



УДК 669.117.56

ПОВЕДЕНИЕ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ВКЛЮЧЕНИЙ В СТРУКТУРЕ ЛИТОЙ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ AISI ТИПА 316

А. А. Полишко, В. Я. Саенко, С. Н. Степанюк,
А. Ю. Туник, И. Н. Клочков

Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины.
03680. Киев, ул. Боженко, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Представлены результаты исследования поведения неметаллических включений в литом металле нержавеющей стали AISI типа 316, полученном способом электрошлакового переплава расходных электродов (ЭШП) и электрошлакового наплавления с применением жидкого металла (ЭШН ЖМ). Проведен комплексный анализ неметаллических включений на всех этапах изготовления слитков ЭШП и ЭШН ЖМ — от передела исходного металла до формирования готовых слитков; металлографические исследования; оценка дисперсности дендритной структуры. Оценен уровень физико-механических свойств литого металла слитков ЭШП и ЭШН ЖМ. Выполнены фрактографические исследования и анализ неметаллических включений на поверхностях изломов образцов после их испытаний на статическое растяжение и ударный изгиб. Библиогр. 9, табл. 2, ил. 13.

Ключевые слова: неметаллические включения; расходный материал; расходный деформированный электрод; жидкий металл; слиток ЭШП; слиток ЭШН ЖМ; капля металла; проба типа «чашечка»; дендритная структура; расстояния между вторичными ветвями дендритов; механические свойства; испытания на статическое растяжение и ударный изгиб; фрактографические исследования

Металлургическое качество металла зависит от технологии выплавки стали и сплавов, технологий изготовления полуфабрикатов, термической обработки, последующей технологии изготовления элементов конструкций (сварка, пайка, физико-механическое воздействие).

Важными критериями качества, влияющими на структуру и свойства литого и деформированного металла, являются степень загрязненности конструктивных сталей и сплавов неметаллическими включениями, их химический состав и размер [1, 2]. Неметаллические включения в условиях больших нагрузок при эксплуатации деталей ответственного назначения могут служить концентраторами напряжений и местами зарождения трещин, что является недопустимым. Сложность проблемы значительно усиливается, когда речь идет о крупногабаритных заготовках таких, например, как корпуса энергетических реакторов.

В связи с разработкой в ИЭС им. Е. О. Патона нового технологического процесса получения крупных слитков способом электрошлакового наплавления жидким металлом (ЭШН ЖМ) [3, 4] следовало оценить поведение (трансформацию) неметалли-

ческих включений в процессе изготовления слитков ЭШН ЖМ и ЭШП из нержавеющей стали AISI типа 316, а также влияние их на металлургическое качество литого металла.

Для этого потребовалось выполнить комплексный анализ неметаллических включений на всех этапах изготовления слитков ЭШП и ЭШН ЖМ; металлографические исследования; оценку дисперсности дендритной структуры путем измерения расстояний между вторичными ветвями дендритов; оценку уровня физико-механических свойств литого металла слитков ЭШП и ЭШН ЖМ; фрактографические исследования поверхностей изломов образцов после механических испытаний.

В качестве расходного материала для ЭШП и ЭШН ЖМ использовали нержавеющую сталь AISI типа 316. Согласно международному стандарту ASTM A240/A240M [5] и ASTM A480/A480M [6] марочный состав стали следующий, мас. %: $\leq 0,08$ C; $\leq 2,00$ Mn; $\leq 0,045$ P, $\leq 0,03$ S, $\leq 1,00$ Si; 16,0...18,0 Cr; 10,0...14,0 Ni; 2,00...3,00 Mo. Выплавку слитков ЭШП и ЭШН ЖМ* проводили по схеме вытяжки с применением токоподводящих водоохлаждаемых кристаллизаторов (ТПВК) диаметром соответ-

* Работу выполняли под руководством Л. Б. Медовара. Также принимали участие Б. Б. Федоровский, Н. Т. Шевченко, В. Л. Петренко, В. А. Зайцев, В. М. Ярош, В. М. Журавель.

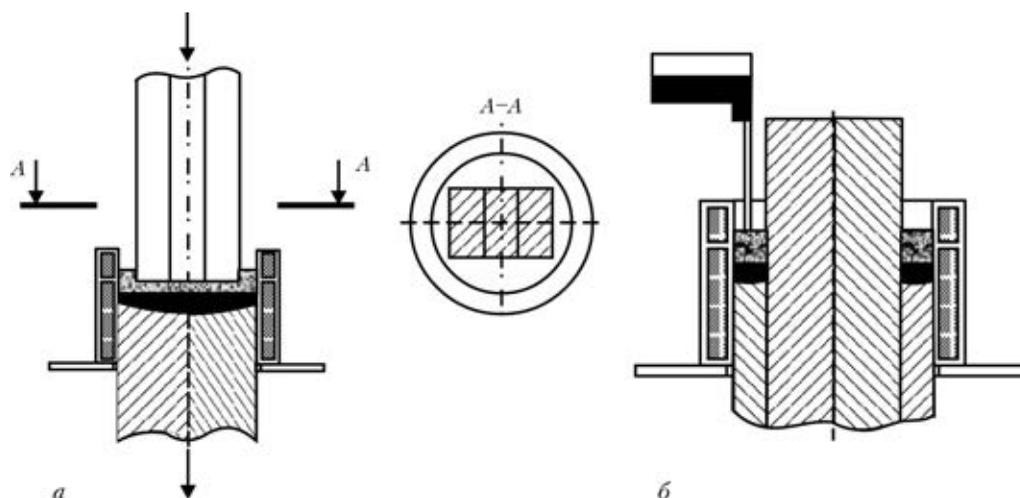


Рис. 1. Схема получения слитков ЭШП (а) и ЭШП ЖМ (б)

венно 350 и 180 мм, а также шлака одного и того же химического состава, мас. %: 34...40 CaF₂; 17...21 Al₂O₃; 11...22 CaO; 14...20 SiO₂; 7...11 MgO; ≤2 MnO. Принципиальная схема получения слитков ЭШП и ЭШП ЖМ представлена на рис. 1.

В качестве расходуемого электрода для ЭШП использовали пакет из шести прутков, изготовленных из сортового проката (квадрат 80 мм).

