

УДК 669.018.8

С.А. Крылов¹, А.И. Щербаков¹, А.А. Макаров¹, О.А. Тоньшева¹**СНИЖЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ
В КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ***

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-1-1

Важным условием обеспечения работоспособности высокопрочной коррозионно-стойкой стали ВНС-65 (18X13H4K4C2AM3) является высокая чистота по неметаллическим включениям (оксидам и сульфидам) – не более 1 балла по ГОСТ 1778–70. Существующая технология выплавки стали ВНС-65 в открытой печи с последующим электрошлаковым переплавом не всегда обеспечивает заданную чистоту металла, что приводит к нестабильности получаемого высокого уровня свойств. Для уменьшения количества неметаллических включений необходимо добиться снижения (до 2–3 раз) содержания кислорода ($\leq 0,01\%$ (по массе)) и серы ($\leq 0,005\%$ (по массе)). Задачей исследования является разработка технологии выплавки стали ВНС-65, обеспечивающей снижение содержания неметаллических включений, повышение стабильности свойств путем применения новых шлаковых рафинирующих смесей и технологии микролегирования редкоземельными металлами, вводимыми через шлак.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 8.2. «Высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие свариваемые стали с высокой вязкостью разрушения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Ключевые слова: высокопрочная азотсодержащая коррозионностойкая сталь, выплавка, переплав, микролегирование, РЗМ.

An important prerequisite for high-performance stainless steel VNS-65 (18Cr13Ni4Co4Si2NMo3) is a high purity non-metallic inclusions – oxides and sulfides, no more than 1 point in accordance with GOST 1778–70. The existing steel smelting technology VNS-65 outdoor furnace followed by electroslag remelting is not always provides the desired purity of the metal, resulting in a high-level properties of instability. To reduce the amount of nonmetallic inclusions is necessary to reduce to 2–3 times the oxygen content (less than 0,01%) and sulfur (less than 0,005%). The aim of the study is to develop a technology of steel smelting VNS-65, providing the reduction of non-metallic inclusions, improved stability properties through the use of new refining slag mixtures and technology microalloying rare earth metals, administered through the slag.

The work within the framework of an integrated research area 8.2. «High-strength and corrosion-resistant welded structural steel with high fracture toughness» («Strategic directions of development of materials and technologies for processing them for the period up to 2030») [1].

Keywords: high-strength corrosion-resistant steel, melting, remelting, microalloying, REM.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

* В работе принимали участие Л.Я. Левков и С.В. Орлов (АО «НПО «ЦНИИТМАШ»).

Введение

Высокие требования по надежности и стабильности служебных свойств конструкционных сталей и сплавов достигаются путем использования более качественного исходного сырья в металлургическом производстве и применением технологий, обеспечивающих получение более чистого по примесям и изотропного по свойствам материала. Стабильность и однородность свойств металла позволяет закладывать при расчетах деталей конструкций равные свойства в продольном и поперечном направлениях исходного полуфабриката.

Более чистый по примесям и неметаллическим включениям материал обладает более высокими значениями вязкости, что позволяет реализовать на материале более высокий уровень прочности при сохранении высокой пластичности.

Одним из перспективных методов получения более высоких и стабильных свойств металлов является микролегирование их редкоземельными металлами (РЗМ).

Высокая чистота металла по неметаллическим включениям, которые неизбежно присутствуют в стали в виде примесей, положительно влияет на увеличение пластичности и вязкости, что позволяет существенно увеличить ресурс деталей, в том числе высоконагруженных, при их эксплуатации.

При постоянно повышающихся требованиях, предъявляемых к механическим свойствам высокопрочных коррозионностойких сталей, для создания новых сталей требуется более длительное время, затрачиваемое на разработку, внедрение, паспортизацию и сертификацию материалов, что значительно удорожает процесс их изготовления. Совершенствование технологии получения разработанных материалов путем использования новых приемов позволяет обеспечить достижение даже более высоких результатов по уровню свойств при меньших затратах и в более короткие сроки.

Для изготовления силовых деталей, деталей шасси и крепежа планера разработана и внедрена в производство высокопрочная коррозионностойкая азотсодержащая сталь ВНС-65 ($\sigma_{\text{в}} \geq 1670 \text{ Н/мм}^2$), существенно превосходящая по прочности отечественный (ВНС-5) и зарубежный (АМ-355, США) аналоги ($\sigma_{\text{в}} \approx 1550 \text{ Н/мм}^2$) [2–6]. Для получения заданных свойств необходимо обеспечить низкое содержание неметаллических включений (оксидов и сульфидов) в стали ВНС-65 при сохранении содержания азота в пределах 0,07–0,09% (по массе), что достигается благодаря низкому содержанию кислорода и серы в процессе выплавки. При получении стали по стандартной технологии допускается количество неметаллических включений, равное – до 1,5–2 балла (по ГОСТ 1778–70), что связано с повышенной загрязненностью применяемых шлаковых смесей [7, 8].

