. 2005. № 4. С. 9–11
4. Ефимов С. В., Милуц В. Г., Цуканов В. В., Вихарев В. В., Смирнова Д. Л. Влияние металлургической технологии на качество поковок стали 5XHM для изготовления крупногабаритных штамповых плит // **Тяжелое машиностроение**. 2020. № 10. С. 2–9.
5. Ефимов С. В., Милуц В. Г., Цуканов В. В., Павлова А. Г., Голубцов В. А. Левагин Е.Ю. Оптимизация термической обработки слитков высокопрочной корпусной стали, модифицированной редкоземельными металлами // **Электрометаллургия**. 2015. № 7. С. 2-8

6. Ефимов С. В., Родионова И. Г., Бакланова О. Н., Филиппов Г. А., Подобасев А. Н., Зинченко С. Д., Филатов М. В. Роль неметаллических включений в ускорении процессов локальной коррозии металлоизделий из углеродистых и низколегированных сталей // **Металлург.** 2005. № 4. С. 12–14.
7. Ефимов С. В., Титова Т. И., Ратушев Д. В., Бочаров С. А., Шульган Н. А., Ерошкин С. Б., Дурынин В. А., Дуб В. С. Разработка технологии производства 216 металлургических заготовок высокого качества из сверхкрупных слитков массой до 420 т для оборудования современных АЭС // Сборник трудов 14-й международной конференции «Проблемы материаловедения при проектировании, изготовлении и эксплуатации АЭС». Мейнстрим-2016. С. 38-44.
8. Ефимов С. В., Цуканов В. В., Смирнова Д. Л. Анализ результатов производства модели заготовки ротора из стали 3Cr–Mo–W–V // **Тяжелое машиностроение.** 2020. № 9. С. 2–7.
9. Ефимов С. В., Цуканов В. В., Смирнова Д. Л., Титова Т. И., Ратушев Д. В., Малыхина О. Ю., Мутев Д. Б. Компьютерное моделирование режимов основной термической обработки кованой заготовки из стали марки 20Х3МВФА // **Тяжелое машиностроение.** 2020. № 11–12. С. 2–7.
10. Ефимов С. В., Цуканов В. В., Смирнова Д. Л. Научно-методические основы выбора режимов накопления и предварительной термической обработки при производстве поковок из среднеуглеродистых среднелегированных сталей // **Вопросы материаловедения.** 2021. № 4. С. 49–63
11. Ефимов С. В., Шахпазов Е. Х., Зайцев А. И., Зинченко С. Д., Родионова И. Г., Шапошников Н. Г. Новые металлургические процессы и проблема неметаллических включений в стали // **Сталь.** 2005. № 11, С. 13–15.
12. С.В. Ефимов, А.В. Можжерин, А.П. Маргишвили, В.А. Мусевич, А.П. Дука, С.Н. Кузнецов, С.В. Симонов, С.Ю. Афанасьев, В.К. Яценко Опыт эксплуатации огнеупорных материалов ОАО БКО в сталеразливочных ковшах ООО «ОМЗ-Спецсталь»// «Новые огнеупоры» 2014, № 9 с. 4-6
13. С.В. Ефимов, Л.М. Аксельрод, Т.В. Ярушина, А.В. Заболотский, В.К. Яценко, С.Ю. Афанасьев Способы увеличения продолжительности срока службы периклазоуглеродистых изделий в футеровке сталеразливочных ковшей ООО «ОМЗ-Спецсталь»// «Новые огнеупоры» 2016, №3 с. 90-93

Подписано в печать « 19 » апреля 2022. Формат 60x84 1/16.

Печать – офсетная. Усл. п. л. 1,5. Уч.-изд. л. 1,15

Тираж 90 экз. Заказ № _____

Отпечатано в типографии НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»
191015, Санкт-Петербург, улица Шпалерная, дом 49

Лицензия на полиграфическую деятельность

Лр №020644 от 13 октября 1997