



EAF+VAR 生产 15-5PH 不锈钢点状缺陷成因及改进

章东海¹, 潘明旭¹, 李旭², 许勇¹, 熊皓¹

(1 大冶特殊钢有限公司锻造事业部, 黄石 435001; 2 大冶特殊钢有限公司, 黄石 435001)

摘要:采用冶炼成本较低的 EAF→VOD→LF+VD→浇注 6 t 电极棒→真空自耗重熔(VAR)的新工艺流程代替传统双真空冶炼工艺生产 15-5PH 不锈钢, 使用扫描电镜、ASPEX 等对其探伤点状缺陷进行检测, 并分析其产生原因。结果表明, 自耗电极中已存在铝酸钙及镁铝尖晶石非金属夹杂物, 真空自耗重熔过程的不稳定, 将锭冠和非金属漂浮物卷入熔池残留在自耗电极中, 导致锻造材后产生点状缺陷。通过工艺优化改进, VOD 还原渣料由铝粒 9 kg/t 调整为硅铁 8 kg/t、铝粒 5 kg/t 复合脱氧, 精炼渣系成分由(质量分数)CaO 为 50%~55%、SiO₂ 为 10%~15%、Al₂O₃ 为 20%~25% 调整为 CaO 为 45%~50%、SiO₂ 为 5%~10%、Al₂O₃ 为 33%~38%, 真空自耗重熔熔速由 4.2 kg/min 提高至 6 kg/min、熔滴时间由 0.23 s 提高至 0.27 s, 自耗电极洁净度得到较大的提升, 自耗重熔过程熔速控制稳定, 熔池液面非金属漂浮物得以去除, 成品材高低倍检验均满足标准要求, 探伤合格率提高至 98% 以上。

关键词:15-5PH 不锈钢; 点状缺陷; 精炼渣系; 真空自耗重熔; 熔滴时间

DOI:10.20057/j.1003-8620.2023-00208 中图分类号:TF769.1

Causes and Improvement of Point Defects in 15-5PH Stainless Steel Produced by EAF+VAR

Zhang Donghai¹, Pan Mingxu¹, Li Xu², Xu Yong¹, Xiong Hao¹
(1 Forging Division, Daye Special Steel Co., Ltd., Huangshi 430051, China;
2 Daye Special Steel Co., Ltd., Huangshi 430051, China)

Abstract: The new process of EAF→VOD→LF+VD→pouring 6 t electrode rod→vacuum consumable remelting (VAR) with lower smelting cost was adopted to produce 15-5PH stainless steel instead of the traditional VIM+VAR process, the causes of point defects were analyzed by scanning electron microscopy and ASPEX detection methods. The results show that calcium aluminate and aluminum spinite exist in the self-consuming electrode, the instability of vacuum consumable remelting process will draw the ingot crown and non-metallic float into the melting pool and remain in the consumable ingot, resulting in point defects after forging. Through process optimization and improvement, the VOD reduction slag is adjusted from 9 kg/t aluminum to 8 kg/t ferrosilicon and 5 kg/t aluminum, the composition of refining slag is adjusted from (mass fraction) CaO 50%-55%, SiO₂ 10%-15%, Al₂O₃ 20%-25% to CaO 45%-50%, SiO₂ 5%-10%, Al₂O₃ 33%-38%, vacuum consumable remelting speed is increased from 4.2 kg/min to 6 kg/min, and the melting drop time is increased from 0.23 s to 0.27 s, the cleanliness of consumable electrode has been greatly improved, the melting speed has been controlled steadily, the non-metal floating matter on the liquid surface of the molten pool has been removed, low and high magnification inspection of the finished material have met the standard requirements, and the inspection pass rate has been increased to more than 98%.