Для решения задачи по снижению содержания оксидов и сульфидов в металле (до 1 балла) за счет уменьшения количества кислорода и серы, исследована технология микролегирования стали РЗМ (церий, лантан, иттрий, неодим, диспрозий, тербий и гадолиний), вводимыми различными способами, включая введение в расплав РЗМ при выплавке исходной заготовки в открытой индукционной печи, дозированное введение РЗМ в плавильную зону в процессе электрошлакового переплава (ЭШП), а также легирование РЗМ из шлаковой фазы при ЭШП.

Целью данной работы является снижение содержания неметаллических включений в стали ВНС-65 путем введения РЗМ, обеспечивающих содержание кислорода и серы соответственно $\leq 0,01$ и $\leq 0,005\%$ (по массе).

Материалы и методы

Технология получения высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС-65 предусматривает выплавку с применением новой шлаковой композиции

с микролегированием расплава различными РЗМ в виде чистого металла или лигатур с никелем.

Разработанный технологический процесс выплавки высокопрочной коррозионно-стойкой азотсодержащей стали ВНС-65, микролегированной РЗМ, состоит из следующих операций:

– выплавка исходного металла в открытых индукционных печах с отливкой электродов в металлические трубы $\varnothing 90$ мм;

– переplав литых электродов в электрошлаковой печи ДЭШП-0,1 в кристаллизаторе $\varnothing 130$ мм при давлении $\sim 0,1$ МПа [9].

Контроль химического состава металла в литом состоянии и полуфабрикатов (прутки $14 \times 14 \times 300$ мм, сутунки $30 \times 100 \times 130$ мм), а также содержания в них газов и примесей осуществляли после их выплавки в открытой индукционной печи и электрошлакового переplавла. Химический состав определяли методом атомно-эмиссионной спектроскопии основных элементов на установке ARL-4460 в соответствии с ГОСТ Р ИСО 13898-2-2006 и ГОСТ Р ИСО 13898-4-2007. Содержание газов и примесей контролировали при помощи методов вакуум-плавления на установке Leko TC-436 (анализ содержания газов) в соответствии с ГОСТ 17745-90 и сжигания в вакууме на установке Leko CS-444 (анализ содержания углерода и серы) в соответствии с ГОСТ 12344-2003 и ГОСТ 12345-2001.

Образцы, вырезанные из сутунок в продольном и поперечном направлениях волокна и прошедшие полный цикл упрочняющей термообработки, подвергали испытаниям при растяжении по ГОСТ 1497 (испытательная машина Tiratest 2300/1) и при ударном изгибе по ГОСТ 9454 (маятниковый копер ИО 5003-0,3) при комнатной температуре.

Качественную и количественную оценку неметаллических включений проводили на оптическом микроскопе Leica DM IRM методом сравнения с эталонными шкалами при просмотре всей площади нетравленных шлифов с продольным направлением волокна в соответствии с ГОСТ 1778-70, вариант Ш4 (поле зрения $\times 100$, продольное направление).

Результаты и обсуждение

При разработке технологии выплавки стали ВНС-65 с новыми шлаковыми композициями и микролегированием РЗМ, обеспечивающей содержание кислорода и серы соответственно $\leq 0,01$ и $\leq 0,005\%$ (по массе), выявлены основные закономерности влияния компонентов шлаков и РЗМ на процесс рафинирования металла при выплавке и переplаве. Исследуемые в работе РЗМ по характеру их спинов делятся на цериевую (лантан, церий, празеодим, неодим, прометий, самарий, гадолиний) и иттриевую (итрий, гадолиний, тербий, диспрозий, гольмий, эрбий, тулий, иттербий) группы. Для проведения исследований выбраны следующие редкоземельные элементы Периодической системы Д.И. Менделеева: лантан, церий, иттрий, гадолиний, диспрозий.

С целью выбора методики микролегиования РЗМ стали ВНС-65 проведен анализ данных из научно-технической литературы, в процессе которого выявлены основные тенденции по применению РЗМ при выплавке сталей. Почти все РЗМ имеют более сильное сродство к кислороду, сере и другим примесям (по сравнению с железом) и образуют с ними легкоплавкие соединения, которые удаляются из расплава в процессе плавки и переplавла. РЗМ также могут образовывать с примесями тугоплавкие соединения, превращая их морфологию в глобулярную, укрепляя и очищая границы зерен.

