

Даний винахід відноситься до способу подрібнення зерна сталі, зокрема, феритних і аустенітних сталей, сплаву для подрібнення зерна сталі і способу отримання сплаву для подрібнення зерна. Сплав призначений для регулювання розміру зерна в фасонних виливках і слябах, що йдуть на подальшу переробку до стандартної продукції (тобто листів, плит, труб, прутків, дроту або стрижнів).

Потреба в сталях з більш високими технологічними і експлуатаційними показниками, що мають оптимальну комбінацію властивостей, стає все більш гострою. Оскільки розмір зерна сталі визначає властивості, що отримуються, необхідні параметри властивостей можна отримати за допомогою створення відповідно підібраної мікроструктури.

Основним прикладом матеріалів, отриманих властивості яких залежать від характеристик мікроструктури, отриманої при твердінні, є свіжорозлиті сталі. При твердінні, як правило, неминуче розвивається структура з великих стовпчастих зерен, якщо перед фронтом твердіння відсутні місця потенційного гетерогенного зародкоутворення. При наявності ефективних затравкових кристалів безпосередньо в розплаві утворюються дрібні рівновісні зерна. У залежності від обставин, така структура з рівновісних зерен може повністю замінити характерне утворення стовпчастих зерен, що в свою чергу приводить до поліпшення ливарних якостей (наприклад, пластичність і стійкість до розтріскування в гарячому стані) завдяки меншому розміру зерна і зниженню проблем сегрегації по осевій лінії.

Досвід показав, що мікроструктури високолегованих сталей в стані після лиття абсолютно відрізняються від мікроструктур чистих вуглецево-марганцевих або низьколегованих сталей завдяки більш високому вмісту легуючих елементів і більш широкому діапазону хімічного складу. Звичайно спостерігаються чотири різних режими твердіння:

- утворення первинного фериту
- утворення первинного фериту, за яким слідує перитектичне перетворення в аустеніт
- утворення первинного фериту і аустеніту
- утворення первинного аустеніту.

Через відсутність подальших фазових перетворень в твердому стані існує особлива потреба в подрібненні зерна в повністю аустенітних або феритних сталях. У цей час не існує добавок, що серійно випускаються для подрібнення зерна сталі на відміну від чавуна і сплавів алюмінію, де такі засоби широко використовуються для подрібнення мікроструктури при твердінні.

Протягом останніх десятиріч було досягнуте значне поліпшення властивостей сталі за рахунок жорсткого контролю, хімічного складу, об'ємної частки і розподілу по розміру неметалічних включень. Це стало можливе завдяки введенню повторного процесу виробництва сталі як інтегрованого в технологічний маршрут етапу і використання передових технологій рафінування в ковші для розкислення і десульфурізації. Негативний вплив включень на властивості сталі зумовлений їх здатністю виступати як місця зародження мікропорожнин і крихкі тріщини в процесі експлуатації. Тому звичайно перевага віддається використанню чистих сталей з точки зору як в'язкості, так і межі втоми.

Не так давно був помічений і визнаний сприятливий вплив включень на поведінку твердофазового перетворення в сталі. Зокрема, було добре задокументоване явище міжкристалітного зародкоутворення голчастого фериту на включеннях в зварних металах з низьколегованої сталі, де найкращі властивості досягаються при підвищених рівнях кисню і сірки завдяки розвитку більш дрібнозернистої мікроструктури. Аналогічні спостереження були зроблені і для виробів з ковкої сталі, розкисленої титаном, хоча в сталеливарному виробництві існують більш жорсткі умови через ризик укрупнення включень і захоплення великих часток, які можуть виступати як ділянки зародження крихких тріщин. Через проблеми, пов'язані з контролем розподілу включень по розміру під час розкислення і розливання, концепція стимульованого включеннями феритного зародкоутворення ще не знайшла широкого застосування і в цей час вона обмежена деякими виробами з ковкої сталі, для яких особливу важливість представляє їх зварюваність.

Відомо, що включення грають важливу роль в розвитку мікроструктури при твердінні сталі, і було відмічено істотне зменшення розміру зерна в ряді систем, що включають в себе:

в розкислених алюмінієм-титаном низьколегованих сталях в результаті зародкоутворення дельта-фериту на включеннях оксиду/нітриду титана;

в розкислених алюмінієм-титаном феритних неіржавіючих сталях в результаті зародкоутворення дельта-фериту на включеннях, що містять оксид/нітрид титана;

в оброблених рідкоземельним металом (РЗМ) низьколегованих сталях в результаті зародкоутворення дельта-фериту на оксидах і сульфідах, що містять Ce/La;

в оброблених рідкоземельним металом (РЗМ) феритних неіржавіючих сталях в результаті зародкоутворення дельта-фериту на оксидах і сульфідах, що містять Ce/La;

в оброблених рідкоземельним металом (РЗМ) аустенітних неіржавіючих сталях в результаті зародкоутворення аустеніту на оксидах і сульфідах, що містять Ce/La.

