

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б. Н. Ельцина»



На правах рукописи

Пумпянский Дмитрий Александрович

**НАУЧНЫЕ ОСНОВЫ РАЗРАБОТКИ СТАЛЕЙ, СПЛАВОВ
И ВЫСОКОЭФФЕКТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА
НЕФТЕГАЗОВЫХ И СПЕЦИАЛЬНЫХ ТРУБ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ**

2.6.17. Материаловедение

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

доктора технических наук

Екатеринбург–2024

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов Института новых материалов и технологий ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»

Научный консультант: доктор технических наук, профессор,
ПОПОВ Артемий Александрович

Официальные оппоненты: **КОНДРАТЬЕВ Сергей Юрьевич**, доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого», профессор высшей школы физики и технологий материалов института машиностроения, материалов и транспорта;

КУДРЯ Александр Викторович, доктор технических наук, профессор, ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, профессор кафедры металловедения и физики прочности;

МАКАРОВ Алексей Викторович, доктор технических наук, член-корреспондент РАН, ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, главный научный сотрудник лаборатории механических свойств

Защита состоится «20» июня 2024 г. в 15:00 на заседании диссертационного совета УрФУ 2.6.01.04 по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ауд. И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <https://dissovet2.urfu.ru/mod/data/view.php?d=12&rid=5859>.

Автореферат разослан «__» _____ 2024 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Селиванова Ольга Владимировна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Устойчивый экономический рост невозможен без развитой промышленности, обеспечивающей разработку запасов углеводородов и освоение технологий их извлечения, переработку сырья для удовлетворения текущих и перспективных потребностей. Несмотря на перспективы снижения удельной энергоемкости валового продукта, увеличения доли воспроизводимых источников, стабильной доли атомной энергетики в энергобалансе страны, углеводороды в настоящее время остаются ключевым источником энергии.

К началу XXI века истощение традиционных месторождений определило развитие новых крупных проектов по освоению запасов нефти и газа с осложненными условиями добычи, что обуславливает необходимость повышения эксплуатационных свойств обсадных и насосно-компрессорных труб. Разработка перспективных месторождений, содержащих в значительных количествах сероводород и углекислый газ наряду с другими компонентами, требует создания коррозионно-стойких материалов с повышенными свойствами.

Решение новых задач топливно-энергетического комплекса возможно только при одновременном активном развитии смежных отраслей, в том числе металлургии и ее подотрасли – трубной промышленности, изменения в которой необходимы для обеспечения высококачественными стальными трубами. Высокий уровень технических требований, соответствующих лучшим мировым достижениям, и устойчивое повышение доли высокопрочных труб в структуре потребления обусловили необходимость создания новых научно обоснованных подходов для освоения производства высококонкурентоспособных труб. В связи с этим разработка технологий производства бесшовных труб с повышенными эксплуатационными свойствами для различных областей применения, не имеющих аналогов, является важнейшей задачей. Увеличение объемов производства и качества

выпускаемой продукции также потребовало коренной реконструкции производственных мощностей – от выплавки стали до финишных операций.

Для расширения областей применения труб, обладающих в зависимости от назначения различными механическими и служебными свойствами, **актуальной** стала необходимость научного обоснования выбора материалов и технологических схем их обработки для получения изделий с требуемыми характеристиками. В представленной диссертационной работе, направленной на разработку материаловедческих подходов и их внедрение в процесс производства высокопрочных бесшовных труб со специальными свойствами из различных сталей и титановых сплавов, изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие страны.

Степень разработанности проблемы исследования. Высокопрочные стали и сплавы широко применяются для изготовления различных механизмов и конструкций в машиностроении, авиационной и судостроительной отраслях в виде листового и сортового проката. Однако применительно к трубной продукции до начала XXI века они использовались крайне мало и поэтому к моменту постановки данной диссертационной работы у производителей было недостаточно сведений о рекомендуемых составах и технологиях обработки для изготовления труб, применение которых целесообразно в различных областях промышленности. Также были ограничены сведения о фазовых и структурных превращениях в сталях и сплавах различной легированности, формирующихся комплексах физико-механических и служебных свойств и об областях рационального использования производимой продукции. В связи с этим была необходима постановка работ, направленных на создание материаловедческих принципов, которые бы позволили обоснованно выбирать материалы и технологии их обработки для получения труб с требуемым комплексом свойств для нефтяной, газовой и атомной промышленности.

Цель работы: разработка научных основ создания высокопрочных коррозионно-стойких сталей и сплавов для высокоэффективного производства бесшовных труб специального назначения через установление закономерностей формирования фазового состава, структуры и комплекса свойств путем оптимизации химического состава и режимов термической обработки.

Задачи исследования:

- 1) исследовать влияние содержания углерода и легирующих элементов на формирование структуры и механических свойств стали в условиях технологического цикла прокатки и термической обработки стальных бесшовных труб различных классов и исполнения;
- 2) исследовать влияние химического состава, легирования и микролегирования стали сильными карбидообразующими элементами на особенности сопротивления хрупкому разрушению для труб и муфт в высокопрочном состоянии, формируемом путем закалки и отпуска;
- 3) изучить влияние химического состава, степени загрязненности неметаллическими включениями различного типа, фазового состава и тонкой микроструктуры трубной стали на сопротивление сульфидному коррозионному растрескиванию и разработать методы обеспечения стандартного и повышенного уровня стойкости для металла труб различных групп прочности с минимальным пределом текучести в диапазоне от 552 до 758 МПа с целевой дифференциацией по содержанию основных легирующих и микролегирующих элементов;
- 4) сформулировать требования к базовым химическим составам стали для изготовления труб всех групп прочности в обычном, хладостойком, сероводородостойком исполнении в соответствии с требованиями российских и международных стандартов, а также ключевых потребителей трубной продукции для их экономически эффективного

массового производства на универсальных новых и реконструированных мощностях;

- 5) разработать составы и способы упрочняющей обработки новых рационально легированных высокохромистых марок стали для изготовления хладостойких труб, стойких к углекислотной коррозии, труб, стойких к радиационному охрупчиванию и распуханию в реакторах нового поколения, а также высоколегированных сплавов, в том числе титановых, с высокой стойкостью к углекислотной и сероводородной коррозии.

Научная новизна

Разработан научно обоснованный подход к выбору составов и режимов термической обработки высокопрочных трубных сталей с повышенными вязкопластическими свойствами в широком интервале температур для их применения в различных условиях, в том числе в средах, содержащих углекислый газ и сероводород.

Установлено, что сбалансированное легирование хромомолибденовых сталей несколькими сильными карбидообразующими элементами (ниобием и ванадием) позволяет обеспечить измельчение зерна аустенита за счет выделения карбидов ниобия в аустените и дисперсионное упрочнение карбидами ванадия, которые образуются в процессе отпуска.

Показано, что контроль соотношения значений никелевого и хромового эквивалента в сталях мартенситного класса с 12–14 % хрома позволяет обеспечить однофазный механизм кристаллизации, что способствует получению однородной микроструктуры и достижению высокого комплекса свойств при пределе текучести не менее 758 и 862 МПа, а необходимая пластичность при горячей деформации должна достигаться за счет повышения температур существования квазиоднофазного аустенита (γ +карбиды).

Установлено, что в высокохромистых сталях повышение температуры обработки в двухфазной области обуславливает увеличение дисперсности продуктов мартенситного превращения и повышение комплекса прочностных

и вязкопластических свойств за счет обогащения аустенита по углероду при растворении карбидов хрома.

Выявлено, что для аустенитных сталей типа X18H10T наиболее значимыми факторами упрочнения являются концентрации углерода, азота, титана в твердом растворе и размер зерна, что может обеспечивать до 45 % предела текучести металла получаемых труб.

Для сталей аустенитного класса показано, что повышение отношения $Ni/(Cr+Mo)$ от 0,94 до 1,08 увеличивает устойчивость аустенита против выделения σ -фазы при старении, в то время как пластическая деформация повышает склонность к образованию интерметаллидной фазы.

Теоретическая и практическая значимость

Созданы теоретически обоснованные научные представления к подходам выбора состава стали и технологии ее обработки для получения требуемого комплекса служебных свойств (соответствующей группы прочности) изделий трубной промышленности.

Разработаны составы сталей и технологии их обработки для производства бесшовных труб, применяемых в различных областях, которые защищены патентами РФ и внедрены в производство.

Для псевдо- α -сплавов титана разработана технология, включающая горячее прессование передельных труб по предложенным температурно-скоростным режимам, последующую многопроходную холодную прокатку с промежуточным и окончательным отжигами, которая позволяет обеспечить формирование комплекса механических свойств в холоднокатаных трубах, удовлетворяющих требования российских ТУ (сплавы ПТ-1М, ПТ-7М) и зарубежных стандартов (сплав Ti-3Al-2,5V).

Создано новое производство стальных труб широкого сортамента для нефтяной, газовой и атомной промышленности, характеристики которых превосходят требования международных стандартов. Освоение новых видов продукции в период с 2018 по 2022 г. позволило обеспечить долю

отечественных производителей на внутреннем рынке высокопрочных труб в сероводородостойком, хладостойком исполнении не менее 99 %, а труб из сталей с 13 масс. % хрома – не менее 94 %. Экономический эффект от внедрения разработок в производство превышает 94 млрд рублей, что подтверждено соответствующим актом.

Личный вклад диссертанта

Под руководством диссертанта были поставлены и проведены научно-исследовательские работы по изучению структуры и свойств сталей и сплавов, используемых для изготовления труб различных областей применения; разработаны и внедрены технологии выплавки и обработки, обеспечивающие требуемые комплексы физико-механических и служебных свойств. Диссертант лично руководил обсуждением получаемых результатов и их обработкой, обосновал научные положения и технологические решения для освоения массового производства новой высокотехнологичной продукции.

Методология и методы диссертационного исследования

В диссертационной работе проведено комплексное исследование фазового состава, структуры и свойств изучаемых сталей и сплавов с использованием современных методов структурного анализа: оптическая металлография, растровая и просвечивающая электронная микроскопия, дифракция обратного рассеяния электронов (EBSD), рентгеноструктурный и микрорентгеноспектральный анализы; физико-механические исследования: дилатометрический и дюрометрический анализы; испытания механических свойств при комнатной и отрицательных температурах. Проведены исследования сталей на стойкость к общей и локальной коррозии и выполнены термодинамические расчеты фазового состава изучаемых сталей.

Основные положения, выносимые на защиту:

– научно обоснованный подход к выбору составов и режимов термической обработки высокопрочных трубных сталей, обеспечивающих

высокие прочностные и вязкопластические свойства в широком интервале температур и возможность их применения в различных коррозионно-активных средах, в том числе содержащих углекислый газ и сероводород;

– составы сталей и технологии их обработки, которые защищены патентами РФ, внедрены в практику производства высококачественных труб и применяются в нефтегазовой и атомной промышленности;

– технология получения холоднодеформированных труб из низколегированных сплавов титана, обеспечивающая формирование комплекса механических свойств, удовлетворяющего требованиям российских и международных стандартов.

Достоверность результатов подтверждена большим объемом взаимодополняющих экспериментальных исследований структурно-фазового состояния и комплекса физико-механических и служебных свойств, выполненных с применением современных методик и оборудования с последующей эксплуатацией готовой продукции.

Апробация работы

Результаты работы представлены на IV Международной школе-семинаре «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах. Компьютерное моделирование» (Барнаул, 1998), Девятом всемирном конгрессе по титановым сплавам (Санкт-Петербург, 1999), первой и второй конференциях «Активная государственная инновационная политика – основа экономического возрождения России» (Екатеринбург, 2001 и 2002), Международной конференции «Высокопрочные низколегированные стали и стали со сверхмелким зерном» (ISUGS, Санья, Китай, 2005), VI Международном российско-китайском симпозиуме «Государство и рынок» (Екатеринбург, 2005), XIII международной научно-практической конференции «ТРУБЫ-2005» (Челябинск, 2005), ASME International Pipeline Conference, IPC 2006 и IPC 2008 (Calgary), XX Уральской школе металловедов-термистов (Екатеринбург, 2020), российском научно-

техническом конгрессе «Направления национального научно-технологического прорыва 2030» (Москва, 2021), XI Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур» (Москва, 2023).