Key Words: 15-5PH Stainless Steel; Point Defects; Refining Slag System; VAR; Droplet Time

15-5PH(05Cr15Ni5Cu4Nb)是一种马氏体沉淀硬化不锈钢,属于 Cr-Ni-Cu 系不锈钢,它具有与 304 不锈钢相当的韧性、延展性、硬度和耐腐蚀性^[1-2]。15-5PH 不锈钢具有良好的耐热性和高温强度,在 1 150 °C 高温条件下,可以保持较好的使用寿命,被广泛应用于需要高温、高强度、良好横向和纵向韧性以及在腐蚀环境中具有良好疲劳性能的飞机、船舶等零部件的制造中^[3-4]。

目前,国内航天用 15-5PH 不锈钢大多采用真空

感应(VIM)+真空自耗(VAR)双真空冶炼工艺,管真等^[5-8]对双真空的冶炼工艺进行了研究,然而,其工艺需要使用高纯度的原材料,设备维护费用高,生产成本较高,限制了 15-5PH 不锈钢的推广应用。随着市场需求的日益增加,为降低生产成本,扩大其推广使用,大冶特钢开发了 EAF+VAR 生产 15-5PH 不锈钢锻造材的生产工艺流程。早期生产阶段,15-5PH 不锈钢因自耗电极纯净度低、真空自耗重熔过程不稳定等问题,成材后探伤不合格,出现了断

续点状缺陷。

经过对该材料的分析研究,对自耗电极冶炼和真空自耗重熔工艺参数进行调整,解决了 15-5PH 不锈钢点状缺陷的难题,提高了探伤合格率。

1 试验材料及方法

15-5PH 为超低碳不锈钢,生产工艺流程为: EAF→VOD→LF+VD→浇铸 6 t 电极棒($\phi 570$ mm)→VAR 自耗锭($\phi 660$ mm)→锻制成材,其中电弧炉的容积为 20 t,钢的化学成分要求见表 1。

15-5PH 不锈钢在生产时,电弧炉铁水比 60%~70%,出钢温度 1 630~1 680 °C,出钢 $w[P] \leq 0.005\%$ 。出钢结束后吊包至 VOD 炉,VOD 炉使用氧枪对钢水进行真空吹氧精炼,达到脱碳保钨的目的。脱碳结束后使用铝粒对钢水进行脱氧,并还原在真空脱碳过程中产生的 Cr_2O_3 。钢液还原结束后,吊包至 LF 精炼。钢液进 LF 后送电升温、脱氧,加石灰脱硫,精炼后期底吹氮气增氮,精炼时间 70~90 min。精炼结束后进行 VD 处理,VD 总时间 20 min,使用底吹氮气增氮,VD 结束后软吹 20~25 min 后吊包浇注电极棒,电极棒冶炼各工序化学成分见表 2。电极棒经车削、焊接后,进行真空自耗重熔。

2 结果与讨论

2.1 点状缺陷特征

15-5PH 不锈钢成材后按 $\phi 1.2$ mm 平底孔超声探伤, $\phi 250$ mm 锻圆,深度 90~180 mm,出现多处点状缺陷,标准当量为 $\phi 0.8 \sim 2.5$ mm。截取缺陷定位试样,肉眼未发现明显的缺陷,经复探在距离表面约 120 mm 处有超标缺陷。研磨横截面,采用扫描电镜观察并配合能谱分析,发现多处缺陷,长度为 264~620 μm ,缝内有夹渣,如图 1 所示。选取两处具有

代表性的点进行能谱分析,主要成分为铝酸钙和镁铝尖晶石。根据夹杂物形貌及成分,可以判断这些夹杂物是在自耗电极冶炼过程产生的,经自耗重熔后未完全排出,成材后形成点状缺陷。

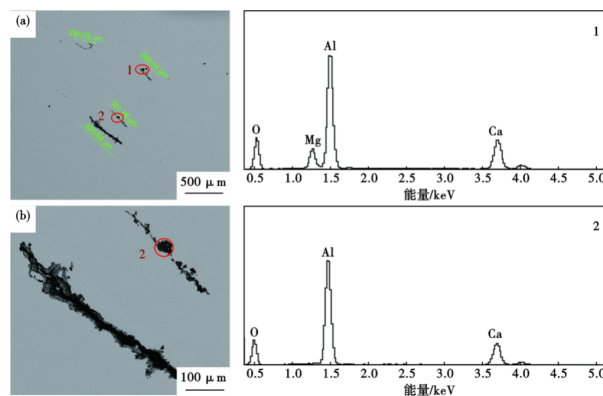


图1 不同倍数下横截面缺陷电镜形貌及能谱分析:(a)镁铝尖晶石,(b)铝酸钙

Fig. 1 Electron microscopic morphology of cross section defects and energy spectrum analysis at different times: (a) magnesium aluminum spinel, (b) calcium aluminate