У всіх випадках ефект подрібнення зерна пов'язаний зі здатністю включень виступати в ролі ефективних місць гетерогенного зародкоутворення, наприклад, за рахунок забезпечення малого розузгодження кристалічних решіток між основою і зародком. Експерименти показали, що для запуску процесу зародкоутворення потрібне переохолодження порядку 1°C, коли атомна невідповідність на межі розділу становить 5% або менше. Ця міра переохолодження досить мала, щоб стимулювати утворення рівноосної мікроструктури під час твердіння при умові, що чисельна щільність зародкоутворюючих включень перед межею розділу твердого/рідкого стану, що просувається перевищує певний поріг.

Існує серійне виробництво затравок на основі FeSi і сплавів для обробки ливарного чавуна, що звичайно використовуються в ливарному виробництві. Ці сплави містять збалансовані добавки сильних оксидоутворюючих і сульфідують елементів, таких як Ca, Al, Ce, La, Ba, Sr або Mg. Добре встановлене, що основна роль цих неосновних елементів полягає в тому, щоб модифікувати хімічний склад і кристалічну структуру існуючих включень в рідкому чавуні і тим самим сприяти утворенню графіту під час твердіння. Це протікає як процес гетерогенного зародкоутворення, аналогічний процесу, задокументованому

для зародкоутворення зерен в сталі.

Експерименти показали, що низьковуглецеві (НВ) FeCr і FeMn, отримані звичайними методами розливання, мають характерний розподіл оксидів і сульфідів, причому перша група має найбільше значення. Ці системи мають високу розчинність кисню в рідкому стані (близько 0,5мас.% O або вище), причому включення утворюються як до операції розливання, так і під час неї внаслідок реакцій між O і S і Cr, Si і Mn, що містяться в сплавах. Однак оскільки при звичайному литті в піщані форми охолодження відбувається з низькою швидкістю, виходить вельми грубий розподіл оксидних і сульфідних включень Cr_2O_3 , SiO_2 , MnO або MnS по розмірах. Типово, розмір включень в промислових НВ FeCr і FeMn складає від 10 до 50мкм, що робить такі сплави непридатними для подрібнення зерна сталі.

Контрольовані лабораторні експерименти показали, що додання таких сильних оксидуючих і сульфідуючих елементів, як Se, в рідкий оплав на залізній основі приводить до утворення Se_2O_3 і SeS . Ці включення аналогічні включенням, що спостерігаються в сталях, оброблених рідкоземельними металами, і в обох випадках досягається екстенсивне подрібнення зерна. Початковий розмір включень, отриманих за допомогою цього відомого методу легування, складає від 1 до 4мкм. Однак після додання Se згодом відбувається поступове укрупнення популяції включень, і якщо не зробити швидкого охолодження розплаву після цього, то включення виростуть великими і, зрештою, згубно позначаться на механічних властивостях. Тому реальна проблема полягає в тому, щоб утворити або ввести дрібні неметалічні включення в рідку сталь, які можуть виступати як місця гетерогенного зародкоутворення для різних типів мікроструктур під час твердіння і в твердому стані (наприклад, ферит або аустеніт) без збитку для результативної ударної в'язкості або стійкості до формування тріщин. На практиці цього можна досягнути за допомогою нового методу легування, заснованого на додаванні спеціально розроблених подрібнюючих зерно сплавів в рідку сталь, в які введені необхідні реагенти або затравкові кристали.

В основу даного винаходу поставлена задача створення способу подрібнення зерна сталей, зокрема, феритних і аустенітних сталей, шляхом додання певних подрібнюючих зерно сплавів в розплавлену сталь перед розливанням або під час нього, створення подрібнюючого зерно сплаву, що використовується для подрібнення зерна таких сталей, і створення способу отримання подрібнюючого зерно сплаву.