На основании проведенного исследования опубликовано 28 научных работ, из них 14 статей в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК РФ, в том числе 13 – в изданиях, индексируемых в международных базах Scopus и Web of Science, 1 монография и 9 патентов РФ.

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения, списка 192 цитируемых источников, приложения и написана на 296 страницах, включая 104 рисунка и 54 таблицы.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В первой главе рассмотрены основные задачи развития энергетики как основы экономического роста страны. Показано, что решение многих задач обеспечения развития энергетики связано с созданием материалов, оборудования и технологий нового поколения в смежных отраслях. Освоение производства новых видов материалов и труб из них чрезвычайно важно для следующих направлений:

- 1) добыча углеводородов в новых районах с резко осложненными природно-климатическими условиями;
- 2) атомная энергетика, построенная на основе реакторных установок нового поколения двухступенчатого топливного цикла;
- 3) теплообменные установки и аппараты с высоким уровнем надежности, работающие в условиях критических температур и давлений при наличии коррозионных воздействий.

Выполнен анализ особенностей ресурсной базы ТЭК России, ее развития, потребностей в новых технологиях и оборудовании. Показано, что нефтяные компании продолжают наращивать объемы бурения вследствие

истощения действующих месторождений и необходимости разработки новых для восполнения ресурсной базы и поддержания текущих объемов добычи. Это обуславливает в среднесрочной перспективе перемещение основных объемов бурения в новые регионы нефтегазодобычи со сложной геологической структурой. При этом усиливаются ожидания увеличения глубин бурения и усложнения профиля скважин, продолжения роста объемов высокотехнологичного горизонтального бурения, что приводит к увеличению потребности в высокотехнологичных видах труб для обустройства скважин из коррозионно-стойких и высокопрочных сталей.

Проанализированы особенности технологии, материалов и оборудования для осуществления эффективной добычи в новых нефтегазовых провинциях. Разработка более сложных месторождений обусловила формирование новых подходов к выбору конструкций и методам заканчивания скважин. Увеличение суммарной длины скважины позволяет сократить количество кустовых площадок на месторождениях для наземных проектов и эффективно использовать ресурсы для морских. Реализация многих проектных решений стала возможна только после освоения массового производства высокопрочных обсадных труб с премиальными (высоко герметичными) резьбовыми соединениями.

Совместно с потребителями были определены требования к обсадным трубам в хладостойком и коррозионно-стойком исполнениях. Для предприятий металлургического комплекса была сформулирована задача по внедрению технологий, реновации существующих и вводу новых мощностей для организации выпуска инновационных видов продукции с высокими технико-экономическими характеристиками.

Для изготовления нарезных труб в соответствии с техническими требованиями ключевых потребителей в РФ и за рубежом, ведущих добычу углеводородов в особо сложных условиях, требовалось также проведение исследований, направленных на выработку оптимальных решений в области

химического состава, режимов термической обработки сталей и сплавов, применение которых целесообразно в конкретных условиях эксплуатации.

Рассмотрены новые подходы и технологии в ядерной энергетике. Показано, что ужесточение условий внутри активной зоны с увеличением температуры (до 650 °С и выше), а также дозы (≥ 100 сна) радиационного облучения в новых реакторах требует использования комплексно легированных сталей с мартенситной структурой, упрочненных дисперсными частицами. Освоение производства труб из таких сталей с особым балансом элементов, стабилизирующих феррит и аустенит, повышенным содержанием упрочняющих элементов, таких как Mo, W, V и Nb, требует углубленного понимания закономерностей формирования микроструктуры и свойств.

Для решения поставленных задач в качестве материалов для продукции различного назначения были выбраны следующие группы сталей и сплавов:

1. для хладостойких труб нефтегазового сортамента повышенной и высокой прочности, в том числе коррозионно-стойких, в средах с сероводородом – низко- и среднеуглеродистые хромомолибденовые мартенситные стали с карбидным упрочнением;
2. для высокопрочных нарезных труб нефтяного сортамента, применяемых в средах с высокой концентрацией углекислого газа, – низкоуглеродистые высокохромистые стали с мартенситной структурой, дополнительно легированные никелем и молибденом, которые обеспечивают, наряду с высокой стойкостью к коррозии, хладостойкость, необходимую для применения труб в условиях сурового климата. Кроме того, стали с 12 % хрома характеризуются низкой склонностью к радиационному распуханию, что делает целесообразным применение труб из этих материалов в узлах активных зон и внутрикорпусных устройств ядерных энергетических установок (ЯЭУ);
3. для труб нефтяного сортамента, применяемых в средах, содержащих, наряду с диоксидом углерода и сероводородом, ионы хлора – высоколегированные аустенитные сплавы на Fe – Cr – Ni основе с

добавками молибдена;

4. для труб, используемых для скоростной перекачки морской воды, транспортировки хлоридсодержащих сред при высокой температуре (до 350 °С), теплообменников для конденсации пара в судовой и морской технике, гидросистем летательных аппаратов – α - и псевдо- α -титановые сплавы с различной структурой и уровнем свойств.

Во второй главе разработаны составы стали для высококачественных нарезных хладостойких труб повышенной и высокой прочности. Выбор системы легирования в зависимости от требований определялся возможностью обеспечения прокаливаемости для формирования не менее 90–95 % мартенсита в микроструктуре для заданной толщины стенки; устойчивостью к отпуску и возможностью обеспечения заданной прочности; формированием мелкозернистой структуры отпущенного мартенсита с равномерно распределенными карбидами; сопротивлением к сульфидному коррозионному растрескиванию под напряжением (СКРН). По характеру и величине предъявляемых требований это должно обеспечивать группы прочности от L80 до C110. Заданную комбинацию свойств можно получить, применяя хромомолибденовые стали, в том числе микролегированные сильными карбидообразующими элементами (V, Nb), формируя в них микроструктуру высокоотпущенного мартенсита.

Изучено влияние легирования на структуру и свойства хромомолибденовых сталей с целью разработки рационального состава и режима термической обработки для хладостойких труб с пределом текучести не менее 758 и 862 МПа. Для улучшения технологических и эксплуатационных свойств стали целевым содержанием углерода было принято 0,24–0,28 масс. %. Содержание хрома и марганца было ограничено на уровне 0,92 и 0,55 % соответственно. Также варьировали содержание молибдена и использовали микролегирование ванадием и (или) ниобием. Было выплавлено две серии экспериментальных составов. Первая – типа 25ХМ, в которой варьировали содержание молибдена от 0,15 до 0,53 %, а

вторая, легированная 0,28–0,33 % Мо содержала сильные карбидообразующие элементы в разных сочетаниях.

Установлено, что с увеличением содержания молибдена прочностные характеристики заметно возрастают во всем интервале температур отпуска, однако это не может надежно обеспечить необходимую прочность (рис. 1, а). Рост прочности при введении молибдена обусловлен измельчением зерна с 25 до 17 мкм, увеличением прокаливаемости и устойчивости к отпуску. Установлено, что рост прочности высокоотпущенных сталей при увеличении содержания молибдена обусловлен снижением подвижности дислокаций через влияние на энергию дефектов упаковки, что затрудняет процессы перераспределения и аннигиляции дислокаций. Кроме того, заметно уменьшается скорость коагуляции легированного цементита. При повышении температуры отпуска от 600 до 690 °С происходит закономерное снижение прочности и увеличение пластичности.

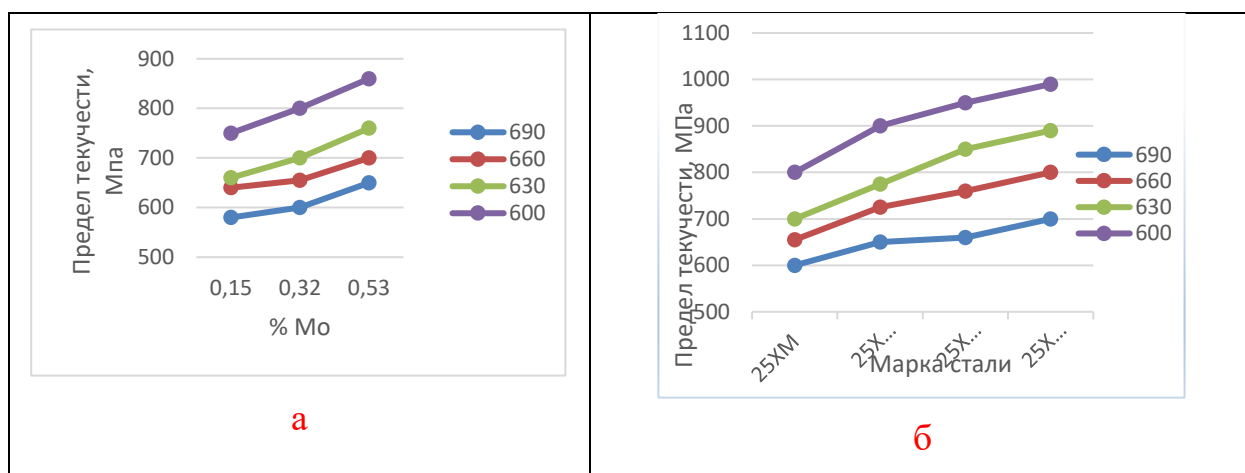


Рисунок 1. Влияние содержания легирующих элементов на предел текучести хромомолибденовых сталей после отпуска при различных температурах; а – влияние молибдена; б – влияние сильных карбидообразующих элементов

В сталях с 0,32 % Мо, содержащих ванадий и (или) ниобий, дополнительный прирост прочности обусловлен микролегированием. Влияние ванадия на прочностные характеристики более сильное, чем ниобия, поскольку температура интенсивного выделения карбида ниобия на 50...70 °С находится выше, чем для карбида ванадия и составляет 630...650 °С.

Наибольшую прочность имеет сталь 25ХМФБ, которая комплексно легирована ниобием и ванадием (рис. 1, б). При этом микролегирование ниобием незначительно снижает K_{CV}^{-60} , а стали 25ХМФ и 25ХМФБ с ванадием менее хладостойки. При повышении температуры отпуска от 600 до 660 °С происходит закономерное повышение вязкости всех сталей, но вышеуказанное негативное влияние ванадия сохраняется.

По мере увеличения концентрации молибдена возможно выделение дисперсных карбидов Mo_6C , которое приведет к некоторому упрочнению стали. В хромомолибденовых сталях образование специальных карбидов NbC и VC наблюдается даже при малом количестве ниобия и ванадия ($\leq 0,04$ масс. %), но приводит к более сильному упрочнению стали с ванадием по сравнению со сталью, микролегированной ниобием, вследствие различия температурных интервалов их растворения и выделения. При температурах выше 660 °С начинается активная коагуляция карбидов ванадия, в то время как карбиды ниобия стойки к коагуляции до температур выше 700 °С.

Таким образом, увеличение содержания молибдена в хромистой стали в количестве не менее 0,25–0,30 масс. % позволяет получать хладостойкие трубы группы P110 с пределом текучести не менее 758 МПа. Дополнительное комплексное микролегирование обеспечивает хладостойкое состояние в трубах более высокой группы прочности Q125 с пределом текучести не менее 862 МПа. Его влияние на хладостойкость в высокопрочном состоянии проявляется через контроль размера аустенитного зерна за счет ниобия при дисперсионном упрочнении за счет ванадия.

