

АННОТАЦИЯ

диссертации на соискание степени «доктора философии» (PhD) по образовательной программе «8D07202 – Metallургия черных и цветных металлов»

ПОПОВ ФЕДОР ЕВГЕНЬЕВИЧ

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ДИСПЕРСНО-АРМИРОВАННОЙ СТАЛИ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ЯДЕРНОЙ ЭНЕРГЕТИКЕ

Актуальность темы исследования. Развитие ядерной энергетики сопровождается постоянным ростом рабочих температур и давлений в активной зоне реакторов. Конструкционные материалы ядерных реакторов нового четвертого поколения (Gen-IV) и перспективных термоядерных реакторов должны эксплуатироваться в условиях более высоких температур, давлений и интенсивных потоков ионизирующего излучения. Одновременно актуальна задача создания малых ядерных реакторов традиционных конструкций с особо длительной автономностью работы для стабильного энергоснабжения в экстремальных условиях без необходимости обслуживания.

Основная проблема повышения мощности и долговечности ядерных установок, а следовательно, и их безопасности, заключается в деградации конструкционных материалов под длительным воздействием ионизирующего излучения в агрессивной среде и при высоких температурах. Традиционно в качестве основных конструкционных материалов используются нержавеющие стали аустенитного класса. Однако они имеют существенные недостатки, связанные с постэксплуатационными издержками из-за образования долгоживущих радионуклидов, особенно изотопов никеля, при нейтронном облучении, что усложняет управление радиоактивными отходами.

Стабилизация и улучшение свойств нержавеющей стали без использования никеля возможны путем введения дисперсных твердых оксидов, обычно оксида иттрия (Y_2O_3), получая таким образом нанокompозитный материал — оксидно-дисперсно-упрочненную сталь (ODS-сталь). Наноразмерные оксиды, распределенные с высокой плотностью в ферритно-мартенситной матрице, способны стабилизировать дислокации и границы зерен, а также служить эффективными ловушками для точечных радиационных дефектов внутри зерна, повышая тем самым радиационную стойкость материала. Таким образом, оксидные включения не только упрочняют материал, но и обеспечивают его структурную стабильность в экстремальных условиях эксплуатации.

Однако получение таких материалов сталкивается с проблемами низкой технологичности и ограничениями, присущими традиционным порошковым технологиям, включая механическое легирование. Эти методы характеризуются сложностью технологического процесса, высокой себестоимостью и ограничениями масштабирования для промышленного производства. Применение традиционной металлургии на современном этапе изученности этой задачи также не обеспечивает необходимого качества материала из-за невозможности введения оксидных частиц иттрия в матрицу стали.

В этой связи актуальной является разработка новых технологий получения ODS-сталей, позволяющих преодолеть указанные ограничения. Одним из перспективных направлений является использование методов выплавки металлов в условиях контролируемой среды, таких как вакуумная индукционная плавка путём применения экзогенных и эндогенных методов, а также плавов с лигатурой, содержащей иттрий. Это открывает возможность создания материалов с оптимальным содержанием оксида иттрия в стальной матрице и повышенными эксплуатационными характеристиками.

Тем не менее, для достижения еще более высоких свойств ODS-сталей необходимо учитывать дополнительные подходы. Здесь на помощь приходят методы интенсивной пластической деформации (ИПД). Применение ИПД позволяет получить ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру, что существенно повышает механические и радиационные свойства стали. Глубокая обработка материалов, полученных методами металлургии, с использованием ИПД может стать эффективным решением существующих технологических ограничений и обеспечить создание высококачественных ODS-сталей для применения в экстремальных условиях эксплуатации.

В рамках проведенных исследований был проведен комплексный анализ и апробация различных экзогенных и эндогенных технологий получения слитков ODS-стали посредством вакуумной индукционной плавки. На основании полученных результатов была выбрана наиболее перспективная методика выплавки стали с оптимальным процентным содержанием оксида иттрия. Используя полученный образец стали, были проведены детальные исследования реологических свойств материала с целью создания уникальной базы данных, необходимой для точного моделирования процессов интенсивной пластической деформации (ИПД) ODS-стали. Применение методов ИПД направлено на существенное повышение механических свойств материала, включая прочность и пластичность, а также на улучшение его радиационной стойкости при высоких температурах. Такой подход открывает возможность получения высококачественного конечного продукта для изготовления высокоответственных деталей, применяемых в критически важных областях промышленности.

