

Нечайкина Татьяна Анатольевна

**СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО И
РАДИАЦИОННОСТОЙКОГО ТРЕХСЛОЙНОГО МАТЕРИАЛА НА
ОСНОВЕ ВАНАДИЕВОГО СПЛАВА С ПОКРЫТИЕМ ИЗ
КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ**

Специальность 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» Министерства образования и науки Российской Федерации.

Научный руководитель:

Никулин Сергей Анатольевич

доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой металловедения и физики прочности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Официальные оппоненты:

Калин Борис Александрович

доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой физических проблем материаловедения, Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Заводчиков Александр Сергеевич

кандидат технических наук, старший научный сотрудник, Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара (АО «ВНИИНМ»)

Ведущая организация:

Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова

Защита диссертации состоится «16» июня 2016 г. в 15³⁰ ч на заседании Диссертационного Совета Д 212.132.08 Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, в аудитории А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», www.misis.ru.

Автореферат разослан _____

Ученый секретарь диссертационного совета Д 212.132.08, проф., д.ф-м.н.

С.И. Мухин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Современная атомная и тепловая энергетика требуют создания новых конструкционных материалов (КМ), обладающих высокой жаропрочностью, радиационной и коррозионной стойкостью, обеспечивающих возможность создания новых высокоэффективных энергетических установок со сверхвысокими параметрами эксплуатации.

Существующие и применяемые в настоящее время материалы имеют ограничения по ряду характеристик и не позволяют максимально полно реализовать возможности энергетических установок нового поколения. Так, материал оболочек твэлов и других ответственных элементов активной зоны реакторов на быстрых нейтронах (БР) нового поколения для работы в режиме замкнутого ядерного топливного цикла (ЗЯТЦ) должен обеспечить их надежную и безопасную эксплуатацию при максимальном выгорании топлива до 20 % тяжелых атомов, повреждающей дозе до 180 – 200 сна, температурах 370 – 700 °С и иметь предел длительной прочности $\sigma_{10000}^{600} \geq 100$ МПа.

Поэтому создание нового материала, одновременно обладающего высокой жаропрочностью, радиационной и коррозионной стойкостью, является актуальным.

Перспективными КМ энергетических установок для работы при температурах до 800 °С являются сплавы на основе ванадия системы V-Ti-Cr, как материалы, в наибольшей степени удовлетворяющие требованиям высокой жаропрочности и радиационной стойкости. По сравнению с применяемыми в настоящее время для изготовления элементов активных зон БР сталями аустенитного и феррито-мартенситного классов, сплавы системы V-Ti-Cr имеют более высокую прочность при температурах до 800 °С, низкий уровень наведенной активности и быстрый ее спад, высокое значение параметра термостойкости, высокую радиационную стойкость, отсутствие высокотемпературного охрупчивания и распухания. Однако, сдерживающим фактором использования сплавов ванадия в качестве КМ является их охрупчивание при взаимодействии с кислородом и азотом, растворимость которых в ванадии высокая при температурах выше 400 °С.

Поэтому для использования в качестве КМ энергетических установок ванадиевого сплава системы V-Ti-Cr необходима его защита с поверхности коррозионностойкими материалами, например, высокохромистой ферритной сталью. В таком многослойном материале жаропрочность и радиационная стойкость будут обеспечены ванадиевым сплавом, а коррозионная стойкость – стальным покрытием. На момент начала данной работы такого трехслойного материала на основе ванадиевых сплавов не существовало.

Актуальность диссертационной работы подтверждается её выполнением в рамках контрактов НИТУ «МИСиС» с предприятиями Госкорпорации «Росатом» и Топливной компании «ТВЭЛ» по направлениям, определенным ФЦП «Развитие атомного энергопромышленного комплекса России на 2007-2010 годы и на перспективу до 2015 года» (Госконтракт №Н.4ф.45.90.11.1121 от 06 апреля 2011 года) и ФЦП Министерства образования и науки Российской Федерации «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (Грант № 14.132.21.1742 от 06 сентября 2012г. и Госконтракт № 16.516.11.6076 от 28.04.2011 г.); а также проект № 3.3267.2011 «Создание и исследование многослойных конструкционных материалов для ответственных элементов энергетических установок нового поколения» (в рамках Госзадания Министерства образования и науки Российской Федерации в 2012 году и в плановом периоде 2013 и 2014 годов).

Цель диссертационной работы: создание трехслойного материала на основе жаропрочного ванадиевого сплава V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr, защищенного с поверхности коррозионностойкой сталью, и изучение его структуры и механических свойств.

Основные задачи:

- 1) выбрать и обосновать материалы-компоненты и разработать способ получения трехслойного материала;
- 2) определить режимы деформационно-термической обработки (ДТО) для получения трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» на лабораторном оборудовании;
- 3) изучить влияние ДТО на структурно-фазовые превращения и формирование «переходной» зоны соединения между ванадиевым сплавом и сталью в трехслойном материале;

4) провести моделирование процесса совместной деформации, определить технологические режимы ДТО трехслойных труб «сталь/ванадиевый сплав/сталь» и изготовить их опытные образцы на промышленном оборудовании;

5) провести исследования химического и фазового составов зоны соединения ванадиевого сплава и стали, а также структуры трехслойного материала;

6) определить механические свойства трехслойного материала при температурах 20 – 800 °С.

Научная новизна

1 Методами совместной пластической деформации и термической обработки получен новый трехслойный жаропрочный, радиационноустойчивый и коррозионноустойчивый материал на основе ванадиевого сплава V-4%Ti-4%Cr, защищенного с поверхности коррозионноустойчивой ферритной сталью типа X13 - X17.

2 Впервые изучено структурно-фазовое состояние трехслойного материала на основе ванадиевого сплава и стали на различных стадиях обработки и установлены закономерности формирования зоны диффузионного взаимодействия материалов-компонентов, определяющей прочность их соединения. Показано, что в процессе совместной деформации при 1100 °С в трехслойном материале между ванадиевым сплавом и ферритной сталью формируется «переходная» зона диффузионного взаимодействия, представляющая собой непрерывный ряд твердых растворов материалов-компонентов с монотонно изменяющимся химическим составом без образования вторых хрупких фаз. При отжиге трехслойного материала в интервале температур 800 – 1000 °С ширина «переходной» зоны увеличивается с 10 – 25 мкм до 100 – 130 мкм. В процессе совместной деформации при 1100 °С в результате рекристаллизации вблизи границы «сталь/ванадиевый сплав» в стали формируется слой новых равноосных зерен размером до 10 мкм, а непосредственно на границе соединения формируется слой «общих» ультрамелких зерен размером ~ 300 – 500 нм, что обеспечивает высокую прочность соединения материалов.

3 Определены механические свойства трехслойных труб и листов в интервале температур 20 – 1000 °С. Показано, что при нагружении растяжением и изгибе трехслойный материал «сталь/ванадиевый сплав/сталь» ведет себя как монолитный материал. Характеристики прочности при растяжении ($\sigma_b = 300 - 400$ МПа; $\sigma_{0,2} = 200 - 250$ МПа) трехслойных труб при температурах 600 – 700 °С более чем на 50 – 100 МПа превышают прочность аустенитных и феррито-мартенситных радиационноустойчивых сталей.

4 Впервые проведено моделирование совместного прессования трехслойной трубы «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь» методом конечных элементов в программе QFORM и определено влияние параметров деформации на распределение температуры, напряжения и деформации по сечению трехслойной трубы при разных режимах ДТО.

Практическая значимость

1 Предложен способ и определены режимы ДТО для изготовления листа и труб из трехслойного материала на основе ванадиевого сплава V-4%Ti-4%Cr с покрытием из стали типа X13 – X17. На лабораторном и промышленном оборудовании изготовлены экспериментальные образцы трехслойных листов и труб. Разработаны и опробованы в эксперименте методы оценки их качества, структуры и механических свойств.

2 С помощью моделирования совместного прессования трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь» определены параметры ДТО на промышленном оборудовании, обеспечивающие изготовление трехслойных труб заданного размера с равномерным распределением стального покрытия и отсутствием дефектов по всей длине изделия.

3 Результаты работы использованы при отработке технологических схем деформационно-термической обработки и изготовлении трехслойных труб и листов из ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr, защищенных с поверхности ферритной коррозионноустойчивой сталью, на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ».

4 Материалы диссертационной работы использованы в учебных курсах дисциплин «Жаропрочные и радиационноустойчивые материалы» и «Специальные сплавы» для студентов направления «Материаловедение и технологии материалов» в НИТУ «МИСиС».

Основные положения и результаты, выносимые на защиту

1 Метод получения и режимы ДТО трехслойного материала на основе ванадиевого сплава V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr, защищенного с поверхности коррозионностойкой сталью типа X13 – X17, обеспечивающие прочное соединение разнородных материалов.

2 Результаты моделирования совместной деформации трехслойной трубной заготовки из сплава V-4%Ti-4%Cr, защищенного коррозионностойкой сталью, и результаты анализа влияния параметров деформации на распределение температуры, напряжения и деформации по сечению трехслойной трубной заготовки при различных режимах ДТО.

3 Результаты исследования влияния различных факторов (температура, время и скорость деформации) на размер, химический и фазовый состав и структуру «переходной» зоны диффузионного взаимодействия «ванадиевый сплав/сталь».

4 Результаты исследования структуры, фазового состава и механических свойств трехслойных труб «сталь/ванадиевый сплав/сталь» с покрытием из коррозионностойкой стали на разных этапах технологического передела.

Объектами исследования являлись опытные образцы трехслойных листов и труб на основе ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr, покрытых коррозионностойкой сталью типа X13 – X17.

Достоверность результатов работы обеспечивается воспроизводимостью результатов экспериментов, выполненных с применением комплекса современных методов исследования, и испытаний с использованием современного исследовательского оборудования, а также их согласованием с литературными данными, результатами моделирования и промышленного эксперимента.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на следующих научных конференциях: VI-ой и VII-ой Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" (ПРОСТ-2012, ПРОСТ-2014), НИТУ «МИСиС», г. Москва; Научно-технической конференции ОАО "ТВЭЛ" "Ядерное топливо нового поколения для АЭС" (НТК 2012), г. Москва; X-ом и XII-ом международном конгрессе "МАШИНЫ, ТЕХНОЛОГИИ, МАТЕРИАЛЫ" (МТМ-2013, МТМ-2015), Варна, Болгария; Научной конференции "Новые материалы для инновационного развития атомной энергетики", посвященной 50-летию отделения реакторного материаловедения ОАО "ГНЦ НИИАР", г. Димитровград, 2014; Всероссийской научно-технической конференции "Материалы ядерной техники" (МАЯТ-2014), ОАО "ВНИИНМ", г. Москва, 2014; Научно-техническом семинаре «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», НИТУ «МИСиС», г. Москва, 2014; Международной школе-конференции для молодых ученых и специалистов "Материалы для экстремальных условий эксплуатации: Разработка, получение и применение" НИЯУ МИФИ, 2014; Одиннадцатом Международном Уральском Семинаре "Радиационная физика металлов и сплавов", г. Кыштым, 2015. В 2014 году автор прошел стажировку с представлением результатов диссертации в Ганноверском университете имени Лейбница (Leibniz Universität Hannover, сокр. LUN), г. Ганновер, Германия.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 15 печатных работ, из которых 4 статьи опубликованы в научно-технических журналах, рекомендованных ВАК, и 11 публикаций в других изданиях и сборниках трудов научных конференций.

Личный вклад автора

Автор непосредственно участвовал в постановке и проведении экспериментов, в обработке и обсуждении результатов в процессе всего цикла исследований, а также в подготовке публикаций по теме работы. Провел моделирование и определил режимы ДТО трехслойного материала, обеспечивающие качественное соединение слоев за счет образования зоны диффузионного взаимодействия, дал рекомендации по технологическим режимам изготовления трехслойных труб «сталь/ванадиевый сплав/сталь» и их термической обработке, а также участвовал в проведении экспериментов по изготовлению опытных трехслойных труб на промышленном оборудовании предприятия АО «ЧМЗ» (г. Глазов).