Для получения жидкого металла при ЭШП ЖМ в тигель-ковше ЭШП также проводили переплав расходуемого электрода в виде пакета прутков (6 шт.) из сортового проката, квадрат 80 мм, с применением шлака марки АН-295 (ГОСТ 30756–2001) следующего химического состава, мас. %: 11...17 CaF₂; 49...56 Al₂O₃; 26...31 CaO; 2,5 SiO₂; ≤6 MgO. Жидкий металл из тигля-ковша ЭШП в токоподводящих водоохлаждаемых кристаллизаторах заливали порциями с помощью металлических холодных ковшиков диаметром 75 мм путем периодического зачерпывания жидкого металла, покрытого слоем шлака, и подачи их сверху через шлаковую ванну в кристаллизатор таким образом, чтобы исключить возможность контакта жидкого металла с атмосферой. После выливания каждой порции жидкого металла из ковшика на внутренней его поверхности остается тонкий слой металлического гарнисажа, который образуется еще в тигель-ковше ЭШП в первый момент контакта холодного металлического ковшика с жидким металлом, покрытым толстым слоем шлака. Образовавшаяся на внутренней поверхности металлического ковшика металлическая «чашечка» (гарнисаж) легко отделялась в результате термической усадки от ковшика и использовалась нами как технологическая проба для оценки степени загрязненности металла неметаллическими включениями на этапе получения жидкой стали в тигле-ковше ЭШП.

Неметаллические включения исследовали на всех этапах получения готовых слитков ЭШП и ЭШП ЖМ (рис. 2).

Внешний вид расходуемого электрода, закристаллизовавшейся в шлаке капли жидкого металла на торце электрода и зафиксированных проб жид-

кого металла типа «чашечка» представлены на рис. 3.

Исследования продольных макротемплетов, вырезанных из слитков ЭШП и ЭШП ЖМ диаметром 350 и 180 мм из нержавеющей стали AISI типа 316 (рис. 4), зафиксировали высокую плотность и однородность литого электрошлакового металла, отсутствие каких-либо дефектов.

Исследования неметаллических включений осуществляли с применением электронной микроскопии, которая позволяет согласно изображениям полированной нетравленной поверхности образцов выполнять автоматическое разделение неметаллических включений по морфологическим типам и размерам.

Процедура анализа заключается в следующем. Идентификация неметаллических включений происходит по яркостным характеристикам в режиме BEI (изображение в обратных электронах) или SEI (изображение во вторичных электронах) при помощи аналитического комплекса, состоящего из сканирующего электронного микроскопа JSM-35CF фирмы «JEOL» (Япония) и рентгеновского спектрометра с дисперсией по энергии рентгеновских квантов (модель INCA Energy-350 фирмы «Oxford Instruments», Великобритания).

Характерной особенностью данного микрорентгеновского анализа является локальность. Максимальная область возбуждения составляет 2 мкм. Эксперименты проводили при ускоряющем напряжении 20 кВ, увеличении от 200 до 10000,

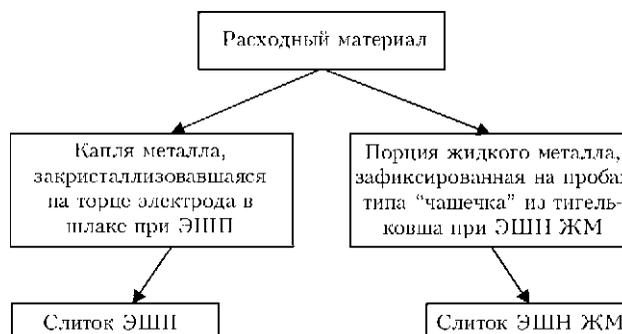


Рис. 2. Объекты исследований неметаллических включений при ЭШП и ЭШП ЖМ



Рис. 3. Внешний вид расходимого электрода (пакет сваренных прутков) с оплавленным торцом (а), а также пробы жидкого металла типа «чашечка» при ЭШН ЖМ (б)

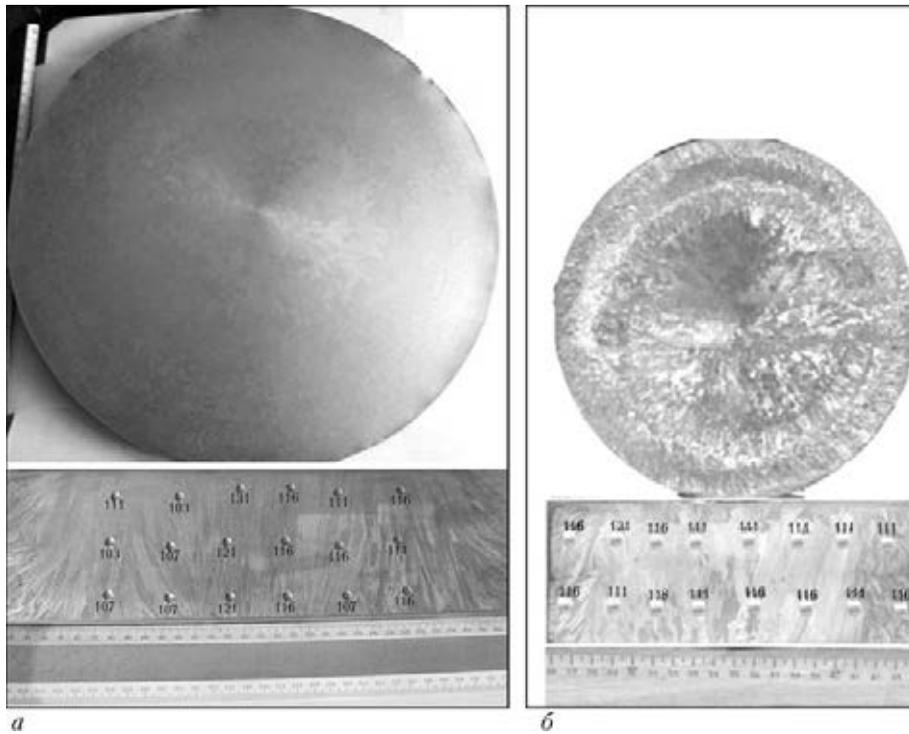


Рис. 4. Макроструктура и распределение твердости *HV* на продольных темплатах слитков ЭШП диаметром 350 (а) и ЭШН ЖМ диаметром 180 мм (б)