По результатам EBSD-анализа установлено, что характер текстуры и морфологические средние параметры реечной микроструктуры (площади кристаллитов, их размеры, количество ближайших соседей и вытянутость в направлении прокатки) в исследуемых сталях оказались близкими друг другу, что позволяет утверждать о незначительной роли этих параметров в уровне формирующихся свойств. Основным является измельчение аустенитного зерна за счет микролегирования и, следовательно, измельчение мартенситного

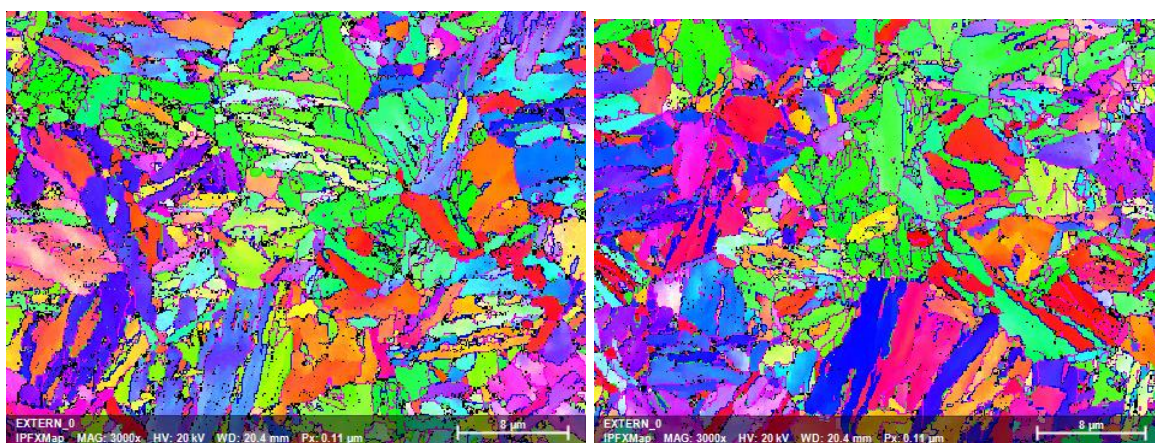
пакета, что было использовано для формирования марочника высокопрочной хладостойкой стали.

Выполнена корректировка составов и режимов термической обработки разработанных сталей для повышения их коррозионной стойкости в средах, содержащих сероводород. На основании проведенных исследований предложена хромомолибденовая сталь типа 26ХМФА с пониженным содержанием хрома и марганца (до 0,5 %), но содержащая не менее 0,7 % молибдена, и с небольшими добавками ванадия и ниобия с суммарным содержанием не более 0,15 %. Необходимые свойства обеспечивали закалкой и высоким отпуском мелкозернистого мартенсита в ниобийсодержащей стали.

Изучено влияние параметров термической обработки на механические и коррозионные свойства стали и их соответствие группе прочности С110. Показано, что данная сталь характеризуется высокой чистотой по неметаллическим включениям. Так, загрязненность по сульфидам, оксидам и силикатам не превышала балла 0,5 по ГОСТ 1778-70. Установлено, что при ускоренном охлаждении области диффузионного и сдвигового превращения разделены между собой, а скорость подавления образования феррита лежит в интервале 25...16 °С/с. Верхняя критическая скорость закалки составляет 85 °С/с. Мартенситная точка – 380 °С. Структура стали в закаленном состоянии представляет собой пакетный мартенсит с небольшим количеством остаточного аустенита (менее 2 % (РСФА)). Формирующийся при высоком отпуске дисперсный сорбит отпуска сохраняет реечное строение. Протекающее перераспределение дислокаций способствует формированию субзернистой структуры. С повышением температуры отпуска доля малоугловых границ уменьшается, но морфология структуры и средний размер структурных составляющих практически не изменяется (рис. 2). По мере повышения температуры отпуска от 680 до 720 °С увеличивается размер субзерен, что связано как с увеличением подвижности дислокаций, так и с протеканием полигонизации, развитие которой уменьшает протяженность

малоугловых границ при снижении уровня микроискажений и плотности дислокаций.

Анализ микроструктуры методами просвечивающей электронной микроскопии подтвердил, что в стали с пониженным содержанием хрома и марганца после закалки и высокого отпуска формируется сорбит отпуска с преимущественно речной морфологией структурных составляющих, содержащий карбиды цементитного типа и комплексные карбиды типа МС. Такая микроструктура обладает хорошим сочетанием высоких прочностных и пластических свойств при удовлетворительной вязкости (табл. 1). Значения свойств после отпуска при 700 и 720 °С показывают их соответствие группе прочности С110.



а

б

Рисунок 2. Микроструктура образцов стали 26ХМФА после отпуска при 680 (а) и 720 °С (б) в виде ориентационных карт (EBSD)

Таблица 1

Механические свойства стали 26ХМФА в зависимости от температуры отпуска

Температура отпуска, °С	$\sigma_{0,6}$, МПа	σ_B , МПа	$\sigma_{0,6}/\sigma_B$	δ , %	φ , %	КСУ ⁺²⁰ Дж/см ²
680	1000	1034	0,98	16	62	200
700	862	906	0,95	18	67	220
720	784	841	0,93	20	69	250

Анализ показал, что после отпуска при 680 °С в интервале температур испытания от плюс 20 до минус 40 °С ударная вязкость высокая (рис. 3). С

уменьшением температуры испытаний происходило снижение ударной вязкости, что обуславливало уменьшение утяжки и появление участков хрупкого разрушения в волокнистом изломе. Температура вязкохрупкого перехода, соответствующая 50 % вязкой составляющей, – минус 70 °С. Повышение температуры отпуска до 720 °С способствует некоторому повышению пластических характеристик при определенном разупрочнении (табл. 1) вследствие снижения плотности дислокаций и полигонизации. Более значимо повышение температуры отпуска сказывается на вязкостных свойствах, особенно при низких температурах испытания.

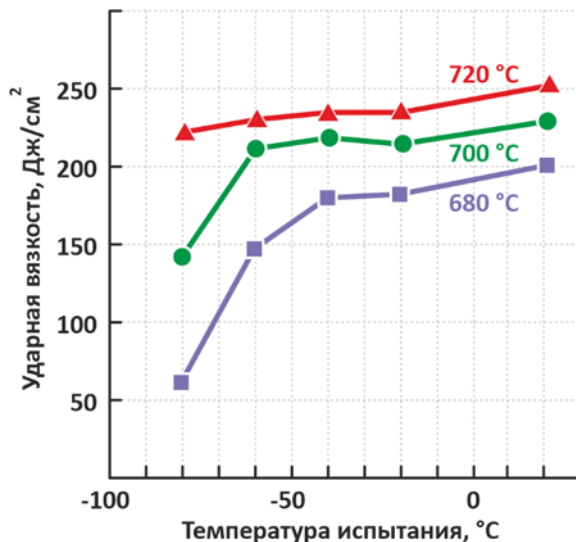


Рисунок 3. Сериальные кривые ударной вязкости стали 26Х1МФА, подвергнутой отпуску при 680 (1), 700 (2) и 720 °С (3)

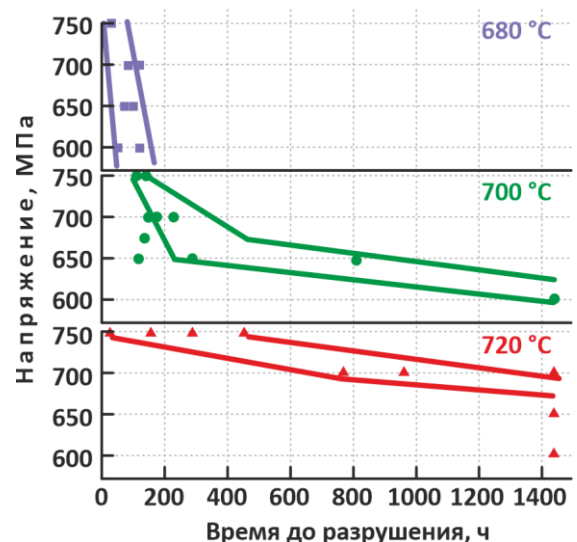


Рисунок 4. Зависимость времени до разрушения от нагрузки стали 26ХМФА, подвергнутой отпуску при 680 , 700 и 720 °С

Отпуск при 680 °С не обеспечил высокую стойкость стали к СКРН (рис. 4) при испытаниях по методу А NACE TM0177: время до разрушения мало зависело от коэффициента нагрузки K и не превышало 120 ч. Сопротивление СКРН возросло при повышении температуры отпуска. Напряжение, при котором не происходит разрушение образцов ранее 720 ч, условно принято за пороговое, при повышении температуры отпуска от 700 до 720 °С оно увеличивается на 100 МПа (с 600 до 700 МПа). Установлено, что критический коэффициент интенсивности напряжений K_{ISSC} , определенный по методу D

NACE TM0177, после отпуска при 680 °С был значительно ниже, чем после отпуска при 720 °С (21,5 по сравнению с 39,4 МПа·м^{1/2}), а концентрация абсорбированного водорода была более чем в три раза выше – 2,47 и 0,79 мл/100 г соответственно.

Установлено, что введение молибдена в столь высоких концентрациях необходимо для обеспечения мартенситной структуры при закалке и замедления процессов последующего отпуска. По совокупности экспериментов был сделан вывод о необходимости контроля за формированием микроструктуры дисперсного мартенсита при закалке с минимизацией его микроструктурной полосчатости и получением максимально однородной структуры карбидов средней дисперсности в стадии окончательной обработки. Определены оптимальные диапазоны концентрации Mo, V, Nb для каждой группы прочности, позволяющие обеспечивать достижение заданного предела текучести и порогового напряжения за счет формирования сложных карбидов, главным образом типа MC и легированного цементита в предельно отпущенной матрице.

В ходе работы были сформулированы основные подходы к обеспечению стойкости высокопрочных труб к СКРН, для изготовления которых должна применяться высококачественная мелкозернистая сталь с низким содержанием примесей и минимальным уровнем загрязнений. Базовые требования к механическим свойствам, предельной загрязненности неметаллическими включениями и другие ключевые параметры сталей труб для «кислых» сред были сформулированы в нормативных документах СТО ТМК. Максимальный балл загрязненности по неметаллическим включениям любого типа должен быть не более 0,5–1,0 при содержании серы не более 0,002–0,003 масс. %. Разработаны принципы выбора химического состава для различных групп прочности, в том числе с повышенным относительным пороговым напряжением (σ_{th}), для которых предел содержания основных легирующих элементов варьируется очень широко: например, до 1,00 масс. % Mo для группы прочности C110.

В третьей главе разработаны составы и режимы обработки трубных сталей повышенной и высокой прочности, стойких к углекислотной коррозии. Среди стандартных материалов широкое распространение получила марка типа L80 13Cr, обладающая мартенситной структурой, максимально близкая по составу к массовой отечественной марке 20X13. Однако такие композиции не обладают хладостойкостью, что не соответствует условиям их применения в различных климатических зонах РФ. Поэтому была поставлена задача разработки таких композиций состава, которые будут обеспечивать высокий уровень ударной вязкости до минус 60 °С в состояниях с пределом текучести от 552 до 862 МПа. При этом необходимо контролировать стоимость материалов, на которую наибольшее влияние оказывает содержание молибдена и никеля. Крайне низкое содержание углерода (не более 0,03 %) в известных сталях супермартенситного класса делает практически невозможным их выплавку и разливку на оборудовании, предназначенном для производства массовых продуктов.

При создании новых составов сталей исходили из следующих положений:

1. После кристаллизации, горячей деформации и термической обработки сталь должна обладать практически однородной мартенситной структурой без участков δ -феррита и крупных выделений карбидных фаз.
2. Обеспечение возможности горячей пластической деформации в интервале температур, соответствующих однофазной аустенитной области, для сохранения повышенной технологической пластичности.
3. Сохранение высокой температуры начала обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ перехода A_{c1} для проведения отпуска без нагрева в двухфазную область и обеспечения как требуемой полноты превращения, так и успешного выполнения последующих технологических операций калибровки и правки.