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, выводов и списка использованных источников. Работа изложена на 168 страницах машинописного текста, содержит 32 таблицы, 112 рисунков, библиографический список содержит 131 наименование.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы, определены основные области применения конструкционных материалов со сверхжесткими параметрами эксплуатации, сформулированы требования к свойствам и обозначены проблемы получения таких материалов. Определены цель, задачи исследования и предложены основные подходы к созданию нового материала на основе ванадиевого сплава и коррозионностойкой стали.

В первой главе представлен аналитический обзор литературы по теме диссертационной работы, в котором анализируются химический состав, структура и свойства ванадиевых сплавов как перспективных конструкционных материалов для работы при повышенных температурах и радиационном облучении. Рассмотрены физико-механические свойства ванадия и его сплавов, способы их получения, проанализированы особенности влияния легирования и примесей на свойства ванадиевых сплавов. Определены области применения, особенности эксплуатации и способы решения проблемы коррозионной стойкости ванадиевых сплавов. Проанализированы существующие способы создания многослойных материалов, особенности их получения и факторы, влияющие на прочность соединения материалов.

Показано, что на момент начала работы ванадиевые сплавы не использовались как конструкционный материал для работы в средах с повышенным содержанием O, N, H из-за их охрупчивания при взаимодействии с данными примесями при температурах выше 400 °С и низкой коррозионной стойкости.

Обоснована перспективность использования ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr при условии их коррозионной защиты для работы в сверхжестких условиях эксплуатации, в том числе для оболочек твэлов реакторов на быстрых нейтронах, работающих в условиях ЗЯТЦ и других энергетических установок.

Во второй главе обоснован выбор материалов-компонентов для создания многослойного материала с высокой жаропрочностью, радиационной и коррозионной стойкостью, а также описаны использованные образцы и методы исследования. На основе анализа диаграмм состояния и физико-механических свойств различных материалов в качестве материала основы выбраны ванадиевые сплавы V-4%Ti-4%Cr и V-10%Ti-5%Cr, а в качестве материала покрытия – хромистые коррозионностойкие стали ферритного и феррито-мартенситного класса типа X17 и X13.

Наиболее важными критериями при выборе материала основы являются его жаропрочность и радиационная стойкость. Поэтому для изготовления трехслойного материала были использованы наиболее освоенный промышленностью ванадиевый сплав V-4%Ti-4%Cr и более прочный сплав V-10%Ti-5%Cr, как перспективные конструкционные материалы для работы при температурах до 750 – 800 °С и радиационном повреждении до 180 – 200 сна.

Материал защитного покрытия должен обладать высокой коррозионной стойкостью, технологичностью и пластичностью, а также образовывать широкую область твердых растворов при взаимодействии с ванадиевым сплавом, что необходимо для обеспечения его прочного соединения с ванадиевым сплавом. В качестве материала покрытия были выбраны коррозионностойкие хромистые ферритные стали, удовлетворяющие перечисленным требованиям. Использовали наиболее близкую к сплавам ванадия по уровню физических свойств сталь ферритного класса 08X17T, обладающую высокой коррозионной стойкостью в атмосферных условиях и в среде жидкометаллических теплоносителей. Кроме того, использовали более прочную сталь 20X13 ферритно-мартенситного класса, которая хорошо освоена промышленностью и используется в реакторной технике. Химический состав исходных материалов-компонентов представлен в таблице 1.

Сплавы V-4%Ti-4%Cr и V-10%Ti-5%Cr в исходном состоянии имели рекристаллизованную структуру с размером зерна 25 – 30 мкм и 20 – 25 мкм соответственно. В их структуре

присутствовали отдельные частицы оксокарбонитридных фаз ((V, Ti) CON) размером 300 – 400 нм, расположенные в теле и по границам зерен.

Таблица 1 – Химический состав сплавов – компонентов многослойного материала, масс. %

Компонент	Материал	Fe	V	C	Cr	Ti	Другие
Основа	V–4%Ti–4%Cr	–	Осн.	0,010–0,015	3–5	3–5	N ≤ 0,011; O ≤ 0,02
	V–10%Ti–5%Cr	-	Осн.	0,010–0,015	3–5	8–10	N ≤ 0,011; O ≤ 0,02
Покрытие	Сталь 08X17T	Осн.	–	≤ 0,08	16–18	≤ 0,8	Si ≤ 0,8; Mn ≤ 0,8
	Сталь 20X13	Осн.	–	0,160–0,250	12–14	–	Si ≤ 0,8; Mn ≤ 0,8

В исходном состоянии стали 08X17T и 20X13 имели преимущественно рекристаллизованную ферритную структуру с размером зерна 20 – 25 мкм и 5 – 15 мкм соответственно. В структуре стали 08X17T присутствовали отдельные частицы карбидов титана (TiC) размером до 10 мкм, а в стали 20X13 – мелкие частицы карбида хрома (Cr₂₃C₆) размером ~1 мкм.

Для получения трехслойного материала на основе ванадиевого сплава и стали использовали методы совместной горячей и холодной пластической деформации. Были получены и исследованы образцы трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» двух типов:

а) плоские образцы, полученные методом совместной горячей деформации трехслойной заготовки «сталь 08X17T/ванадиевый сплав V–10%Ti–5%Cr/сталь 08X17T» на лабораторной установке Gleeble System 3800;

б) образцы трехслойных листов и труб на основе ванадиевого сплава V–4%Ti–4%Cr с покрытием из стали 08X17T и стали 20X13, изготовленные методом совместной пластической деформации на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ».

Микроструктуру трехслойного материала изучали методами оптической, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии на микроскопах Axiovert 40 MAT, JSM-6610LV (JEOL) и JEM 2100 (JEOL) соответственно. Анализ распределения химических элементов вблизи границы соединения слоев проводили методом дисперсионной рентгеновской спектроскопии по длине волны (ДРСДВ) на микроскопе JEOL JXA-8900 SuperProbe Electron Probe Microanalyzer с помощью построения карт концентраций химических элементов. Концентрационные профили распределения химических элементов вблизи границы соединения ванадиевого сплава и стали получали методами микрорентгеноспектрального анализа на сканирующем электронном микроскопе JSM-6610LV (JEOL) с энергодисперсионным анализатором (EDX).

Микротвердость в различных зонах по сечению образцов трехслойного материала измеряли на микротвердомере Micromet 5101 (Buehler) системы Виккерс с цифровой камерой Mitron MTV-62W1P при нагрузке 100 г, времени приложения нагрузки 10 с и увеличении ×500.

Механические испытания на растяжение проводили на двухслойных плоских микрообразцах лопаточного типа длиной, шириной и толщиной рабочей части 5, 1,5 и 0,5 мм соответственно, с использованием специальных захватов. Образцы вырезали в продольном направлении из «переходной» зоны кольцевых образцов трехслойных труб «сталь/ванадиевый сплав/сталь» после совместного горячего прессования и последующего отжига на электроэрозионном проволочно-вырезном станке «АРТА 123» с ЧПУ по схеме, представленной на рисунке 1.

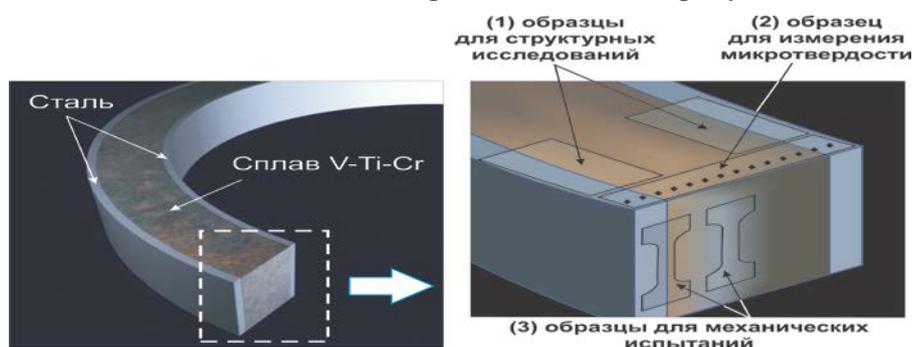


Рисунок 1 – Схемы вырезки образцов для структурных исследований (1), для измерения микротвердости по сечению материала (2) и для испытаний на растяжение (3)

Испытания микрообразцов на растяжение проводили на универсальной испытательной машине Instron 5966 при комнатной температуре. Поверхность изломов изучали методом сканирующей электронной микроскопии с помощью микроскопа JSM-6610LV (JEOL).

Механические испытания на растяжение образцов трехслойных листов и труб, отобранных на различных этапах ДТО, проводили на испытательной машине Instron 150LX при температурах от 20 до 1000 °С.

В третьей главе приведены результаты экспериментов по получению плоских образцов трехслойного материала «сталь 08X17Т/ванадиевый сплав V– 10%Ti– 5%Cr/сталь 08X17Т» методом совместной горячей деформацией на установке Gleeble System 3800 (рис. 2) и результаты исследования его структуры, фазового состава и механических свойств.

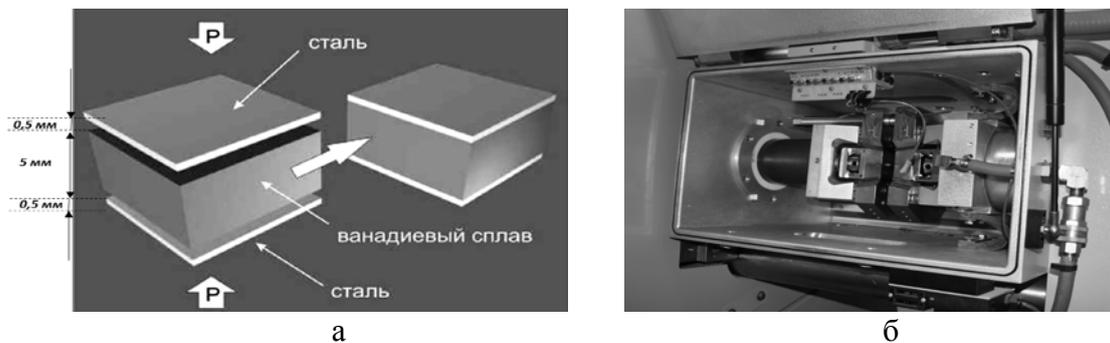


Рисунок 2 – Схема деформации трехслойной заготовки (а) и рабочая камера установки Gleeble (б)

В качестве исходных материалов использовали листы ванадиевого сплава V-10%Ti-5%Cr толщиной 5 мм и ферритной стали 08X17Т толщиной 0,5 мм (рис. 2а). Прессование трехслойного «пакета» проводили при температуре 1100 °С в вакууме 10^{-4} мм.рт.ст, скоростях деформации от 0,5 до 40 мкм/с, времени нагрева от 0 до 120 с и максимальном напряжении прессования 95 МПа (табл. 2). Охлаждение трехслойных образцов с температуры прессования проводили в вакууме испытательной камеры установки Gleeble.

Таблица 2 – Режимы прессования трехслойных образцов на установке Gleeble

Режим	Параметры прессования				
	Температура прессования, °С	Время предварительного нагрева заготовки, с	Скорость прессования, мкм/с	Максимальное напряжение, МПа	Время выдержки под нагрузкой, с
1	1100	-	0,5	95	120
2		120	0,5		
3		120	40		

Исследования структуры, фазового состава и микротвердости вблизи границы соединения «сталь/ванадиевый сплав» трехслойных образцов, полученных на установке Gleeble по трем различным режимам ДТО и последующего вакуумного отжига при 1000 °С, 2 ч показали, что на границе «ванадиевый сплав/сталь» в результате диффузионного взаимодействия химических элементов материалов-компонентов формируется «переходная» зона без дефектов, расслоений и пор (рис. 3). Схема структуры трехслойного материала представлена на рисунке 4. После прессования в слое стали формируется неоднородная по толщине слоя разнотернистая структура. Размер зерна изменяется от 45 – 70 мкм вблизи границы соединения и до 35 – 45 мкм вблизи поверхности. В слое ванадиевого сплава формируется рекристаллизованная структура с размером зерна 20 – 30 мкм. Отжиг после совместного прессования приводит к рекристаллизации и интенсивному росту зерна до 130 мкм по всей толщине слоя стали и к росту зерна до 50 мкм в слое ванадиевого сплава.

