

Исследование структуры и свойств Structure and properties research

**Физические методы
исследования и контроля**

**Physical methods
of research and monitoring**

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-6-30-36>

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛЕЙ МАРТЕНСИТО-БЕЙНИТНОГО КЛАССА И НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ МОДЕЛИРОВАНИИ РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТКИ ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

© **Надежда Валерьевна Лебедева*, Юлия Михайловна Маркова,
Алексей Игоревич Зиза, Дмитрий Михайлович Анисимов**

Центральный НИИ конструкционных материалов «Прометей» имени И. В. Горынина НИЦ «Курчатовский институт»,
Россия, 191015, С.-Петербург, ул. Шпалерная 49; *e-mail: mail@crism.ru

*Статья поступила 6 ноября 2018 г. Поступила после доработки 18 апреля 2019 г.
Принята к публикации 23 апреля 2019 г.*

Представлены результаты исследований с использованием дилатометров DIL 805A/D (TA Instruments) и DIL 402C (Netzsch). Дилатометрический анализ позволяет не только определять температурный коэффициент линейного расширения и температуры фазовых переходов, оценивать кинетику превращений, но также моделировать режимы термической обработки, выявлять с помощью вакуумного травления размеры бывшего аустенитного зерна, совершенствовать технологии термической и термомеханической обработок сталей и сплавов. Для сталей мартенситного и мартенсито-бейнитного классов (38ХМА, 38ХНЗМФА, 20ХЗНМФА) приведены режимы вакуумного травления в камере дилатометра, оценено влияние термомеханических параметров на размер аустенитного зерна, показана эффективность метода при определении размеров зерна в сравнении с традиционными способами травления. При моделировании режимов термической обработки дилатометрическим методом исследовали также микроструктуру никелевого сплава ХН55МВЦ (ЧС57). Показаны изменения размера и морфологии зеренной структуры материала на разных этапах его обработки. Результаты исследований использовали для корректировки действующих режимов термообработки, что позволило получить равномерную мелкозернистую структуру. Комплексное применение дилатометрического и металлографического анализов после вакуумного травления материала повышает экономическую эффективность получения требуемой микроструктуры с помощью термической и термомеханической обработок заготовок.

Ключевые слова: вакуумное травление; дилатометрия; окисление; моделирование термообработки; деформационно-закалочный дилатометр; микроструктура; фазовые превращения.

STUDY OF THE MICROSTRUCTURE OF MARTENSITE-BAINITE STEELS AND NICKEL ALLOYS WHEN MODELING HEAT TREATMENT MODES USING A DILATOMETRIC METHOD

© **Nadezhda V. Lebedeva*, Yuliya M. Markova, Alexey I. Ziza, Dmitry M. Anisimov**

NRC “Kurchatov Institute” — CRISM “Prometey”, ul. Shpalernaya 49, St. Petersburg, 191015, Russia;
*e-mail: mail@crism.ru

Received November 6, 2018. Revised April 18, 2019. Accepted April 23, 2019.

We present the results obtained using the equipment available at the Center for collective use “Composition, structure, properties of structural and functional alloys” NRC “Kurchatov Institute” — CRISM “Prometey”: DIL 805A/D (TA Instruments) and DIL 402C (Netzsch) dilatometers. Dilatometric analysis

which provides determination of the temperature coefficient of linear expansion and the temperature of phase transitions, as well as evaluation of the transformation kinetics, can also allow simulation of heat treatment modes to identify the size of the former austenitic grain using vacuum etching and conduct the research aimed at improving the technology of thermal and thermomechanical processing (TMO) of steels and alloys. The experiments were carried out both in vacuum and in dynamic helium atmosphere. The main methodological difficulties that we have faced with are described. For steels of martensite and martensite-bainite class (38KhMA, 38KhN3MFA, 20Kh3NMFA) conditions of vacuum etching in the chamber of the dilatometer are specified. The efficiency of the method for martensite-bainite steels in determination of the grain size compared to traditional methods of etching is demonstrated. The effect of thermodeformation parameters on the size of austenitic grain is estimated. When modeling the heat treatment modes by the dilatometric method, the microstructure of KhN55MVTs nickel alloy was also analyzed. Changes in the size and morphology of the grain structure at different stages of heat treatment are revealed. The obtained results were used to adjust the current modes of heat treatment and obtain a uniform fine-grained structure. The combined application of dilatometric and metallographic analyzes after vacuum etching of the material decreases the production costs attributed to obtaining the desired microstructure upon thermal and thermomechanical processing of the products and blanks.