Проведение термодинамических расчетов фазового состава в пакете программ Thermo-Calc для сталей с 13 масс. % хрома, содержащих углерод 0,04–0,15 масс. %, никель 2,0–5,2 масс. % и молибден 0–1,20 масс. %, позволило выявить наиболее характерные для указанных диапазонов

варьирования химического состава последовательности фазовых превращений при кристаллизации и дальнейшей обработке. Для анализа влияния легирования использовали хромовый и никелевый эквиваленты, которые вычисляли по формулам:

$$Ni_{\text{экв.}} = \%Ni + 0,5\%Mn + 30\% (C + N);$$

$$Cr_{\text{экв.}} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,5\% (V + Nb).$$

Показано, что в зависимости от состава можно обеспечить кристаллизацию по перитектическому механизму с полным превращением при охлаждении δ -феррита в аустенит, который сохраняет стабильность в широком интервале температур горячей деформации. Возможно образование только δ -феррита, то есть в стали не протекает перитектическое превращение, при этом δ -феррит остается стабильным в узком интервале температур и полностью превращается в аустенит при дальнейшем охлаждении. Также при повышенном значении хромового эквивалента возможно образование δ -феррита, который при последующем охлаждении превращается большей частью в аустенит, но с сохранением не менее 10 % δ -феррита в интервале температур 900–950 °С.

Указанные изменения закономерностей фазовых превращений соответствуют повышению содержания ферритообразующих элементов, которое можно охарактеризовать через величину эквивалентного содержания хрома ($Cr_{\text{экв.}}$). Показано, что снижению химической микронеоднородности матрицы стали способствует кристаллизация по условно однофазному механизму (δ -феррит) по сравнению с двухфазной кристаллизацией ($\delta+\gamma$).

Для анализа влияния фазового состава на формирующуюся структуру и свойства было взято два состава стали промышленной выплавки, предназначенных для производства труб группы прочности P110 13Cr, которые представлены в таблице 2. Композиции подбирали с учетом различных типов кристаллизации (2-2 – $\delta+\gamma$ и 2-1 – δ). Образцы были отобраны

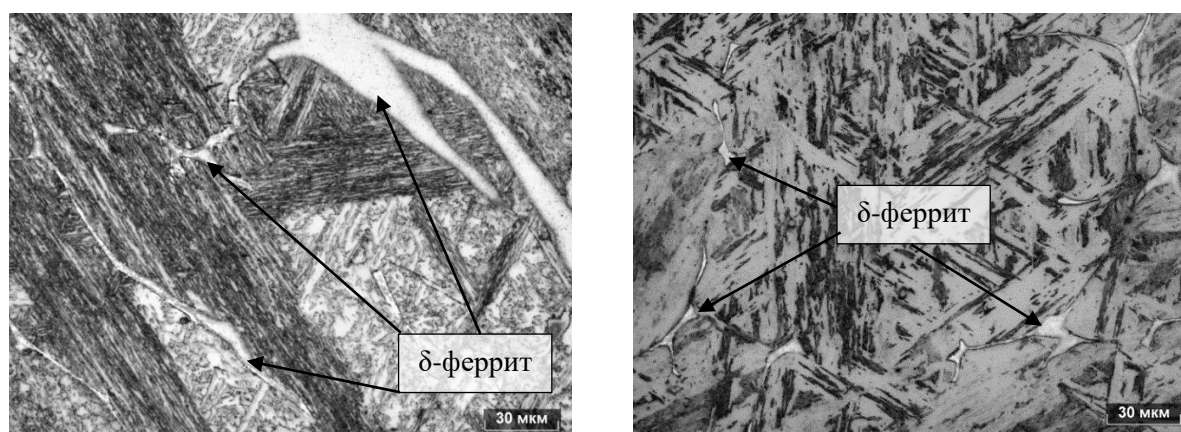
от непрерывнолитой трубной заготовки (НЛЗ) диаметром 250 мм в отожженном состоянии.

Таблица 2

Химический состав, значения никелевого и хромового эквивалентов и среднее содержание δ -феррита

№ состава	Массовые доли элементов, %										$Cr_{экв.}$	$Ni_{экв.}$	Содержание δ -феррита, %
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Ti	Nb			
2-1	0,06	0,27	0,51	13,00	3,14	0,14	0,91	0,03	0,03	0,03	14,3	5,2	15,3
2-2	0,07	0,25	0,36	12,62	3,68	0,16	0,93	0,03	0,03	0,03	13,9	5,9	6,4

Оба состава стали, исходя из значений $Ni_{экв.}$ и $Cr_{экв.}$, должны соответствовать мартенситному классу, поскольку имеют широкий интервал температур квазиоднофазной γ -области. Поэтому, согласно результатам термодинамических расчетов, содержание δ -феррита должно быть минимальным или нулевым. Однако в микроструктуре обеих сталей δ -феррит наблюдается, что может быть результатом развития ликвации при кристаллизации (табл. 2 и рис. 5), что подтверждено результатами МРСА.



а)

б)

Рисунок 5. Микроструктура НЛЗ стали составов 2-1 (а) и 2-2 (б)

Изменение твердости образцов после мягкой закалки с 950 °С (охлаждение на воздухе) и последующей изотермической выдержки (отпуска) в интервале температур от 500 до 850 °С (выдержка 1 час) в целом

соответствует характеру фазовых превращений при нагреве и охлаждении. Так, в закаленном состоянии (без отпуска) твердость образцов находилась в интервале 362–391 НВ. Повышение температуры отпуска обуславливает распад мартенсита с коагуляцией карбидных фаз и снижение твердости, а при переходе в двухфазную область твердость снова возрастает из-за образования в структуре «свежего» неотпущенного мартенсита после нагрева выше 670–700 °С и последующего охлаждения.

Важное практическое значение имеет рациональный выбор температур отпуска, поскольку его проводят при температурах в непосредственной близости к нижней границе двухфазной $\alpha+\gamma$ -области. При повышении температуры отпуска существует вероятность формирования в структуре стали стабилизированного (ревертированного) аустенита, оказывающего заметное влияние на ее механические свойства. По данным РСФА, после закалки от температуры 950 °С содержание остаточного аустенита составляет не более 1–2 %. После нагрева до температур 630 и 660 °С и охлаждения на воздухе в структуре стали состава 2-1 зафиксировано 17,5–18,5 % стабилизированного аустенита, который практически полностью исчезает при повышении температуры нагрева до 690 °С. Такая особенность сталей с хромом обусловлена тем, что в верхней части двухфазной области растворяются карбиды, образованные на основе хрома (M_7C_3 и $M_{23}C_6$), что способствует обогащению аустенита по углероду и, как следствие, понижению температуры начала мартенситного превращения (M_n). В результате противоположного изменения температур T_n и M_n увеличивается степень переохлаждения, необходимая для образования мартенсита, и дисперсность продуктов превращения. Это наряду с измельчением зерна аустенита при закалке из двухфазной области способствует увеличению вязкопластических свойств, делая эффективным применение двойной закалки для обработки труб, работающих при низких температурах.

Исследованные в работе стали использованы для производства насосно-компрессорных труб (НКТ), стойких к углекислотной коррозии группы

прочности P110 13Cr в хладостойком исполнении. На рис. 6 приведены результаты испытаний механических свойств металла НКТ размером 88,9×6,45 мм (25 партий) и муфтовой заготовки размером 107,95×18,50 мм (5 партий) из стали состава, близкого к 2-2 после обработки на группу прочности P110 13Cr. Подтверждены высокие технологические свойства металла, а также возможность варьирования основных механических свойств путем изменения температуры и продолжительности отпуска. При высоких прочностных свойствах трубы и муфты имеют низкую склонность к хрупкому разрушению, оцениваемую по значениям ударной вязкости KCV^{-60} и доли вязкой составляющей в изломе $ДВС^{-60}$.

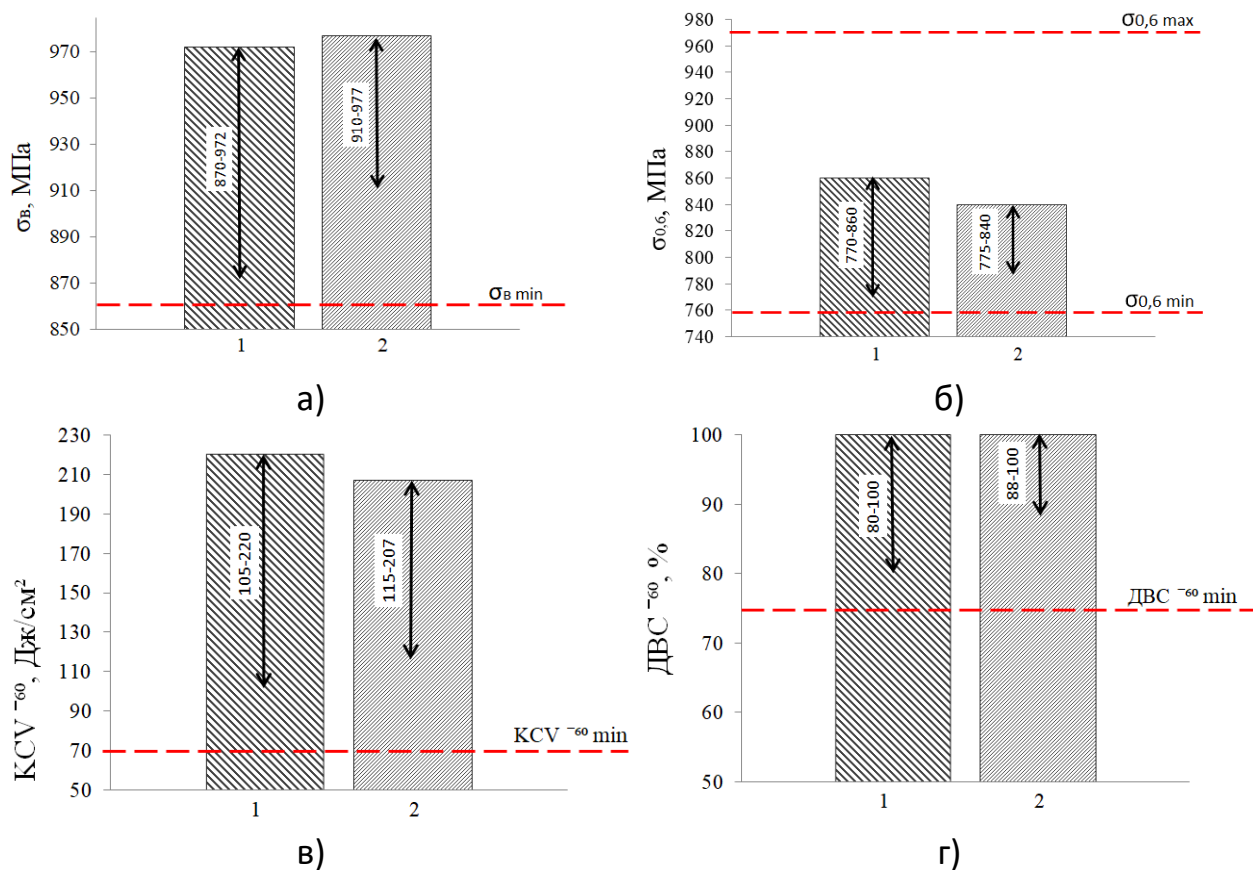


Рисунок 6. Свойства металла промышленных партий труб из нержавеющей стали мартенситного класса: 1 – НКТ размером 88,9×6,45 мм; 2 – муфтовая заготовка размером 107,95×18,50 мм (а – предел прочности; б – предел текучести; в – ударная вязкость; г – доля вязкой составляющей в изломе; вертикальными стрелками указаны диапазоны значений)

Проведенные исследования обеспечили освоение на заводах Группы ТМК производства бесшовных обсадных и насосно-компрессорных труб,

стойких к углекислотной коррозии. Разработанные решения защищены патентами RU2787205C2 и RU2798642C1, в которых определено содержание химических элементов (масс. %), соответствующее одновременно следующим условиям: $13,0 \leq ([Cr]+[Mo]+1,5 \times [Si]) \leq 16,05$; $1,25 \leq ([Ti]+[C])/[N] \leq 14,0$; $4,7 \leq ([Ni]+20 \times [C]+0,3 \times [Mn]+1,5 \times [V]) \leq 6,5$. Для разработанных составов стали предложен способ производства бесшовных высокопрочных труб, характеризующийся тем, что горячую деформацию заготовки осуществляют при температуре от 900 до 1250 °С в однофазной аустенитной области, а термическую обработку проводят путем аустенизации, закалочного охлаждения на воздухе либо в водовоздушной смеси и последующего отпуска при температуре от $A_{C1} - 20$ °С до $A_{C1} - 150$ °С с выдержкой при этой температуре не менее 6 минут на 1 мм толщины стенки трубы. В результате в трубах для эксплуатации в холодных макроклиматических районах достигнут следующий комплекс механических свойств: $\sigma_B \geq 862$ МПа; $\sigma_T = 758-965$ МПа; $\delta \geq 15$; $KCV^{-60} \geq 70$ Дж/см².