Известно, что РЗМ полностью растворимы в жидком железе и практически не растворимы в твердом железе. Так, при комнатной температуре в железе может раствориться $\sim 0,1\%$ (по массе) Се, а при 600°C : $0,35\text{--}0,4\%$ (по массе) Се. Избыточное

содержание РЗМ (в свободном, т. е. несвязанном с кислородом и серой состоянии) выделяется при затвердевании стали по границам первичных кристаллов вплоть до образования эвтектики. Например, для системы Fe–Ce температура плавления эвтектики составляет 641°C, а для системы Fe–La она равна 785°C [10].

Редкоземельные металлы, являясь поверхностно-активными элементами, уменьшают величину работы, затрачиваемой на образование зародышей в металле, что сокращает температурный интервал кристаллизации и снижает степень переохлаждения. Основное влияние РЗМ – изменение природы, формы и распределения неметаллических включений. Редкоземельные металлы, такие как церий, лантан, иттрий, неодим, тербий и гадолиний, изменяют внутризеренную структуру, измельчая блоки матрицы, снижают диффузионную подвижность атомов легирующих элементов в объеме и по границам зерен, способствуют более равномерному распределению карбидов в теле зерна и значительному торможению роста пограничных карбидов, повышая уровень механических свойств стали [11]. Общеизвестно положительное влияние лантана на содержание серы в металле, который (как и церий) образует сульфидные тугоплавкие включения, имеющие глобулярную форму и расположенные не по границам, а в теле зерна. Гадолиний, наряду с иттрием и церием, обладает высоким сродством к кислороду и легко окисляется, активно очищая расплав от кислорода.

Исследование влияния редкоземельных элементов на снижение неметаллических включений в процессе ЭШП осуществляли тремя способами:

- при введении РЗМ в процессе выплавки стали в открытой индукционной печи с последующим ЭШП (плавки 1 и 2);
- при дозированном введении РЗМ в плавильную зону при ЭШП (плавки 3 и 4);
- при легировании РЗМ расплава из шлаковой фазы в процессе ЭШП (плавки 5 и 6).

В качестве шлаковой композиции для стали ВНС-65 при ЭШП выбран шлак АНФ-6 на основе фторида кальция, который является достаточно тугоплавким, имеет относительно высокую температуру кипения, способен обеспечить быстрое и легкое установление электрошлакового процесса и его стабильность. Вместе с тем в расплавленном состоянии фторид кальция обладает повышенной электрической проводимостью, снижает вязкость и поверхностное натяжение жидкого металла.

При введении чистых РЗМ или их сплавов в расплавленный металл усвоение РЗМ нестабильно в результате окисления их кислородом воздуха либо недостаточно раскисленным шлаком. Для достижения в металле концентраций РЗМ, оказывающих положительное влияние на структуру и свойства стали, необходимо снижение уровня окисленности расплава, достигаемое путем введения сильных раскислителей в металл и снижения парциального давления кислорода в шлаке. Содержание кислорода может быть значительно снижено благодаря проведению процесса предварительного раскисления металла алюминием. Алюминий как раскислитель имеет преимущества перед РЗМ: при равной массе присадки он удаляет в 5 раз больше кислорода, чем РЗМ (атомная масса церия составляет 140, алюминия – равна 27). Кроме того, неметаллические включения глинозема из-за их меньшей плотности по сравнению с оксидами РЗМ имеют более высокую скорость всплывания (по правилу Стокса), чем включения соединений РЗМ. Для сравнения данные о температурах плавления и кипения железа и РЗМ приведены в табл. 1 [12].

На основании известных из научно-технической литературы значений теплоты образования соединений металлов, в том числе РЗМ, можно утверждать, что при взаимодействии РЗМ с расплавом в первую очередь образуются более тугоплавкие оксиды, а затем сульфиды, температуры плавления которых составляют 2200–2300 и 2000–2200°C соответственно. Таким образом, оксиды и сульфиды РЗМ, находясь в твердом состоянии, могут являться центрами кристаллизации. Однако скопление грубых включений

РЗМ для высокопрочных сталей является негативным фактором, поэтому перед присадкой РЗМ содержание кислорода и серы должно быть минимальным.

Таблица 1

Физические свойства редкоземельных металлов и железа

Металл	Температура, °С		Теплота испарения, ккал/моль
	плавления	кипения	
Лантан	920	4516	96
Церий	795	3599	95
Неодим	1024	3299	69
Гадолиний	1312	3273	72
Диспрозий	1407	2873	67
Иттрий	1509	3200	93
Железо	1536	2859	81

Благодаря снижению содержания кислорода в расплаве повышается доля РЗМ, участвующая в образовании сульфидов [13]. При разработке технологии необходимо предусмотреть глубокое раскисление расплава и шлака и обеспечить дозированное введение соединений РЗМ в шлак в процессе переплава.