Keywords: vacuum etching; dilatometry; oxidation; modeling of heat treatment; deformation-quenching dilatometer; microstructure; phase transformations.

Введение

При термической обработке металлов и сплавов важнейшие параметры, определяющие результат, — скорость нагрева и охлаждения, температура, время изотермической выдержки. Происходящие в материале фазовые превращения влияют на вид термообработки, конечную структуру и физико-механические свойства металла.

Получение микроstructures, обеспечивающей требуемые свойства, в условиях производства без предварительных исследований, как правило, связано с риском получения брака, который только в отдельных случаях можно исправить дополнительной термообработкой (часто такой брак неисправим). В связи с этим в настоящее время задача моделирования процессов фазовых превращений с применением современного научно-исследовательского оборудования все более актуальна.

При изучении кинетики превращений в исследовательской и производственной практике большое распространение получил dilatометрический метод, основанный на измерении удлинения образца в зависимости от температуры и времени и позволяющий избежать больших временных и экономических затрат. Метод дает возможность исследовать фазовые превращения в зависимости от изменений микроstructures в процессе моделирования термообработки. Оценку микроstructures при этом можно проводить, используя вакуумное травление непосредственно в процессе эксперимента. Однако в этом случае важно учитывать особенности вакуумной dilatометрии.

Цель работы — исследование микроstructures сталей мартенситного и мартенсито-бейнитного классов и никелевых сплавов при моделировании режимов термообработки образцов dilatометрическим методом.

Методика и оборудование

Dilatометрический анализ позволяет не только определять температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) и температуры фазовых переходов, оценивать кинетику превращений, но также моделировать режимы термической обработки, выявлять размеры бывшего аустенитного зерна, совершенствовать технологии термической и термомеханической обработок (ТМО) сталей и сплавов.

Исследовали образцы сталей мартенситного и мартенситно-бейнитного классов (38ХМА, 38ХНЗМФА, 20ХЗНФА) и никелевого сплава ХН55МВЦ (ЧС57) цилиндрической формы диаметром 5 и длиной 10 мм. Кинетику фазовых превращений анализировали с помощью высокоскоростного закалочного-деформационного dilatометра DIL 805A/D (TA Instruments) и dilatометра DIL 402C (Netzsch), микроstructure — с помощью оптического инвертированного микроскопа AxioObserverA1.m, оснащенного системой цифрового анализа изображений. Размер зерна определяли в соответствии с ГОСТ 5639 по методу секущих.

Результаты и обсуждение

Вакуумное травление. В мартенситных и мартенсито-бейнитных сталях для выявления границ и, как следствие, определения размеров бывшего аустенитного зерна необходим подбор состава травителя, его концентрации, режимов травления.

Химическое травление не всегда позволяет качественно выявить границы бывших аустенитных зерен, поскольку помимо самих границ вытравливается также внутренняя структура образцов.



Рис. 1. Микроструктура стали 38ХМА после травлений в 4 %-м спиртовом растворе азотной кислоты (а), в реактиве Маршалла (б) и вакуумного травления (в)

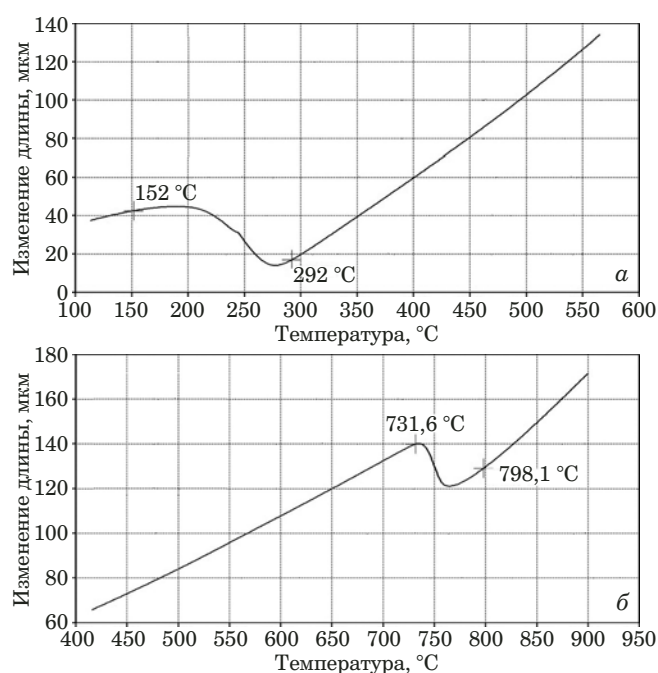


Рис. 2. Дилатометрические кривые при нагреве (а) и охлаждении (б) (сталь 38ХМА)

Вакуумное травление предполагает подготовку в продольном сечении образца микрошлифа, который затем помещается в камеру дилатометра.