Таким чином, згідно з першим аспектом даного винаходу, запропонований спосіб подрібнення зерна сталі, зокрема, феритних і аустенітних сталей, який відрізняється тим, що подрібнюючий зерно сплав, що має склад $FeXY$, де X - один або декілька елементів, вибраних з групи, що складається з Cr, Mn, Si, Ni і Mo, і де Y - один або декілька оксидуючих і/або сульфідуючих і/або нітридоутворюючих і/або карбідоутворюючих елементів, вибраних з групи, що складається з Se, La, Nd, Pr, Ti, Al, Zr, Ca, Ba, Sr, Mg, C і N, де X складає від 0,001 до 99мас.% від маси сплаву, а Y складає від 0,001 до 50мас.% від маси сплаву, і згаданий сплав додатково містить від 0,001 до 2мас.% кисню і/або від 0,001 до 2мас.% сірки, причому згаданий сплав містить, щонайменше, 10^3 часток включень на mm^3 , що складаються з оксидів і/або сульфідів і/або карбідів і/або нітридів Одного або декількох елементів Y і/або одного або декількох елементів X-Cr, Mn і Si, крім Fe, і частки включень мають середній діаметр менше, ніж 10мкм, додають ц розплавлену сталь в кількості від 0,01 до 5мас.% от маси сталі, після чого здійснюють розливання сталі.

Згідно з переважним варіантом здійснення винаходу сплав $FeXY$, що додається в розплавлену сталь, містить, щонайменше, 1мас.% елементів X.

Згідно з іншим переважним варіантом здійснення винаходу сплав $FeXY$, що додається в розплавлену сталь, містить 5-50мас.% Fe, 20-94мас.% елементів X, і 0,01-30мас.% елементів Y. Вміст кисню і/або сірки, переважно, складає від 0,01 до 1мас.% від маси сплаву.

Згідно з наступним переважним варіантом здійснення винаходу подрібнюючий зерно сплав, що додається в розплавлену сталь, містить, щонайменше, 10^5 часток включень на mm^3 , причому середній діаметр включень менше, ніж 2мкм.

Згідно з ще одним переважним варіантом здійснення винаходу подрібнюючий зерно сплав додають в розплавлену сталь в кількості від 0,1 до 1,5мас.% від маси сталі.

Для досягнення найкращих результатів, тобто створення або введення в розплав сталі дрібних включень, які можуть служити місцями гетерогенного зародкоутворення для різних мікроструктур при подальшій обробці сталі, важливо, щоб рідка сталь була відповідно оброблена з використанням одного або декількох подрібнюючих зерно сплавів, які додаються послідовно для досягнення максимального ефекту подрібнення зерна. Тому подрібнюючий зерно сплав додають в розплавлену сталь в ковші, проміжному пристрої і/або безпосередньо перед розливанням або під час нього, або безпосередньо в ливарну форму первинного розкислення сталі. Коли подрібнюючий зерно сплав додають в розплавлену сталь в ковші або в проміжному пристрої, переважно додавати його в подрібненому вигляді з розміром часток 0,2-20мм, переважно 0,5-5мм. Коли подрібнюючий зерно сплав, що містить тонкий розподіл дрібних включень згідно з даним винаходом, додають в розплавлену сталь в ливарній формі, переважно, щоб сплав додавався у вигляді порожнистого дроту, що вводиться в сталь безперервно з регульованою швидкістю. Для забезпечення максимального ефекту подрібнення зерна порожнистий дріт потрібно вводити на останньому етапі перед розливанням, тобто після будь-якого регулювання хімічного складу сталі і інших підготовчих етапів типу розкислення, попередніх додавань подрібнюючого зерно сплаву або т.п.

Було підтверджено, що запропонований спосіб дозволяє утворити або ввести в розплавлену сталь велику кількість дуже дрібних часток оксидних і/або сульфідних і/або нітридних і/або карбідних включень. Ці частки включень можуть виступати як активні місця зародкоутворення під час подальшого твердіння, на яких нові зерна епітаксially ростуть доти, поки вони не зіткнуться зі стовпчастими кристалами, перешкоджаючи їх зростанню. Це приводить до утворення більш широкій рівноосної зони із зернами меншого розміру і/або більш короткою відстанню між осями дендрита в сталі в стані після лиття (в свіжорозлитій сталі). Було також виявлено, що частки включень, утворені або введені в сталь за допомогою подрібнюючих зерно сплавів, впливають на еволюцію мікроструктури в твердому стані, впливаючи на поведінку рекристалізації сталі і зростання зерна, і/або сприяючи міжкристалітному зародкоутворенню фериту або аустеніту. Це приводить до

додаткового подрібнення зерна під час термомеханічної обробки і зварювання сталей, зокрема, в тих марках сталі, в яких відбувається подальше перетворення в твердому стані.