2.2 点状缺陷成因分析

VOD 工艺方面:15-5PH 不锈钢生产过程中 VOD 还原渣料使用铝粒脱氧,铝粒使用量 9 kg/t。从表 2 看出,VOD 还原后 $w[Si]$ 为 0.08%、 $w[Al]$ 为 0.006%,考虑钢水量及成分变化影响,实际 Cr 回收率为 90.3%。VOD 还原后钢水 $w[O]$ 为 56×10^{-6} ,LF 结束 $w[O]$ 为 37×10^{-6} ,软吹结束 $w[O]$ 为 25.8×10^{-6} 。还原过程不完全,在后期 LF 精炼脱氧产物大量产生,脱氧产物未完全上浮,形成夹杂。因此,需要进一步优化 VOD 工艺,以确保脱氧更彻底。

LF 精炼方面:15-5PH 不锈钢在 LF 精炼过程中,造渣渣料使用特种石灰和精炼预熔渣按照 3:1 进行

表1 15-5PH 不锈钢的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of 15-5PH stainless steel

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Nb	Mo	Al
	≤ 0.07	≤ 1.00	≤ 1.00	≤ 0.030	≤ 0.015	14.00~15.50	3.50~5.50	2.50~4.50	5*C~0.45	≤ 0.50	≤ 0.020

表2 15-5PH 钢冶炼过程化学成分(质量分数)

Table 2 Chemical composition of 15-5PH steel smelting process

工序	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al	Nb	N	O
VOD 前	0.450	0.19	0.38	0.010	0.011 9	14.86	4.05	2.84	0.08	0.003	0.06	0.024	0.003 50
VOD 还原后	0.013	0.16	0.08	0.010	0.013 4	13.95	4.19	2.85	0.08	0.006	0.024	0.018	0.005 60
LF 结束	0.038	0.84	0.29	0.011	0.001 0	14.4	4.61	3.51	0.30	0.029	0.302	0.043	0.003 70
VD 结束	0.040	0.83	0.36	0.011	0.001 6	14.59	4.55	3.46	0.30	0.009	0.30	0.059	0.003 00
软吹结束	0.040	0.82	0.36	0.011	0.001 0	14.61	4.58	3.48	0.30	0.009	0.30	0.060	0.002 58

配比,其中特种石灰用量为 15 kg/t,精炼预熔渣用量为 5 kg/t。渣面扩散以 CaSi 粉为主,少量使用 Al 粉。在 LF 结束、VD 结束、软吹结束时,分别取渣样和钢样进行检测。渣样成分见表 3,此渣系 SiO₂ 含量较高,Al₂O₃ 含量较低,二元碱度为 3.5~4.1,吸附夹杂能力不强^[9]。金属样进行 ASPEX 夹杂物分析,扫描面积为 50 mm²,对夹杂物进行面积分布统计,精炼各阶段夹杂物数量见表 4。软吹时间为 20~25 min,软吹结束后夹杂物总数为 596 个,其中 20 μm 以上夹杂物个数为 23 个,反映出夹杂物总量及大尺寸夹杂物数量控制较好。

表 3 不同工序精炼炉渣成分和碱度

Table 3 Ingredient and alkalinity of refining slag at different processes

工序	炉渣成分/%						二元碱度
	Al ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	CaO	TFe	MnO	
LF 结束	23.53	7.92	13.09	52.59	0.4	0.08	4.02
VD 结束	20.8	10.27	14.72	52.15	0.35	0.07	3.54
软吹结束	20.74	10.59	13.54	51.61	0.29	0.07	3.81