На рис. 1 приведена структура стали 38ХМА (ГОСТ 4543) после травления. Видно, что границы бывшего аустенитного зерна значительно лучше (по сравнению с раствором азотной кислоты) выявляются в реактиве Маршалла [6], но сама процедура травления более трудоемкая, проходит с многочисленными перешлифовками. Образец при этом травится неравномерно. Отметим, что в данном случае невозможен подсчет

размера зерна с помощью систем автоматического анализа.

Вакуумное травление осуществляли в камере дилатометра DIL805A/D со специальным турбомолекулярным насосом (температура — 910 °С, выдержка — 250 с, скорость нагрева и охлаждения — 5 °С/с, вакуум — 10^{-6} мбар). В отличие от химического оно дает возможность быстро и качественно выявить границы зерен, при этом практически не вытравливая внутризеренную структуру. В дальнейшем, используя полученные данные, можно оперативно оценивать размер зерна в соответствии с ГОСТ 5639 как методом сравнения со шкалами, так и другими способами, включая металлографические методы автоматизированного анализа изображений с построением гистограмм распределения размеров зерен.

Помимо выявления границ бывших аустенитных зерен, с помощью вакуумного травления определяли температуры фазовых превращений при нагреве и охлаждении. Полученные дилатометрические кривые приведены на рис. 2.

Моделирование режимов термообработки. Используя метод дилатометрического анализа, оценивали влияние температуры нагрева на величину размера зерна сплава ХН55МВЦ (ЧС57), применяемого, например, в высокотемпературных энергетических установках с газовым теплоносителем [7 – 9]. Моделировали также режимы термообработки образца.

На рис. 3 представлены режимы термообработки и соответствующие микроструктуры сплава на каждом этапе. Видно, что при повышении температуры выдержки (с 1000 до 1100 °С) размер аустенитного зерна увеличивается. Таким образом, данный подход позволяет проследить изменение размера и морфологии зеренной структуры сплава при моделировании термической обработки.