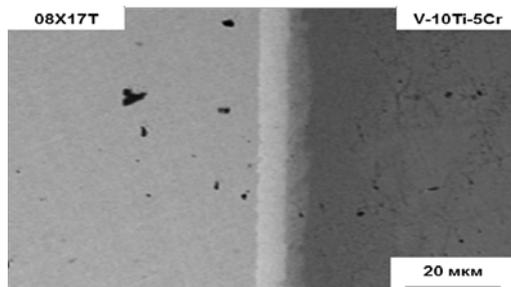


Рисунок 3 – Вид границы соединения между ванадиевым сплавом и сталью в трехслойных образцах, полученных на установке Gleeble, СЭМ

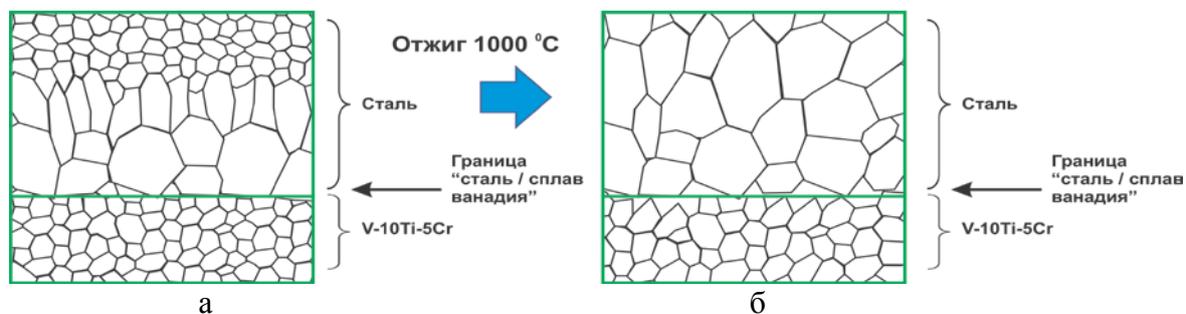


Рисунок 4 – Схема структуры на границе соединения «сталь/ванадиевый сплав» трехслойного материала после совместного прессования (а) и последующего отжига (1000 °С, 2 ч) (б)

Методами микрорентгеноспектрального анализа и дисперсионной рентгеновской спектроскопии по длине волны установлено, что во всех трехслойных образцах, полученных по разным режимам ДТО, на границе соединения стали и ванадиевого сплава образуется «переходная» зона диффузионного взаимодействия шириной 10 – 25 мкм (табл. 3), которая представляет собой непрерывный ряд твердых растворов переменного химического состава (рис. 5).

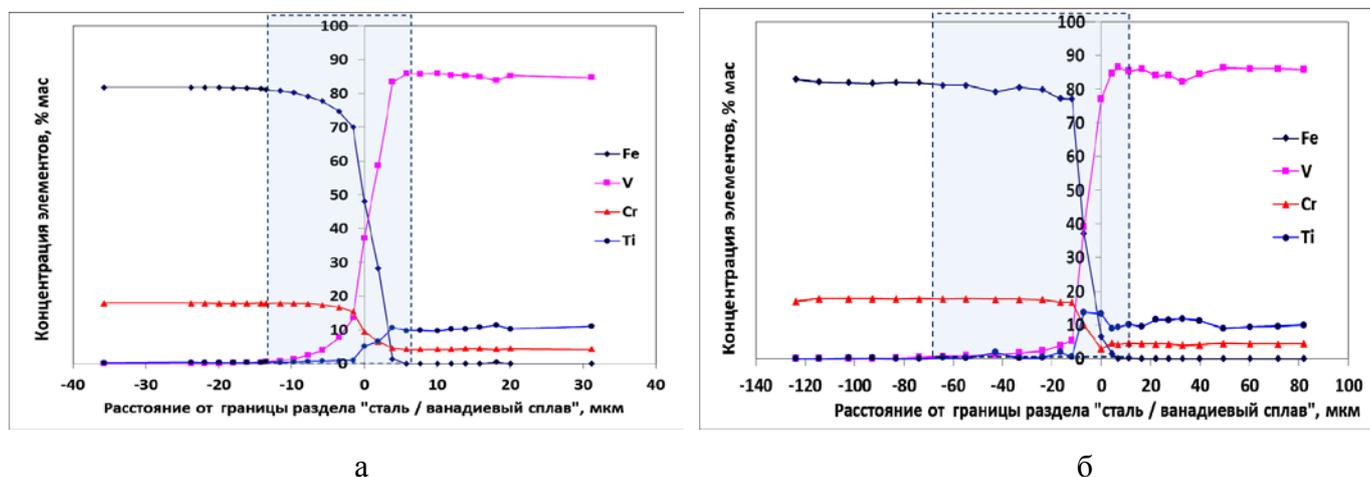


Рисунок 5 – Распределение химических элементов вблизи границы соединения после совместного прессования (а) и последующего отжига при 1000 °С (б) в трехслойных образцах, полученных на установке Gleeble

Химический состав твердых растворов в «переходной» зоне определяли путем наложения концентрационных профилей и карт химических элементов, а также микрорентгеноспектральным анализом в отдельных зонах вблизи границы соединения «сталь/ванадиевый сплав». Видно, что отжиг при 1000 °С, 2 ч приводит к увеличению ширины «переходной» зоны до 60 – 100 мкм и более плавному и равномерному распределению химических элементов в «переходной» зоне (рис. 5б).

Показано, что после совместной деформации при 1100 °С глубина диффузии ванадия в сталь составляет около 8 – 20 мкм, что в 2 – 3 раза больше, чем глубина диффузии железа в ванадиевый сплав. Последующий отжиг (1000 °С, 2 ч) приводит к значительному увеличению глубины диффузии ванадия в сталь (до 85 мкм). При этом длина диффузии железа в ванадиевый сплав увеличивается всего до 10 мкм (табл. 3).

Таблица 3 – Размер «переходной» зоны «сталь/ванадиевый сплав» и длина диффузии основных элементов, определенные в эксперименте

Режим ДТО	Ширина «переходной» зоны, мкм	Длина диффузии V в сталь, мкм	Длина диффузии Fe в ванадиевый сплав, мкм
1	12 ± 2	8 – 9	3 – 4
1+отжиг, 1000 °С, 2 ч	88 ± 5	78 – 84	5 – 9
2	22 ± 5	13 – 20	4 – 6
2+отжиг, 1000 °С, 2 ч	63 ± 5	43 – 51	15 – 17
3	20 ± 2	13 – 16	5 – 6
3+отжиг, 1000 °С, 2 ч	82 ± 2	73 – 74	7 – 10

Методами микрорентгеноспектрального анализа и ДРСДВ установлено, что фазовый состав трёхслойного материала «сталь 08X17Т/ванадиевый сплав V-10%Ti-5%Cr/сталь 08X17Т» после совместного прессования изменяется по толщине от стального покрытия к центральному слою ванадиевого сплава следующим образом:

- твердый раствор Cr и C в α -Fe (феррит с повышенным содержанием Cr) + TiC (сталь 08X17Т);
- твердый раствор C, Cr и V в α -Fe (обогащённый феррит с повышенным содержанием Cr, V) + TiC;
- твердый раствор элементов $\sim(40\%V+45\%\alpha\text{-Fe}+10\%Cr+5\%Ti)$;
- твердый раствор Ti, Cr, Fe в ванадии + (V,Ti)C;
- твердый раствор Ti и Cr в ванадии + (V,Ti)C (сплав V-10%Ti-5%Cr) (рис. 6).

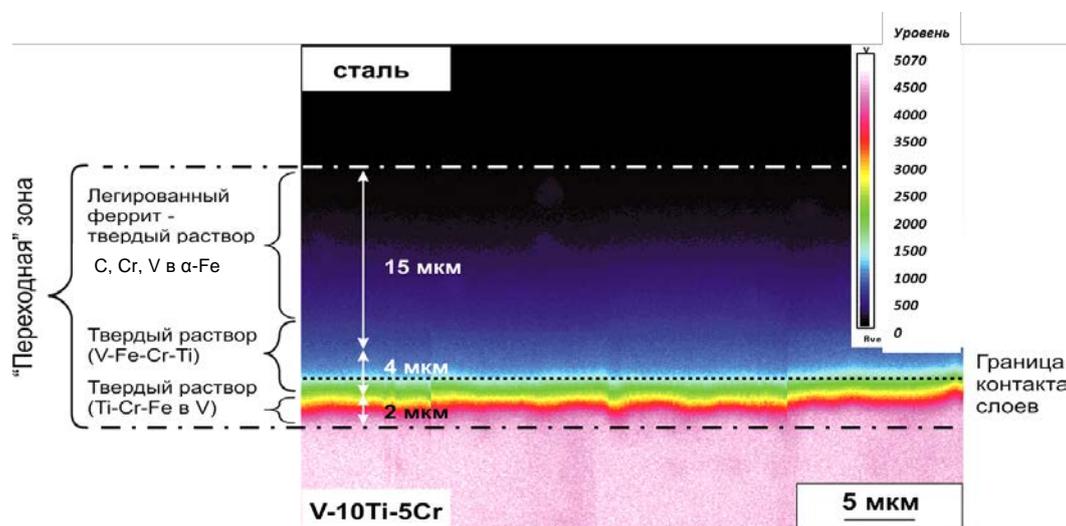


Рисунок 6 – Фазовый состав «переходной» зоны в трёхслойном материале «сталь/ сплав V-Ti-Cr/ сталь» после совместного прессования

После совместной деформации в «переходной» зоне и в слоях материалов-компонентов присутствуют только карбиды, наблюдаемые в исходных материалах. Диффузионное перераспределение химических элементов (ванадия, титана, хрома и углерода) в «переходной» зоне не приводит к образованию новых карбидных и/или каких-либо других вторых хрупких фаз (интерметаллидов и/или эвтектики).

Микротвердость, измеренная по сечению трехслойного образца с шагом 50 мкм, изменяется по сечению трехслойного материала как показано на рисунке 7.

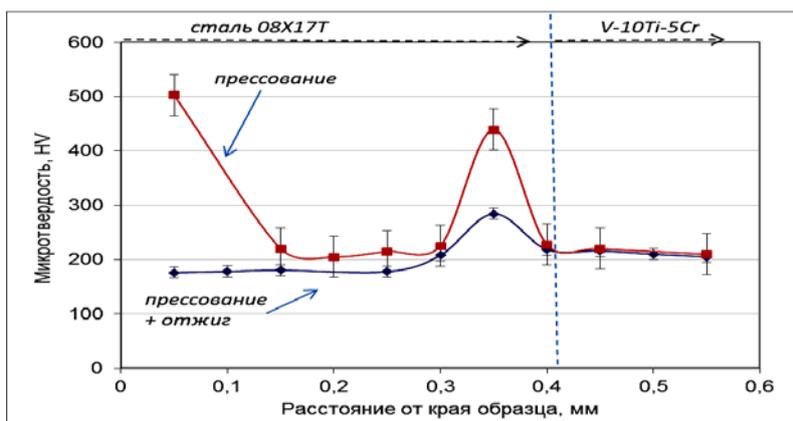


Рисунок 7 – Изменение микротвердости вблизи границы соединения «сталь/сплав ванадия» образцов трехслойного материала после совместного прессования и последующего отжига при 1000 °С

Вблизи поверхности стального покрытия и на границе соединения «сталь/ванадиевый сплав» из-за неравномерной деформации и наклепа в процессе деформации наблюдаются зоны с микротвердостью до 500 HV. На расстоянии от поверхности и границы соединения около 100 – 150 мкм микротвердость монотонно снижается до 170 – 220 HV. Отжиг при 1000 °С, 2 ч приводит к значительному уменьшению неоднородности значений микротвердости по толщине трехслойного образца.

Проведенные исследования не выявили существенных различий в структуре, фазовом составе и распределении химических элементов в «переходной» зоне между ванадиевым сплавом и сталью трехслойных образцов, полученных на установке Gleeble по трем разным режимам ДТО. Поэтому для получения трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» с прочным и бездефектным соединением слоев при дальнейших экспериментах использовали деформацию при температуре 1100 °С со скоростью 40 мкм/с.