Исследование реологических свойств нового сплава в диапазоне температур 600–1200 °С и скоростей деформации 0,5–15 с⁻¹ позволило создать базу данных для компьютерного моделирования процессов деформационной обработки методом конечных элементов. На основе моделирования был выбран оптимальный метод ИПД — радиально-сдвиговая прокатка, обеспечивающая эффективное измельчение зеренной структуры и улучшение механических свойств.

Экспериментальная верификация технологии радиально-сдвиговой прокатки при температуре не менее 800 °С и коэффициенте вытяжки 6,05, показала возможность получения УМЗ-структуры с размером зерен 400–800 нм и повышенными механическими свойствами. Впервые было подробно изучено влияние данного метода на трансформацию литой структуры и эволюцию дефектов кристаллической решетки в ODS-стали.

Обоснование применения разработанного материала и технологии его получения в ядерной энергетике имеет важное значение для повышения безопасности и эффективности работы ядерных реакторов. Результаты работы способствуют развитию научно-технического направления по созданию новых высокопрочных сталей, что соответствует приоритетам современной материаловедческой науки и отвечает потребностям атомной промышленности.

Таким образом, тема диссертации является актуальной и востребованной, направленной на решение ключевых проблем ядерной энергетики путем разработки инновационных материалов и методов их получения.

Цель и задачи исследования.

Целью работы является исследование и разработка технологии получения слитков дисперсно-армированной стали и улучшения их структуры до ультрамелкозернистого состояния для перспективного применения в качестве материала ядерной энергетики.

Для достижения поставленной цели определены следующие задачи исследования:

1. Провести всесторонний литературно-патентный анализ существующих методов получения дисперсно-армированной стали (ODS-стали) и способов улучшения структуры и свойств слитков;
2. Изучить методы формирования включений оксида иттрия в стальной матрице путем последовательного экспериментального исследования различных экзогенных и эндогенных способов введения оксида иттрия в расплав с поиском и определением наиболее эффективных условий для стабильного образования оксидных включений в стальной матрице;
3. Исследовать реологические свойства материала полученных слитков с целью формирования базы данных и проведения компьютерного моделирования обработки давлением слитков.

4. Изучить влияние радиально-сдвиговой прокатки на эволюцию дефектов литья в полученном по новой технологии слитке с проведением детального анализа эволюции дефектов на каждом этапе деформации.

5. Изучить влияние интенсивной пластической деформации методом обработки радиально-сдвиговой прокаткой на эволюцию литой структуры стальных слитков содержащих упрочняющие частицы оксида иттрия, с целью формирования ультрамелкозернистой структуры материала с улучшенными свойствами.

Объект исследования. Объектом исследования являются технология получения слитков дисперсно-армированной стали и последующей обработки методами интенсивной пластической деформации с целью улучшения структуры и свойств.

Предметом диссертационной работы является исследование получения слитка с упрочняющими включениями оксида иттрия методом литья и последующей обработки этого слитка методами интенсивной пластической деформации для изготовления высококачественных заготовок, предназначенных для производства деталей в атомной энергетике.

Методы исследования.

Методы исследования включали анализ научно-технической литературы для обзора современных подходов к получению ODS-стали, плавку в индукционной вакуумной печи для получения слитков, использование оптической микроскопии (ОМ), сканирующей электронной микроскопии (SEM, от англ. Scanning Electron Microscopy) и просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ, от англ. Transmission Electron Microscopy) для исследования микроструктуры и морфологии материала. Энергодисперсионная спектроскопия (EDS, от англ. Energy-Dispersive Spectroscopy) на SEM и ТЕМ применялась для анализа элементного состава и распределения оксида иттрия в металлической матрице, SAED (от англ. Selected Area Electron Diffraction), EBSD-анализ (от англ. Electron Backscatter Diffraction) — для определения текстуры материала и кристаллографической ориентации зерен. Реологические свойства полученного материала исследовались с помощью пластометра для создания базы данных свойств, использованной затем в компьютерном моделировании методом конечных элементов (МКЭ) процессов прокатки с целью оптимизации параметров деформации. Прокатка методом радиально-сдвиговой прокатки (РСП) применялась для улучшения микроструктуры слитков. 3D-анализ эволюции методом реконструкции объема по сечениям дефекта в САД дефектов использовался для визуализации изменений структуры на каждом этапе прокатки. Такой комплексный подход позволил провести глубокое исследование методов получения ODS-сталей и их характеристик.