表 4 精炼不同工序夹杂物尺寸分布及数量

Table 4 Size distribution and quantity of inclusions at different refining processes

夹杂物尺寸分布/μm	精炼各阶段夹杂物数量/个		
	LF 结束	VD 结束	软吹结束
1~3	877	273	383
>3~5	126	135	96
>5~10	52	54	64
>10~20	14	18	30
>20~50	9	4	21
>50	0	0	2
总计	1 078	484	596

真空自耗重熔方面:真空自耗重熔过程是在真空环境下进行的,自耗电电极与熔池之间放电产生电

弧,实现电能向热能的转换,加热熔化电极,钢水重新在结晶器内冷却凝固^[10]。自耗电电极中的非金属夹杂物在重熔过程中,主要是通过电弧破碎,上浮并被弧光推到结晶器壁上凝固,来实现弥散分布和去除的^[11-13]。15-5PH 不锈钢自耗重熔使用 Consarc 公司炉型,采用恒熔化速度+熔滴时间控制模式。正常重熔过程熔速设定值 4.2 kg/min,熔滴时间设定值 0.23 s,实现弧长控制。自耗重熔过程熔速曲线和俯视熔池液面情况如图 2 所示,自耗电电极的 N 含量为 0.060 0%,可以看出,自耗电电极重熔过程中熔速波动较大,电极中气体元素 N 在重熔过程中部分逸出,使电弧状态发生了改变,辉光放电严重,液面控制不稳定,将锭冠和非金属漂浮物卷入熔池,造成自耗钢锭内部夹杂。

2.3 工艺优化及改进

2.3.1 VOD 渣料优化

钢水在 Al 含量相同的条件下,硅铝复合脱氧工艺与单独使用铝脱氧工艺相比,可以使钢水中的氧含量进一步降低^[14]。因此,对 VOD 还原渣料进行调整,由单独铝粒脱氧调整为硅铁+铝粒复合脱氧,硅铁使用量 8 kg/t、铝粒使用量 5 kg/t,并增加 VOD 还原所需的石灰用量,以提升炉渣碱度和还原性。优化后生产炉次各工序成分变化情况见表 5。其中,VOD 还原过程 Cr 回收率由改进前的 90.3% 提高至 98.7%。VOD 还原后钢水氧含量为 38.5×10⁻⁶,LF 结束钢水氧含量为 30×10⁻⁶,软吹结束氧含量为 18.5×10⁻⁶,过程氧含量较前期有较大降低。钢水过氧化程度得到较好的改善,减轻了后续精炼夹杂物去除的压力。

2.3.2 精炼渣系优化

精炼渣系是影响钢水洁净度及夹杂物水平的主要因素之一,而精炼渣系吸附夹杂能力与渣系流

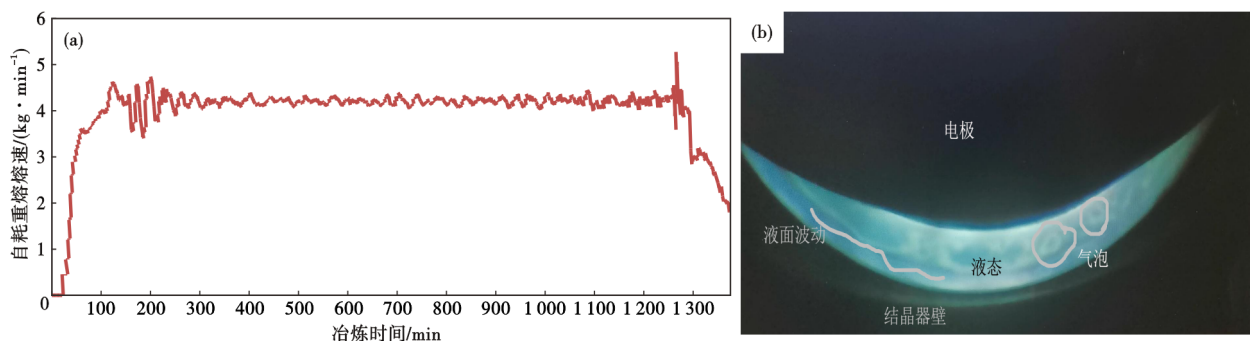


图 2 自耗重熔熔速曲线及熔池液面:(a)自耗重熔熔速曲线,(b)俯视熔池

Fig. 2 Consumable remelting curve and molten pool level : (a)consumable remelting melting velocity curve, (b)molten pool level