Предварительный проведенный расчет равновесного содержания алюминия под шлаком на основе CaF_2 при ЭШП стали ВНС-65 при температуре 1600°С позволил определить параметры взаимодействия кислорода и алюминия в железе (табл. 2).

Таблица 2

Параметры взаимодействия первого порядка элементов стали ВНС-65 при температуре 1600°С [14, 15]

Элемент	Содержание элемента в стали ВНС-65, % (по массе)	Параметр взаимодействия	
		e_{O}^j	e_{Al}^j
Углерод	0,18	-0,45	+0,091
Кремний	1,3	-0,133	+0,0056
Марганец	0,1	-0,021	-0,013
Хром	12,6	-0,028	+0,0034
Никель	3,40	+0,06	-0,013
Молибден	2,45	+0,0075	+0,0084
Алюминий	0,01	-0,96	+0,050
Азот	0,1	+0,057	-0,06
Кобальт	3,7	+0,0057	-0,009

При расчете приняли, что при равновесии между металлом и шлаком при ЭШП под флюсом АНФ-1 весь кислород при 1600°С будет растворен в металлическом расплаве. При содержании алюминия 0,01% (по массе) равновесная концентрация кислорода в металле составит: $[\text{O}]_{\text{Al}}=0,0008\%$ (по массе) [16].

Например, расчеты по уравнениям равновесных с лантаном и алюминием при 1600°С концентраций кислорода показывают, что именно лантан определяет содержание кислорода в металле. Однако известно [17], что для снижения количества неметаллических включений и обеспечения модифицирующего действия лантана перед его присадкой также необходимо снизить содержание кислорода путем предварительного раскисления расплава алюминием.

Реакция взаимодействия лантана с кислородом в расплаве описывается уравнением:



По данным работы [16] температурная зависимость константы равновесия реакции (1) рассчитывается следующим образом:

$$\lg K_{\text{La}_2\text{O}_3} = -70270/T + 21,14. \quad (2)$$

Равновесное с лантаном содержание кислорода описывается соотношением:

$$\lg[\text{O}] = -5,459 - 2/3 \lg[\text{La}] + 0,97[\text{La}] + 1/3 \cdot \lg a_{\text{La}_2\text{O}_3}. \quad (3)$$

Таким образом, в расплаве стали с содержанием лантана $[\text{La}] = 0,001\%$ (по массе) при температуре 1600°C равновесное содержание кислорода составляет $[\text{O}] = 0,0004\%$ (по массе) [18].

Исследованы и выбраны композиции рафинирующих шлаковых смесей, обладающие повышенным рафинирующим воздействием при микролегировании РЗМ высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС-65. В качестве рафинирующих шлаковых смесей для ЭШП электродов из стали ВНС-65 выбраны композиции на основе соединения CaF_2 с добавлением оксидов РЗМ, в частности – лантана и иттрия.

При выплавке расходуемых электродов перед ЭШП стали ВНС-65 опробованы различные РЗМ и способы их введения, а также новая шлаковая композиция на основе соединения CaF_2 с добавками РЗМ.

По варианту 1 выплавку расходуемых электродов проводили в индукционной печи открытого типа ИСТ-0,05 с емкостью тигля 50 кг и с разливкой расходуемых электродов в стальные трубы $\varnothing 90$ мм. Редкоземельные металлы вводили в предварительно раскисленный расплав после проведения экспресс-анализа по определению содержания углерода и азота. Обточенные электроды переплавляли в печи ДЭШП-0,1 по стандартному режиму в кристаллизаторе с внутренним $\varnothing 130$ мм.

По варианту 2 дозированное введение РЗМ осуществляли в процессе ЭШП расходуемых электродов в электрошлаковой печи ДЭШП-0,1.

По варианту 3 легирование РЗМ из шлаковой фазы (за счет рафинирующих шлаковых смесей) осуществляли в процессе переплава расходуемых электродов в электрошлаковой печи ДЭШП-0,1. Оксиды лантана и иттрия вводили в шлаковую систему для микролегирования стали ВНС-65 и снижения содержания в ней примесей. Одновременно при использовании новых шлаковых смесей в металл вводили гадолиний из расчета 0,05% (по массе).

Шлаковые смеси подготавливали путем смешения порошков компонентов с последующей прокалкой в печи при температуре 900°C в течение 4–6 ч для удаления гидратной влаги.