Згідно з другим аспектом даного винаходу, запропонований сплав для подрібнення зерен сталі, зокрема, феритних і аустенітних сталей, який відрізняється тим, що подрібнюючий зерно сплав має склад $FeXY$, де X - один або декілька елементів, вибраних з групи, що складається з Cr , Mn , Si , Ni і Mo , і де Y - один або декілька оксидоутворюючих і/або сульфідоутворюючих і/або нітридоутворюючих і/або карбідоутворюючих елементів, вибраних з групи, що складається з Ce , La , Nd , Pr , Ti , Al , Zr , Ca , Ba , Sr , Mg , C і N , де X складає від 0,001 до 99мас.% від маси сплаву, а Y складає від 0,001 до 50 мас.% від маси сплаву, і згаданий сплав додатково містить від 0,001 до 2мас.% кисню і/або від 0,001 до 2мас.% сірки, причому згаданий сплав містить, щонайменше, 10^3 часток включень на mm^3 , що складаються з оксидів і/або сульфідів і/або карбідів і/або нітридів одного або декількох елементів Y і/або одного або декількох елементів $X-Cr$, Mn і Si , крім Fe , і частки включень мають середній діаметр менше, ніж 10мкм.

Згідно з переважним варіантом здійснення винаходу подрібнюючий зерно сплав містить, щонайменше, 1мас.% елементів X .

Згідно з іншим переважним варіантом здійснення винаходу подрібнюючий зерно сплав містить 5-50мас.% Fe , 20-94мас.% елементів X , і 0,01-30мас.% елементів Y . Вміст кисню і/або сірки, переважно, складає від 0,01 до 1мас.% від маси сплаву.

Згідно з наступним переважним варіантом здійснення винаходу подрібнюючий зерно сплав містить, щонайменше, 10^5 часток включень на mm^3 , причому середній діаметр включень менше, ніж 2мкм.

Подрібнюючий зерно сплав згідно з даним винаходом, що містить необхідні компоненти і що має необхідний розподіл включень по розміру, подрібнюють і просівають до розміру часток 0,2-20мм, перш ніж використати його як подрібнюючу зерно добавку. Подрібнюючий зерно сплав додають в сталь або в подрібненому вигляді, або у вигляді порожнистого дроту, причому порожнистий дріт, що містить подрібнюючий зерно сплав, отримують звичайним шляхом. Порожнистий дріт має, відповідно, відрегульований розподіл подрібнених часток по розміру для отримання необхідних характеристик щільності розташування і розчинення для подальшого додання в ливарну форму. При необхідності, можна механічно або хімічно змішати сполуки, що містять сульфід і/або оксид з подрібненою добавкою, для подрібнення зерна і ввести в рідку сталь за допомогою порожнистого дроту.

Шляхом вибору відповідної комбінації елементів X і Y в подрібнюючому зерно сплаві і здійснення суворого контролю хімічного складу включень, чисельної щільності і розподілу по розміру можна отримати подрібнюючий зерно сплав для будь-якого хімічного складу сталі. Отже, запропонований подрібнюючий зерно сплав володіє великою гнучкістю і може, зокрема, шляхом вибору елементів X в сплаві, використовуватися для отримання сталі з дрібним зерном, що має правильну кількість легуючих елементів, тобто для конкретної сталі.

Згідно з третім аспектом даного винаходу запропонований спосіб отримання подрібнюючого зерно сплаву для сталі, відрізняється тим, що забезпечують розплавлений сплав FeX , де X - один або декілька елементів, вибраних з групи, що складається з Cr , Mn , Si , Ni , і Mo в кількості від 0,001 до 99мас.% сплаву FeX , інше, крім домішок, складає Fe ;

забезпечують сплав $FeXY$ в розплавленому або твердому подрібненому стані, де X - один або декілька елементів, вибраних з групи, що складається з Cr , Mn , Si , Ni і Mo , в кількості від 0,001 до 99мас.% сплаву $FeXY$, і де Y - один або декілька елементів, вибраних з групи, що складається з Ce , La , Nd , Pr , Ti , Al , Zr , Ca , Ba , Sr , Mg , C і N , в кількості від 0,001 до 90мас.% сплаву $FeXY$;

додають, при необхідності, оксид і/або утримуючу сірку сполуку в розплавлений сплав FeX для отримання від 0,002 до 4мас.% O і/або від 0,002 до 4мас.% S , розчинених в розплавленому сплаві;