Таким образом, эксперимент по совместной горячей деформации трехслойной заготовки на установке Gleeble показал возможность получения трехслойного материала «сталь/сплав V-Ti-Cr/сталь» с образованием «переходной» зоны диффузионного взаимодействия толщиной 10 – 100 мкм на границе соединения материалов-компонентов, представляющей собой непрерывный ряд твердых растворов с монотонно изменяющимся химическим составом без образования вторых хрупких фаз.

В четвертой главе представлены результаты моделирования процессов деформации трехслойной трубной заготовки на основе ванадиевого сплава и стали, выполненного методом конечных элементов с использованием программного пакета QFORM.

В связи с тем, что на момент начала работы не существовало технологии изготовления трехслойных труб на основе ванадиевого сплава с покрытием из стали, то основными задачами моделирования были: анализ деформаций и напряжений при совместном прессовании ванадиевого сплава системы V-Ti-Cr и ферритной (или феррито-мартенситной) стали, а также оценка возможности изготовления и выбор режима совместного прессования трехслойных труб «сталь/ванадиевый сплав/сталь» на промышленном оборудовании. В качестве исходных параметров моделирования были приняты рекомендуемые режимы деформации плоских трехслойных образцов, полученные в результате экспериментов на установке Gleeble. Кроме того, в расчетах использованы значения углов наклона матрицы и коэффициентов трения с учетом возможностей промышленного оборудования.

Моделирование процесса совместного прессования трехслойной трубной заготовки включало построение трехмерных моделей инструмента и изделия, а также расчет методом конечных

элементов напряженно-деформированного состояния при операции совместного прессования трехслойной трубной заготовки «сталь 20X13/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь 20X13». Варьируемыми параметрами при моделировании являлись температура, угол матрицы пресса, скорость деформации и коэффициент трения (табл. 4).

Таблица 4 – Параметры расчетной модели совместного прессования трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь»

Параметр	Значения
Температура (заготовки), $T_{\text{заг}}$	900, 1100 °С
Температура (инструментов), $T_{\text{инст}}$	500 °С
Скорость деформации, v	20, 35, 50 мм/с
Угол матрицы, α	50, 60 °
Коэффициент трения, μ	0,05; 0,15; 0,4

В расчетах также использовали кривые напряжение-деформация при растяжении ванадиевого сплава V-4%Ti-4%Cr и стали 20X13 в интервале температур 20 – 1000 °С. По результатам моделирования проводили анализ распределения температуры, напряжения и деформации по сечению трехслойной трубной заготовки при различных комбинациях параметров режима деформации (всего 10 вариантов).

Моделирование совместного прессования трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь» показало, что при значениях угла матрицы пресса 50° и коэффициента трения 0,4 достигаются максимальные нагрузки при деформации трехслойной трубы по сравнению с другими вариантами моделирования (рис. 8 и 9). При этом в результате разной деформационной способности материалов-компонентов происходит неравномерная деформация («задержка» деформации стального покрытия), что может привести к расслоению трехслойного материала.

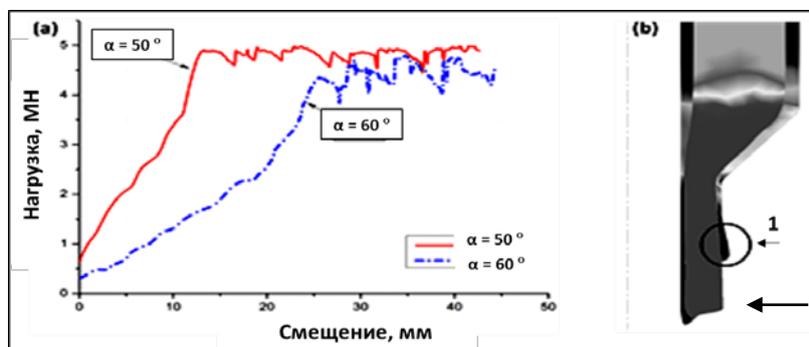


Рисунок 8 – Изменение нагрузки при совместном прессовании с разным углом матрицы пресса (а) и изменение сечения трехслойной трубы при использовании матрицы пресса с углом 50 °(б) (1 - «задержка» при деформации внешнего слоя)

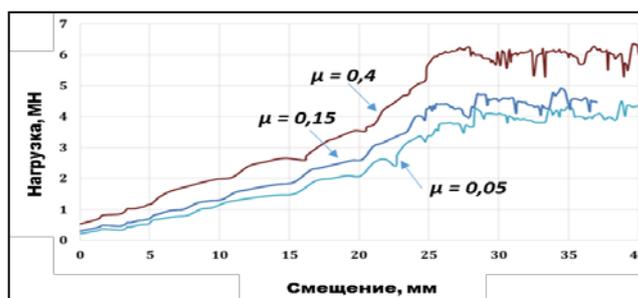


Рисунок 9 – Изменение нагрузки при совместном прессовании трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь» с разным коэффициентом трения

Показано, что наиболее оптимальным является совместное прессование трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь» при значениях угла матрицы пресса 60° и коэффициента трения 0,15, при которых обеспечивается равномерная деформация материалов-компонентов по всему сечению и по длине трехслойной трубы без достижения критических напряжений.

Моделирование прессования трехслойной трубы при температурах 900 и 1100 °С показало, что основное различие в распределении параметров (напряжения, температуры и степени деформации) по сечению трехслойной трубной заготовки наблюдается на начальной стадии совместного прессования, особенно это проявляется при 900 °С.

При этом из-за разной прочности материалов деформация внешнего слоя стали меньше деформации материала основы (ванадиевого сплава), а напряжения в ванадиевом сплаве выше напряжений, возникающих в стальном покрытии. Это может привести к расслоению (рис. 10а). Прессование при 1100 °С обеспечивает более равномерное распределение деформации между слоями (рис. 10).

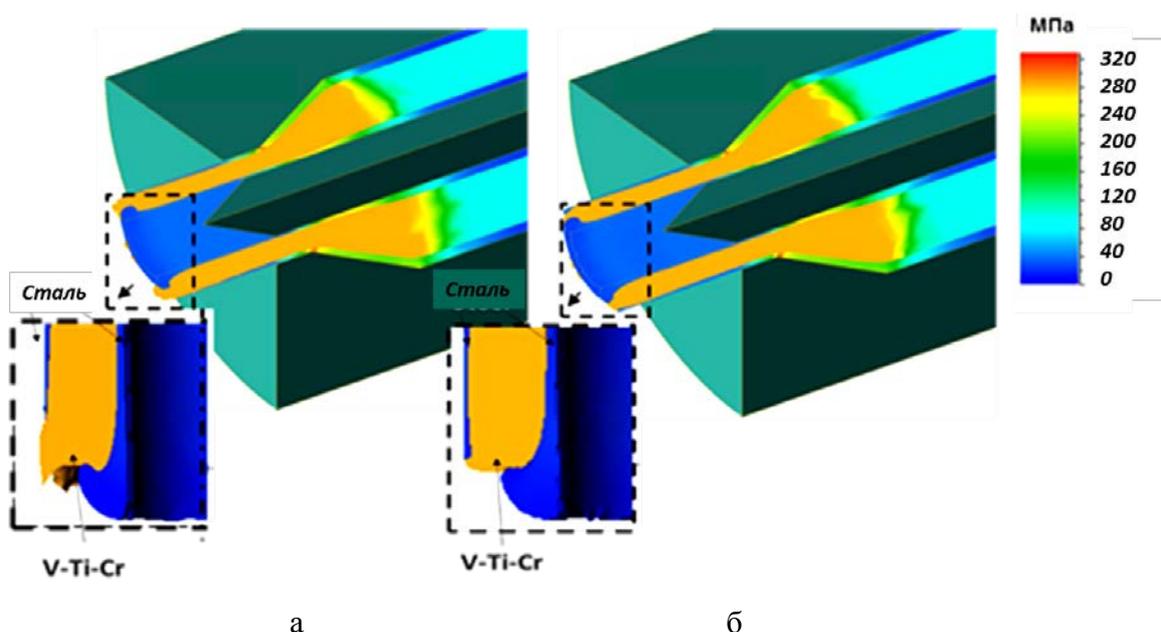


Рисунок 10 – Распределение напряжений по сечению трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь» при разных температурах прессования: а – 900 °С; б – 1100 °С

Моделирование прессования трехслойной трубы при разных скоростях деформации от 20 до 50 мм/с показало одинаковый характер распределения напряжений по сечению трехслойной заготовки. Наибольшие напряжения (до 300 МПа) достигаются в центральном ванадиевом слое трубы при деформации со скоростью 20 мм/с, что может провоцировать термические напряжения и перегревы, а скорость деформации 50 мм/с - к недостаточному развитию процессов диффузии из-за уменьшения времени процесса и, как следствие, к ухудшению прочности сцепления материала. Поэтому для получения равномерного распределения слоев по сечению трехслойной трубы и прочного соединения по результатам моделирования была выбрана скорость деформации 35 мм/с.

Таким образом, по результатам моделирования рекомендованы следующие параметры режима совместного прессования трехслойной трубной заготовки «сталь/ванадиевый сплав/сталь»: температура 1100 °С; скорость деформации 35 мм/с, коэффициент трения 0,15, угол матрицы пресса 60° . Результаты моделирования при данных параметрах прессования показаны на рисунке 11.

Моделирование показало, что при совместной деформации по рекомендуемому режиму достигается наиболее благоприятное распределение параметров (напряжения, температуры и степени деформации) по сечению трехслойной трубы, которое не приводит к значительным локальным повышениям напряжений, критическим деформациям, перегревам и расслою.

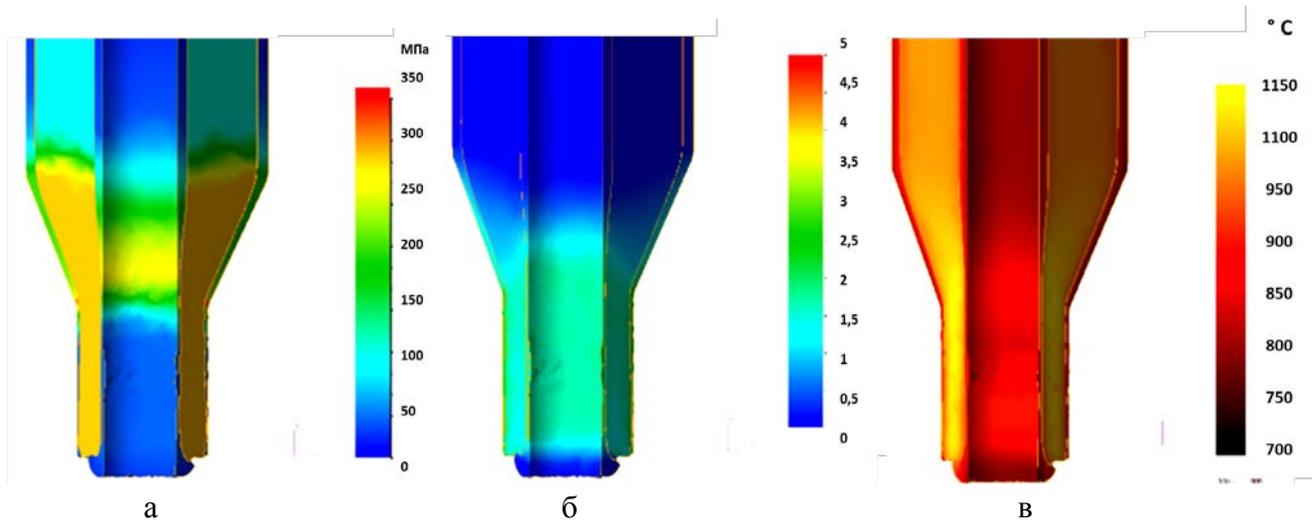


Рисунок 11 – Распределение напряжения (а), деформации (б) и температуры (в) по сечению трехслойной трубы «сталь/ванадиевый сплав/сталь» при совместном прессовании по рекомендуемому режиму

Прессование по данному режиму позволяет получить хорошее качество соединения слоев и равномерное распределение стального покрытия по сечению и длине трубы. Рекомендованный режим в дальнейшем был реализован при совместном прессовании трехслойной трубной заготовки «сталь/ванадиевый сплав/сталь» на промышленном оборудовании.