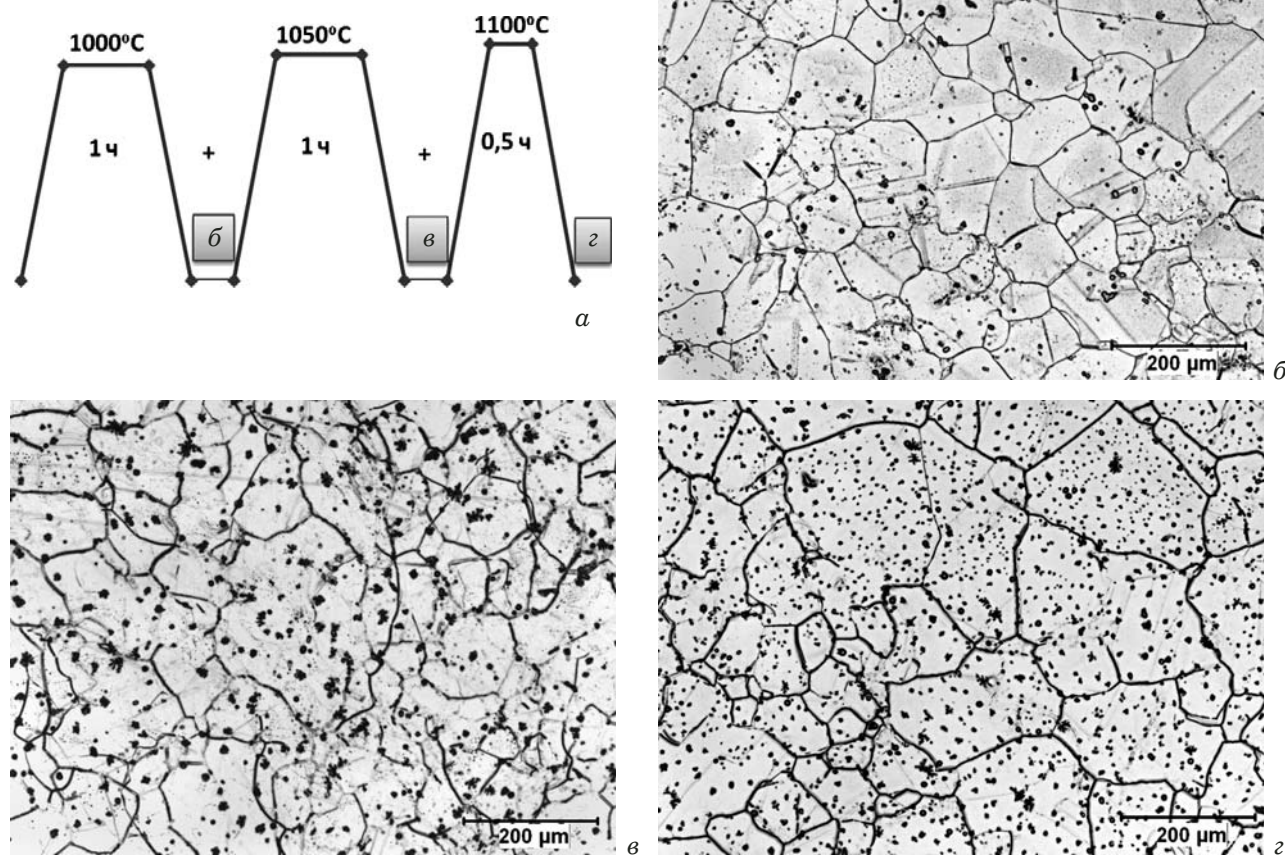


Рис. 3. Режимы термообработки (а) и микроструктуры (б – г) никелевого сплава ХН55МВЦ

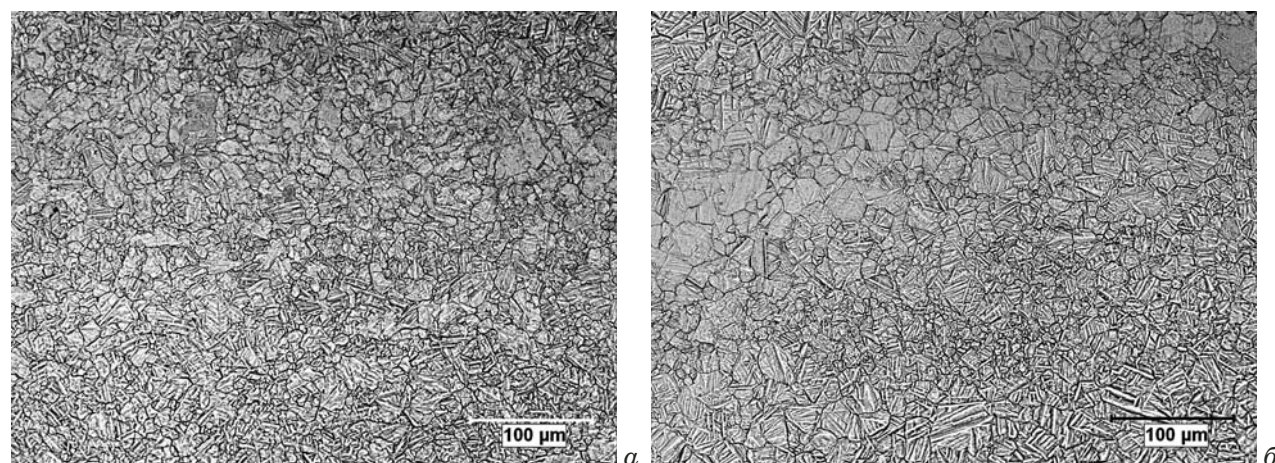


Рис. 4. Микроструктуры образцов стали 38ХН3МФА после завершения деформации при 920 (а) и 980 °С (б)

Влияние термодформационных параметров на размер аустенитного зерна. Вакуумное травление использовали для оценки влияния термодформационных параметров (от них зависят ударная вязкость и хладостойкость сталей [10 – 12]) на размер аустенитного зерна. Процесс получения трубной заготовки из среднеуглеродистой высокопрочной стали марки 38ХН3МФА

моделировали на комплексе GLEEBLE 3800 с различной температурой окончания деформации [13].

На рис. 4 приведены микроструктуры образцов после термообработки и деформации. Видно, что при окончании деформации в интервале нижнего порога температур рекристаллизации (920 °С, средний размер аустенитного зерна —