змішують розплавлений сплав FeX і розплавлений або твердий сплав $FeXY$ в таких кількостях, щоб отримати в результаті розплавлений сплав, що складається з 0,001-99мас.% одного або декількох елементів, вибраних з групи, що складається з Fe , Cr , Mn , Si , Ni і Mo , 0,001-50мас.% одного або декількох елементів, вибраних з групи, що складається з Ce , La , Nd , Pr , Ti , Al , Zr , Ca , Ba , Sr , Mg , C і N , 0,001-2мас.% O і/або 0,001-2мас.% S , інше - домішки, і твердіють отриманий розплавлений сплав шляхом розливання або різкого охолодження для утворення твердого сплаву, що має, щонайменше, 10^3 часток включень на mm^3 , що складаються з оксидів і/або сульфідів і/або карбідів і/або нітридів одного або декількох елементів Y і/або одного або декількох елементів $X-Cr$, Mn і Si , крім Fe , причому середній діаметр часток включень складає менш, ніж 10мкм.

Згідно з переважним варіантом здійснення винаходу, розплавлений сплав FeX і розплавлений сплав $FeXY$ нагрівають до температури, щонайменше, на 50°C вище їх температур плавлення перед тим, як змішувати розплавлений сплав FeX і розплавлений сплав $FeXY$.

Згідно з іншим варіантом здійснення винаходу, розплавлений сплав FeX нагрівають до температури, щонайменше, на 50°C вище його температури плавлення перед тим, як змішувати твердий подрібнений сплав $FeXY$ з розплавленим сплавом FeX .

Згідно з наступним переважним варіантом здійснення винаходу змішування розплавленого сплаву FeX і розплавленого сплаву $FeXY$ здійснюють шляхом одночасного розливання двох розплавів таким чином, щоб привести обидва розплави в тісний контакт один з одним.

Згідно з ще одним варіантом здійснення винаходу розливання і змішування двох розплавів здійснюють всередині закритої камери.

Згідно з наступним варіантом здійснення винаходу отриманий розплавлений сплав відразу після змішування двох розплавів переважано зберігають в окремий ківш зберігання (для тимчасового зберігання рідкого металу), щоб сприяти фазовому розділенню шлак/метал і для видалення будь-яких великих включень до розливання або різкого охолодження розплаву.

Розливання або різке охолодження можна здійснювати з використанням форми, водоохолоджувального мідного холодильника, або ливарного конвеєра, шляхом водяної грануляції, водяного розпилення, газового

розпилення або за допомогою інших звичайних засобів швидкого охолодження.

Досвід показав, що можна отримати дрібний розподіл оксидів і/або сульфідів і/або нітридів і/або карбідів, що містять елементи Y і/або один або декілька елементів X-Cr, Mn і Si, крім Fe, шляхом регулювання швидкості охолодження сплаву перед і під час твердіння. Наприклад, за допомогою відповідної процедури змішування, роздівання і/або різкого охолодження розплаву можна отримати до більше за 10^7 часток включень на мм^3 або в подрібнюючому зерно сплаві, виготовленому згідно з даним винаходом.

Надалі будуть описані деякі переважні варіанти, здійснення даного винаходу.

Приклад 1

Виготовлення подрібнюючих зерно сплавів

За допомогою запропонованого способу було виготовлено два різних подрібнюючих зерно сплавів.

Подрібнююча зерно добавка 1

Перший подрібнюючий зерно сплав, названий подрібнюючою зерно добавкою 1, був отриманий таким чином:

Сплав на основі Fe-Cr, що містить приблизно 65мас.% Cr, 0,05мас.% C, 0,5мас.% Si і 0,01мас.% S, розплавляли в індукційній печі, використовуючи тигель з MgO. Розплав перегріли до близько 1700°C , що приблизно на 50°C вище за температуру ліквідусу сплаву. Потім в розплав послідовно додали багато кремнієм і церієм джерело в подрібненому вигляді для отримання нового рідкого сплаву Fe-Cr-Si-Ce. Цей сплав потім різко охолодили в графітовій формі, подрібнили і просіяли для отримання часток розміром 0,5-4мм. Аналіз просіяного матеріалу дав наступні результати: 33,9мас.% Cr, 15,8мас.% Si, 8,5мас.% Ce, 1,18мас.% C, 0,37мас.% O і 0,002мас.% S, інше Fe і інші домішки. Крім того, подальші дослідження просіяного матеріалу в оптичному і скануючому електронному мікроскопі (СЕМ) показали наявність дуплексної мікроструктури, що складається з однієї фази, багатої Cr, Si і Fe, і однієї фази, багатої Ce, Si і Fe. У той же самий час в матриці були присутніми багатогранні неметалічні включення, що містять Si, Mg і Al, із середнім розміром близько 5мкм і локальною чисельною щільністю вище за 10^3 часток на мм^3 .