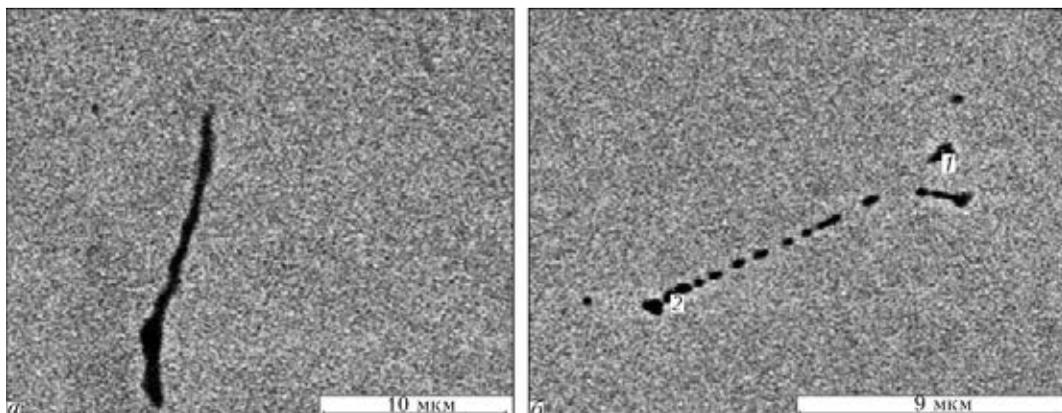


Рис. 5. Типичные включения сульфида марганца в металле расходимого электрода (а) и зоне предплавления (б); режим ВЕ1, $\times 4000$

Спектр	Si	S	Cr	Mn	Ni
1	0,37	7,23	16,61	14,08	10,76
2	0,19	8,39	16,23	17,45	9,76

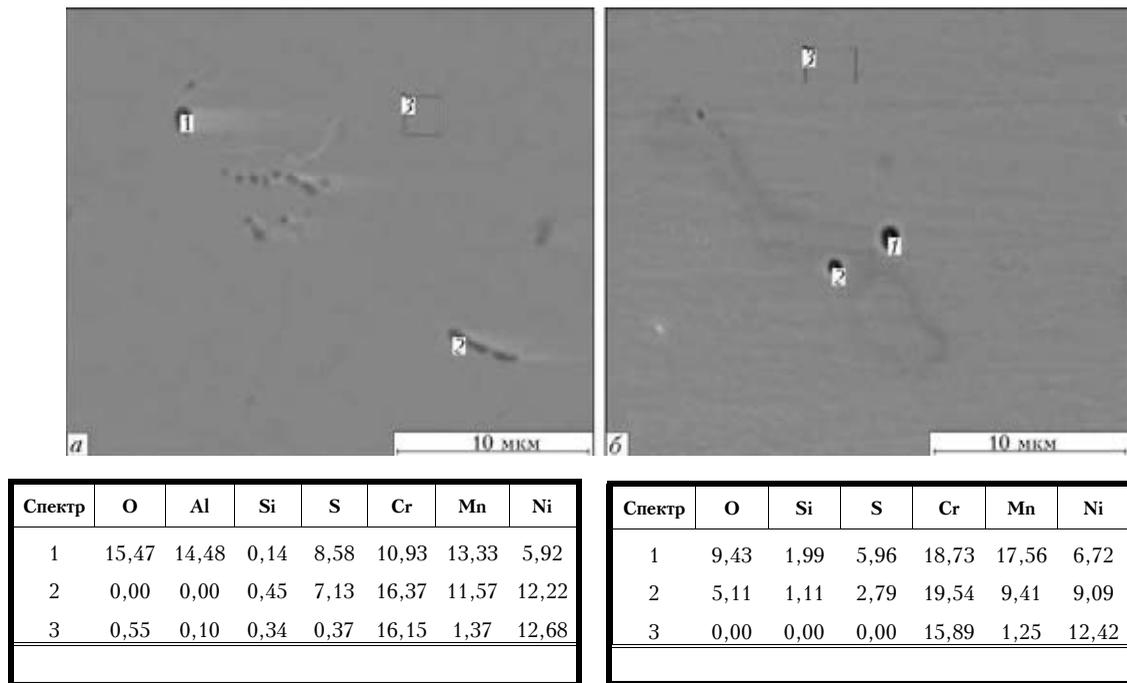


Рис. 6. Включения в капле металла (а) и «чашечке» (б); режим BEI, ×4000

элементный анализ осуществляли в диапазоне от *B* до *U*. По морфологическим признакам и химическому составу на основе энергодисперсионного спектрального анализа производили автоматическое разделение включений на типы (элементный состав) и определяли их размеры. Обработку результатов анализа неметаллических включений выполняли с помощью специальной программы количественного распределения фаз и включений (Feature). Все результаты представлены в массовых процентах.

Неметаллические включения исследовали в металле исходного расходоуемого электрода, закристаллизовавшейся в шлаке капле жидкого металла на торце электрода, пробе жидкого металла типа «чашечка», литом металле слитка ЭШП и слитка ЭШН ЖМ из нержавеющей стали AISI типа 316.

В результате оценки металла исходного расходоуемого деформированного электрода обнаружены вытянутые строчечные включения сульфида марганца MnS длиной до 20 мкм. Типичное сульфидное включение для электрода представлено на рис. 5, а. В зоне предплавления на расстоянии около 2 мм от торца поверхности электрода обнаружены их деление и сфероидизация, образование цепочек глобул размером 13 мкм (рис. 5, б). Размер включений в цепочках составляет от 0,24 до 7,0 мкм.

На торце расходоуемого электрода в металле закристаллизовавшейся капли после остановки процесса ЭШП обнаружены включения сульфида марганца MnS правильной глобулярной формы размером от 0,5 до 1,5 мкм. Выявлены двухфазные включения AlO–MnS размером до 1 мкм, не обнаруженные в металле расходоуемого электрода. Это свидетельствует о взаимодействии металла со шлаком уже на уровне плавления электрода (рис. 6, а).