表5 渣料优化后 15-5PH 不锈钢冶炼过程成分变化(质量分数)

工序	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al	Nb	N	O
VOD前	0.450	0.34	0.38	0.013	0.003 1	14.25	4.46	3.41	0.09	0.006	0.076	0.025 0	0.003 40
VOD还原后	0.026	0.31	0.28	0.014	0.002 8	14.06	4.45	3.44	0.10	0.084	0.060	0.016 0	0.003 85
LF结束	0.038	0.80	0.34	0.014	0.001 3	14.48	4.56	3.38	0.28	0.049	0.314	0.044 0	0.003 00
VD结束	0.038	0.79	0.34	0.014	0.001 0	14.49	4.55	3.45	0.27	0.023	0.310	0.061 5	0.002 35
软吹结束	0.040	0.80	0.34	0.014	0.001 0	14.53	4.57	3.46	0.28	0.020	0.310	0.061 0	0.001 85

动性和渣中 Al_2O_3 、 CaO 活度有直接的关系。由铝氧平衡可知,增加 Al_2O_3 活度将使铝氧平衡负向移动,阻碍了钢水中的 Al_2O_3 穿过渣钢界面进入渣中去除。而增加渣中 CaO 活度,可以与 Al_2O_3 形成钙铝酸盐,有利于炉渣吸附 Al_2O_3 夹杂,提高渣系脱氧和夹杂去除能力^[15]。同时,渣中 Al_2O_3 的含量对炉渣熔点有较大的影响,合适的 Al_2O_3 含量可以提高炉渣的流动性,且增强炉渣对 Al_2O_3 的吸附能力,提高钢水洁净度。

结合精炼渣系相图,VOD 结束后扒全部渣,进 LF 后对精炼渣系进行了优化,通过降低渣中 SiO_2 含量、提高 Al_2O_3 含量,将渣系调整为 $w(\text{CaO})$ 为 45% ~ 50%、 $w(\text{SiO}_2)$ 为 5% ~ 10%、 $w(\text{Al}_2\text{O}_3)$ 为 33% ~ 38%,在较好流动性下提高炉渣吸附夹杂能力,优化后生产炉次各阶段的精炼渣系成分见表 6。对金属样进行 ASPEX 夹杂物分析,优化后精炼各阶段夹杂物数量见表 7。软吹时间为 20 ~ 25 min,软吹结束后夹杂物总数为 112 个,其中,20 ~ 50 μm 夹杂物个数为 1 个,无 50 μm 以上夹杂物。通过对渣系成分的调整,钢水夹杂物得到有效降低,钢水洁净度明显提高。

2.3.3 自耗工艺优化

自耗重熔过程要求平稳,非气体钢重熔工艺一般均采用短弧控制。15-5PH 不锈钢自耗电极氮含量高,导致重熔过程中,熔池不稳定。为控制自耗

表6 优化后精炼渣系成分(质量分数)

工序	Al_2O_3	MgO	SiO_2	CaO	TFe	MnO
LF结束	36.43	8.34	5.04	48.68	0.34	0.08
VD结束	33.87	10.43	7.16	47.65	0.33	0.11
软吹结束	33.95	10.52	6.96	46.51	0.29	0.10

表7 优化后精炼各阶段夹杂物尺寸分布及数量

Table 7 Optimized size distribution and quantity of inclusions at each refining stage