Подрібнююча зерно добавка 2

Другий подрібнюючий зерно сплав, названий подрібнюючою зерно добавкою 2, виготовили таким чином:

Сплав на основі Fe-Cr, що містить приблизно 65мас.% Cr, 0,05мас.% C, 0,5мас.% Si і 0,01мас.% S, розплавляли в індукційній печі, використовуючи тигель з MgO. Розплав перегріли до близько 1700°C , що приблизно на 50°C вище за температуру ліквідусу сплаву. Потім в рідкий розплав додали оксид заліза для досягнення насичення киснем і утворення оксиду хрому, що зароджується. Другий сплав Fe-Cr-Si-Ce розплавляли паралельно в іншій індукційній печі. Другий сплав перегріли до температури, що перевершує більш, ніж на 100°C , температуру ліквідусу цього сплаву. Потім ці два розплави змішали шляхом заливки рідкого Сплаву Fe-Cr-Si-Ce в рідкий, насичений киснем сплав Fe-Cr. Після перемішування отриманий розплавлений сплав різко охолодили в графітовій формі, подрібнили і просіяли для отримання часток розміром 0,25-2мм. Аналіз твердої нижньої частини матеріалу в стані після лиття дав наступні результати: 52,7мас.% Cr, 6,7мас.% Si, 0,85мас.% Ce, 0,66мас.% C, 0,05мас.% O, інше Fe і інші домішки. Крім того, подальші дослідження отриманого подрібнюючого зерно сплаву в оптичному і скануючому електронному мікроскопі (СЕМ) показали наявність багатогранних включень, багатих TiN і Ce, впроваджених в матрицю, із середнім розміром менш, ніж 2мкм, і чисельною щільністю, яка локально перевершувала 10^7 часток на мм^3 . Таким чином, використовуючи два розплави - один, насичений киснем, і один, що містить реактивні елементи, шляхом змішування розплавів і різкого охолодження змішаних розплавів можна приготувати подрібнюючий зерно сплав, що має необхідний хімічний склад, кристалічну структуру, розподіл по розміру і чисельну щільність часток включень.

Приклад 2

Зменшення розміру зерна сталі

Сталі, що використовуються при подрібненні зерна в прикладі 2, приблизно відповідали дуплексному (аустенітно-феритному) варіанту AISI 329 (або DIN 1.4460), що має наступний діапазон хімічного складу: 25-28мас.% Cr, 4,5-6,5мас.% Ni, 1,3-2,0мас.% Mo, макс. 2,0мас.% Mn, макс. 1,0мас.% Si, макс. 0,03мас.% S, макс. 0,04мас.% P і макс. 0,1мас.% C. Завантаження вагою близько 800кг приготували шляхом індукційної плавки відповідного скрапового матеріалу, який потім легували хромом, нікелем і молібденом для отримання приведенного вище цільового хімічного складу. Температура рідкої сталі становила $1580-1590^\circ\text{C}$.

Контрольне стальне відливання (згідно з рівнем техніки).

Контрольне відливання виготовляли шляхом розливання близько 100кг рідкої сталі з індукційної печі в окремий ківш зберігання (рідкого металу). Під час цієї операції в розплавлену сталь додали 0,5кг FeSi з метою розкислення. Після короткого періоду витримки 30кг розплаву залили в піщану форму для отримання фасонної відливки з наступними розмірами поперечного перерізу: висота 25мм, найменша ширина 25мм, найбільша ширина 30мм. Після твердіння і подальшого охолодження до кімнатної температури стальну відливку очистили і піддали термообробці при 1000°C протягом 30хвилин в печі, щоб краще визначити мікроструктуру в стані після лиття. Аналіз хімічного складу сталі дав наступний результат: 24,7мас.% Cr, 6,0мас.% Ni, 1,7мас.% Mo, 0,90мас.% Mn, 1,11мас.% Si, 0,003мас.% S, 0,024мас.% P, 0,07мас.% C, 0,01мас.% Al, 0,01мас.% Ti, <1,001мас.% Ce, 0,063мас.% N і 0,024мас.% O. Потім застосували стандартні металографічні методи для визначення отриманої зернистої структури в поперечному перерізі відливки. Ця процедура включала в себе різання, шліфування, поліровку і травлення в складі Vilella (5мл HCl+1г пікринової кислоти + 100мл етанолу). Дослідження в оптичному мікроскопі показали наявність стовпчастих зерен на поверхні і великих рівновісних зерен всередині відливки із середнім розміром зерна більше 2мм. Крім того, подальше дослідження контрольної сталі в скануючому електронному мікроскопі (СЕМ) показало, що включеннями були силікати марганцю, що містять невеликі кількості алюмінію і сірки (можливо, у вигляді MnS). Середній розмір цих включень був 2,9мкм, а розрахована чисельна щільність включень складала близько 10^5 на мм^3 .