Начало процесса вели в режиме «твердого старта», при котором наведение жидкой ванны происходит непосредственно в кристаллизаторе. Раскисление расплава проводили путем введения в него алюминиевых гранул из расчета 0,2% от массы электрода.

В вариантах выплавки 1 и 2 использовали лантан, церий, неодим, гадолиний, диспрозий и иттрий в количестве 0,05% (каждого) от массы расплава. В варианте 3 в качестве рафинирующих шлаковых смесей для ЭШП электродов из стали ВНС-65 выбраны композиции на основе соединения CaF_2 с добавлением оксидов РЗМ, в частности – лантана и иттрия, из расчета 10% от количества шлака.

Реакции, протекающие в основном на границе раздела «шлак–металл», являются основными при микролегировании РЗМ (восстановление лантана и иттрия из шлака) и рафинировании (десульфурация и раскисление) металла.

Такие особенности ЭШП, как развитая поверхность реагирования металла со шлаком и длительное время их контакта, а также высокие температуры и интенсивное перемешивание шлака, позволяют утверждать, что на границе раздела шлаковой и металлической ванн при переплаве устанавливается состояние, близкое к равновесному.

Использование приведенных композиций 1–3 в условиях раскисления шлака позволяет осуществлять десульфурацию и удаление кислорода из металла, а также его легирование редкоземельными элементами.

Изменение содержания лантана и кислорода в слитках после ЭШП в результате микролегирования стали ВНС-65 (рис. 1) демонстрирует эффективность разработанной технологической схемы. При относительно высоком содержании в металле лантана удается получить низкое содержание кислорода и серы и относительно невысокое содержание алюминия (~0,04% (по массе)).

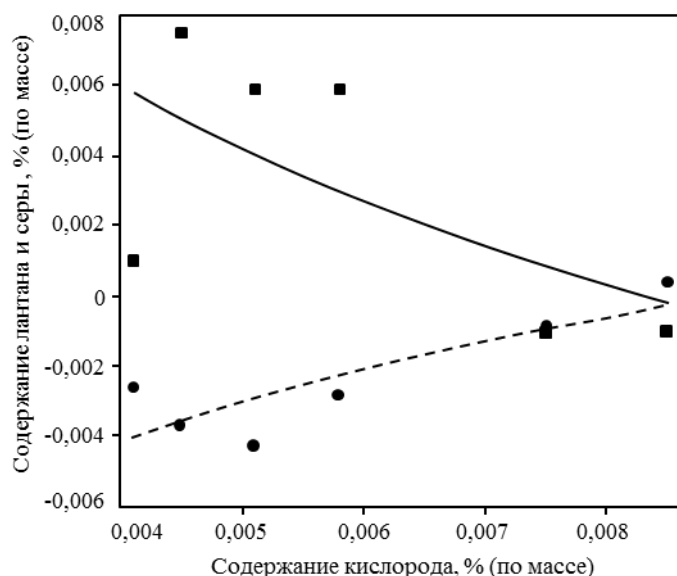


Рис. 1. Изменение содержания лантана (■) и серы (●) в зависимости от количества кислорода в металле в результате микролегирования стали ВНС-65 с использованием рафинирующих шлаковых смесей нового поколения

Полученные результаты опытных плавков позволяют оценить эффект микролегирования металла редкоземельными элементами из шлаковой фазы. Выбранные технологические схемы легирования и раскисления, а также композиция шлаковой смеси, % (по массе): $85\text{CaF}_2-10\text{La}_2\text{O}_3$, позволяют обеспечить повышение содержания лантана в стали до 0,01% (по массе) при использовании в шлаке 10% (по массе) La_2O_3 при одновременном снижении количества кислорода (на 30–50% от содержания кислорода в электроде). Композиция шлаковой смеси с оксидом иттрия показала более низкую эффективность в рафинировании металла от кислорода и серы, а также микролегировании стали ВНС-65 редкоземельными металлами.

Так, в процессе плавки 5 при количестве лантана в стали на уровне 0,009% (по массе) содержание кислорода снижается и достигает 45 ppm, что согласуется с приведенными термодинамическими расчетами равновесного содержания кислорода. Содержание серы в металле при этом снижено на 35 ppm (до 10 ppm).

Исследованные образцы слитков всех плавков показали содержание кислорода и серы в пределах: $\leq 0,01$ и $\leq 0,005\%$ (по массе) соответственно.