夹杂物尺寸分布/ μm	精炼各阶段夹杂物数量/个		
	LF结束	VD结束	软吹结束
1 ~ 3	338	48	44
>3 ~ 5	162	79	35
>5 ~ 10	62	34	27
>10 ~ 20	21	7	5
>20 ~ 50	3	1	1
>50	4	1	0
总数	590	170	112

重熔过程稳定顺行,采用长弧冶炼,拉大电极端部与熔池液面之间的距离,增加熔速,达到正常重熔去夹杂的目的。在实际生产过程中,正常重熔过程熔速设定值调整为 6 kg/min,熔滴时间设定值调整为 0.27 s,实现长弧冶炼。自耗重熔过程熔速曲线和俯视熔池液面情况如图 3 所示,可以看出,自耗重熔过程电弧、熔速控制稳定,熔池液面波动小,锭冠无掉落,熔池液面上非金属漂浮物有序排出。

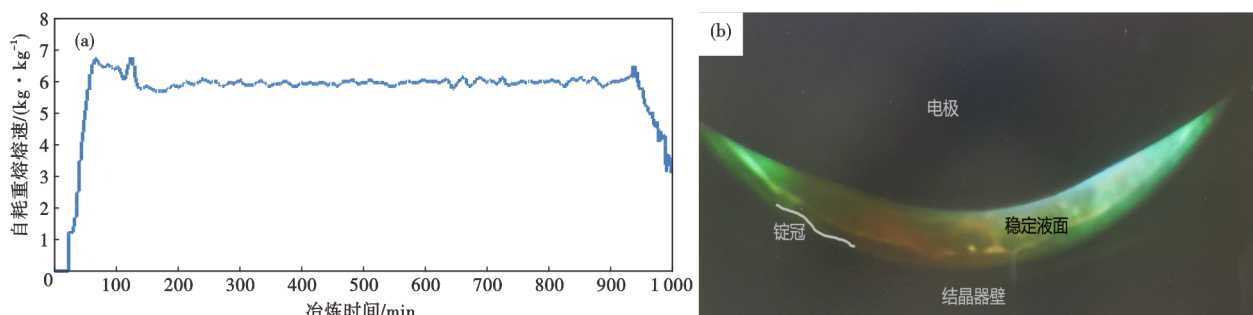


图3 自耗重熔熔速曲线及熔池情况:(a)自耗重熔熔速曲线,(b)俯视熔池

Fig. 3 Consumable remelting curve and molten pool level : (a)consumable remelting melting velocity curve, (b)molten pool level

2.4 探伤结果

通过工艺改进,15-5PH 不锈钢探伤点状缺陷得到有效改善,探伤合格率提高至 98% 以上,高低倍检验结果见表 8,改进后洁净度(S)按 AMS2300F—1984 标准检验结果为 0,黑斑、白斑、径向偏析、环花按 ASTM A604—07(2022)标准检验结果均为 A 级,铁素体数据为 0.10%,检验结果均满足标准要求,质量提升效果显著。

表 8 15-5PH 不锈钢检验情况
Table 8 Inspection status of 15-5PH stainless steel

项目	洁净度(S)	白斑	黑斑	径向偏析	环状花样	自由铁素体/%
标准(合格级别)	≤0.20	A	A	A	A 或 B	≤2
检测值(改进前)	0.27	A	A	A	A	0.10
检测值(改进后)	0	A	A	A	A	0.10

3 结论

采用冶炼成本较低的 EAF→VOD→LF+VD→浇注 6 t 电极棒→真空自耗重熔(VAR)的新工艺流程代替传统双真空冶炼工艺生产 15-5PH 不锈钢,获

得良好效果。

(1)自耗电电极冶炼过程中形成的铝酸钙及镁铝尖晶石类非金属夹杂物残留在自耗电电极中,自耗电电极重熔过程中熔速波动较大,熔池液面控制不稳定,将锭冠和非金属漂浮物卷入熔池残留在自耗电锭中,成材后产生点状缺陷。