Разработаны высокопрочные стали с повышенным содержанием хрома для высоконагруженных конструкций. Исследования провели с использованием трех составов, отличавшихся по содержанию хрома как основного элемента, определяющего коррозионную стойкость, и соотношению ферритообразующих и аустенитообразующих элементов (табл. 3). Выполнено моделирование фазовых превращений в условиях термодинамического равновесия в программе Thermo-Calc и проанализирован характер фазовых превращений. Установлено, что для составов 1 и 2 температура точки A_{C1} составляет 590 и 615 °С соответственно, ограничивая температуру отпуска, не приводящую к образованию аустенита. Состав 2 обладает наиболее низкой температурой начала мартенситного превращения, что приводит к значительному количеству остаточного аустенита после закалки и формированию двухфазной аустенито-мартенситной структуры.

Таблица 3

Химический состав исследуемых сталей, масс. %

Состав стали	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	Cu	W
1	0,04	0,31	0,33	0,003	0,007	13,2	5,1	2,1	0,025	0,01
2	0,08	0,37	0,42	0,005	0,007	15,2	6,5	2,2	0,024	0,01
3	0,08	0,29	0,44	0,004	0,010	17,2	3,9	2,6	0,9	1,0

Переход от мартенситной стали состава 1 к сталям состава 2 и 3, связанный с увеличением содержания карбидообразующих элементов, приводит к росту температуры начала выделения вторичных фаз: σ -фазы и карбидов типа $Me_{23}C_6$.

Сталь состава 1 после закалки от 960 °С и 1020 °С имеет структуру пакетного мартенсита с небольшим количеством остаточного аустенита. В стали состава 2 после закалки от 1020 °С также формируется пакетный мартенсит, но размер зерна существенно больше, а количество остаточного аустенита достигает 50–55 %. В стали 3 при закалке формируется двухфазная структура, состоящая из мартенсита и δ -феррита. Увеличение температуры нагрева под закалку от 960 до 1020 °С сопровождается ростом доли δ -феррита в структуре стали от 20 до 30 %.

Исследуемые стали были подвергнуты закалке от 960 °С, а затем отпущены в интервале температур от 530 до 590 °С. Во всем интервале температур отпуска для исследуемых сталей характерны высокие значения предела текучести, временного сопротивления и относительного удлинения в диапазоне от 18 до 22 %, что свидетельствует о достаточно высоком уровне их пластических свойств (рис. 7).

Показано, что выбранным сталям характерны различные температурные интервалы основных превращений. Сталь базового состава 1 является типичным представителем мартенситного (супермартенситного) класса. Повышение содержания хрома в стали состава 3 при легировании молибденом и вольфрамом определяет появление в микроструктуре наряду с мартенситом заметного количества феррита. Более высокое содержание никеля в стали состава 2 приводит к образованию двухфазной аустенито-мартенситной

структуры, что в целом соответствует по типу полуаустенитным высокопрочным сталям с дисперсионным упрочнением, например UNS S15700, S14800. Установленные закономерности формирования фазового состава позволяют обеспечить достижение прочностных характеристик труб групп прочности Q125 и Q135 в соответствии с ГОСТ 31446-2017 при использовании стали мартенситного класса состава 1 в состоянии после закалки от 960 °С и отпуска в интервале температур 530–590 °С.

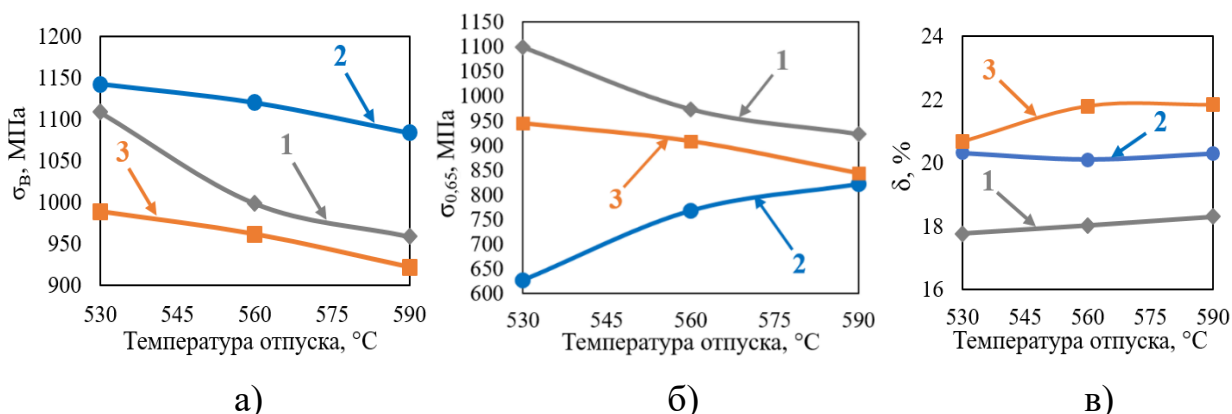


Рисунок 7. Влияние температуры отпуска на пределы прочности (а) и текучести (б) и относительное удлинение (в) сталей составов 1–3

Проведенные исследования показали, что решение задачи повышения коррозионной стойкости нержавеющей стали за счет увеличения содержания хрома при обеспечении высокого уровня прочности, характерного для материалов мартенситного класса с базовым содержанием хрома около 13 %, затруднено значительными изменениями хода фазовых превращений даже при относительно небольших вариациях содержания аустенитообразующих и ферритообразующих элементов. Увеличение количества хрома и других ферритообразующих элементов определяет возможность появления в преимущественно мартенситной микроструктуре δ -феррита, а с повышением доли аустенитообразующих в структуре сохраняется значительное количество остаточного аустенита, что затрудняет достижение высокопрочных состояний. На примере стали состава 2 показано, что в этой стали количество остаточного аустенита может быть существенно снижено за счет проведения

промежуточного отжига при 760 °С, обеспечивающего выделение карбидов типа $Me_{23}C_6$, что после проведения финального отпуска позволяет получить высокую прочность без уменьшения пластичности.

Выполненные исследования определили создание новых марок стали, обеспечивающих различные группы прочности и исполнения. В табл. 4 представлены области наиболее рационального применения разработанных марок стали.

Таблица 4

Марки стали на основе 13Cr и области их применения

Марка стали	Группа прочности, исполнение						
	L80 13Cr	L8013CrL	R9513Cr	R9513CrL	P11013Cr	P110 13CrL	P110 13CrLL
	Обычн.	Хладост.	Обычн.	Хладост.	Обычн.	Хладост.	Пов. хлад.
20X13	+	-	-	-	-	-	-
15X13H2, 15X13H2Б	+	+	+	+	-	-	-
10X13H2МФ, 10X13H3МФБ	-	-	+	+	+	+	*
04X13H5M2Б	-	-	-	-	-	+	+

«+» – производство целесообразно;

«-» – производство технически невозможно либо экономически нецелесообразно.

Как показали электрохимические и автоклавные исследования, наблюдается закономерный рост стойкости материалов в модельной среде при снижении содержания углерода (рис. 8). Для обеспечения хладостойкости металла труб в высокопрочном состоянии разработаны составы, микролегированные ниобием, что способствовало измельчению микроструктуры, улучшив комбинацию хладостойкости и прочности на 15–30 % без существенного влияния на себестоимость.

На основе изучения закономерностей фазовых и структурных превращений, а также сопротивления пластической деформации в широком интервале температур разработана технология производства бесшовных холоднодеформированных труб круглого и шестигранного сечения из

нержавеющих сталей ферритно-мартенситного класса ЭП450-Ш и ЭП823-Ш для узлов активных зон и внутрикорпусных устройств ЯЭУ. Установлено, что при минимальном содержании ферритообразующих элементов и максимальном содержании аустенитообразующих в стали ЭП823-Ш кристаллизация расплава сопровождается перитектическим превращением на завершающей стадии с последующим полным превращением δ -феррита в аустенит, который становится единственной фазой при температуре около 1250 °С, сохраняясь в широком интервале температур. В то же время сталь марки ЭП450-Ш имеет меньшее содержание аустенитообразующих элементов, и при среднем марочном составе максимальная доля аустенита составляет около 50 %, который при охлаждении ниже критической точки A_1 становится термодинамически нестабильным и при реальных скоростях охлаждения в значительных объемах превращается в мартенсит.

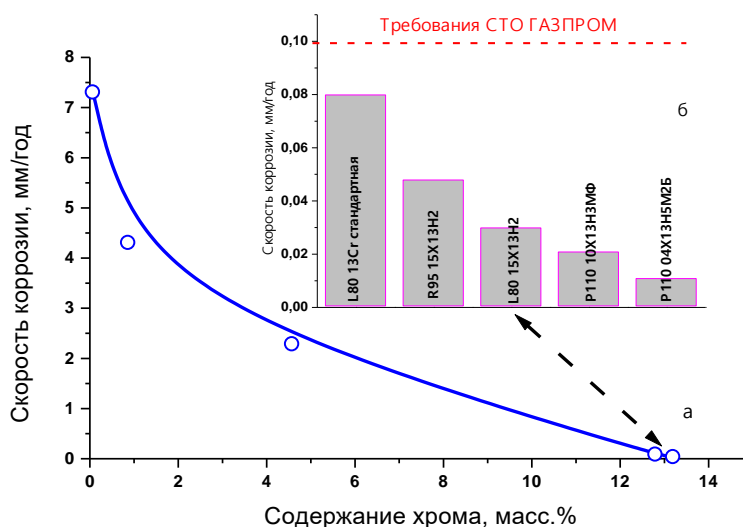


Рисунок 8. Влияние состава стали на скорость коррозии хромистых трубных сталей по результатам испытаний: а – 5 % NaCl, 107 °С, $P_{CO_2} = 0,1$ МПа, поток 3,8 м/с, б – 5 % NaCl + 0,5 % $CH_3COOH + CH_3COONa$, pH = 4,0, P_{CO_2} : 3 МПа, 90 °С

Влияние термической обработки на механические свойства оценивали после закалки образцов от 1050 °С в воде и на воздухе с последующим отпуском при температурах 690–750 °С, выдержка – 1 час. Испытания на одноосное растяжение проводили при комнатной температуре, усредненные для обоих вариантов охлаждения результаты приведены на рис. 9.

Прочностные характеристики исследованных образцов из исследуемых марок стали существенно отличаются, что очевидно связано с принципиально различными уровнями объемных долей в микроструктуре мягкой структурной составляющей – феррита после закалки. При минимальном содержании феррита в закаленных образцах из стали марки ЭП823-Ш прочностные характеристики после отпуска значительно выше минимальных нормативных показателей, но даже при максимальной из использованных температуре отпуска относительное удлинение невелико.

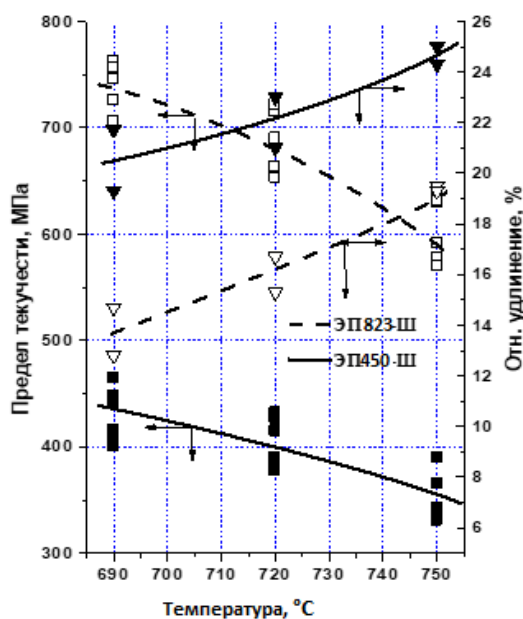


Рисунок 9. Влияние температуры отпуска после закалки от 1050 °C на механические свойства исследованных сталей

Полученные данные по механическим свойствам и установленные температуры образования аустенита позволяют в значительной степени повысить температуру отпуска стали ЭП823-Ш для обеспечения рационального запаса пластичности при определенном снижении прочностных характеристик. Очевидно, что вследствие сильной зависимости фазового состава стали от баланса аустенитообразующих и ферритообразующих элементов в химическом составе режим (температура) отпуска должен выбираться исходя из ожидаемой доли мартенсита в микроструктуре после закалки. При этом возможность формирования

преимущественно аустенитной структуры при температуре нагрева под закалку в стали марки ЭП823-Ш существенно выше, чем в ЭП450-Ш.