В пятой главе представлены результаты экспериментов по исследованию структуры и механических свойств трехслойных листов и труб на основе сплава V-4%Ti-4%Cr с покрытием из сталей ферритного и феррито-мартенситного классов, изготовленных на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ». Прессование проводили по рекомендованным режимам с учетом данных, полученных на установке Gleeble, и результатов моделирования.

Для опробования и отработки рекомендованных режимов ДТО был проведен предварительный эксперимент по изготовлению трехслойного листа сталь «08X17T/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь 08X17T» «пакетным» способом. Сборку, состоящую из двух стальных листов толщиной 1,5 мм, между которыми находился лист сплава V-4%Ti-4%Cr толщиной 7 мм, прокатывали в горячую в вакуумированном контейнере до толщины 3,5 мм, а затем в холодную при комнатной температуре до толщины 1 мм. Так были получены пластины размером 220×80×1 мм с толщиной стального слоя 130 – 150 мкм с каждой стороны. Для проверки качества соединения листов и оценки максимальной возможной деформации без промежуточного отжига была проведена прокатка трехслойной пластины в холодную до толщины 0,2 мм (толщина стального слоя 20 – 30 мкм). Суммарная деформация составила около 90 %. При этом каких-либо расслоений или растрескиваний трехслойной пластины после холодной прокатки не было обнаружено. Отсутствие дефектов на границе соединения свидетельствует о получении прочного соединения разнородных металлов, благодаря которому трехслойный материал деформируется как единое целое.

Для изготовления на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ» трехслойных труб из ванадиевого сплава V-4%Ti-4%Cr с покрытием из сталей 20X13 и 08X17T была предложена технологическая схема изготовления труб, представленная на рисунке 12.

Для сборки трехслойного вакуумированного пакета «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь» использовали трубные заготовки из сплава V-4%Ti-4%Cr размером Ø101×42×200 мм (центральный слой) и стали размерами Ø110×101×200 мм и Ø42×34×200 мм (внешний и внутренний, соответственно). Из стальных труб и трубных заготовок ванадиевого сплава собирали трехслойную составную трубную заготовку.



Рисунок 12 – Принципиальная схема изготовления трехслойной трубы из ванадиевого сплава и коррозионностойкой стали на промышленном оборудовании

Расчет размеров трехслойной составной трубной заготовки проводили исходя из толщины стального покрытия 0,15 мм на конечном размере трехслойной трубы $\varnothing 8 \times 6,8$ мм. Для подготовки вакуумированного «пакета» стакан, крышку и заготовки из сплава V-4%Ti-4%Cr и стали предварительно обезжировали. После чего собирали «пакет» и заваривали крышку аргоно-дуговой сваркой вакуумно-плотным швом. Составные трубные заготовки дегазировали через отверстия, просверленные в торцах пакета при температуре 400 – 450 °С в вакууме не ниже 5×10^{-5} мм. рт. ст. (рис. 13).



Рисунок 13 – Трехслойная трубная заготовка после вакуумной заварки

Полученную вакуумированную составную трубную заготовку размером $\varnothing 110 \times 34 \times 200$ мм далее прессовали при температуре 1100 °С на вертикальном гидравлическом прессе ПА 8340 в трехслойную гильзу размером $\varnothing 65 \times 34 \times 760$ мм. После отжига при 800 – 1000 °С, 2 ч заготовку проковывали на ковочном комплексе SKK-14/10 при температуре 400 °С. После трех проходов радиальнойковки размер поперечного сечения трехслойной трубы составлял $\varnothing 52 \times 32 \times 10$ мм.

Полученные трехслойные трубы прокатывали при комнатной температуре до размера $\varnothing 15 \times 10,4 \times 2,3$ мм с промежуточными отжигами при 800 – 850 °С.

На кольцевых образцах, вырезанных из трехслойных труб «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь», на различных этапах обработки (после совместного горячего прессования, радиальнойковки и прокатки) (рис. 14) по ранее описанным методикам проводили измерения геометрических параметров

защитного стального покрытия, исследование распределения химических элементов вблизи границы соединения, исследования структуры, фазового состава и механических свойств «переходной» зоны.

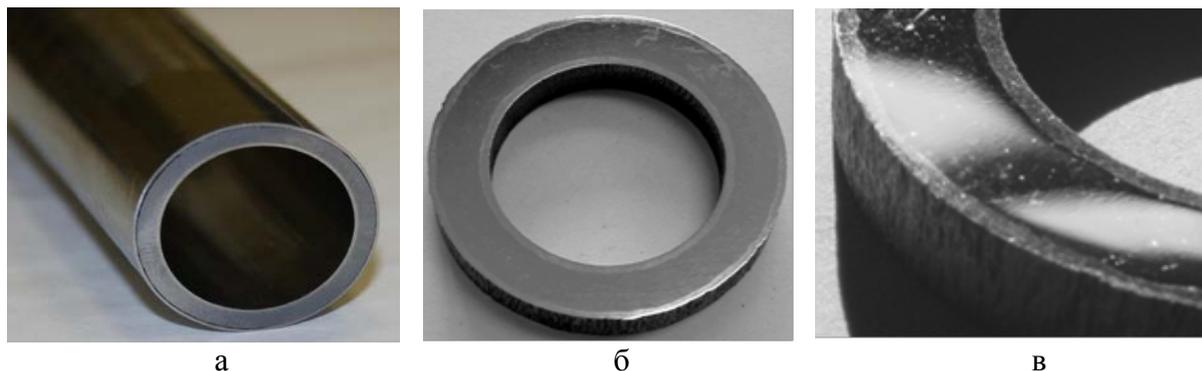


Рисунок 14 – Внешний вид трехслойной трубы «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь» (а) и кольцевых образцов (б, в)

Исследование строения границы соединения слоев «сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь», проведенное на поперечных сечениях кольцевых образцов трехслойной трубы, показало, что после прессования наблюдается четко выраженная граница соединения, на которой отсутствуют поры, расслоения или микротрещины (рис. 15).

В результате совместного прессования в «переходной» зоне формируется такая же структура, как и наблюдаемая ранее на трехслойных плоских образцах, полученных на установке Gleeble (см. рис. 4).

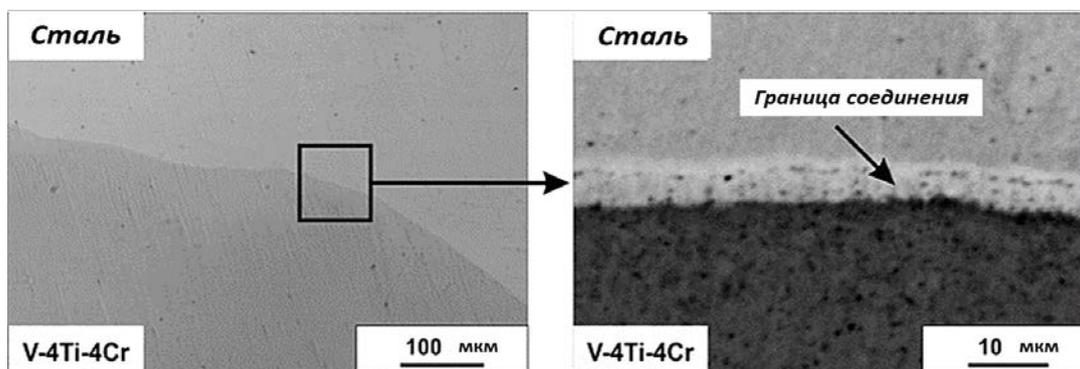


Рисунок 15 – Граница соединения ванадиевого сплава и стали после совместного прессования

Структура слоев стали вблизи границы соединения после совместного горячего прессования при 1100 °С представляет собой зерна феррита размером до 65 мкм. По мере удаления от границы соединения размер зерен феррита уменьшается до 30 – 40 мкм. В структуре центрального ванадиевого слоя трёхслойной трубы после горячего прессования присутствуют вытянутые зерна с небольшим количеством рекристаллизованных зерен.

Отжиг при 800 °С, 2 ч после совместного прессования приводит к рекристаллизации и росту зерен в стали до 80 мкм и к частичной рекристаллизации в ванадиевом сплаве с размером зерен 4 – 10 мкм. Повышение температуры отжига до 1000 °С приводит к формированию полностью рекристаллизованной структуры в ванадиевом сплаве с размером зерна 20 – 30 мкм и росту зерна в сталях до 100 – 150 мкм вблизи границы соединения и до 70 – 95 мкм вблизи поверхности (рис. 16).

Показано, что при использовании в качестве покрытия ферритной стали 08X17T, после совместного прессования и последующего отжига при охлаждении в широком интервале скоростей образуеться однородная бездефектная граница соединения.

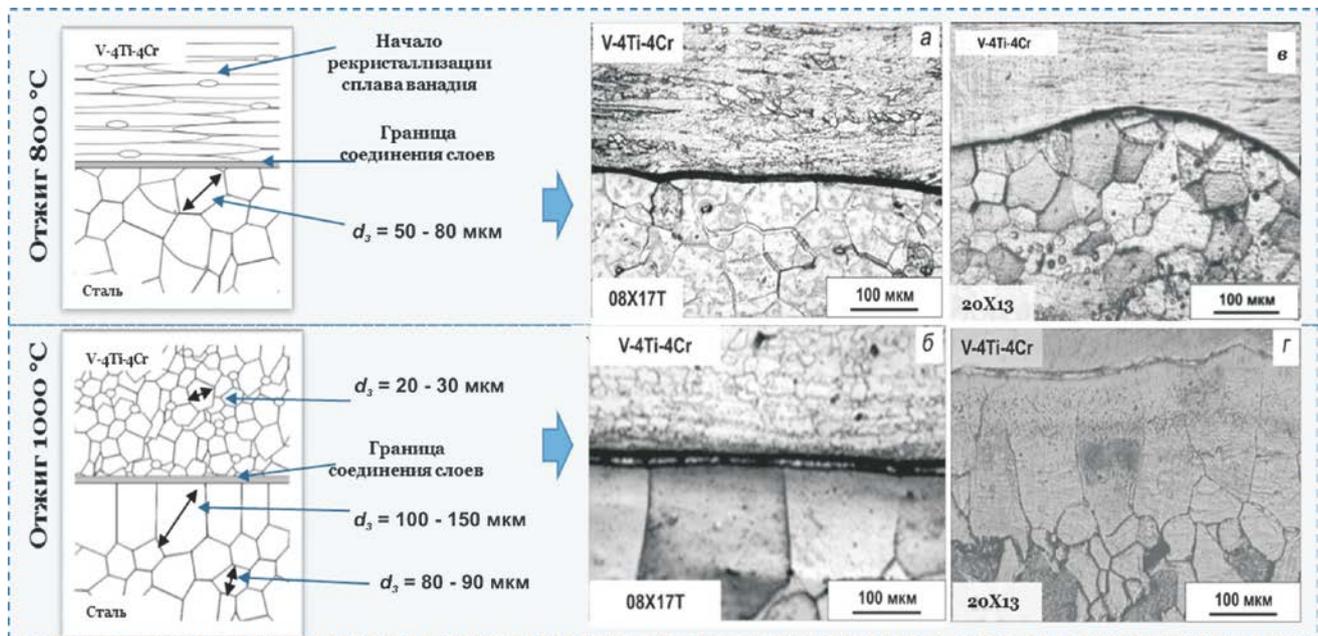


Рисунок 16 – Схема и фотографии структуры вблизи границы соединения слоев стали 08X17Т (а, б) и 20X13 (в, г) и ванадиевого сплава V-4%Ti-4%Cr после совместного прессования и отжига: при 800 °С (а, в); при 1000 °С, 2 ч (б, г)

При использовании в качестве покрытия стали 20X13 ферритно-мартенситного класса после горячего прессования и охлаждения на воздухе в структуре стального слоя образуется мартенсит (рис. 17). Последующий отжиг при 800 – 1000 °С с медленным охлаждением в печи приводит к его распаду.