Степень научной разработанности проблемы. Несмотря на значительный объем проведенных исследований в данной области,

включающих как теоретические, так и экспериментальные работы, существующие технологии получения ODS-сталей зачастую не обеспечивают необходимого уровня однородности структуры и проистекающих отсюда механических свойств в больших масштабах. И не могут обеспечить объем производства для промышленного применения. Сложности в равномерном распределении оксидных включений и обеспечение их устойчивости при последующей обработке остаются актуальными задачами. В условиях растущих требований к эксплуатационным характеристикам конструкционных материалов реакторов дальнейшее углубленное изучение методов формирования структуры и диспергирования армирующих частиц представляется необходимым. Это требует проведения дополнительных теоретических и экспериментальных исследований для совершенствования технологий и разработки подходов, обеспечивающих стабильность свойств и возможность их масштабирования для промышленного производства.

Основные положения, выносимые на защиту.

На основании проведенных исследований сформулированы следующие научные положения диссертации:

1. Установлена невозможность прямого введения дисперсных частиц оксида иттрия в расплав экзогенным путём в силу слабого взаимодействия частиц оксида иттрия с расплавом стали.

2. Разработана новая технология эндогенного формирования упрочняющих дисперсных частиц оксида иттрия в стали, основанная на окислении металлического иттрия непосредственно во время выплавки и последующей интенсивной деформационной обработкой слитка методом радиально-сдвиговой прокатки.

3. Впервые изучена эволюция поперечных сквозных дефектов в слитке стали методом радиально-сдвиговой прокатки.

4. Экспериментально подтверждена эффективность радиально-сдвиговой прокатки стальных слитков с упрочняющими частицами Y_2O_3 для достижения ультрамелкозернистого состояния и улучшения свойств материала.

Научная новизна исследования:

1. Экспериментально установлена низкая эффективность прямого введения экзогенных частиц оксида иттрия в расплав стали вследствие высокого угла смачивания более 120° и большой разности плотностей в 1,58 раз вводимых частиц ($5,01 \text{ г/см}^3$) и расплава стали ($7,9 \text{ г/см}^3$).

2. Определены технологические параметры плавки, обеспечивающие эндогенное формирование частиц оксида иттрия в расплаве стали на уровне: температура – $1550 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$, время выдержки – 1 минута, количество введенного иттрия – 2%.

3. Впервые получена база данных кривых течений стали с включениями армирующих частиц оксида иттрия в диапазоне скоростей деформации $0,5 \text{ с}^{-1}$ - 15 с^{-1} и температур $600 \text{ }^\circ\text{C}$ - $1200 \text{ }^\circ\text{C}$.

4. Установлена эффективность влияния радиально-сдвиговой прокатки на эволюцию литой структуры стальных слитков, содержащих упрочняющие частицы оксида иттрия, что приводит к формированию ультрамелкозернистой структуры материала с размером зерна $400\text{-}800 \text{ нм}$.

5. Выявлена возможность ускоренной обработки слитка дисперсно-армированной стали методом радиально-сдвиговой прокатки, обеспечившая уменьшение объема сквозного модельного дефекта с начального объема 480 мм^3 до конечного объема в 155 мм^3 .

Теоретическая и практическая значимость.

Диссертационная работа обладает как теоретической, так и практической значимостью. Разработана новая технология получения стали с упрочняющими частицами оксида иттрия включающая введение металлического иттрия в расплав с последующим его эндогенным окислением, разливкой и обработкой полученного слитка методом радиально-сдвиговой прокатки, отличающаяся перспективами масштабируемости для промышленного применения как конструкционный материал в ядерной энергетике. Изучены новые подходы к введению оксида иттрия в стальную матрицу стали 12Х13. Получена база данных реологических свойств выплавленной стали с включениями Y_2O_3 , которая использована для моделирования процессов пластической деформации и определения оптимальных параметров радиально-сдвиговой прокатки. На основе созданной базы данных были смоделированы процессы пластической деформации стали. Исследовано влияние РСП на микроструктуру и механические свойства стали, а также процессы дробления литой структуры.

С практической точки зрения, разработана технология получения ODS-сталей, обеспечивающая их пригодность для работы в условиях высоких температур и радиационного воздействия. Подтверждена возможность использования радиально-сдвиговой прокатки для формирования ультрамелкозернистой структуры, повышающей прочность и механические свойства. Технология окисления металлического иттрия в процессе выплавки обладает промышленным потенциалом благодаря масштабируемости и совместимости с существующим оборудованием. Полученные результаты могут быть применены при разработке новых конструкционных материалов для ядерной энергетике, авиакосмической отрасли и энергетике, а также для повышения надежности эксплуатации в экстремальных условиях.