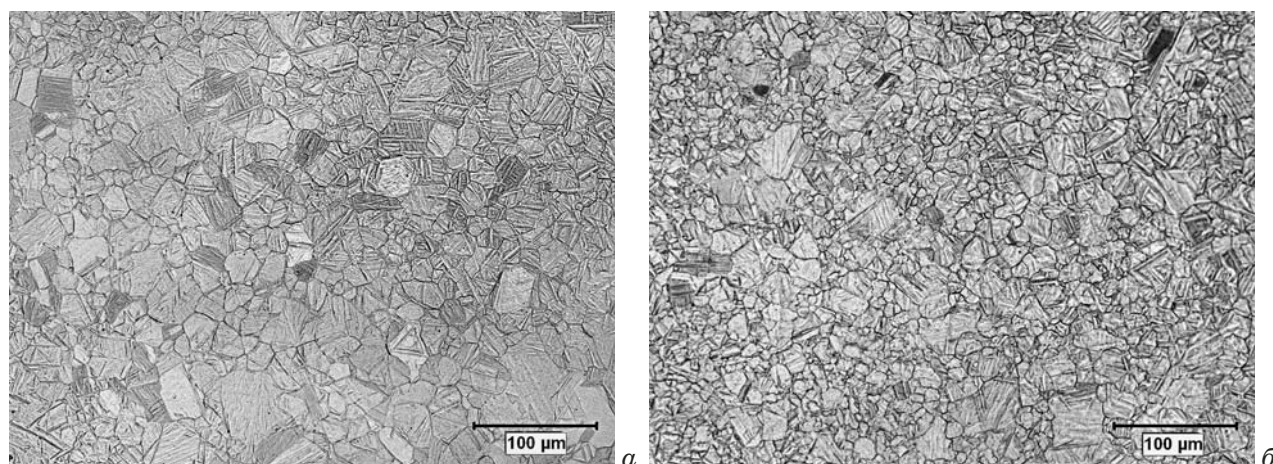


Рис. 5. Микроструктуры перегретого (нагрев под деформацию 1250 – 1260 °С, средний размер зерна — 23 мкм) (а) и штатного (нагрев под деформацию 1230 – 1240 °С, средний размер зерна — 11,9 мкм) (б) образцов стали 38ХНЗМФА после окончательной термообработки

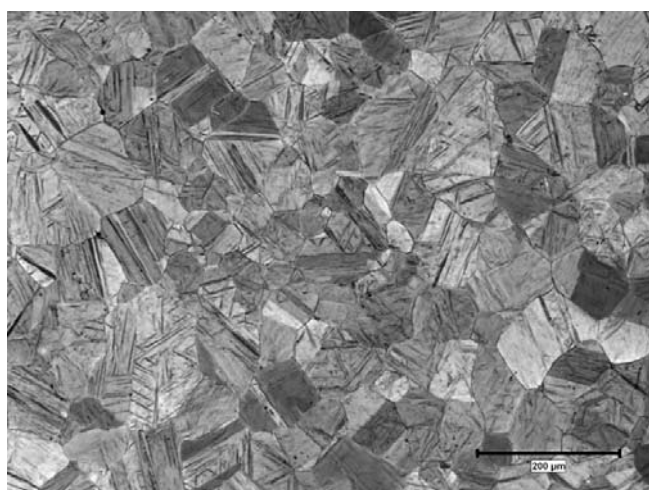


Рис. 6. Оксидная пленка на поверхности микрошлифа из стали 38ХНЗМФА после вакуумного травления и охлаждения в атмосфере гелия пониженной чистоты

11,9 мкм) структура более равномерная по сравнению со случаем окончания деформации выше интервала температур рекристаллизации (980 °С, средний размер аустенитного зерна — 16 мкм).

При режиме обработки, исключающем влияние нагрева и выдержки в процессе травления на размер зерна (измельчение при нагреве выше критической точки A_{c3} или рост во время изотермической выдержки), выявлять границы аустенитных зерен вакуумным травлением можно не только на промежуточных стадиях, но и после окончательной термообработки.

На рис. 5 представлены результаты исследования аустенитного зерна образцов стали 38ХНЗМФА, произведенных с перегревом и по штатной технологии. В процессе окончательной термообработки (закалка и высокий отпуск) перегретого образца измельчение зерна аустенита

не зафиксировали. Это привело к существенному снижению ударной вязкости металла (ниже допустимого уровня) [13, 14].

Особенности испытаний в вакууме и динамической атмосфере гелия. Основная трудность, возникающая при использовании метода, — необходимость корректировки режима вакуумного травления в зависимости от марки стали (химического состава). Это связано с тем, что для выявления границ аустенитных зерен выдержку проводят при температуре выше критической точки A_{c3} . Это может привести к изменению размера зерна и искажению результатов, поскольку для некоторых марок стали выдержка будет осуществляться в температурном диапазоне рекристаллизации аустенита. После длительных выдержек на поверхности микрошлифа могут появляться ямки травления, которые на изображении микроструктуры отображаются в виде черных точек. Может происходить и сильное растравливание границ зерен (см. рис. 3).

В случае испытаний в динамической атмосфере гелия возможно окисление поверхности образца, поскольку при высокой скорости охлаждения используют гелий пониженной чистоты (рис. 6).