Результаты химического анализа по остаточному содержанию РЗМ, вводимых при выплавке и переплаве, и примесей (сера, кислород) приведены в табл. 3. Редкоземельные металлы в чистом виде (Nd, Dy, Tb, Gd) и в виде лигатур (NiY, NiLa, NiCe) вводили в конце открытой плавки, оксиды РЗМ (La_2O_3 , Y_2O_3) применяли в шлаках при выплавке и переплаве.

Совместное введение гадолиния и оксидов РЗМ в состав новой шлаковой композиции позволило повысить усвоение РЗМ расплавом и существенно снизить в нем содержание серы и кислорода.

Таблица 3

Содержание примесей и остаточное содержание РЗМ в стали ВНС-65

Условный номер плавки	Содержание, % (по массе)								
	примесей		редкоземельных элементов						
	S	O	La	Ce	Y	Gd	Dy	Nd	Tb
1	0,005	0,0031	0,0001	0,0012	0,0001	–	0,00005	–	–
2	0,0045	0,003	0,0002	0,0007	0,0001	–	0,00007	0,0002	–
3	0,0045	0,0037	0,0007	0,0017	0,0003	0,00027	–	–	0,0005
4	0,0041	0,0035	0,0006	0,0015	0,0003	0,00021	–	–	–
5	0,0015	0,0045	0,0011	0,0006	0,0005	0,0004	–	–	–
6	0,0017	0,0028	0,0011	0,0033	0,0004	0,0008	–	–	–

Проведенное металлографическое исследование (рис. 2) образцов, содержащих гадолиний, неодим и диспрозий, показало, что использование гадолиния в качестве легирующего РЗМ в стали ВНС-65 обеспечивает получение наиболее чистого металла по неметаллическим включениям (в частности, оксидам). Так, в стали с Gd содержание оксидов точечных (ОТ) соответствует 1 баллу по ГОСТ 1778–70 (рис. 2, а), при этом в стали с Nd и с Nd+Dy количество ОТ находится на уровне 2–3 балла (рис. 2, б, в), что объясняется наибольшим химическим сродством гадолиния к кислороду (по сравнению с неодимом и диспрозием), который в процессе выплавки связывает кислород в оксиды и выводит их из расплава.