В металле проб типа «чашечка» также преобладают включения сульфида марганца правильной глобулярной формы размером до 1,5 мкм, обнаружены включения оксида алюминия AlO размером до 2 мкм. Выявлены единичные двухфазные включения AlO–MnS размером до 2,3 мкм (рис. 6, б).

Высокая дисперсность включений в металле закристаллизовавшейся капли и проб типа «чашечка» позволила нам провести их автоматическую идентификацию по химическому составу в виде диаграмм относительного содержания включений AlO–MnS и гистограмм количественного распределения по размеру в металле капли (рис. 7, I) и пробах типа «чашечка» (рис. 7, II).

В литом металле слитка ЭШП обнаружены включения сульфида марганца размером до 5,4 мкм, оксида алюминия до 5,2 мкм и двухфазные включения AlO–MnS до 7 мкм (рис. 8, а).

В литом металле слитка ЭШН ЖМ выявлены включения сульфида марганца среднего размера (до 3 мкм), оксида алюминия и двухфазные включения AlO–MnS до 2,9 мкм (рис. 8, б).

Морфология характерного двухфазного включения AlO–MnS как для металла слитка ЭШП, так и для слитка ЭШН ЖМ представлена на рис. 9.

Установлено, что средний линейный размер включений в металле электрода составляет 9,4 мкм, в закристаллизовавшейся капле, за счет их деления, почти на порядок меньше — 1,2 мкм, а в слитке ЭШП примерно в четыре раза больше — 4,7 мкм, чем в капле. В металле пробы «чашечка» средний размер неметаллических включений составляет 1,8 мкм, что также на порядок ниже, чем в металле исходного расходоуемого электрода, но чуть крупнее, чем в металле капли. В металле слитка ЭШН

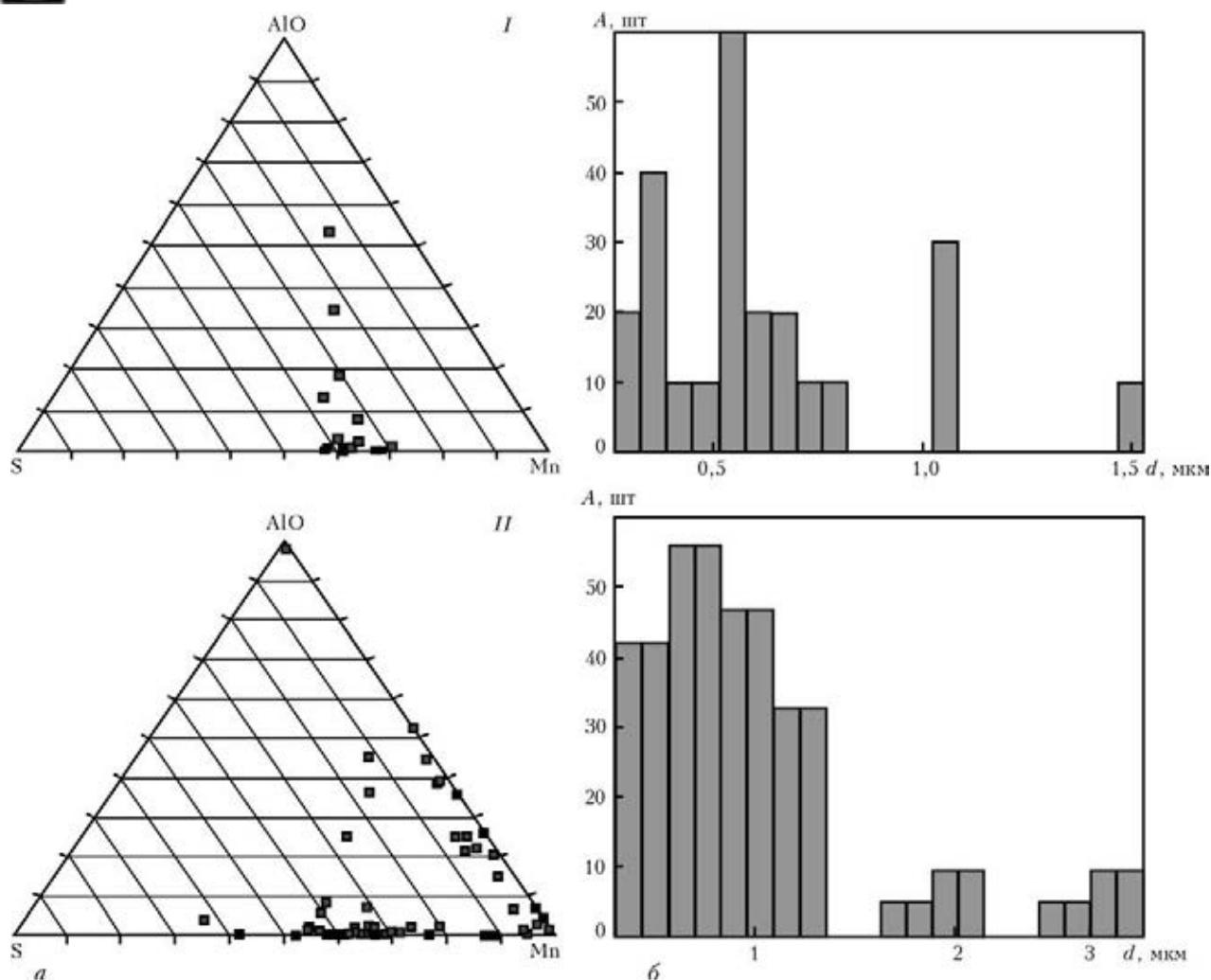


Рис. 7. Диаграммы относительного содержания включений AlO–MnS (а) и гистограммы количественного распределения А их по размеру d в металле капли (I) и пробы типа «чашечки» (б) (II)