Тем не менее применяемый подход дает возможность количественной оценки размера зерна, даже несмотря на появление оксидной пленки.

Испытания в динамической атмосфере гелия проводили с использованием dilatометра DIL 402C. На рис. 7 представлен образец стали 20ХЗНМФА после испытаний с длительными выдержками при температуре 1000 °С. Видно, что в случае гелия (в отличие от вакуума) на поверхности образца образовалась оксидная пленка.

Оксидная пленка в процессе охлаждения может трескаться, что проявляется в резких скач-

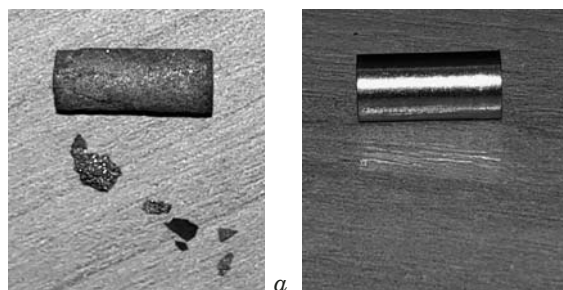


Рис. 7. Образец стали 20X3NMFA после испытаний в динамической атмосфере гелия (а) и вакууме (б)

ках на дилатометрической кривой, не связанных с характером превращения (так называемые шумы) (рис. 8).

Такие отклонения от могут быть ошибочно приняты за фазовые превращения при охлаждении, что в итоге приведет к построению неверных диаграмм превращения аустенита и назначению режимов термообработки, не обеспечивающих получения заданного комплекса свойств.

При длительных высокотемпературных дилатометрических исследованиях в атмосфере гелия может наблюдаться частичное обезуглероживание образцов, что негативно влияет на результаты испытаний.

Микроструктура образца из стали 20X3NMFA с обезуглероженным слоем приведена на рис. 9. Образец сначала нагревали до 1200 °С (выдержка — 30 мин), затем охлаждали до температуры изотермической выдержки 650 °С (выдержка — 33 ч). Видно, что при изотермической выдержке большой длительности образуется обезуглероженный слой. Это необходимо учитывать при микроструктурных исследованиях.

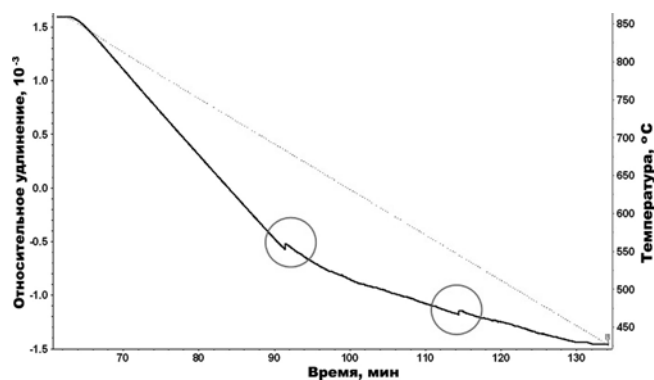


Рис. 8. Дилатометрическая кривая образца стали 20X3NMFA (кружками отмечены области шумов)

Заключение

Полученные результаты показали, что дилатометрические исследования позволяют: определять температуры фазовых переходов, оценивать кинетику превращений, моделировать режимы термической обработки с длительными выдержками, выявлять размеры бывшего аустенитного зерна методами вакуумного травления. Однако при этом следует правильно выбирать условия проведения экспериментов для исключения ошибок.

С помощью дилатометров исследовали кинетику фазовых превращений и изменения микроструктуры сталей мартенсито-бейнитного класса (20X3NMFA, 38XНЗМФА, 38ХМА) и никелевого сплава ХН55МВЦ. Установили, что для стали 38ХМА вакуумное травление лучше выявляет границы бывшего аустенитного зерна, чем химическое травление в 4 %-ном спиртовом растворе азотной кислоты и реактиве Маршалла. Температуры фазовых превращений составили, °С: при нагреве — $A_{c1} = 731,6$, $A_{c3} = 798,1$, при охлаждении — $A_{r3} = 292$, $A_{r1} = 152$. Для никелево-

