

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Пермский национальный исследовательский политехнический университет»

На правах рукописи

Барсукова Татьяна Юрьевна

ПОВЫШЕНИЕ НАДЕЖНОСТИ СТАЛИ 10Х3ГЗМФС ХОЛОДНОЙ
РАДИАЛЬНОЙ КОВКОЙ И НЕПОЛНОЙ ЗАКАЛКОЙ

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, профессор
Симонов Юрий Николаевич

Пермь – 2022

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. Закономерности структурообразования и возможности повышения характеристик надежности при деформационной и термической обработке низкоуглеродистой стали с мартенситной структурой.....	12
1.1 Низкоуглеродистые безникелевые стали. Термическая обработка	12
1.2 Формирование структуры и свойств низкоуглеродистых сталей в процессе холодной пластической деформации	19
1.3 Эволюция структуры и формирование свойств низкоуглеродистой стали, подвергнутой закалке и холодной пластической деформации, при последующей термической обработке.....	24
1.3.1 Процессы отпуска	24
1.3.2 Рекристаллизация деформированной стали	27
1.3.3 Полиморфное альфа-гамма превращение.....	29
1.3.4 Аустенитизация в межкритическом интервале температур	31
1.3.5 Гамма-альфа превращение при охлаждении из МКИТ	38
1.4 Постановка цели и задач исследования	40
ГЛАВА 2. Материалы и методики исследования	42
2.1 Материал исследования.....	42
2.2 Методики деформационной и термической обработки	43
2.2.1 Методика деформационной обработки.....	43
2.2.2 Методика термической обработки	43
2.3 Методики исследования	44
2.3.1 Методики дилатометрического исследования	44
2.3.2 Методика обработки экспериментальных данных механических свойств и параметров структуры при закалке из МКИТ холоднодеформированной стали	51
2.3.3 Методики исследования структуры стали.....	55
2.3.4 Методики определения механических свойств.....	57

ГЛАВА 3. Влияние исходного состояния стали 10Х3Г3МФС на процессы аустенитизации, формирования структуры и механических свойств в межкритическом интервале температур	59
3.1. Микроструктура, размер зерна и твердость стали 10Х3Г3МФС в закаленном и высоко отпущенном состояниях.....	59
3.2 Результаты дилатометрического исследования процесса аустенитизации стали 10Х3Г3МФС	61
3.2.1 Влияние скорости нагрева в аустенитную область на положение критических точек и стадий альфа-гамма превращения закаленной стали 10Х3Г3МФС	61
3.2.2 Влияние исходного состояния стали 10Х3Г3МФС на кинетику аустенитизации при непрерывном нагреве	67
3.2.3 Влияние исходного состояния стали 10Х3Г3МФС на процесс аустенитизации в изотермических условиях при нагреве в МКИТ	70
3.3. Влияние исходной структуры стали 10Х3Г3МФС и температуры нагрева под неполную закалку на формирование структуры и свойств	72
3.3.1 Формирование структуры предварительно закаленной стали 10Х3Г3МФС в МКИТ	73
3.3.2 Формирование структуры предварительно высоко отпущенной стали 10Х3Г3МФС в МКИТ	78
3.3.3 Влияние исходного состояния на формирование комплекса механических свойств стали 10Х3Г3МФС при неполной закалке	82
3.4 Выводы по главе 3.....	85
ГЛАВА 4. Влияние холодной пластической деформации на формирование структуры и свойств предварительно закаленной из МКИТ стали 10Х3Г3МФС .	88
4.1 Формирование структуры стали 10Х3Г3МФС в процессе холодной радиальнойковки	88
4.2. Формирование механических свойств стали 10Х3Г3МФС в процессе холодной радиальнойковки.....	96
4.3 Выводы по главе 4.....	102