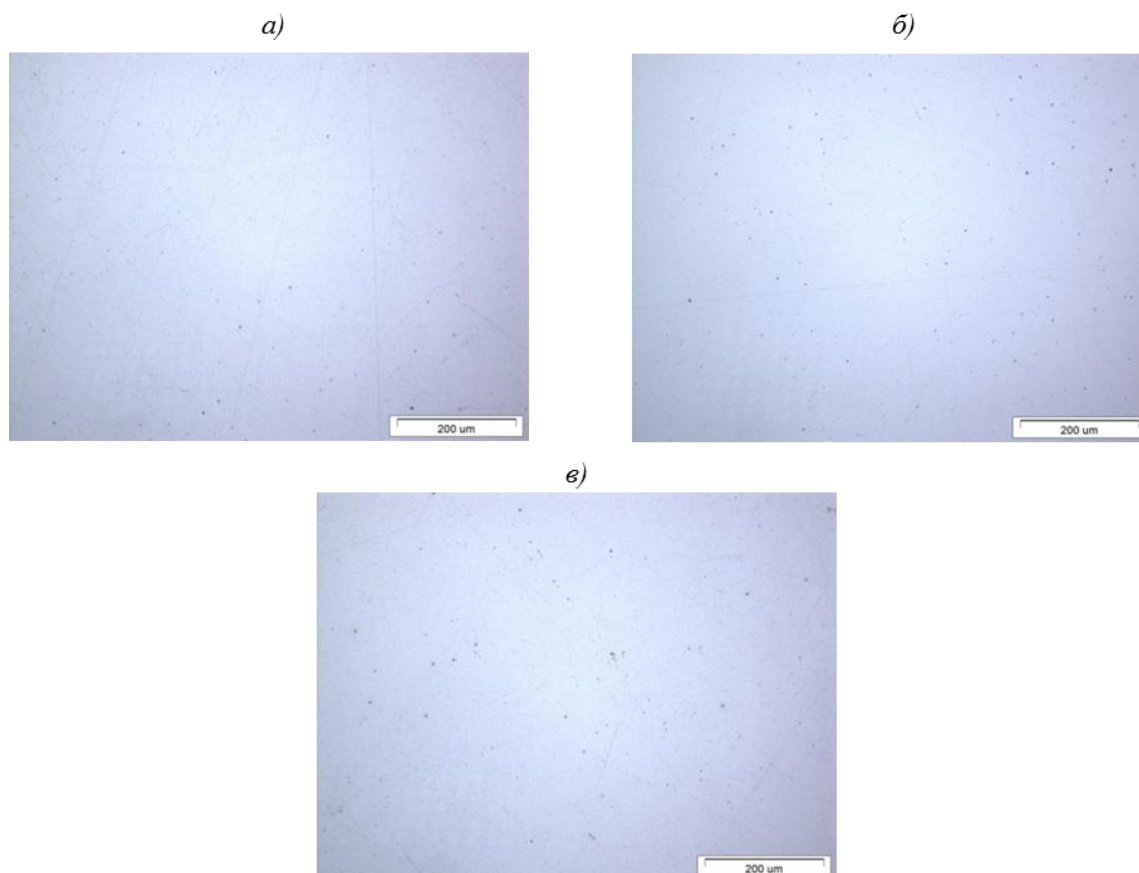


Рис. 2. Оценка содержания неметаллических включений в плавках с применением в качестве легирующих РЗМ: гадолиния (а), неодима с диспрозием (б) и неодима (в)

Таким образом, по результатам металлографического анализа и механических испытаний выбрана шлаковая композиция, включающая оксид лантана, применяемая совместно с введением в процессе ЭШП гадолиния. Микролегирование путем восстановления РЗМ в металле через шлак оказалось более технологичным процессом по сравнению с введением в расплав РЗМ в составе лигатур, особенно в чистом виде. При использовании шлаков, содержащих оксиды РЗМ, количество РЗМ при выплавке меняется от 0 до 0,01% (по массе), а в процессе ЭШП переход РЗМ из шлаковой фазы в металл еще выше – содержание увеличивается до 0,03% (по массе). При этом наблюдается равномерное распределение РЗМ по всему сечению слитка.

По результатам химического и газового анализов установлено, что разработанная технология, сочетающая открытую выплавку и ЭШП, микролегирование РЗМ из шлаковой фазы и чистыми элементами, с применением новых шлаковых смесей, позволяет обеспечить стабильное содержание вредных примесей (табл. 4): серы – до ~0,005% (по массе); кислорода – до ~0,004% (по массе).

Таблица 4

Содержание вредных примесей в стали ВНС-65

Условный номер плавки	Содержание вредных примесей, % (по массе)	
	S	O
1	0,0050	0,0031
2	0,0045	0,0030
3	0,0015	0,0026
4	0,0017	0,0028
5	0,0045	0,0037
6	0,0038	0,0032

Низкое содержание включений оказывает положительное влияние на свойства стали ВНС-65 плавки 5 и 6, легированных РЗМ, как в продольном, так и поперечном направлениях волокна полуфабриката (табл. 5).

Таблица 5

Механические свойства* (средние значения) опытной партии стали ВНС-65

Условный номер плавки	Пруток		Сутунка (продольное направление)		Сутунка (поперечное направление)	
	$\sigma_{в}$, Н/мм ²	δ , %	$\sigma_{в}$, Н/мм ²	δ , %	$\sigma_{в}$, Н/мм ²	δ , %
1	1820	15	1800	16	1790	15
2	1825	16	1790	15	1780	15
3	1830	16	1810	16	1800	16
4	1835	17	1820	17	1820	17
5	1840	19	1820	19	1825	19
6	1830	18	1835	18	1800	17

* Требования по ТУ: $\sigma_{в} \geq 1670$ Н/мм²; $\delta \geq 15\%$.

Выбрана и обоснована методика микролегирования РЗМ (из шлаковой фазы) стали ВНС-65 при использовании рафинирующих шлаковых смесей при ЭШП.

Проведенные предварительные испытания механических свойств показали, что предел прочности и пластичность (табл. 5), полученные на образцах, изготовленных из опытной партии высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС-65, микролегированной РЗМ, с применением рафинирующих шлаковых смесей нового поколения, соответствуют требованиям ТУ.

Испытания проводили на девяти образцах из одного слитка (3 образца вырезано из прутка, 3 образца – из сутунки в продольном направлении, 3 образца – из сутунки в поперечном направлении). Свойства, указанные в ТУ14-131-1009–2000, приведены для образцов, вырезанных из прутков и сутунок в продольном направлении. Механические свойства, полученные для металла опытной партии в поперечном направлении, удовлетворяют требованиям ТУ14-131-1009–2000 (для продольного направления).

Таблица 6

Ударная вязкость* стали ВНС-65

Условный номер плавки	Ударная вязкость КСУ, Дж/см ²		
	Пруток	Сутунка (продольное направление)	Сутунка (поперечное направление)
1	103	101	101
2	102	102	100
3	103	102	101,5
4	104	103	101,5
5	104,5	104	103
6	106,5	106	102

* Требования по ТЗ: ≥ 100 Дж/см².