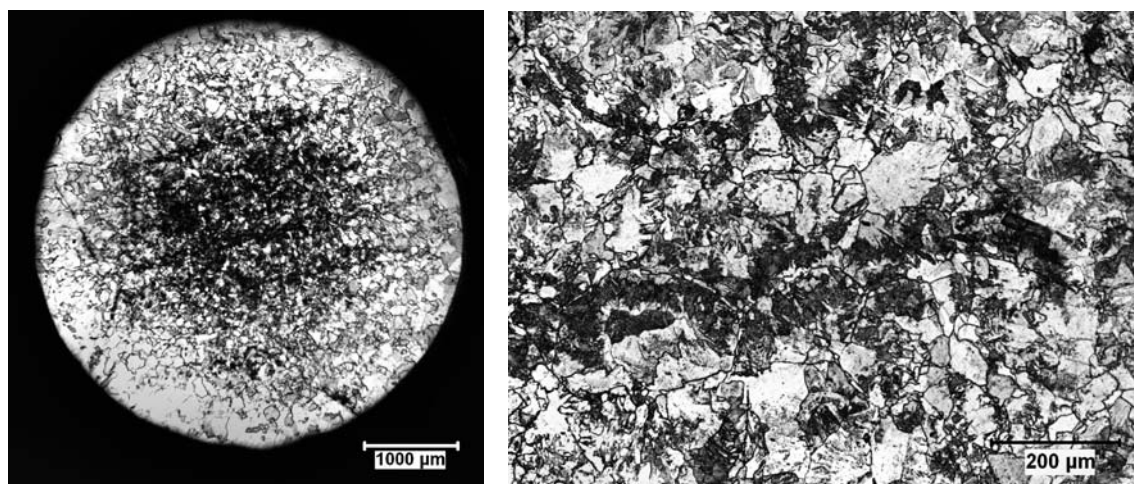


Рис. 9. Микроструктура образца из стали марки 20X3NMFA после нагрева до 1200 (выдержка — 0,5 ч) и охлаждения до 650 °С (изотермическая выдержка — 33 ч) при различном увеличении

го сплава увеличение температуры выдержки (с 1000 до 1100 °С) ведет к существенному возрастанию размера аустенитного зерна. При моделировании промышленных схем горячей пластической деформации для стали 38ХНЗМФА получили, что окончание деформации в интервале нижнего порога температур рекристаллизации способствует формированию более дисперсной и равномерной структуры, чем в случае окончания деформации выше интервала температур рекристаллизации.

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке Минобрнауки (соглашение № 14.595.21.0004, уникальный идентификатор RFMEFI59517X0004).

ЛИТЕРАТУРА

1. **Лякишев Н. П.** Энциклопедический словарь по металлургии — М.: Интермет Инжиниринг, 2000. — 412 с.
2. **Барахтин Б. К., Немец А. М.** Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физико-аналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения: Справочник. — СПб.: Профессional, 2006. — 490 с.
3. **Сошина Т. В., Зисман А. А., Хлусова Е. И.** Выявление бывших зерен аустенита методом термического травления в вакууме при имитации ТМО низкоуглеродистых сталей / Металлург. 2013. № 2. С. 63 – 70.
4. **Сергиенко О. С., Лунев В. В., Бялик Г. А.** Применение вакуумного и цветного травления для изучения микроструктуры титановых альфа-сплавов / Письма о материалах. 2014. Т. 4. № 3. С. 202 – 204.
5. **Зисман А. А., Сошина Т. В., Хлусова Е. И.** Выявление бывших аустенитных зерен и анализ кинетики метадинамической рекристаллизации аустенита низкоуглеродистой стали в условиях горячей прокатки / Письма о материалах. 2012. Т. 2. № 1. С. 3 – 8.
6. **Брандон Д., Каплан У.** Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. — М.: Техносфера, 2004. — 384 с.
7. Пат. 2543587 С2 РФ, МПК51 С22С 19/05. Жаропрочный сплав на никелевой основе / Орыщенко А. С., Карзов Г. П., Кудрявцев А. С., Трапезников Ю. М., Артемьева Д. А., Охупкин К. А.; заявитель и патентообладатель ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей». — № 2013131939/02; заявл. 09.07.2013; опубл. 10.03.2015. Бюл. № 7.
8. **Охупкин К. А., Кудрявцев А. С., Груздев Д. А. и др.** Анализ физико-математической модели и разработка рекомендаций по схеме деформирования крупногабаритных поковок из сплава марки ХН55МВЦ-ИД / Научно-технические ведомости СПбПУ. Естественные и инженерные науки. 2016. № 1(238). С. 122 – 128.
9. **Кудрявцев А. С., Охупкин К. А.** Влияние металлургических дефектов на механические свойства сплава ХН55МВЦ (ЧС57) / Металлург. 2016. № 9. С. 95 – 100.
10. **Morito S., Saito H., Ogawa T., et al.** Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels / ISIJ international. 2005. Vol. 45. N 1. P. 91 – 94.
11. **Morris J.** The influence of grain size on the mechanical properties of steel. Lawrence Berkeley National Lab. — Berkeley, CA (USA). 2001. — 8 p.
12. **Солнцев Ю. П., Ермаков Б. С., Слепцов О. И.** Материалы для низких и криогенных температур. — СПб.: Химиздат, 2008. — 768 с.
13. **Ziza A. I., Tsukanov V. V.** Optimization of Thermal and Deformation Effect during Plastic Deformation and Thermal Treatment of Hot Rolled Heavy Wall Pipes Made of Medium Carbon Martensitic Steel / IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. IOP Publishing. 2017. Vol. 287. N 1. P. 12 – 15.
14. **Цуканов В. В., Зиза А. И.** Совершенствование режимов термообработки стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с целью повышения сопротивляемости хрупкому разрушению. 2. Применение двукратного отпуска / Вопросы материаловедения. 2015. № 3. С. 7 – 13.