ГЛАВА 5. Закономерности аустенитизации, формирование структуры и свойств холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФС при неполной закалке	103
5.1 Результаты дилатометрических исследований процесса аустенитизации деформированной стали 10Х3Г3МФС.....	104
5.1.1 Влияние скорости нагрева на процесс образования аустенита	104
5.1.2 Влияние температуры изотермической аустенитизации в МКИТ на кинетику альфа-гамма превращения	110
5.2 Формирование структуры деформированной стали 10Х3Г3МФС при закалке из МКИТ.....	113
5.3 Совместное влияние параметров неполной закалки на параметры структуры и механические свойства стали 10Х3Г3МФС	117
5.3.1 Влияние параметров неполной закалки на эволюцию структуры деформированной стали 10Х3Г3МФС.....	118
5.3.2 Влияние параметров неполной закалки на формирование комплекса механических свойств деформированной стали 10Х3Г3МФС	124
5.4 Диаграммы конструкционной прочности стали 10Х3Г3МФС	132
5.5 Выводы по главе 5.....	136
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	139
Список литературы.....	142
Приложение 1.....	157

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Проблема повышения комплекса механических свойств конструкционных сталей остается актуальной и сегодня. Перспективным направлением в современном материаловедении является разработка технологий, направленных на управляемое измельчение характерного элемента структуры стали и позволяющих достичь более высокого уровня конструкционной прочности существующих материалов. Диспергирование структуры сталей является единственным механизмом упрочнения, благоприятно влияющим на характеристики прочности, пластичности и надежности. Создание ультрамелкозернистого состояния [1] стали может достигаться путем циклического термического [2-4] и деформационного воздействия [5, 6], а также их комбинации [7-9].

Необходимость создания промышленных технологий интенсивной пластической деформации обнаруживает перспективу изучения современных методов обработки. Так, холодная радиальная ковка (ХРК) обеспечивает высокую скорость и дробность деформации, что, в сочетании с увеличением площади контакта инструмента с заготовкой за счет схемы нагружения и конструкции бойков, позволяет достигать высоких степеней деформации без разрушения материала заготовки. Возможности повышения комплекса механических свойств за счет ХРК (холодной радиальнойковки) и последующего отжига показаны в работах [10-15]: на примере широко применяемых среднеуглеродистых низколегированных сталей в нормализованном и термически улучшенном состояниях получена ультрамелкозернистая структура, обеспечившая рост характеристик хладостойкости и прочности при сохранении пластичности; исследование закаливаемых на воздухе низкоуглеродистых сталей 10Х3ГЗМФ(Т) показало повышение условного предела текучести и ударной вязкости в результате реализации ультрамелкозернистого состояния после ХРК и среднего отпуска, а также наноструктурного состояния после ХРК и скоростной аустенитизации.

Однако мартенситная структура обладает пониженной пластичностью, что ограничивает степень возможной деформации. Для закаливаемых на воздухе сталей повышение пластичности перед холодной пластической деформацией (ХПД) возможно предварительным высоким отпуском или закалкой из межкритического интервала температур (МКИТ). Первый вариант обработки ограничен повышенной отпускостойчивостью сталей данного класса и может проводиться в узком температурном интервале, который обеспечивает отсутствие отпускной хрупкости [16]. Второй вариант позволяет избежать охрупчивания и управляемо изменять сочетание характеристик прочности и пластичности в широких пределах. Кроме того, закалка из МКИТ (межкритического интервала температур) в некоторых случаях позволяет повысить комплекс механических свойств [17-20], что является недостаточно изученным явлением, тесно связанным с протеканием альфа-гамма превращения [21-24].

Стоит отметить, что остается не изученным вопрос влияния исходного мартенситно-ферритного состояния закаливаемой на воздухе стали на процессы эволюции структуры и формирования свойств при ХПК с высокими степенями деформации. Необходимость применения последеформационной обработки для повышения обрабатываемости резанием и сохранения высокой дисперсности структуры закаливаемых на воздухе сталей может решаться с использованием закалки из МКИТ [25].

Таким образом, объектом диссертационного исследования являются фазовые и структурные превращения в сталях мартенситного класса с низким содержанием углерода. Предметом исследования являются процессы формирования структуры и свойств стали 10X3Г3МФС при холодной радиальной ковке и неполной закалке.