Стальна відливка, що зазнала подрібнення зерна згідно з винаходом.

Стальну відливку виготовили шляхом заливки близько 100кг рідкої сталі з індукційної печі в окремий ківш зберігання (рідкого металу). Під час цієї операції додали послідовно 0,5кг FeSi і 1,8кг експериментальної подрібнюючої зерно добавки 1 з метою розкислення і отримання необхідних включень, відповідно. Після короткої витримки 30кг розплав залили в піщану форму для отримання фасонної відливки з наступними розмірами поперечного перерізу: висота 25мм, s найменша ширина 25мм, найбільша ширина 30мм. Після твердіння і подальшого охолодження до кімнатної температури стальну відливку очистили і піддали термообробці при 1000°C протягом 30 хвилин в печі, щоб краще визначити мікроструктуру в стані після лиття. Аналіз хімічного складу сталі дав наступні результати: 24,8мас.% Cr, 5,9мас.% Ni, 1,7мас.% Mo, 0,92мас.% Mn, 1,44мас.% Si, 0,002мас.% S, 0,024мас.% P, 0,079мас.% C, 0,01мас.% Al, 0,01мас.% Ti, 0,08мас.% Ce, 0,067мас.% N і 0,028мас.% O. Потім використали стандартні Металографічні методи для визначення отриманої зернистої структури в її поперечному перерізі відливки. Ця процедура включала в себе різання, шліфування, поліровку і травлення в складі Vilella (5мл HCl+1г пікринової кислоти +100мл етанолу). Дослідження в оптичному мікроскопі не показали наявності стовпчастих зерен поблизу поверхні, а дрібні рівновісні зерна всередині відливки мали середній розмір зерна від 0,4 до 0,5мм. Найбільший розмір зерна складав близько 1мм. Крім того, подальше вивчення експериментальної сталі в скануючому електронному мікроскопі (СЕМ) показало, що включеннями були багатогранні оксиди на основі Ce, що містять невелику кількість кремнію. Деякі з цих включень мали форму великих скупчень. Середній розмір всіх включень був 2,3мкм, а обчислена чисельна щільність включень складала близько 2×10^5 на мм^3 . Присутність цих включень оксиду на основі Ce, що утворилася в рідкій сталі внаслідок додання подрібнюючої зерно добавки 1, створює сприятливі умови для зародкоутворення і зростання фериту під час твердіння і подальшого охолодження в твердому стані.

Приклад 3

Подрібнення зерна сталюого злитка, призначеного для операцій кування Сталі, використані в цих експериментах по подрібненню зерна, відповідають повністю аустенітній неіржавіючій сталі варіант 254 SMO (або DIN 1.4547), що має наступний діапазон по хімічному складу: 19,5-20,5мас.% Cr, 17,5-38,5мас.% Ni, 6,0-7,0мас.% Mo, макс. 1,0мас.% Mn, макс. 0,7мас.% Si, макс. 0,010мас.% S, макс. 0,030мас.% P і макс. 0,02мас.% C. Дві різних садки (плавки), кожна з яких містила близько 5 тонн рідкої сталі, приготували в конвертері AOD з використанням відповідних завантажувальних матеріалів. Після перевантаження розплав в ківш для короточасного зберігання рідкого металу його температура складала близько 1590°C.

Контрольний сталюий злиток (згідно з рівнем техніки).