Показано, что рациональным способом изготовления холоднодеформированных труб шестигранного сечения из стали этих марок является профилирование на оправке в многовалковой клети. Разработана технология производства по схеме «горячее прессование – холодная деформация (прокатка, профилирование)», и впервые изготовлены экспериментальные масштабные образцы труб шестигранного сечения размерами «под ключ» 45,2×0,87 мм и круглого сечения размерами 63,5×4,5 мм. На основании достигнутых характеристик новой трубной продукции сформирован комплекс технических требований.

В четвертой главе установлено, что вариации химического состава массовых марок нержавеющей сталей аустенитного класса и особенности технологических параметров производства трубной продукции приводят к существенным различиям в механических свойствах. Материалы стенки труб разных производителей могут значительно отличаться по пределу текучести на 90–120 МПа, а по пределу прочности – на 95–145 МПа в диапазоне температур испытаний от 20 до 500 °С. Размер зерна и концентрация углерода, азота или титана в твердом растворе являются наиболее значимыми факторами упрочнения и могут обеспечивать до 45 % предела текучести стали согласно проведенной количественной оценке.

С ростом температуры испытаний предел текучести большинства исследованных сталей линейно снижается. Отклонение от линейности, выраженное в ускоренном падении при повышении температуры испытаний от 20 до 200 °С, наблюдали в случае повышенного содержания в стали азота (более ~ 0,02 %), что, по-видимому, связано с особенностями температурной зависимости коэффициента твердорастворного упрочнения.

Существенное влияние на предел прочности σ_B сталей при 20 °С оказывает интенсивность образования мартенсита деформации в процессе

испытания. Чем менее стабилен аустенит, тем больший вклад вносит этот механизм в упрочнение. Стабильность аустенита, определяемая величиной никелевого эквивалента, варьировалась в исследуемых сталях от 22 до 26 %, определяя интенсивность изменения предела прочности с повышением температуры. Так как при 200 °С образование мартенсита деформации уже не происходит, падение предела прочности сталей по сравнению с испытанием при 20 °С находится в обратной зависимости от их никелевого эквивалента.

В диапазоне температур от 200 до 500 °С снижение предела прочности σ_B частично или полностью компенсируется действием динамического деформационного старения, которое усиливается, если в составе стали присутствует ~ 2 % молибдена. Интенсивность действия этого механизма чувствительна к скорости деформации при испытании и возрастает с уменьшением размера зерна. Так, при понижении скорости деформации с $8,3 \times 10^{-4}$ до $8,3 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ у сталей с малым размером зерна (менее 15 мкм) увеличение предела прочности может составлять до 35 МПа.

Все вышеописанные закономерности были учтены при разработке стандарта «Трубы бесшовные и сварные из коррозионно-стойкой стали для трубопроводов, работающих под давлением».

На основе выполненных исследований предложен способ производства бесшовных горячедеформированных коррозионно-стойких труб из сталей аустенитного класса типа (08-12)X18H10T, который защищен патентом РФ № RU 2788284C1. В основе патента – решение задачи получения бесшовных труб ответственного и специального назначения на непрерывных станах из непрерывнолитой или предварительно деформированной заготовки с получением заданной микроструктуры и механических свойств.

Проведенные предварительные исследования позволили показать, что для получения наиболее равномерных свойств необходим нагрев перед поперечно-винтовой прокаткой до температур 1240–1290 °С для растворения карбонитридных фаз, а прокатку необходимо осуществлять с коэффициентом

вытяжки 1,5–5,0. При этом разница между диаметрами гильзы и заготовки будет составлять от минус 10 до плюс 30 %. Понижение температуры деформации будет приводить к снижению пластических свойств стали, в том числе и за счет сохранения карбидной фазы типа МС, а повышение температуры ведет к перегреву металла, росту аустенитного зерна, деградации структуры и снижению уровня прочностных характеристик труб.

Последующая термическая обработка заключается в нагреве труб для аустенизации до температуры 950...1100 °С с ускоренным охлаждением для подавления выделения карбонитридных фаз и сохранения однородного твердого раствора. Гомогенный твердый раствор обладает повышенной стойкостью к межкристаллитной коррозии, развитие которой может вызвать преждевременное разрушение.

Предложенный способ производства бесшовных горячедеформированных труб из сталей марок 08X18H10T и 12X18H10T опробован при производстве коррозионно-стойких труб размером 325x12-46 мм на Волжском трубном заводе, и полученные свойства изделий подтвердили его эффективность (табл. 5).

Таблица 5

Механические свойства труб после термической обработки

Тисп., °С	Испытания на растяжение				Ударный изгиб KCV ⁻⁶⁰ , Дж/см ²
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{0,2}/\sigma_B$	δ , %	
20	568	222	0,39	52,5	237
	570	237	0,42	51,2	220
200	467	279	0,60	36,5	227
	464	282	0,61	37,0	231
350	425	255	0,60	35,5	238
	429	243	0,57	35,0	214
500	409	224	0,55	31,0	-
	397	219	0,55	36,0	-

Уровень механических свойств после термической обработки (предел прочности, относительное удлинение, предел текучести) при комнатной и

повышенной (до плюс 350 °С) температуре для труб из стали марок 08X18H10T и 12X18H10T соответствует требованиям ГОСТ 9940 и ТУ 14-ЗР-197-2001 для труб объектов атомной энергетики.

Для высоколегированных аустенитных сплавов показано, что для Fe-Cr-Ni-Mo-Cu-сплавов целесообразно дополнительное легирование ниобием, алюминием, титаном и вольфрамом. Установлено, что увеличение отношения $Ni/(Cr+Mo)$ от 0,94 до 1,08 значительно увеличивает устойчивость аустенита против выделения σ -фазы при старении. Предварительная ХПД с относительно небольшими степенями деформации ($\epsilon = \ln(L_k/L_0) \leq 0,4$ – коэффициент вытяжки до 1,5) вызывает повышение на порядок склонности сплавов к образованию σ -фазы. Увеличение степени предварительной ХПД от 0,4 до 0,5...1,2 приводит к дальнейшему снижению устойчивости аустенита при отжиге и смене морфологии выделений.

Разработан состав сплава марки ТМК-С и технология его производства, позволяющая производить высокопрочные коррозионно-стойкие трубы класса прочности Р110 для применения при высоких температурах в условиях высоких концентраций сероводорода и углекислого газа в среде. Промышленное опробование, а в последующем и освоение массового производства из нового сплава ТМК-С осуществлено на Волжском и Синарском трубных заводах. Предварительную пластическую деформацию со степенью до 40 % проводили при температурах 1020–1050 °С, которые не превышали температуру собирательной рекристаллизации и обеспечивали формирование мелкого зерна аустенита со средним размером 15–25 мкм. Высокую прочность достигали за счет проведения окончательной деформации со степенью 30–70 % при температуре ниже температуры начала рекристаллизации не менее чем на 150 °С. Впоследствии разработанная технология была применена на Челябинском трубопрокатном заводе и предприятию «ТМК-Инокс».

Результаты измерения пластичности и вязкости сплавов в зависимости от температуры закалки показали, что при меньшем относительном содержании никеля вязкость и пластичность при прокатке пониженная, что обусловлено значительным количеством частиц интерметаллидов в структуре. Проведенные испытания после окончательной деформации при различных температурах с различной степенью деформации показали, что сплав предложенного состава, в сравнении с зарубежными аналогами, отличается более высоким сочетанием механических и коррозионных свойств. Для примера: после предварительной холодной деформации с обжатием 70 % сплав ТМК-С имеет предел текучести 822 МПа, в то время как аналоги – около 772 МПа; относительное удлинение – 17,5 % против 15,1 %; скорость коррозии – 1,02 г/м²ч против 1,24 г/м²ч.

Комплексные испытания материала труб совместно с институтом ООО «Газпром ВНИИГАЗ» позволили сделать заключение о полном соответствии сплава ТМК-С условиям эксплуатации, который был признан абсолютно стойким для наиболее суровых условий Астраханского ГКМ и рекомендован к применению взамен импортных. Приемочные испытания широкого сортамента обсадных и насосно-компрессорных труб по разработанным ТУ 14-ЗР-139 и ТУ 14-ЗР-146 были успешно завершены, а продукция допущена к эксплуатации в особо сложных условиях.

В пятой главе проведено физическое моделирование процесса горячей осадки сплавов ПТ-1М, ПТ-7М, Ti-3Al-2,5V, которое позволило рекомендовать в качестве температур нагрева под прессование труб диапазоны: ПТ-1М – $T_{\text{пп}}(50-75)$ °С; ПТ-7М – $T_{\text{пп}}(20-40)$ °С; Ti-3Al-2,5V – $T_{\text{пп}}(50-75)$ °С.

Установлено, что экспандирование заготовок из ПТ-1М и ПТ-7М при температуре $T_{\text{пп}}(50-70)$ °С способствует снижению разнотерности, уменьшению разброса и росту средних значений твердости за счет развития процессов рекристаллизации в α -твердом растворе, обеспечивающих измельчение зеренной структуры. В более легированном псевдо- α -сплаве Ti-

3Al-2,5V с достаточно мелкозернистой однородной структурой в исходной трубной заготовке и более высокой температурой рекристаллизации экспандирование при $T_{\text{ин}}(80-110)$ °C не приводит к заметному изменению структуры и дюрOMETрических характеристик.

Формируемая в горячепрессованных трубах текстура в сплаве ПТ-1М состоит из компонент текстур деформации и рекристаллизации α -фазы и в сплаве Ti-3Al-2,5V преимущественно определяется текстурой деформации α -фазы, а в сплаве ПТ-7М вблизи внешней поверхности трубы имеет текстуру деформации α -фазы из-за подстуживания, а во внутренних областях текстуру, наследуемую α -фазой от текстуры деформации β -фазы при $\beta \rightarrow \alpha$ -превращении в ходе охлаждения трубы с температур прессования.

Рекомендовано при проведении холодной прокатки горячепрессованных труб ограничить максимальную степень деформации для сплавов следующим образом: ПТ-1М – вплоть до наибольшей, используемой в работе (около 55 %); ПТ-7М – до 50 %; Ti-3Al-2,5V – до 40 %. Оценка деформационного разогрева сплавов ПТ-1М, ПТ-7М, Ti-3Al-2,5V в ходе холодной прокатки с используемыми степенями деформации показала, что он не превышает 240 °C, то есть существенно ниже температуры рекристаллизации исследуемых сплавов.

Установлено, что холодная прокатка труб из исследованных сплавов с рекомендованными обжатиями, при которых Q-фактор около 1, способствует как деформационному упрочнению, так и формированию характерной для заданного Q-фактора текстуры наклонной тангенциальной призмы $\{0001\} \pm \varphi^{\circ} \text{TH} <10-10> \text{НП}$, рассеяние которой увеличивается с повышением легированности сплава от ПТ-1М к Ti-3Al-2,5V. Последующие промежуточный и окончательный отжиги при 680 °C (сплав ПТ-1М), 750 °C (сплавы ПТ-7М, Ti-3Al-2,5V) способствуют разупрочнению за счет протекания рекристаллизации и формированию двухкомпонентной текстуры $\{0001\} \pm \varphi^{\circ} \text{TH} <10-10> \text{НП}$ и $\{0001\} \pm \varphi^{\circ} \text{TH} <11-20> \text{НП}$.