REFERENCES

1. **Lyakishev N. P.** Encyclopedic dictionary on metallurgy. Vol. 1. — Moscow: Intermet Inzhiniring, 2000. — 412 p. [in Russian].
2. **Barakhtin B. K., Nemets A. M.** Metals and alloys. Analysis and research. Physico-analytical methods for the study of metals and alloys. Nonmetallic inclusions: a Handbook. — St. Petersburg: Professional, 2006. — 490 p. [in Russian].
3. **Soshina T. V., Zisman A. A., Khlusova E. I.** Identification of former austenite grains by thermal etching in a vacuum when simulating durability of low carbon steels / Metallurg. 2013. N 2. P. 63 – 70 [in Russian].
4. **Sergienko O. S., Lunev V. V., Byalik G. A.** The use of vacuum and color etching to study the microstructure of titanium alpha alloys / Pisma Mater. 2014. Vol. 4. N 3. P. 202 – 204 [in Russian].
5. **Zisman A. A., Soshina T. V., Khlusova E. I.** Detection of former austenitic grains and analysis of the kinetics of the metadynamic recrystallization of austenite low carbon steel in hot rolling conditions / Pisma Mater. 2012. Vol. 2. N 1. P. 3 – 8 [in Russian].
6. **Brandon D., Kaplan W.** The microstructure of materials. Research and control methods. — Moscow: Tekhnosfera, 2004. — 384 p. [Russian translation].
7. RF Pat. 2543587 S2, MPK51 C22C 19/05. Heat resistant nickel base alloy / Oryshchenko A. S., Karzov G. P., Kudryavtsev A. S., Trapeznikov Yu. M., Artem'eva D. A., Okhapkin K. A.; applicant and owner FGUP "CNII KM "Prometei". — ¹ 2013131939/02; appl. 09.07.2013; publ. 10.03.2015. Byull. N 7 [in Russian].
8. **Okhapkin K. A., Kudryavtsev A. S., Gruzdev D. A., et al.** Analysis of the physical and mathematical model and the development of recommendations for the deformation scheme of large-sized forgings made of alloy KhN55MVZ / Nauch.-Tekhn. Vedom. SPbPU. Estestv. Inzh. Nauki. 2016. N 1(238). P. 122 – 128 [in Russian].
9. **Kudryavtsev A. S., Okhapkin K. A.** Effect of metallurgical defects on the mechanical properties of the alloy KhN55MVZ / Metallurg. 2016. N 9. P. 95 – 100 [in Russian].
10. **Morito S., Saito H., Ogawa T., et al.** Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels / ISIJ international. 2005. Vol. 45. N 1. P. 91 – 94.
11. **Morris J.** The influence of grain size on the mechanical properties of steel. Lawrence Berkeley National Lab. — Berkeley, CA (USA). 2001. — 8 p.
12. **Solntsev Yu. P., Ermakov B. S., Sleptsov O. I.** Materials for low and cryogenic temperatures. — St. Petersburg: Khimizdat, 2008. — 768 p. [in Russian].
13. **Ziza A. I., Tsukanov V. V.** Optimization of Thermal and Deformation Effect during Plastic Deformation and Thermal Treatment of Hot Rolled Heavy Wall Pipes Made of Medium Carbon Martensitic Steel / IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. IOP Publishing. 2017. Vol. 287. N 1. P. 12 – 15.
14. **Tsukanov V. V., Ziza A. I.** Improving the heat treatment of steel grades 35Kh3MFA and 38KhN3MFA in order to increase the resistance to brittle fracture. 2. The use of double temper / Vopr. Materialoved. 2015. N 3. P. 7 – 13 [in Russian].