Испытания на ударную вязкость образцов, изготовленных из опытной партии высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали ВНС-65, микролегированной РЗМ, с применением рафинирующих шлаковых смесей нового поколения, показали, что уровень ударной вязкости отвечает требованиям ТЗ (табл. 6).

Заключения

Проведены исследования и опробована методика микролегирования редкоземельными металлами высокопрочной азотсодержащей стали ВНС-65 при выплавке в открытой индукционной печи с последующим ЭШП в печи ДЭШП-0,1 по различным вариантам.

Исследовано влияние различных РЗМ цериевой и иттриевой групп на снижение неметаллических включений при ЭШП. Показана необходимость предварительного раскисления расплава перед введением РЗМ. Количество вводимого алюминия при ЭШП составляет 0,2% от массы металла.

Эффективным способом снижения неметаллических включений в стали ВНС-65 является микролегирование РЗМ через шлаковую фазу, содержащую оксиды лантана и иттрия при ЭШП.

Показано, что применение шлаков с добавками лантаноидов при дозированном введении РЗМ (гадолиний) в процессе ЭШП обеспечивает снижение содержания серы и кислорода, наибольшую чистоту металла по неметаллическим включениям и высокие механические свойства стали ВНС-65 в продольном и поперечном направлении волокна.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1. С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. России нужны материалы нового поколения // Редкие земли. 2014. №3. С. 8–13.
3. Тонышева О.А., Вознесенская И.М., Елисеев Э.А., Шалькевич А.Б. Новая высокопрочная экономнолегированная азотсодержащая сталь повышенной надежности // Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 84–88.

4. Тоньшева О.А., Вознесенская Н.М. Перспективные высокопрочные коррозионностойкие стали, легированные азотом (сравнительный анализ) // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №3. С. 27–32. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-27-32.
5. Вознесенская Н.М., Каблов Е.Н., Петраков А.Ф., Шалькевич А.Б. Высокопрочные коррозионностойкие стали аустенитно-мартенситного класса // *Металловедение и термическая обработка металлов*. №7. 2002. С. 34–37.
6. Тоньшева О.А., Вознесенская Н.М., Шалькевич А.Б., Петраков А.Ф. Исследование влияния высокотемпературной термомеханической обработки на структуру, технологические, механические и коррозионные свойства высокопрочной коррозионностойкой стали переходного класса с повышенным содержанием азота // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №3. С. 31–36.
7. Братухин А.Г., Демченко О.Ф., Долженков Н.Н., Кривоногов Г.С. Высокопрочные коррозионностойкие стали современной авиации. М.: МАИ, 2006. С. 112–143.
8. Кривоногов Г.С., Каблов Е.Н. Границы зерен и их роль в охрупчивании высокопрочных коррозионностойких сталей // *Металлы*. 2002. №1. С. 35–45.
9. Waudby P.E. Intern. // *MetalsRev.* Z3. 1976. No. 2. P. 74–98.
10. Клюев М.М., Каблуковский А.Ф. *Металлургия электрошлакового переплава*. М.: *Металлургия*, 1969. 256 с.
11. *Литые лопатки газотурбинных двигателей. Сплавы, технология, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова*. М.: *Наука*, 2006. С. 119–135.
12. Куликов И.С. *Раскисление металлов*. М.: *Металлургия*, 1975. 504 с.
13. Снитко Ю.П., Суровой Ю.Н., Лякишев Н.П. Особенности раскисления стали // *Доклады АН СССР*. 1983. Т. 268. №5. С. 115–117.
14. Дуб В.С., Левков Л.Я., Шурыгин Д.А. и др. Опыт производства полых трубных заготовок методом электрошлаковой выплавки // *Электрометаллургия*. 2015. №1. С. 10–19.
15. Левков Л.Я. Повышение эффективности рафинирования стали шлаком на основе контроля его окисленности: дис. ... канд. техн. наук. М, 1987. 159 с.
16. Steelcast.ru. URL: http://www.steelcast.ru/rare_earth_elements_steel_deoxidation (дата обращения: 25.04.2015).
17. Шурыгин Д.А., Левков Л.Я., Дуб В.С. и др. Разработка способов контроля и управление окислительно-восстановительными процессами и кристаллизацией слитков ЭШП // *Современные проблемы электрометаллургии стали: матер. XV Междунар. науч. конф. Челябинск, 2013. Ч. 2. С. 91–96*.
18. Аверин В.В. Растворимость кислорода, азота и активность элементов-раскислителей в расплавах на основе железа, кобальта, никеля и хрома: автореф. дисс. ... докт. техн. наук. М.: *Имет АН СССР*, 1968. 32 с.