Тверді прутки з мишметалу додавали в рідку сталь в сталерозливному ковші ж останній етап попередньої підготовки. Незабаром після цього сталь розливали в чавунну форму, використовуючи звичайну установку для сифонного розливання. Загальна вага злитка була 3,4 тонни, а розміри були наступними: висота 2050мм, поперечний переріз вгорі 540х540мм, поперечний переріз внизу 450х450 мм. Після заповнення форми рідкою сталлю зверху злитка додали екзотермічний порошок для зменшення утворення усадкових раковин. Аналіз хімічного складу ступі дав наступні результати: 20,1мас.% Cr, 17,6мас.% Ni, 6,2мас.% Mo, 0,49мас.% Mn, 0,54мас.% Si, 0,001мас.% S, 0,022мас.% P, 0,03мас.% C, 0,01мас.% Al, 0,01мас.% Ti, 0,01мас.% Ce, 0,005мас.% La, 0,19мас.% N і 0,005мас.% O. Після затвердіння і подальшого охолодження до кімнатної температури сталюий злиток розрізали на відстані близько 500мм від верхньої частини відливки. Металографічні зразки були взяті в трьох різних положеннях по довгій осі злитка на цій висоті, тобто на поверхні, на відстані 70мм від поверхні і в центрі. Потім застосували стандартні металографічні методи для визначення отриманого розміру зерна і дендритної структури в цих місцях. Зокрема, дана процедура включала шліфування, поліровку і травлення в складі Vilella (5мл HCl+3г пікринової кислоти + 100мл етанолу). Дослідження в оптичному мікроскопі не показали наявності зони швидкого охолодження поблизу поверхні злитка. У положенні на відстані 70мм від поверхні можна було помітити великі рівновісні зерна з відповідною великою дендритною субструктурою. Мікроструктура, отримана при твердінні, поступово укрупнювалася у напрямі до центра злитка. Крім того, подальші дослідження контрольної сталі в скануючому електронному мікроскопі (СЕМ) показали, що включення являли собою частки оксиду на основі La-Ce зі середнім розміром близько 2,8мкм, а обчислена чисельна щільність включень складала близько 10^5 на мм^3 .

Сталюий злиток, що зазнав подрібнення зерна згідно з винаходом.

У цьому випадку замість додання мишметалу в сталерозливальний ківш додали 3,5кг подрібнюючої зерно добавки 1 на тонну рідкої сталі як остання підготовча стадія. Незабаром після цього сталь розлили в чавунну форму, використовуючи звичайну установку для сифонного розливання. Загальна вага злитка була 3,4 тонни, а розміри були наступними: висота 2050мм, поперечний переріз вгорі 540х540мм, поперечний переріз внизу 450х450мм. Після заповнення форми рідкою сталлю зверху додали екзотермічний порошок, щоб мінімізувати утворення усадкових раковин. Аналіз хімічного складу сталі дав наступні результати: 20,2мас.% Cr, 37,7мас.% Ni, 6,1мас.% Mo, 0,58мас.% Mn, 0,39мас.% Si, 0,001мас.% S, 0,025мас.% P, 0,02мас.% C, 0,01мас.% Al, 0,01мас.% Ti, 0,01мас.% Ce, <0,001мас.% La, 0,21мас.% N і 0,01мас.% O. Після затвердіння і подальшого охолодження до кімнатної температури сталюий злиток розрізали на відстані близько 500мм від верхньої частини відливання. Металографічні зразки були взяті в трьох різних положеннях по довгій осі злитка на цій висоті, а саме: на поверхні, на відстані 70мм від поверхні і в центрі. Потім використали стандартні металографічні методи для визначення отриманого розміру зерна і дендритної структури в цих положеннях. Зокрема, процедура включала шліфування, поліровку і травлення в складі Vilella (5мл HCl+1г пікринової кислоти + 100мл етанолу). Дослідження в оптичному мікроскопі показали надзвичайно дрібний розмір зерна в зоні швидкого охолодження, а саме від 0,05 до 0,1мм в середньому, з яких найбільш великі стовпчасти кристали росли Всередину злитка. На відстані 70мм від поверхні спостерігалися тільки великі рівновісні зерна. Однак кожне з цих зерен складалося з дуже тонко замаскованої сітки дендритів, в якій відстань між осями дендрита була приблизно утричі менше, ніж та, що спостерігається в контрольному сталюому злитку, обробленому мишметалом. Також, в центрі відливки ефект зменшення зерна був, по суті, порівнянний з контрольним злитком, і в цьому положенні відстань між осями дендрита була приблизно вдвічі менше в

стальному злитку, що зазнав зменшення зерна згідно з даним винаходом. Крім того, подальше вивчення сталі, що зазнала подрібнення зерна в скануючому електронному мікроскопі (СЕМ) показало, що включеннями були багатогранні частки оксиду на основі Ce-Al зі середнім розміром близько $2,7\text{ мкм}$ і обчислена чисельна щільність включень складала близько 2×10^5 на мм^3 . Помічена зміна мікроструктури, що утворилася при твердінні, викликана доданням подрібнюючої зерно добавки 1 замість мишметала, зумовлена утворенням багатогранних часток оксиду на основі Ce-Al в експериментальному сталюму злитку. Ці частки оксиду створюють сприятливі умови для зародкоутворення і зростання аустеніту під час твердіння і подальшого охолодження в твердому стані.