Показано, что разработанная технология, включающая процесс горячего прессования передельных труб по предложенным температурно-скоростным режимам и последующую многопроходную холодную прокатку с рекомендованными степенями деформации, с промежуточным и окончательным отжигами при заданных температурах, позволяет обеспечить формирование комплекса механических свойств в холоднокатаных трубах конечного размера 25×2 мм (ПТ-1М), 50×4 мм (ПТ-7М), 38,1×5,36 мм (Ti-3Al-2,5V), удовлетворяющего требованиям российских (сплавы ПТ-1М, ПТ-7М) и зарубежных (сплав Ti-3Al-2,5V) стандартов.

В главе 6 даны результаты внедрения результатов исследования на крупнейших заводах (ВТЗ, ТАГМЕТ, СинТЗ, СТЗ, ЧТПЗ, ПНТЗ) по производству стальных труб и НЛЗ.

Решение задач осуществлено путем реконструкции сталеплавильного производства с учетом особенностей имеющейся инфраструктуры, обеспеченности ресурсами, сортаментом (специализацией). Устаревший способ производства стали в мартеновских печах на СТЗ и ТАГМЕТ определил необходимость их полной замены. Уникальный собственный опыт производства бесшовных труб из НЛЗ и более совершенное оборудование определили поиск оригинальных технических и технологических решений для реконструкции на ВТЗ для повышения производительности до 1 млн тонн в год с одной электропечи за счет интенсификации и сокращения продолжительности плавки более чем в 1,5 раза и достижения необходимого качества заготовки за счет внепечной обработки, вакуумирования и разливки.

Проведенные работы позволили значительно увеличить выход годного и снизить объемы ремонта НЛЗ, включая марки стали для изготовления коррозионно-стойких линейных труб, а также из стали марок семейства 26ХМФБА для изготовления обсадных труб специального назначения. В результате сокращен брак НЛЗ из марок семейства 26ХМФБА с 1,17 до 0,3 % и труб по качеству металла – с 2,9 до 0,30 %. Разработаны и внедрены специальные технологии производства НЛЗ из новых марок нержавеющей

стали мартенситного класса с 13 % Cr, совершенствование технологии изготовления которых позволило в период 2011–2022 гг. увеличить производство с 264 до 19 574 тонн в год, расширить марочный сортамент, улучшить качество НЛЗ и освоить производство труб непосредственно из НЛЗ методом прессования. Существенно улучшены характеристики макроструктуры НЛЗ из стали с 13 % Cr по показателям центральной пористости в виде трещин, развивающихся в радиальном направлении. Развитие технологии производства НЛЗ для производства труб продолжено при освоении массовых марок нержавеющей стали аустенитного класса типа X18H10T и других.

Освоение в 2012–2022 гг. производства труб из высоколегированных сталей и сплавов на прессовых линиях 2000 и 5500 тс позволило выпустить ряд новых видов продукции с использованием НЛЗ собственного производства:

- обсадных и насосно-компрессорных труб и муфт к ним из разработанных высокохромистых марок стали семейства 13Cr;
- передельных горячепрессованных труб из сплава ТМК-С, предназначенных для производства сероводородостойких НКТ;
- товарных и передельных труб из сталей ферритно-мартенситного класса марок ЭП-450 (Ш) и ЭП-823 (Ш) и сталей аустенитного класса ЭП-302(М) Ш;
- труб с повышенными прочностными характеристиками из стали марок 08X18H10T и 08X18H10T-Ш для трубопроводов атомных станций с увеличенным до 60 лет сроком эксплуатации.

Для обеспечения вариативности и оптимизации затрат на основе проведенных исследований были разработаны подходы для выбора вариантов изготовления труб из нержавеющей марки стали как в трубопрессовых линиях, так и путем горячей прокатки.

Разработанная технология подготовки НЛЗ из нержавеющей марки стали мартенситного класса позволила обеспечить качество прокатанных бесшовных труб, а апробированная технология, защищенная патентом РФ RU 2751069, обеспечила с 2018 г. высокие производительность и технико-экономические

показатели.

Исследования технологических свойств сплава ТМК-С позволили освоить в условиях ТПЦ-2 ВТЗ производство труб широкого сортамента. Холодная прокатка для необходимого упрочнения осуществлялась на предприятии «ТМК-Инокс», а также в трубопрокатном цехе № 5 ЧТПЗ. Деформацию проводили на станах холодной прокатки труб ХПТ-90 и ХПТ-250 соответственно. Общий объем производства высокотехнологичной импортозамещающей продукции в 2022 г. составил более 800 тонн, или 67 % потребности внутреннего рынка.

Разработаны технологии производства труб, стойких к углекислотной коррозии, для разработки запасов с высоким содержанием CO_2 и повышенными температурами на забое. Новое семейство сталей для производства труб различных групп прочности и исполнений потребовало создания рациональных технологий производства, что позволило в 2022 г. отгрузить более 9300 тонн ОСТГ различных исполнений из сталей с 13 % Cr, что составило 94 % потребности внутреннего рынка.

Решение задач импортозамещения потребовало внедрения новых средств термического упрочнения для достижения высоких групп прочности. Мощности для термообработки к 2022 г. составили 1,5 млн тонн в год.. Технические характеристики нового оборудования позволили расширить марочный состав, включая коррозионно-стойкие высокохромистые стали. Точность достижения свойств продукции при термической обработке достигнута улучшением регулирования температуры труб (± 5 °C). Закалка в спрейере или механизированной ванне обеспечивает формирование микроструктуры с заданным минимальным количеством немартенситных продуктов. Это в совокупности с выбором состава стали позволило проводить термоулучшение хладостойких и сероводородостойких обсадных труб высоких групп прочности (C90, T95, C110, P110SS).

Разработка комплекса технологий и освоение производства высокотехнологичных хладостойких и сероводородостойких нарезных труб OCTG, в том числе с премиальными резьбовыми соединениями, позволили обеспечить поставки новой продукции в нефтяные и газовые компании более чем 40 стран мира. Основой роста поставок на внутренний и внешний рынки стало эффективное применение продукции для добычи трудноизвлекаемых запасов. Применение эффективных технологий термического упрочнения труб из разработанных и освоенных марок стали создало ключевые преимущества в сегменте высокопрочных труб и обеспечило не только новые качественные показатели продукции, но и рост объемов производства, а также значительное увеличение производительности труда на вновь созданных высокотехнологичных рабочих местах. При этом производительность труда в производстве стальной НЛЗ повысилась в среднем в **1,36** раза в натуральном и в **2,57** раза в стоимостном выражении, а труб из нее в **1,44** и **2,93** раза соответственно.

Комплекс разработок позволил обеспечить поставки высокотехнологичных труб для освоения новых месторождений и реализации новых высокоэффективных технологий добычи нефти и газа, включая новые провинции, а также зону континентального шельфа. Доля компании на внутреннем рынке OCTG составляет около 70 %, а в сегменте высокотехнологичных труб – более 85 %. Внедрение комплексных разработок позволило занять устойчивое положение экспортера высококачественных нарезных труб для нефтегазового сектора на рынки стран СНГ, Северной Америки, Ближнего Востока и др.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате работы созданы теоретически обоснованные научные представления и подходы для выбора состава сталей и сплавов и технологии их обработки для получения требуемого комплекса служебных свойств высокотехнологичных труб для различных областей применения.

1. Установлено, что применение хромомолибденовых сталей с регулируемым соотношением процентного содержания сильных карбидообразующих элементов и молибдена позволяет реализовать в производстве насосно-компрессорных и обсадных труб, содержащих менее 0,30 % углерода, уровень прочности от L80 до C110 за счет проведения высокого отпуска преимущественно мартенситной структуры. При этом использование высококачественной мелкозернистой стали с низким содержанием примесей, минимальным уровнем загрязнений и повышенным содержанием молибдена обеспечивает получение материала, стойкого к хрупкому разрушению и сульфидному коррозионному растрескиванию под напряжением (СКРН), что наиболее ярко проявляется при повышенных температурах отпуска, способствующих понижению плотности дефектов кристаллического строения.
2. Показано, что в хромомолибденовых сталях, легированных одновременно ванадием и ниобием при рекомендуемых режимах термической обработки, основное дисперсионное упрочнение происходит за счет выделения карбидов ванадия, в то время как карбиды ниобия обуславливают получение мелкозернистой структуры за счет их выделения по границам зерен.
3. Выявлено влияние никелевого и хромового эквивалентов на механизмы кристаллизации сплавов мартенситного класса с 12–14 % хрома, температуры критических точек и области существования различных фаз (δ -феррит, γ -аустенит, α -феррит). Показано, что повышение концентрации ферритообразующих элементов свыше значений хромового эквивалента ~ 16 масс. % и более приводит к переходу стали в мартенсито-ферритный класс, что обуславливает появление в структуре более 10 % δ -феррита, наличие которого ухудшает комплекс механических свойств.

4. Обнаружено, что в сталях мартенситного класса с 13 % хрома, легированных никелем, длительные выдержки при отпуске приводят к выделению интерметаллидных и карбидных фаз и тем самым изменяют состав матрицы и обуславливают образование аустенита ниже температуры эвтектоидного превращения (A_{c1}), определяемой стандартными методами.
5. Доказано, что коррозионная стойкость сталей типа «суперхром» в кислой среде существенно превышает стойкость сталей типа 13Cr. Так глубинный показатель коррозии в средах с $pH = 3$ для этих сталей в 4–6 раз меньше, чем для сталей типа 13Cr.
6. Показано, что согласно проведенной количественной оценке основными факторами упрочнения аустенитных сталей типа X18H10T являются размер зерна и концентрация углерода, азота или титана в твердом растворе, которые могут обеспечивать до 45 % предела текучести $\sigma_{0,2}$ стали. Стабильность аустенита, оцениваемая величиной никелевого эквивалента в исследуемых сталях (от 22 до 26 %), определяет интенсивность изменения предела прочности с повышением температуры, которая зависит от интенсивности образования мартенсита деформации в процессе испытаний. Уменьшение предела прочности сталей при повышении температуры испытаний по сравнению с испытанием при температуре 20 °C находится в обратной зависимости от их никелевого эквивалента.
7. Установлено, что для высоколегированных аустенитных сталей отношение $Ni/(Cr+Mo)$ определяет склонность к выделению σ -фазы при старении. Повышение этого отношения от 0,94 до 1,08 значительно увеличивает устойчивость аустенита против выделения интерметаллида, в то время как холодная пластическая деформация существенно интенсифицирует выделение σ -фазы при отжиге, а увеличение степени деформации способствует смене морфологии выделений. Разработан

аустенитный сплав ТМК-С и технология его производства, позволяющая производить высокопрочные коррозионно-стойкие трубы класса прочности 110 Ksi с повышенными служебными характеристиками.

8. Для псевдо- α -сплавов титана разработана технология, включающая горячее прессование передельных труб и последующую многопроходную холодную прокатку с промежуточным и окончательным отжигами, которая обеспечивает формирование комплекса механических свойств в холоднокатаных трубах, удовлетворяющего требованиям российских ТУ (сплавы ПТ-1М, ПТ-7М) и зарубежных стандартов (сплав Ti-3Al-2,5V).

Выполненные исследования структуры и свойств различных сталей и сплавов, применение которых целесообразно в трубной промышленности, позволили создать материалы и импортоопережающие технологии производства труб различных типоразмеров и свойств для нефтяной, газовой и атомной промышленности,. Получаемая продукция по критериям качества, комплексу физико-механических и служебных свойств не уступает, а чаще превосходит зарубежные аналоги. Экономический эффект от внедрения бесшовных труб, изготовленных по разработанным технологиям производства в 2018–2013 гг. превышает 94 млрд рублей.

СПИСОК ОСНОВНЫХ РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК РФ и Аттестационным советом УрФУ:

1. **Pumpyanskii D.A.** Strengthening pipe steel / **Pumpyanskii D.A.**, Pyshmintsev I.Yu., Farber V.M. // Steel in Translation. 2005. V. 35. № 7. P. 47–56; (0,56 п.л. / 0,25 п.л.), (Scopus).