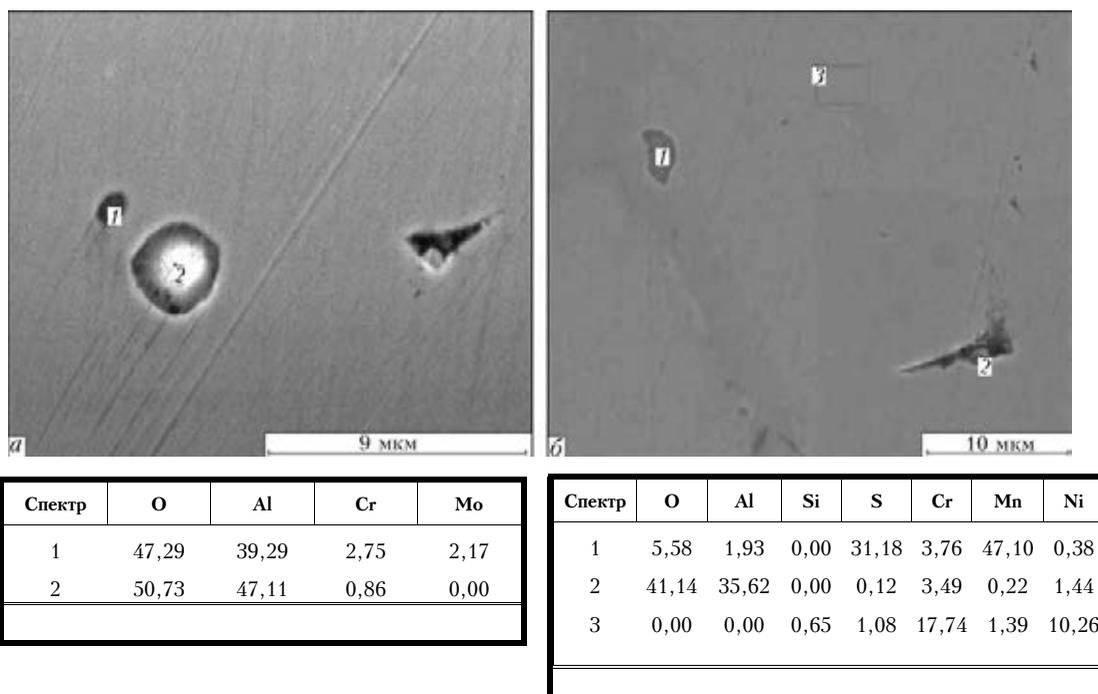


Рис. 8. Включения оксида алюминия и сульфида марганца в металле ЭШП (а) и ЭШН ЖМ (б); режим SEI, ×4000

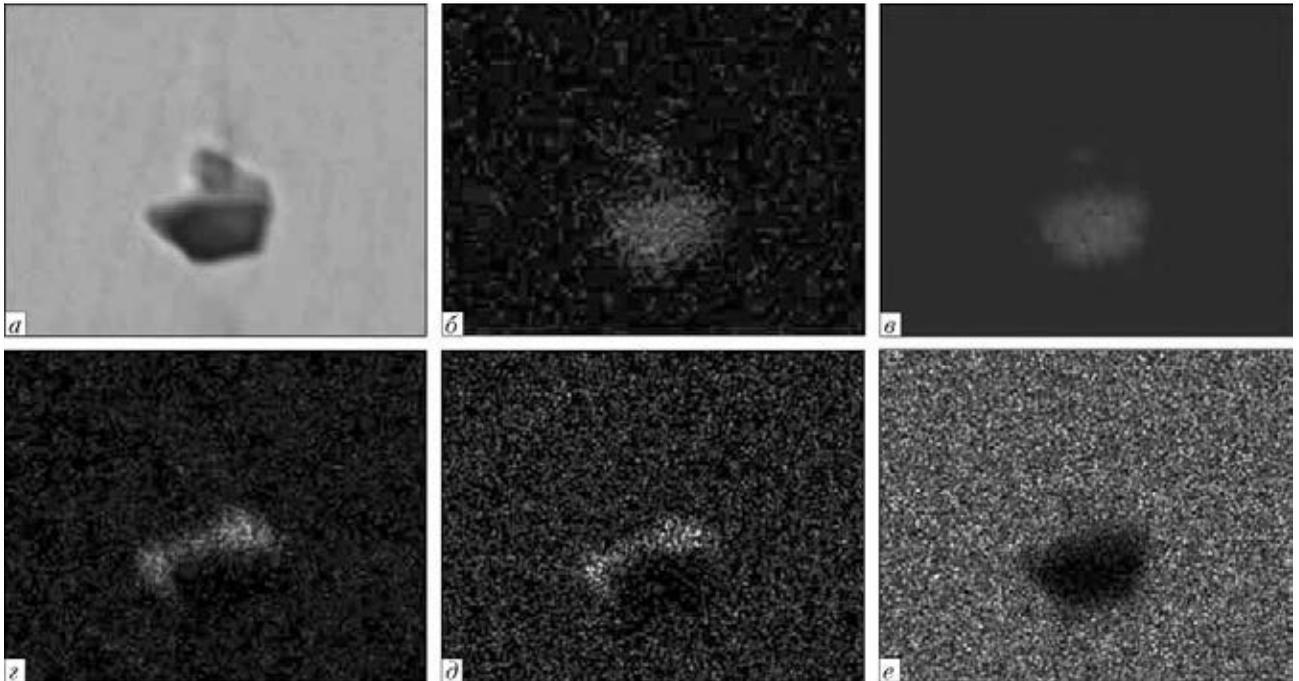


Рис. 9. Морфология двухфазного включения AlO–MnS (концентрационные карты распределения элементов): *a* — электронное изображение; *б* — кислород; *в* — алюминий; *г* — сера; *д* — марганец; *е* — железо; $\times 1000$

ЖМ крупнее, чем в металле пробы «чашечка» (2,8 мкм), но почти в два раза мельче, чем в слитке ЭШП. Возможно, это связано с меньшим объемом металла, который одновременно кристаллизуется при ЭШН ЖМ, чем при ЭШП, т. е., вероятно, за счет уменьшения объемов ванны жидкого металла можно управлять размерами включений.

Металлографические исследования проводили на образцах металла исходного расходоуемого электрода, закристаллизовавшейся в шлаке капли жидкого металла на торце электрода, пробы жидкого металла типа «чашечка», литого металла слитков ЭШП и ЭШН ЖМ из нержавеющей стали AISI типа 316. Структуры исследовали на травленных шлифах (электролитическое травление в растворе хромовой кислоты H_2CrO_4 с применением металлографического

микроскопа «Неофот-32», оснащенного приставкой для цифрового фотографирования.