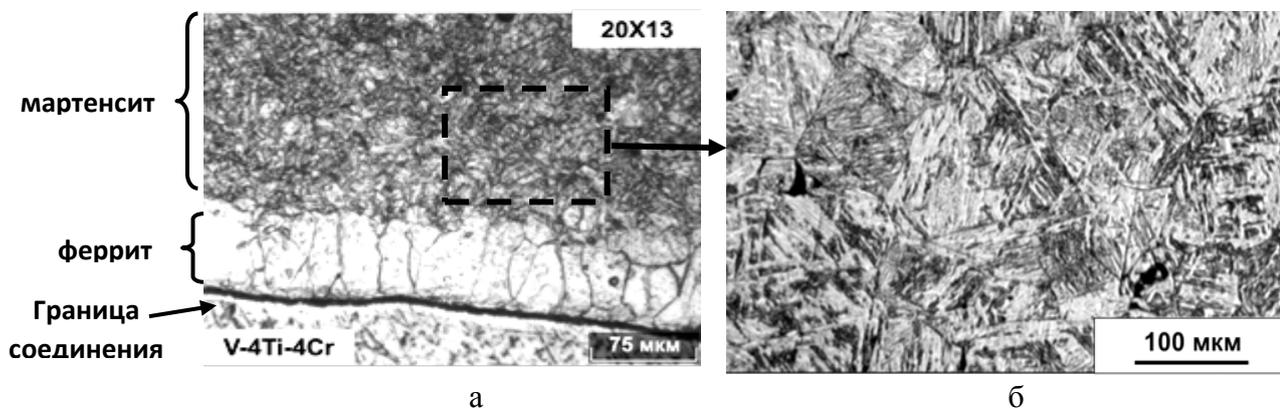


Рисунок 17 – Структура стали 20X13 вблизи границы соединения в образцах трехслойной трубы после совместного горячего прессования и охлаждения на воздухе (а - структура вблизи границы соединения слоев; б – мартенсит в структуре стали)

Таким образом, при использовании в качестве покрытия стали 20X13 ферритно-мартенситного класса требуется специальное регламентированное охлаждение трехслойной трубы со скоростью менее 40 °С/ч с температуры горячей деформации и отжига, исключающее образование мартенсита в структуре, который может привести к охрупчиванию трехслойной заготовки и расслою.

Микроструктуру образцов трехслойной трубы после прессования при 1100 °С на границе соединения ванадиевого сплава и стали исследовали также с помощью СЭМ и ПЭМ (рис. 18).

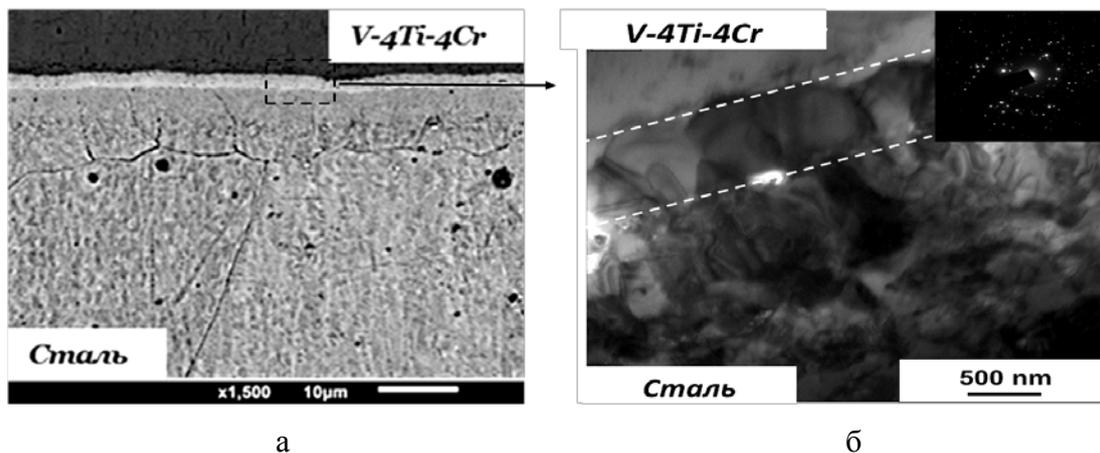


Рисунок 18 – Структура стали на границе соединения с ванадиевым сплавом после совместного прессования: а – СЭМ; б – ПЭМ

В приграничном слое «сталь/ванадиевый сплав» со стороны стали обнаружен слой мелких рекристаллизованных равноосных зерен размером до 10 мкм, а непосредственно на границе соединения слой «общих» субмикронных зерен размером 300 – 600 нм, что указывает на начало рекристаллизации.

Дальнейшая радиальная ковка трехслойной трубной заготовки не изменяла характер структуры трехслойной трубы. На границе соединения между ванадиевым сплавом и сталью в образцах трехслойной трубы после радиальнойковки также отсутствовали какие-либо дефекты, поры и расслоения.

Анализ структуры показал, что вблизи границы соединения материалов после радиальнойковки так же, как и после прессования в стали присутствует слой крупнозернистого феррита шириной в одно зерно до 100 мкм. Отжиг образцов трехслойной трубы послековки при 1000 °С, 2 ч с охлаждением в печи приводит к росту ферритного зерна в приграничном слое стали до 150 мкм в длину, а вблизи поверхности присутствует зона с равноосным ферритным зерном размером 40 – 60 мкм, таким же как после прессования.

В структуре вблизи границы соединения «сталь/ванадиевый сплав» со стороны стального покрытия в образцах трехслойных труб после радиальнойковки, как и после совместного прессования и отжига, присутствует тонкий слой «общих» мелких зерен размером 8 – 12 мкм.

Кривые распределения концентраций химических элементов в образцах трехслойных труб после совместного прессования при 1100 °С и отжигов при 800 и 1000 °С представлены на рисунке 19.

Видно, что после совместного прессования образцов трехслойных труб так же, как в трехслойных образцах, полученных на установке Gleeble, вблизи границы соединения «сталь/ванадиевый сплав» образуется «переходная» зона диффузионного взаимодействия переменного химического состава шириной 10 – 20 мкм. Дальнейший отжиг при 1000 °С приводит к увеличению ширины «переходной» зоны с переменным химическим составом до 110 – 130 мкм. Увеличение ширины «переходной» зоны взаимодействия и меньший градиент по концентрации элементов обеспечит повышение прочности сцепления слоев.

В образцах с покрытием из стали 08X17T и 20X13 наблюдается одинаковый характер распределения химических элементов. Ширина «переходной» зоны в образцах трехслойной трубы с покрытием из стали 08X17T на 10 – 15 % больше, чем в образцах с покрытием из стали 20X13.

После радиальнойковки ширина «переходной» зоны уменьшается со 125 до 100 мкм за счет уменьшения сечения и толщины стенки трехслойной трубы при деформации. Последующий отжиг при 1000 °С приводит к ее увеличению до 140 мкм.

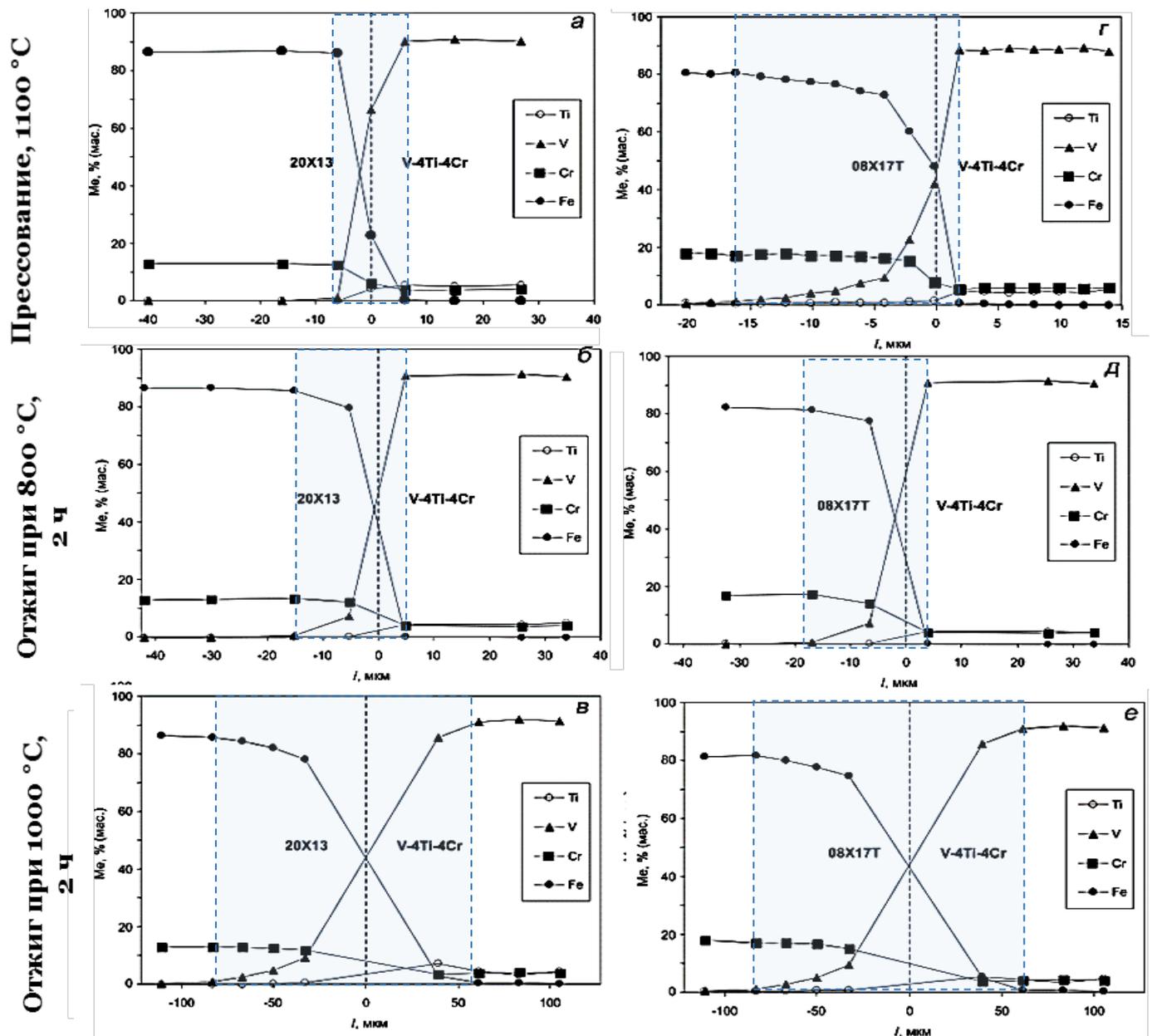


Рисунок 19 – Распределение химических элементов вблизи границы соединения «сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь» трехслойных труб с покрытием из разных сталей после совместного прессования и последующего отжига: а, б, в – сталь 20X13; г, д, е – сталь 08X17T (*Me* – массовая доля химического элемента; *l* – расстояние от границы раздела ванадиевый сплав / сталь)

Механические свойства трехслойных труб оценивали по измерению микротвердости и испытаниям на растяжение микрообразцов, вырезанных из «переходной» зоны «сталь/ванадиевый сплав», а также по испытаниям на растяжение при температурах от 20 до 1000 °C образцов трехслойных труб и листов на различных технологических этапах изготовления трехслойных труб.

Изменение микротвердости по сечению образцов трехслойной трубы с покрытием из сталей 08X17T и 20X13 после прессования и отжига показано на рисунке 20.

В образцах трехслойных труб с покрытием из стали 08X17T после горячего прессования наблюдается одинаковая микротвердость по всему сечению (200 ± 20) HV. Отжиг при 800 и 1000 °C, 2 ч приводит к снижению микротвердости на 20 – 30 единиц HV (рис. 20а).