(2)VOD 还原渣料由铝粒 9 kg/t 调整为硅铁 8 kg/t、铝粒 5 kg/t 复合脱氧,脱氧后 Si、Al 含量较高,Cr 回收率达到 98.7%,钢水过氧化程度得到改善。精炼渣系成分由(质量分数)CaO 为 50%~55%、SiO₂ 为 10%~15%、Al₂O₃ 为 20%~25% 调整为 CaO 为 45%~50%、SiO₂ 为 5%~10%、Al₂O₃ 为 33%~38%,炉渣吸附夹杂能力得到提升,使自耗电电极的夹杂物得到有效控制。

(3)真空自耗重熔过程中,将熔速由 4.2 kg/min 提高至 6 kg/min,熔滴时间由 0.23 s 提高至 0.27 s,拉大电极端部与熔池液面之间的距离,熔速和熔池液面控制稳定,实现了熔池液面非金属漂浮物的有序去除。

(4)通过对 15-5PH 不锈钢自耗电电极冶炼和真空自耗重熔工艺的改进,成材后高低倍检验均满足标准要求,探伤合格率提高至 98% 以上。

参考文献

- [1] 管真. 不同冶炼方法的 15-5PH 不锈钢中夹杂物对疲劳性能的影响[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2019.
- [2] 罗恒军, 谢静, 程樞, 等. 15-5PH 沉淀硬化不锈钢模锻件试制[J]. 大型铸锻件, 2014(2): 33-34.
- [3] 徐增华. 金属耐蚀材料第八讲 沉淀硬化不锈钢[J]. 腐蚀与防护, 2001, 22(8): 367-370.
- [4] 刘振宝, 梁剑雄, 杨志勇, 等. 碳含量对 15-5PH 沉淀硬化不锈钢板材的组织与性能的影响[J]. 航空材料学报, 2011, 31(1): 7-12.
- [5] 管真, 孙永庆, 李莉, 等. 冶炼工艺对 15-5PH 不锈钢疲劳性能的影响[J]. 钢铁, 2020, 55(1): 72-80.
- [6] 王敏, 孙利军, 姚长贵, 等. 冶炼工艺对 15-5PH 钢质量影响[J]. 热处理技术与装备, 2008, 29(4): 32-36.
- [7] 徐涛, 王鹏, 周鹏程, 等. 17-7PH 沉淀硬化不锈钢电渣重熔过程洁净度的变化[J]. 特殊钢, 2022, 43(5): 68-73.
- [8] 郎炜鸣, 翟俊, 赵鑫森, 等. 典型含钛超纯铁素体不锈钢冶炼-连铸过程夹杂物衍变研究[J]. 特殊钢, 2021, 42(1): 16-19.
- [9] 杨浩, 王方军, 李采, 等. 镍基高温合金的熔炼工艺研究进展[J]. 特殊钢, 2023, 44(3): 1-9.
- [10] 董晓亮, 张秀丽, 许广鹏, 等. $\phi 300$ mm S53 马氏体时效强化钢环状花样低倍组织分析及工艺改进[J]. 特殊钢, 2022, 43(1): 69-72.
- [11] 杨玉军, 赵长虹, 李爱民, 等. 高温合金真空自耗重熔的工艺控制[C]. 动力与能源用高温结构材料——第十一届中国高温合金年会论文集. 北京, 2007: 17-19.
- [12] Zanner F J, Bertram L A, Harrison R, et al. Relationship between furnace voltage signatures and the operational parameters arc power, arc current, CO pressure, and electrode gap during vacuum arc melting INCONEL 718 [J]. Metallurgical Transactions B, 1986, 17(2): 357-365.
- [13] Zanner F J. Metal transfer during vacuum consumable arc remelting[J]. Metallurgical Transactions B, 1979, 10(2): 133-142.
- [14] 詹中华, 张延玲, 成国光, 等. 15-5PH 不锈钢大型锻件冶炼脱氧工艺研究[J]. 钢铁研究学报, 2021, 33(8): 752-758.
- [15] 赵东伟, 包燕平, 王敏, 等. 高洁净度铝镇静钢 LF 精炼渣成分优化[J]. 炼钢, 2013, 29(2): 9-13.