Традиционно для количественного описания дендритной структуры используют параметр в виде расстояния между дендритами, зависящего от скорости охлаждения. Важным критерием качества литого металла является дисперсность дендритной структуры, показателем которой считают расстояние между вторичными ветвями дендритов [7]. Расстояние между ветвями дендритов литого металла слитков, закристаллизовавшейся капли и зафиксированных проб типа «чашечка» оценивали в результате металлографических исследований с применением компьютерной программы Tescan.

В металле исходного расходоуемого электрода выявлена характерная для деформированного ме-

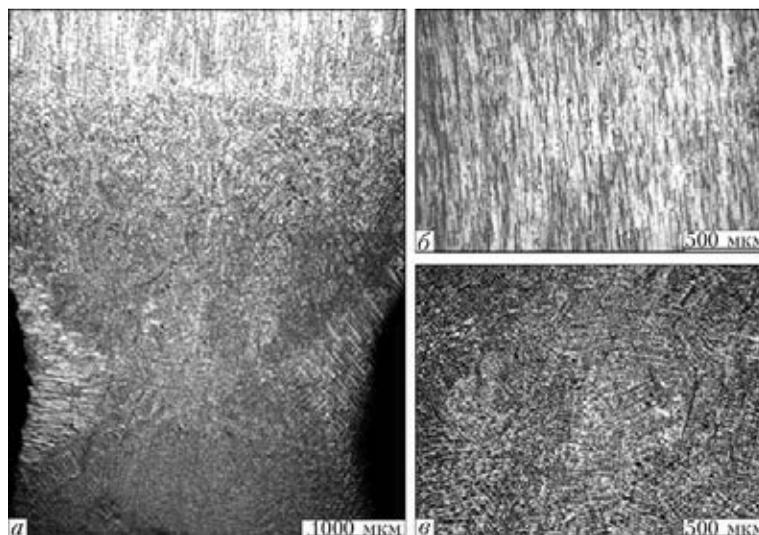


Рис. 10. Структура зоны предплавления и закристаллизовавшейся капли металла на торце электрода (*a*); микроструктуры исходного (деформированного) расходоуемого электрода ЭШП (*б*) и закристаллизовавшейся капли металла (*в*)

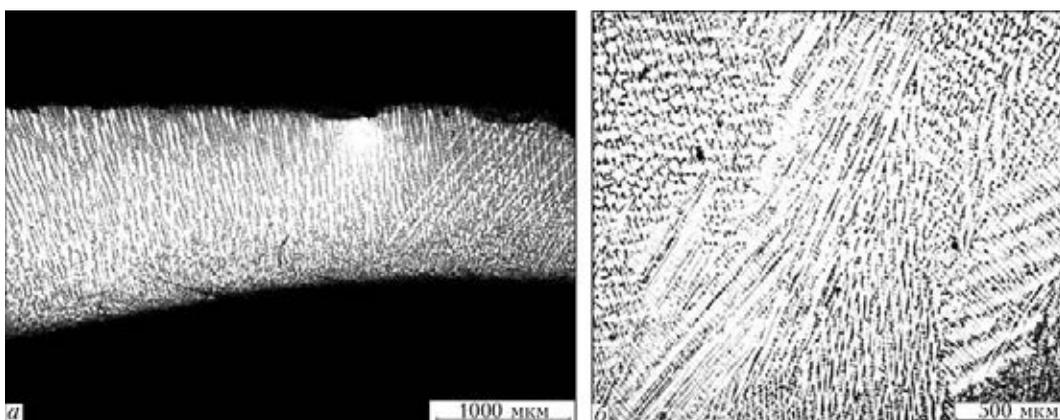


Рис. 11. Структура металла зафиксированной пробы типа «чашечка» при ЭШН ЖМ (а) и ее микроструктура (б)

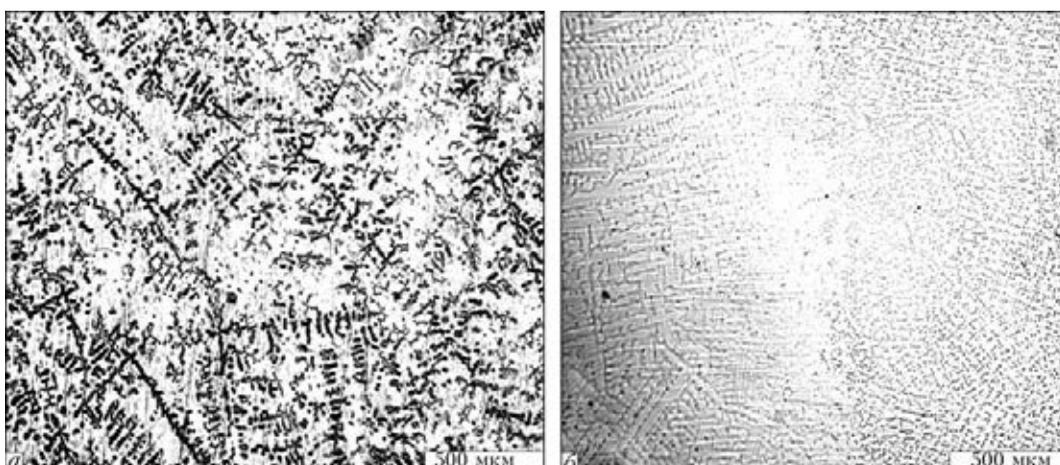


Рис. 12. Микроструктура литого металла слитков ЭШП (а) и ЭШН ЖМ (б)

Таблица 1. Взаимосвязь размеров неметаллических включений и дисперсности дендритной структуры

Объект исследований	Расстояние между вторичными ветвями дендритов, мкм	Размер неметаллических включений, мкм
Исходный (деформированный) расходимый электрод	–	2,2...20,0 16,0
Зона предплавления расходимого электрода	–	0,2...13 4
Капля металла, закристаллизовавшаяся на торце электрода в шлаке	7...25 17	0,3...1,3 1,2
Порция жидкого металла, зафиксированная на пробах типа «чашечка» из тигельковша при ЭШН ЖМ	9...35 22	0,4...2,5 1,8
Слиток ЭШП	33...152 126	1,9...8,5 5,0
Слиток ЭШН ЖМ	28...95 84	1,5...5,6 3

Примечание. В числителе приведен разбег значений, в знаменателе – среднее значение результатов примерно 100 измерений.