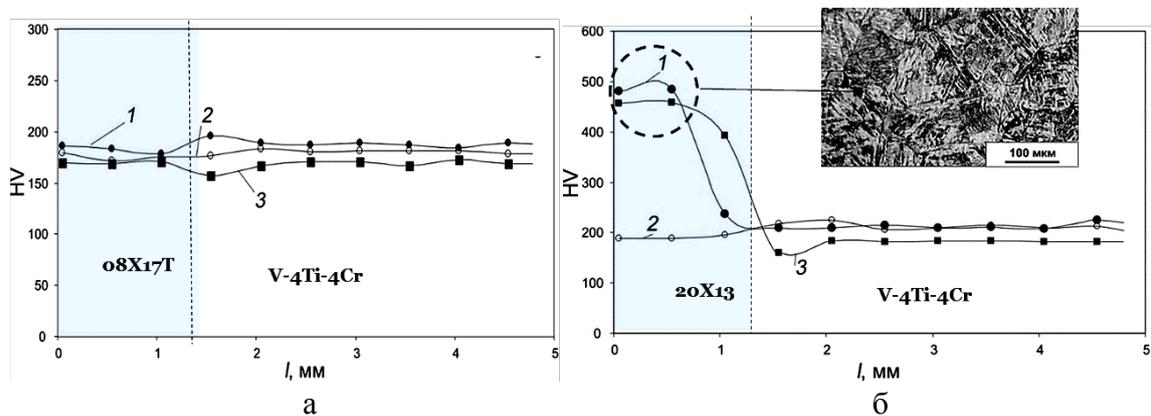


Рисунок 20 – Изменение микротвердости по сечению образцов трехслойных труб с покрытием из сталей 08X17Т (а) и 20X13 (б) после прессования при 1100 °С (1) и последующего отжига при 800 °С (2) и при 1000 °С (3) (l – расстояние от внешней стенки трубы)

В образцах трехслойных труб с покрытием из стали 20X13 после совместного горячего прессования и отжига при 1000 °С с охлаждением на воздухе наблюдается неравномерная микротвердость по сечению. В центральном слое трубы микротвердость 200 - 240 HV, а в стальном слое микротвердость гораздо выше – 400 - 490 HV, что связано с образованием мартенсита в структуре стали. Отжиг при 800 °С после совместного прессования приводит к снижению микротвердости и выравниванию ее значений до 200 - 210 HV по всему сечению образца трехслойной трубы. Такой же эффект достигается отжигом при 1000 °С, 2 ч с медленным охлаждением в печи, исключая образование мартенсита и обеспечивающим формирование ферритной структуры по всему сечению слоя стали.

Изменение микротвердости при измерениях с шагом 150 мкм по толщине стенки в «переходной» зоне между ванадиевым сплавом и сталью 20X13 в образцах трехслойных труб на разных технологических этапах показано на рисунке 21. Видно, что во всех образцах трехслойных труб микротвердость на границе соединения стали и ванадиевого сплава гораздо выше (на 70 - 100 HV) по сравнению с микротвердостью материалов-компонентов вблизи этой зоны из-за наклепа при прессовании.

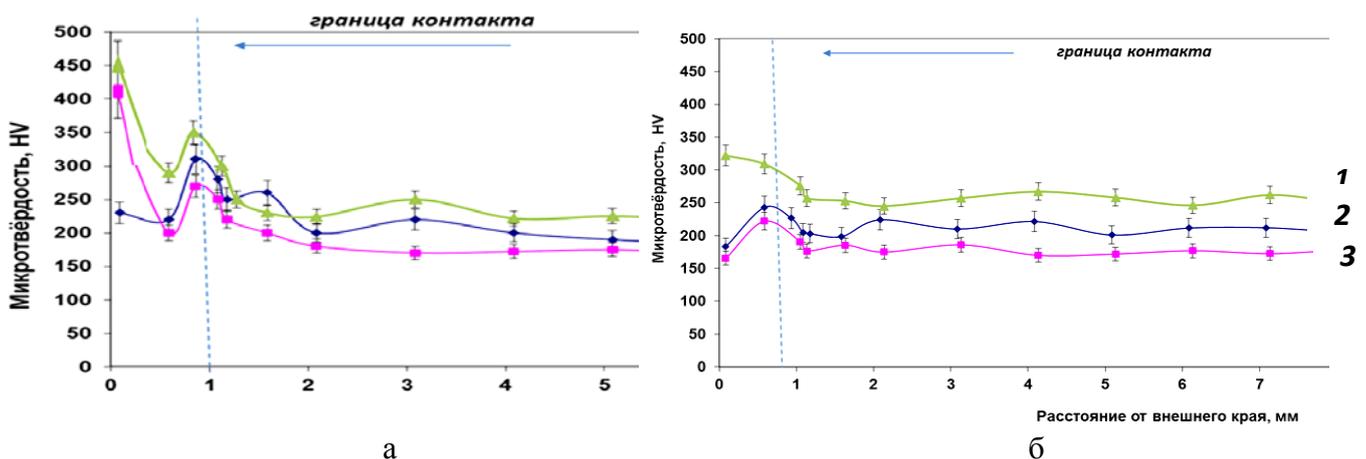


Рисунок 21 – Изменение микротвердости вблизи границы соединения «сталь/ванадиевый сплав» в образцах трехслойной трубы после (1) совместной деформации (а – горячее прессование, б – радиальная ковка) и последующего отжига при 800 °С (2) и 1000 °С (3)

Микротвердость образцов трехслойной трубы после радиальной ковки на границе соединения стали и ванадиевого сплава достигает 310 HV. Последующий отжиг (так же, как и после горячего прессования) приводит к снижению и выравниванию микротвердости по всему сечению трехслойной трубы до значений 160 – 190 HV.

Прочность соединения ванадиевого сплава со сталью оценивали по результатам механических испытаний на растяжение двухслойных микрообразцов «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr» при комнатной температуре (табл. 5). Образцы для испытаний вырезали из «переходной» зоны образцов трехслойной трубы после совместного прессования и последующего отжига. Результаты механических испытаний показали, что материал имеет хорошее сцепление слоев и поэтому при деформации и разрушении ведет себя как монолитный материал без расслоений с образованием вязкого излома (рис. 22). Двухслойные микрообразцы, вырезанные из «переходной» зоны трехслойной трубы после горячего прессования и отжига, при растяжении разрушаются без образования трещин на границе материалов. При этом наблюдается вязкое разрушение материала в «переходной» зоне между сплавом ванадия и сталью.

Таблица 5 – Результаты испытаний на растяжение двухслойных микрообразцов

Образец (обработка)	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности, σ_B , МПа	Относительное удлинение, %
V-4%Ti-4%Cr (ГП)	279 ± 23	482 ± 17	22 ± 2
V-4%Ti-4%Cr (ГП) + отжиг 800 °С, 2 часа	251 ± 15	460 ± 13	25 ± 1
V-4%Ti-4%Cr + 20X13(ГП)	244 ± 32	493 ± 22	26 ± 3
V-4%Ti-4%Cr + 20X13 (ГП) + отжиг 800 °С, 2 часа	230 ± 18	440 ± 20	24 ± 2

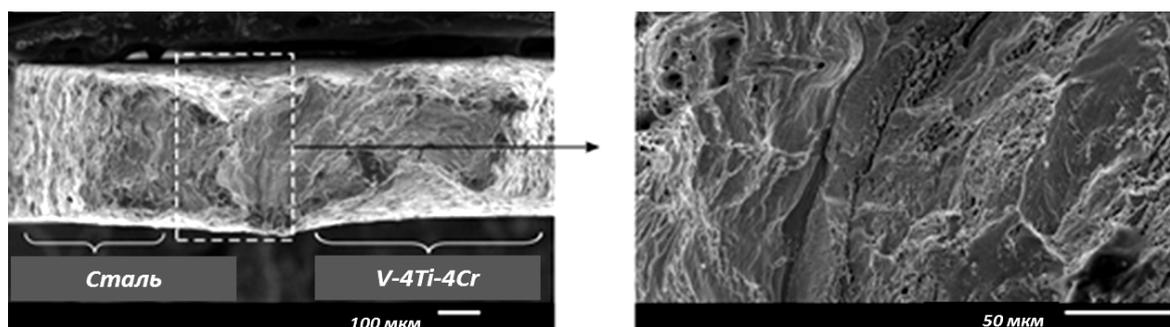


Рисунок 22 – Излом разрывного двухслойного микрообразца «сталь/сплав V-4%Ti-4%Cr», вырезанного из «переходной» зоны трехслойной трубы после горячего прессования и отжига (800 °С, 2 ч)

Механические испытания на растяжение трехслойных листов и труб ($\varnothing 15 \times 10,4 \times 2,3$ мм) «сталь 08X17Т/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь 08X17Т», результаты которых представлены на рисунке 23, были проведены при температурах 20 – 1000 °С. Видно, что повышение температуры испытаний трехслойных образцов с 20 до 400 °С приводит к понижению предела прочности с 495 МПа до 400 МПа и предела текучести с 380 до 260 МПа. Дальнейшее повышение температуры испытаний до 600 °С не приводит к понижению прочности трехслойного материала, она остается на уровне прочности сплава V-4%Ti-4%Cr (400 МПа). Только повышение температуры испытаний до 800 – 1000 °С приводит к существенному понижению прочности трехслойных образцов до 200 – 120 МПа.

Таким образом, совместная пластическая деформация трехслойной заготовки при температуре 1100 °С с последующим отжигом при температуре 800 – 1000 °С с регламентированным медленным охлаждением и дальнейшая холодная деформация с промежуточным отжигом при 800 °С обеспечивают получение трехслойного материала с прочным соединением слоев, который ведет себя как монолитный материал при нагружении растяжением в интервале температур 20 – 700 °С. Трехслойный материал «сталь 08X17Т/сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь 08X17Т» имеет следующие

механические свойства при 20 °С: $\sigma_B = 440 - 495$ МПа, $\sigma_{0,2} = 345 - 400$ МПа, $\delta = 15 - 25$ %; а при 700 °С $\sigma_B = 250 - 300$ МПа, $\sigma_{0,2} = 170 - 230$ МПа, $\delta = 22 - 28$ %.

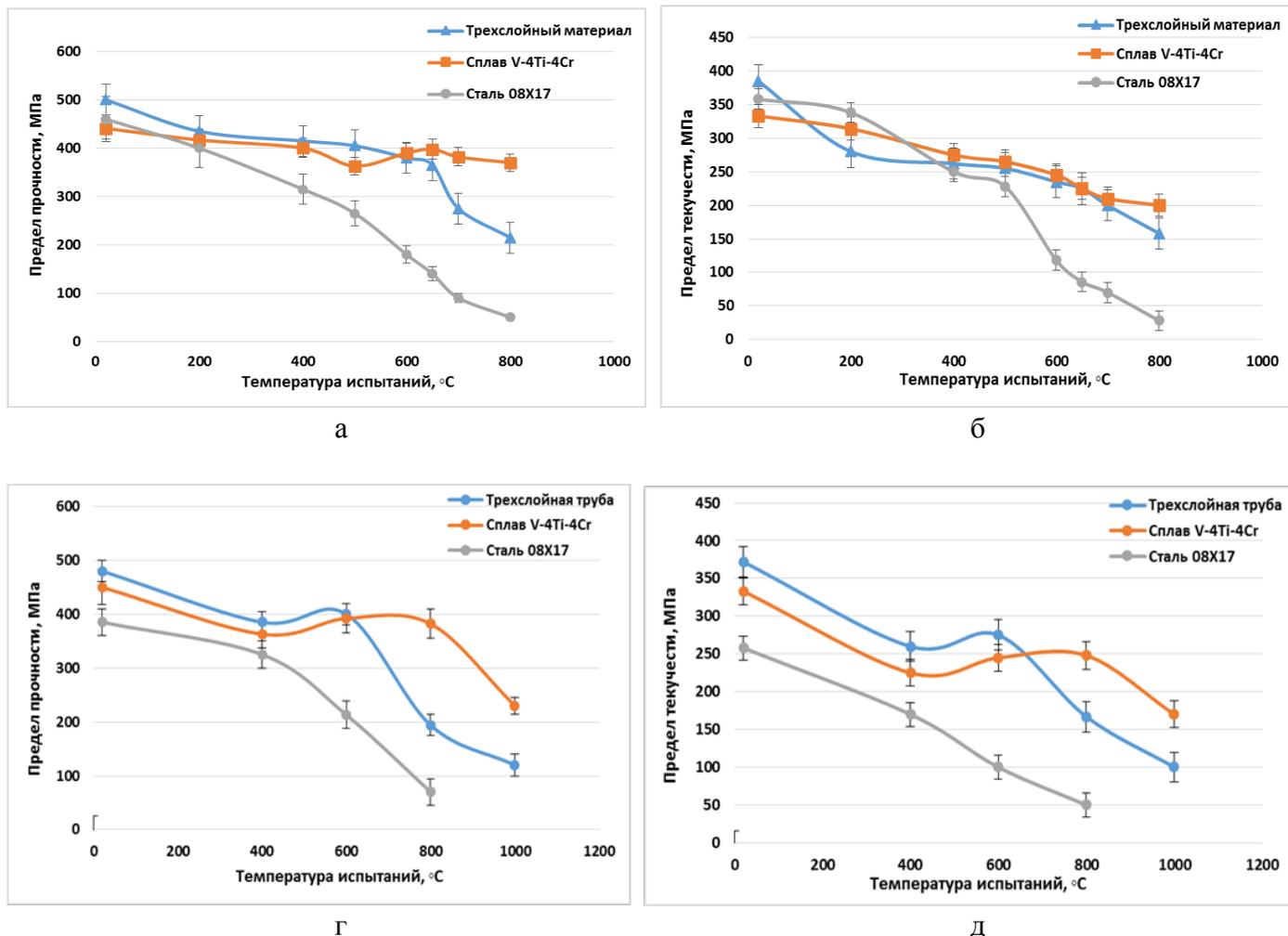


Рисунок 23 – Изменение прочности при растяжении образцов трехслойного листа (а, б) и трехслойной трубы (г, д) при разных температурах испытаний

Эксперименты по изготовлению опытных образцов трехслойного материала на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ» подтвердили возможность получения тонкостенных изделий из трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» с прочным соединением слоев и прочностью при растяжении при температурах до 800 °С, превышающей прочность аустенитных и феррито-мартенситных сталей.