2. **Пумпянский Д.А.** Влияние скорости охлаждения на структуру низкоуглеродистой трубной стали / **Пумпянский Д.А.**, Смирнов М.А., Журавлёв Л.Г., Пышминцев И.Ю. // Вестник Южно-Уральского государственного университета. 2006. № 7. С. 137–140; (0,25 п.л. / 0,12 п.л.).

3. Pyshmintsev I.Yu. Ductility of steel and its characteristics / Pyshmintsev I.Yu., **Pumpyanskii D.A.**, Farber V.M. // Metal Science and Heat Treatment. 2007. Т. 49. № 11–12. P. 519–525; (0,43 п.л. / 0,2 п.л.), (Scopus, WoS).

4. **Pumpyanskiy D.A.** Production of high-quality wheel steel. Part 1. Production aspects of continuously-cast billet quality for railway wheel manufacture / **Pumpyanskiy D.A.**, Tyutyunik S.V., Kolokolov E.A., Mescheryachenko A.A., Murzin I.S., Emel'yanov V.V., Belonozhko S.S., Arsenkin A.M. // Metallurgist. 2021. T. 65. № 1–2. P. 13–20; (0,5 п.л. / 0,2 п.л.), (Scopus).

5. **Pumpyanskiy D.A.** Production of high-quality wheel steel. Part 2. Nonmetallic inclusion composition and morphology / **Pumpyanskiy D.A.**, Tyutyunik S.V., Kolokolov E.A., Mescheryachenko A.A., Murzin I.S., Emel'yanov V.V., Belonozhko S.S., Arsenkin A.M. // Metallurgist. 2021. T. 65. № 1–2. P. 153–159; (0,44 п.л. / 0,2 п.л.), (Scopus).

6. **Pumpyansky D.A.** Features of phase transformations in martensitic class steel for oil grade high-strength corrosion-resistant pipes / **Pumpyansky D.A.**, Pyshmintsev I.Y., Bityukov S.M., Alieva E.S., Gusev A.A., Mikhailov S.B., Lobanov M.L. // Metallurgist. 2022. V. 65 (11-12). P. 1245-1254; (0,5 п.л. / 0,2 п.л.), (Scopus).

7. **Pumpyansky D.A.** Mastering the production of special types of pipes made of ferritic-martensitic steels, taking into account the peculiarities of the microstructure and properties / **Pumpyansky, D.A.**, Shtuza, M.G., Pyshmintsev, I.Yu., Космацкий Я.И., Varnak, O.V., Barichko, B.V. // Chernye Metally. 2022. № 11. P. 41–49; (0,5 п.л. / 0,22 п.л.), (Scopus).

8. **Pumpyanskii, D.A.** New Concept of Pipe Rolling Unit with a Continuous Mill / Pumpyanskii, D.A., Vydrin, A.V., Barichko, B.V., Yakovleva, K.Y // Steel in Translation. 2022. № 52(6). P. 615–618; (0,25 п.л. / 0,11 п.л.), (Scopus).

9. **Pumpyanskii D.A.** Features of microstructure, phase composition and strengthening capability of stainless steels with 13 – 17 % Cr / Pumpyanskii, D.A., Pyshmintsev, I.Y., Bityukov, S.M., Gervas'ev, M.A., Gusev, A.A. // Izvestiya Ferrous Metallurgy. 2022. V. 52(9). P. 844–851; (0,63 п.л. / 0,3 п.л.), (Scopus).

10. **Pumpyanskii D. A.** Structure and Properties of Steel for Producing Hydrogen Sulfide Resistant Oil and Gas High Strength Pipes / **D. A. Pumpyanskii**, I. Yu. Pyshmintsev, A. N. Maltseva, D. P. Uskov, M. A Smirnov, A. M. Arsenkin. // Metallurgist. 2023. V 66 (9-10). P. 1173–1180; (0,5 п.л. / 0,25 п.л.), (Scopus).

11. **Pumpyanskii D.A.** Formation of the Strength Characteristics of the Pipes Made of Commercial Austenitic Stainless Steels at Room and Elevated Temperatures / Pumpyanskii, D.A., Pyshmintsev, I.Y., Khatkevich, V.M., Mal'tseva, A.N., Zhuchkov, D.V. // Russian Metallurgy (Metally) 2023. № 3. P. 306–316; (0,63 п.л. / 0,29 п.л.), (Scopus).

12. **Pumpyanskiy, D.A.** Materials Science Aspects of Titanium Tube Production. Part 1. Production of Hot-Extruded Tubes / **Pumpyanskiy, D.A.**, Illarionov, A.G., Vodolazskiy, F.V., Kosmatskiy, Y.I., Illarionova, S.M., Popov, A.A. // Metallurgist. 2023. № 67(7-8). P. 1103–1117; (0,93 п.л. / 0,45 п.л.), (Scopus).

13. **Pumpyanskiy D.A.** Promising Titanium Alloys for Cold-Worked Pipe Manufacture / **Pumpyanskiy, D.A.**, Illarionov, A.G., Vodolazskiy, F.V.,

Kosmatskiy, Y.I., Popov, A.A. // Metallurgist. 2023. № 67(1-2). P. 25–40; (0,95 п.л. / 0,3 п.л.), (Scopus).

14. **Pumpyanskii, D.A.** Effect of Finish Rolling Temperature on the Texture and Fracture Resistance of Low-Carbon High-Strength Pipe Steels during Thermomechanical Treatment / Pumpyanskii, D.A., Pyshmintsev, I.Y., Lobanov, M.L., Chikalov S.G., Urtsev N.V., Denisov, S.V., Urtsev, V.N. // Metal Science and Heat Treatment. 2023. № 65 (5-6). P. 330–337; (0,5 п.л. / 0,22 п.л.), (Scopus, WoS).

Патенты:

15. Патент на изобретение RU 2276695 С1, 20.05.2006. Заявка № 2004133365/02 от 16.11.2004. Нержавеющая сталь для производства труб и способ производства труб из нержавеющей стали / **Пумпянский Д.А.**, Марченко Л.Г., Столяров В.И., Шлямнев А.П., Свистунова Т.В., Ляльков А.Г., Лубе И.И

16. Патент на изобретение RU 2254394 С1 20.06.2005. Высокопрочная аустенитная нержавеющая сталь и способ окончательной упрочняющей обработки изделий из нее / Бодров Ю.В., Брижан А.И., Лефлер М.Н., Марченко Л.Г., Попов А.А., **Пумпянский Д.А.**, Пышминцев И.Ю., Рекин С.А., Чернухин В.И., Чернышев Ю.Д. // Заявка № 2004107828/02 от 16.03.2004.

17. Патент на изобретение RU 2352647 С1, 20.04.2009. Заявка № 2007133476/02 от 06.09.2007. Труба нефтяного сортамента повышенной прочности / Бодров Ю.В., Брижан А.И., Горожанин П.Ю., Грехов А.И., Жукова С.Ю., Зырянов В.В., Кривошеева А.А., Лефлер М.Н., Мануйлова И.И., Марченко Л.Г., **Пумпянский Д.А.**, Пышминцев И.Ю., Степашин А.М., Суворов А.В., Шлейнинг Л.И., Якушев Е.В.

18. Патент на изобретение RU 2350416 С1, 27.03.2009. Заявка № 2007129237/02 от 30.07.2007. Способ деформации труб / Выдрин А.В., **Пумпянский Д.А.**, Пышминцев И.Ю., Марченко Л.Г., Фадеев М.М., Ананян В.В., Багаев Н.Ф., Поляков К.А.

19. Патент на изобретение 2751069 С1, 07.07.2021. Заявка № 2020132174 от 30.09.2020. Способ производства бесшовных труб из нержавеющей стали мартенситного класса типа 13CR / **Пумпянский Д.А.**, Чикалов С.Г., Пышминцев И.Ю., Четвериков С.Г., Трутнев Н.В., Тумашев С.В., Красиков А.В., Бунышин М.В., Мякотина И.В., Чубуков М.Ю., Ульянов А.Г., Лоханов Д.В., Выдрин А.В.

20. Патент на изобретение 2787205 С2, 29.12.2022. Заявка № 2021103723 от 15.02.2021. Бесшовная высокопрочная труба из стали мартенситного класса для обсадных колонн и способ ее производства / **Пумпянский Д.А.**, Пышминцев И.Ю., Чикалов С.Г., Трутнев Н.В., Тумашев С.В., Красиков А.В., Неклюдов

И.В., Буняшин М.В., Усков Д.П., Мякотина И.В., Чубуков М.Ю., Коновалов С.С., Битюков С.М.

21. Патент на изобретение 2786736 С2, 26.12.2022. Заявка № 2020126061 от 31.07.2020. Способ производства коррозионностойкой титансодержащей стали / Трутнев Н.В., Неклюдов И.В., Буняшин М.В., Морозов В.В., Корнев Ю.Л., **Пумпянский Д.А.**, Четвериков С.Г.

22. Патент на изобретение 2788284 С1, 17.01.2023. Заявка № 2022105681 от 03.03.2022. Способ производства бесшовных горячедеформированных коррозионностойких труб из стали аустенитного класса / **Пумпянский Д.А.**, Чикалов С.Г., Четвериков С.Г., Трутнев Н.В., Тумашев С.В., Красиков А.В., Буняшин М.В., Ульянов А.Г., Мякотина И.В., Чубуков М.Ю., Лоханов Д.В., Благовещенский С.И., Никляев А.В., Пышминцев И.Ю., Выдрин А.В., Черных И.Н., Корсаков А.А.

23. Патент RU2798642С1 Бесшовная высокопрочная труба из стали мартенситного класса для обсадных колонн и способ ее производства / **Пумпянский Д.А.**, Чикалов С.Г., Четвериков С.Г. и др. Опубл.23.06.23 Бюл. №18.

Монографии:

24. **Пумпянский Д.А.** Основы металловедения и технологии производства труб из коррозионно-стойких сталей: монография / Д.А. Пумпянский, И.Ю. Пышминцев, А.В. Выдрин, В.И. Кузнецов, А.В. Красиков. М.: Металлургиздат. 2023. – 682 с.; (43 п.л. / 20 п.л.).

Другие публикации:

25. **Pumpyanskiy D.A.** Strengthening low carbon steels for oil and gas spiral welded pipes / Pyshmintsev I.Yu., Kamenskih Yu.O., Poznyakovsky I.N., **Pumpyanskiy D.A.**, Permyakov I.L. // Proceedings of the Biennial International Pipeline Conference, IPC. 2006 6th International Pipeline Conference. – 2007. – P. 269–274; (0,375 п.л. / 0,15 п.л.).

26. **Pumpyanskiy D.A.** Advanced technologies for spiral welded oil and gas line pipes / Permyakov I.L., Pyshmintsev I.Yu., **Pumpyanskiy D.A.**, Stolyarov V.I. // Proceedings of the Biennial International Pipeline Conference, IPC. 2006 6th International Pipeline Conference. – 2007. – P. 239–244; (0,375 п.л. / 0,17 п.л.).

27. **Pumpyanskiy D.A.** Development of line pipes with improved behavior in severe sour environment / Veselov I.N., Pyshmintsev I.Y., Zhukova S.U., **Pumpyanskiy D.A.**, Antonov V.G. // Proceedings of the Biennial International Pipeline Conference, IPC. 2006 6th International Pipeline Conference. – 2007. – P. 943–948; (0,375 п.л. / 0,17 п.л.).

28. **Pumpyanskyi D.A.** Crack propagation and arrest in x70 1420×21, 6mm pipes for new generation of gas transportation system / **Pumpyanskyi D.A.**, Stolyarov V.I., Lobanova T.P., Arabey A.B., Pyshmintsev I.Y., Struin A.O., Kharionovsky V.V. // Proceedings of the Biennial International Pipeline Conference, IPC. 2006 6th International Pipeline Conference. – 2007. – P. 365–370; (0,375 п.л. / 0,15 п.л.).