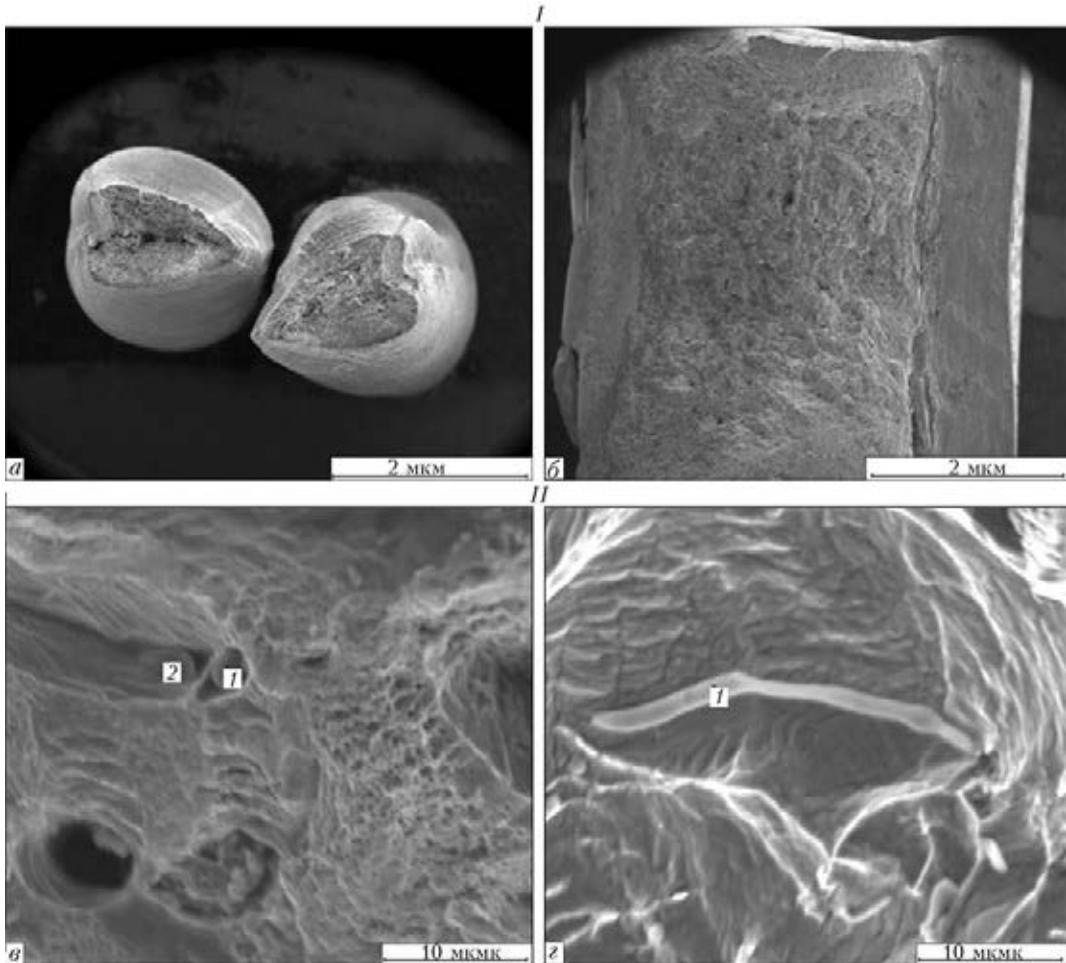
талла строчечная структура, которая в зоне предплавления переходит в закристаллизовавшейся капле жидкого металла на торце электрода в ярко выраженную дендритную структуру (рис. 10). В результате исследований установлено, что расстояние между вторичными ветвями дендритов в закристаллизовавшейся капле металла составляет 8...25 мкм.

В металле стенки зафиксированной технологической пробы жидкого металла типа «чашечка» при ЭШН ЖМ хорошо различимы светлые оси дендритов и темное междендритное пространство. Обнаружена разориентированная дендритная структура (рис. 11). Расстояния между вторичными ветвями дендритов в металле пробы типа «чашечка» составляет 9...35 мкм.

Микроструктура характерных участков образцов металла слитков ЭШП и ЭШН ЖМ представлена на рис. 12. Исследования показали, что расстояние между вторичными ветвями дендритов в слитке ЭШП составляет 96...152, а в слитке ЭШН ЖМ – 67...95 мкм.

В результате проведенных исследований получены следующие результаты (табл. 1).

Механические испытания литого металла слитков ЭШП и ЭШН ЖМ выполняли в соответствии с требованиями ГОСТ 1497–84 на сервогидравлической испытательной машине MTS 318.25 (США) с максимальным усилием 250 кН на кратковременное растяжение. Результаты обрабатывались при



Спектр	S	Cr	Mn	Fe	Ni
1	35,01	9,09	45,00	9,68	1,23
2	23,25	11,97	43,61	18,88	2,30

Спектр	S	Cr	Mn	Fe	Ni
1	36,51	6,56	48,63	7,30	1,01

Рис. 13. Макрофрактограммы (I) и фрактограммы (II) поверхностей изломов образцов после статического растяжения (а, в) и испытаний на ударный изгиб (б, д)

помощи программного обеспечения TestWorks4 фирмы «MTS». Погрешность полученных результатов составляла ±0,5 %, а согласно ГОСТ 1497–84 допускается до 1 %. Испытания на ударный изгиб проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 9454–78 на образцах с концентратором (острый надрез) посередине одним ударом маятникового копра на маятниковом пневматическом копре типа 2130-КМ-03 с номинальной потенциальной энергией маятника 300 Дж при температуре 20 °С. Результаты испытаний приведены в табл. 2.