Выводы по работе

1 Определены материалы-компоненты и получен методами совместной пластической деформации на лабораторном и промышленном оборудовании коррозионноустойчивый, жаропрочный и радиационноустойчивый трехслойный материал на основе ванадиевого сплава V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr, защищенный с поверхности коррозионноустойчивой сталью типа X13 - X17.

2 Лабораторным экспериментом на установке Gleeble и моделированием методом конечных элементов процесса совместного прессования трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» определены режимы совместного прессования для изготовления на промышленном оборудовании трехслойных труб с равномерным распределением стального покрытия и отсутствием дефектов по всей длине изделия. По предложенным режимам на промышленном оборудовании АО

«ЧМЗ» изготовлены опытные образцы трехслойных труб из сплава V-4%Ti-4%Cr и коррозионностойкой стали 08X17T и 20X13.

3 Методами структурного анализа, волновой и энергодисперсионной спектроскопии, микрорентгеноспектрального анализа установлено, что при совместной пластической деформации прессованием при температуре 1100 °С в трехслойном материале между сплавом ванадия V-(4-10)%Ti-(4-6)%Cr и сталью типа X13 – X17 формируется «переходная» зона диффузионного взаимодействия шириной не менее 10 – 25 мкм, представляющая собой непрерывный ряд твердых растворов с переменным химическим составом. Отжиг при 800 – 1000 °С приводит к увеличению ширины этой зоны до 100 – 130 мкм. При диффузионном перераспределении элементов в процессе совместной деформации материалов-компонентов и последующего отжига в «переходной» зоне не происходит образования карбидных и других вторых хрупких фаз.

4 Структура и свойства «переходной» зоны трехслойного материала «сталь/ванадиевый сплав/сталь» определяются температурой и временем горячей деформации, а также режимом отжига и скоростью последующего охлаждения. Установлено, что в процессе совместного прессования при 1100 °С в результате рекристаллизации вблизи границы «сталь/ванадиевый сплав» со стороны стали формируется слой «общих» мелких равноосных зерен размером до 10 мкм, а непосредственно на границе соединения формируется слой с ультрамелкозернистой структурой с размером зерен 300 – 500 нм, обеспечивающий высокую прочность соединения материалов.

5 Отжиг при 800 °С, 2 ч после совместного прессования приводит к формированию рекристаллизованной структуры с размером зерен в стали до 80 мкм и частично рекристаллизованной структуры в ванадиевом сплаве. Повышение температуры отжига до 1000 °С обеспечивает полностью рекристаллизованную структуру в ванадиевом сплаве с размером зерна 20 – 30 мкм и рост зерна в сталях до 100 – 150 мкм вблизи границы соединения и до 70 – 95 мкм вблизи поверхности образцов. Микротвердость по всему сечению трехслойного материала после отжига при 800 – 1000 °С, 2 ч составляет 160 – 210 НВ. При использовании в качестве покрытия стали 20X13 ферритно-мартенситного класса требуется специальное регламентированное охлаждение с температуры горячей деформации и отжига со скоростью менее 40 °С/ч, исключающее образование мартенсита в структуре стальных слоев.

6 Определены механические свойства трехслойного материала «сталь 08X17T/ванадиевый сплав V-4%Ti-4%Cr/сталь 08X17T»: при 20 °С $\sigma_b = 495 \pm 25$ МПа; $\sigma_{0,2} = 375 \pm 20$ МПа; $\delta = 20 \pm 3$ %, а при 700 °С $\sigma_b = 275 \pm 15$ МПа; $\sigma_{0,2} = 206 \pm 12$ МПа; $\delta = 33 \pm 5$ %. При нагружении растяжением и изгибом в интервале температур 20 – 800 °С трехслойный материал ведет себя как монолитный материал без расслоений на границе соединения «сталь/ванадиевый сплав» и разрушается по вязкому механизму.

7 Результаты работы использованы при отработке технологических схем деформационно-термической обработки при изготовлении трехслойных труб и листов из ванадиевых сплавов системы V-Ti-Cr, защищенных с поверхности ферритной коррозионностойкой сталью, на промышленном оборудовании АО «ЧМЗ».

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ

1. **Нечайкина Т.А.** Комплексная методика оценки качества соединения слоев трехслойных труб / С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, С.О. Рогачев, С.Н. Вотинов, С.Ю. Заводчиков. // Деформация и разрушение материалов.–2012.–№ 12.–С. 42-45
2. **Нечайкина Т.А.** Структура и механические свойства трехслойного материала на основе ванадиевого сплава и коррозионностойкой стали / С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, С.О. Рогачев, С.Ю. Заводчиков, В.М. Хаткевич // Деформация и разрушение материалов.–2013.–№ 8.–С. 21-27

3. **Нечайкина Т.А.** Структура и фазовый состав переходной зоны трехслойного материала на основе жаропрочного ванадиевого сплава и ферритной стали / Т.А. Нечайкина, С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, С.О. Рогачев, С.Н. Вотинов, Г. Герштейн // *Металловедение и термическая обработка металлов.*–2015.–№ 4–С. 31-36
4. **Нечайкина Т.А.** Структура и свойства слоистого композита сталь / ванадиевый сплав / сталь, полученного кручением под высоким давлением / Никулин С.А., Рогачев С.О., Рожнов А.Б., Хаткевич В.М., Нечайкина Т.А., Морозов М.В. // *Деформация и разрушение материалов.*–2015.– № 12.–С. 6-9

Публикации в других изданиях и сборниках трудов научных конференций

1. Ванадиевые сплавы: Жаропрочные и радиационноустойчивые материалы: Учебное пособие. Т.А. Нечайкина. – М. Изд.Дом МИСиС, 2014. – 47 с.
2. Nikulin S., Nechaykina T., Rozhnov A., Rogachev S. Investigation of high-temperature multi-layer material based on vanadium alloy and stainless steel // *Scientific proceedings of the scientific-technical union of mechanical engineering (XII International congress Machines, Technologies, Materials 2015, September 16-19.09.2015, Varna, Bulgaria. Section "Materials").*–2015.–V. 22/185.–P. 68-69
3. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, С.О. Рогачев, С.Ю. Заводчиков. Оценка качества соединения ванадиевого сплава и нержавеющей стали при создании многослойного материала // *Сборник трудов VI-ой Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур" (ПРОСТ 2012), 17-19 апреля 2012 г.*–М.: Издательство "Альянс Пресс", 2012.–С. 213.
4. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, С.О. Рогачев, В.М. Хаткевич, В.А. Котрехов, С.Ю. Заводчиков. Совершенствование материалов на основе ванадиевых сплавов для оболочек твэлов реакторов на быстрых нейтронах нового поколения // *Научно-техническая конференция ОАО "ТВЭЛ" "Ядерное топливо нового поколения для АЭС" (НТК 2012), тезисы докладов.*–М.: ОАО "ВНИИНМ", 2012.–С. 65
5. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, С.О. Рогачев, В.М. Хаткевич. Исследование качества образцов трехслойных труб из ванадиевого сплава и коррозионноустойчивой стали // *Научная конференция "Новые материалы для инновационного развития атомной энергетики", посвященная 50-летию отделения реакторного материаловедения ОАО "ГНЦ НИИАР": тезисы докладов.* –Дмитровград: ОАО "ГНЦ НИИАР", 2014.–С. 36-37
6. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, В.М. Хаткевич, М.Н. Федорова, С.О. Рогачев. Структура и механические свойства слоистого композита «сталь - ванадиевый сплав» после горячего прессования // *Сб. трудов VII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2014. 22-24 апреля 2014 года, Москва, НИТУ «МИСиС».* – М.: ПОЧЕРК МАСТЕРА, 2014.–С. 78
7. Т.А. Нечайкина, С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, В.М. Хаткевич, М.А. Гурьянова, С.О. Рогачев. Структура и свойства жаропрочного многослойного материала на основе сплава ванадия и коррозионноустойчивой стали// *Сб. трудов VII-ой Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» - ПРОСТ 2014. 22-24 апреля 2014 года, Москва, НИТУ «МИСиС».* – М.: ПОЧЕРК МАСТЕРА, 2014. – С. 174
8. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, С.О. Рогачев. Исследование структуры трехслойного материала «сталь-ванадиевый сплав» после деформационно-термической обработки // *Всероссийская научно-техническая конференция "Материалы ядерной техники" (МАЯТ-2014), тезисы.*– М.: ОАО "ВНИИНМ", 2014.–С. 123
9. С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, Т.А. Нечайкина, В.М. Хаткевич, С.О. Рогачев. Структура и свойства трехслойного материала «сталь-ванадиевый сплав-сталь» // *Научно-технический семинар «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов».* Москва. 28-30 октября 2014 г. Сборник тезисов. – М: НИТУ «МИСиС», 2014.– С. 22-23

10. Т.А. Нечайкина, С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, С.О. Рогачев. Исследование зоны соединения трехслойного материала «сталь-ванадиевый сплав-сталь» // Материалы Международной школы-конференции для молодых ученых и специалистов "Материалы для экстремальных условий эксплуатации: Разработка, получение и применение", Москва, 25-28 ноября 2014 года.– М.: НИЯУ МИФИ, 2014.– С. 64
11. Т.А. Нечайкина, С.Н. Воинов, С.А. Никулин, А.Б. Рожнов, С.О. Рогачев. Структура и фазовый состав переходной зоны трехслойного материала «сталь-ванадиевый сплав» после деформационно-термической обработки //Одиннадцатый Международный Уральский Семинар "Радиационная физика металлов и сплавов", 23 февраля – 1 марта 2015. Тезисы докладов. –С. 51-52
12. Никулин С.А., Рожнов А.Б., Рогачев С.О., Нечайкина Т.А., Горшенков М.В., Хаткевич В.М., Добаткин С.В. Структура и прочность сплава V-10%Ti-5%Cr после кручения под высоким давлением //VI Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Москва. 10-13 ноября 2015 г. / Сборник материалов. – М: ИМЕТ РАН, 2015. - С. 303-304
13. Никулин С.А., Рогачев С.О., Рожнов А.Б., Хаткевич В.М., Нечайкина Т.А., Добаткин С.В. Трехслойная композиция «сталь/сплав V-10%Ti-5%Cr/сталь», полученная кручением под высоким давлением //VI Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов». Москва. 10-13 ноября 2015 г. /Сборник материалов. –М: ИМЕТ РАН, 2015. – С. 304-305