Личный вклад соискателя. Личный вклад соискателя заключается в непосредственном выполнении всех этапов исследования, включая разработку гипотез, постановку экспериментальных задач, проведение экспериментов и анализ полученных результатов. Соискатель самостоятельно разработал

методики подготовки и исследования образцов, включая технологии введения оксида иттрия в матрицу стали и методы радиально-сдвиговой прокатки для получения ультрамелкозернистой структуры. Были сформулированы и апробированы новые подходы к улучшению смачиваемости и диспергирования оксида иттрия в металлической матрице, а также проведён комплексный анализ их влияния на микроструктуру и свойства ODS-сталей. Соискатель участвовал в настройке оборудования, контроле качества экспериментов и обработке данных, включая микроструктурный анализ и механические испытания образцов. На основе полученных данных были предложены рекомендации по применению ODS-сталей в ядерной энергетике и других высокотехнологичных отраслях. Все основные выводы и результаты диссертации получены при непосредственном участии соискателя.

Основные тезисы диссертации были представлены на научно-практической конференциях и опубликованы в статьях Scopus и ККСОН.

Диссертационная работа выполнялась в НАО «Карагандинский индустриальный университет» на кафедре «Металлургия и материаловедение» факультета «Металлургия и машиностроение».

Публикации: По теме диссертационного исследования опубликовано восемь работ. Из них 5 статей из базы данных Scopus и Web of Science, 2 статьи в сборниках международных научно-практических конференций, 1 статья в изданиях рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МНнВО РК.

Список публикаций базы данных Scopus и Web of Science:

1. Arbuz A., Kawalek A., Panichkin A., Ozhmegov K., Popov F., Lutchenko N. Using the radial shear rolling method for fast and deep processing technology of a steel ingot cast structure // *Materials*. 2023. Vol. 16. No. 24. Article No. 7547.(Q1-Web of Science)

2. Arbuz A., Panichkin A., Popov F., Kawalek A., Ozhmegov K., Lutchenko N. Modeling the evolution of casting defect closure in ingots through radial shear rolling processing // *Metals*. 2024. Vol. 14. No. 1. Article No. 53(Q2-Web of Science).

3. Arbuz A. S., Panichkin A. V., Popov F. E., Lutchenko N. A., Volokitina I. E. Using the radial shear rolling method for deep development of the cast structure of ingots of special materials // *Metallurgist*. 2024. Vol. 67. No. 11-12. P. 1826–1836(Q4-Web of Science).

4. Popov F., Lutchenko N., Panichkin A., Lezhnev S., Panin E., Vinogradov L., Arbuz A. Modelling the evolution of casting defect closure by radial shear rolling // *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 2024. Vol. 59. No. 1. P. 197–206. (34 Перцентиль – Scopus)

5. Panichkin A., Popov F., Lutchenko N., Beldeubayev A., Samokhvalov I., Arbuz A. Research of injection methods for Y₂O₃ nanoparticles into nickel-free stainless steel during induction vacuum remelting // *Journal of Chemical*

Technology and Metallurgy. 2024. Vol. 59. No. 1. P. 173–182.(34 Перцентиль – Scopus)

Список публикаций в изданиях рекомендованных Комитетом по обеспечению качества в сфере образования и науки МНВО РК

1. Найзабеков А.Б., Попов Ф.Е., Паничкин А.В., Лежнев С.Н., Арбуз А.С. Моделирование применимости метода радиально-сдвиговой прокатки для закрытия дефектов литой структуры стального слитка // Труды университета. – 2023. – №4(93). – С. 67-71.

Список докладов на международных научных конференциях:

1. Popov F., Panichkin A., Lutchenko N., Beldeubayev A., Samokhvalov I., Arbuz A. The Various Ways Injection of Y₂O₃ Particles into the Nickel-Free Stainless-Steel Melt by Experimental Vacuum Induction Melting // METAL Conference Proceedings. 2023.

2. Попов Ф., Паничкин А., Лученко Н., Белдеубаев А., Самохвалов И., Арбуз А. Введение частиц Y₂O₃ в расплав безникелевой нержавеющей стали методом вакуумной индукционной плавки // Proceedings 32nd International Conference on Metallurgy and Materials. – 2024. – С. 59–63.

Связь диссертационной работы с научно исследовательскими программами: Диссертационная работа выполнена по гранту №АР09259982 «Разработка и исследование технологии получения и доработки оксидно-дисперсионно-упрочненной стали для использования в атомной технике».

Структура работы. Диссертация состоит из введения, 4 разделов, заключения, изложенных на 149 страницах, содержит 85 рисунков, 1 таблицы, 202 использованных источников и 4 приложений.