По всем показателям свойства литого металла ЭШП и ЭШН ЖМ соответствуют требованиям, предъявляемым к деформируемому металлу согласно «Metals Handbook 9th edition» (American Society for Metals) [8].

В результате макро- и микрофрактографических исследований (рис. 13) поверхностей изломов образцов литого металла слитков ЭШП и ЭШН ЖМ

Таблица 2. Механические свойства литого металла ЭШП и ЭШН ЖМ (приведены средние значения)

Объект исследований	σ_b	σ_T	δ	ψ	KCV ⁺²⁰ Дж/см ³
	МПа		%		
Слиток ЭШП	433	194	43	56	197
Слиток ЭШН ЖМ	474	191	49	52	268

после испытаний на статическое растяжение и ударный изгиб установлено, что они волокнистые, со следами боковой утяжки. На изломах присутствуют мелкие фасетки, ямки и вырывы, на боковых гранях образовались скосы с шелковистой поверхностью. В целом фрактографический анализ показал вязкий характер разрушения [9].

**Выводы**

1. Установлено, что в металле слитков ЭШП и ЭШН ЖМ размер неметаллических включений составляет соответственно 1,9...8,5 и 1,5...5,6 мкм (в среднем 5 и 3 мкм), по своему химическому составу они идентичны и представлены в основном оксидами алюминия и сульфидами марганца. Выявлены также двухфазные включения — оксид алюминия-сульфид марганца.

2. В исходном деформированном металле средний размер неметаллических включений (преимущественно сульфидов марганца) составляет 16 мкм, при этом максимальный размер сульфидных строчек достигает 20 мкм.

3. При ЭШП в металле расходоуемого электрода по мере приближения его к плавильной шлаковой зоне происходит дробление и растворение сульфидных строчек, в зоне предплавления их средний размер составляет 4,0 мкм, а в закристаллизовавшейся капле металла на оплавленном торце электрода ЭШП они трансформируются до среднего размера 1,3 мкм. В металле закристаллизовавшейся пробы типа «чашечка», отобранного из металлического расплава тигля-ковша ЭШП, средний размер неметаллических включений равняется 1,8 мкм. При этом в металле как капли, так и пробы «чашечка» выявлены двухфазные неметаллические включения оксид алюминия-сульфид марганца.

4. Определена взаимосвязь размеров неметаллических включений в литом металле нержавеющей стали AISI типа 316 и дисперсности дендритной структуры, определяемой расстояниями между вторичными ветвями дендритов.

5. Установлено, что литой металл слитков ЭШП и ЭШН ЖМ диаметрами 350 и 180 мм по прочностным характеристикам находится на одном уровне и соответствует требованиям к деформированному

металлу «Metals Handbook 9th ed.» (American Society for Metals). При этом показано, что ударная вязкость KCV^{+20} литого металла ЭШН ЖМ составляет 268, а для слитка ЭШП — 197 Дж/см². Более высокие показатели ударной вязкости, очевидно, связаны с большей дисперсностью дендритной структуры металла ЭШН ЖМ.

6. Фрактографические исследования поверхности изломов образцов после испытаний свидетельствуют о вязком характере разрушения литого металла ЭШП и ЭШН ЖМ нержавеющей стали AISI типа 316.

1. Патон Б. Е., Медовар Б. И., Цыкуленко А. К. Металлургическое качество металла как основа его физико-механических и технологических свойств // Пробл. спец. электрометаллургии. — 1989. — № 2. — С. 3–8.
2. Медовар Б. И., Емельяненко Ю. Г., Тихонов В. А. Исследование процессов рафинирования при ЭШП электродов большого сечения // Рафинирующие переплавы — Киев: Наук. думка, 1974. — С. 3–5.
3. Новый технологический процесс получения сверхкрупных стальных слитков способом ЭШН ЖМ / Б. Е. Патон, Л. Б. Медовар, В. Я. Саенко и др. // Современ. электрометаллургия. — 2007. — № 1. — С. 3–7.
4. Пат. 94333 Украина, МПК В 22 Д 19/16; С 22 В 9/18. Спосіб виготовлення великотоннажного металевого зливка / Л. Б. Медовар, Г. П. Стовпченко, В. Я. Саенко та ін. — Опубл. 26.04.2011; Бюл. № 8.
5. ASTM A240/A240M. Specification for heat-resisting chromium and chromium-nickel stainless steel plate, sheet, and strip for pressure vessels. — New-York: American Society for Testing and Materials, 2003. — 14 p.
6. ASTM A480/A480M. General requirements for flat-rolled stainless and heat-resisting steel plate, sheet, and strip. — New-York: American Society for Testing and Materials, 2003. — 26 p.
7. Флеминг М. Процессы затвердевания / Пер. с англ. под ред. А. А. Жукова и Б. В. Рабиновича. — М.: Мир, 1977. — 424 с.
8. Metals Handbook 9th Edition. V. 3. Properties and selection stainless steels, tool materials, and special purpose metals. — New-York: American Society for Metals, 1980. — 882 p.
9. Феллоуза Дж. Фрактография и атлас фрактограмм: Справ. изд. / Пер. с англ. — М.: Металлургия, 1982. — 488 с.

The results of investigations are presented concerning the behavior of non-metallic inclusions in cast metal of stainless steel AISI of the type 316 produced using the method of electroslag remelting of consumable electrodes (ESR) and electroslag surfacing with applying liquid metal (ESS LM). Carried out was the complex analysis of non-metallic inclusions at all the stages of manufacture of ESR and ESS LM ingots - from the processing of initial metal up to formation of ready ingots; metallographic investigations; evaluation of dispersion of dendritic structure. The level of physical and mechanical properties of cast metal of ESR and ESS LM ingots of cast metal was evaluated. Fractographic investigations and analysis of non-metallic inclusions at the fracture surfaces and fractures of specimens after their tests on static tension and impact bending were performed. Ref. 9, Tables 2, Figures 13.

Key words: non-metallic inclusions; consumable material; consumable deformed electrode; liquid metal; ESR ingot; ESS LM ingot; drop of metal; sample of the «cup» type; dendritic structure; distances between secondary branches of dendrites; mechanical properties; tests on static tension and impact bending; fractographic investigations

Поступила 17.12.2013