Тематика диссертации соответствует Приоритетным направлениям развития науки, технологий и техники РФ и Перечню критических технологий РФ. Работа выполнена в соответствии с основными направлениями научной деятельности кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» ФГАОУ ВО «ПНИПУ», г. Пермь, в рамках государственного задания в сфере научной деятельности при финансировании Минобрнауки России по проектам

11.8213.2017/8.9, FSNM-02020-0027 и в рамках реализации программы деятельности научно-образовательного центра мирового уровня «Рациональное недропользование».

Степень разработанности темы исследования

Изучением холодной пластической деформации (ХПД) занимались авторы: Валиев Р.З., Сегал В.М., Рааб Г.И., Глезер А.М., Васильева А.Г. и другие. Изучению процессов неполной закалки стали посвящены работы отечественных и зарубежных исследователей: Степанов А.И. с соавторами, Маковецкий А.Н., Табатчикова Т.И. с соавторами, Ткач Т.В., Торцан А.И. с соавторами, С. Сюн (X. Xiong) с соавторами, Д. Идальго (J. Hidalgo) с соавторами. Процессы аустенитизации сталей с мартенситной структурой рассмотрены в работах Садовского В.Д., Дьяченко С.С., Зельдович В.И., Липчина Н.Н. с соавторами, Курдюмова Г.В., Энтина Р.И., Клейнера Л.М. с соавторами. Направление исследования низкоуглеродистых сталей с мартенситной структурой развито в работах кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» ФГАОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет». Выполненное диссертационное исследование является продолжением работы в данном направлении.

Цель диссертационной работы

Установление закономерностей структурообразования и формирования механических свойств стали 10X3Г3МФС холодной радиальной ковкой и неполной закалкой для получения высокого уровня характеристик прочности и надежности.

Для достижения цели были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Исследовать процессы аустенитизации стали 10X3Г3МФС для оценки перспективности проведения промежуточного высокого отпуска и выбора режима неполной закалки, направленного на повышение обрабатываемости ХПД (холодной пластической деформацией) за счет получения мартенситно-ферритной структуры благоприятной морфологии.

2. Изучить процессы эволюции структуры и свойств стали 10Х3Г3МФС в мартенситно-ферритном состоянии под влиянием ХРК.

3. Выявить закономерности аустенитизации и влияния параметров режима неполной закалки на формирование структуры и механических свойств холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФС.

Научная новизна работы:

1. Установлено, что исходное структурное состояние стали 10Х3Г3МФС оказывает решающее влияние на морфологию аустенита, образующегося в МКИТ: аустенит lamellarной формы образуется в стали с исходной мартенситной структурой; глобулярной формы – в стали со структурой высоко отпущенного мартенсита; глобулярной и пластинчатой формы – в холоднодеформированной стали с мартенситно-ферритной структурой.

2. Впервые изучена эволюция структуры низкоуглеродистой безникелевой стали 10Х3Г3МФС в мартенситно-ферритном состоянии в процессе холодной радиальнойковки, которая заключается в одновременном протекании процессов фрагментации, приводящей к уменьшению размеров ячеек деформации в 7 раз: с 496 ± 178 нм до 67 ± 8 нм, и деформационного мартенситного превращения остаточного аустенита.

3. Установлено, что получение высокого комплекса механических свойств холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФС неполной закалкой из верхней части МКИТ связано с формированием дисперсной мартенситно-ферритной структуры полиэдрической морфологии вследствие рекристаллизации зерен матричной альфа-фазы и высокой скорости протекания альфа-гамма превращения.

Теоретическая и практическая значимость работы:

1. В условиях акционерного общества «Пермский научно-исследовательский технологический институт» (г. Пермь) опробована технология деформационно-термической обработки полнотелых цилиндрических заготовок из конструкционной стали 10Х3Г3МФС, включающей холодную радиальнуюковку

со степенью деформации 60 % и неполную закалку, что обеспечивает получение дисперсной мартенситно-ферритной структуры (размер зерна 2,5-3,7 мкм) с повышенной ударной вязкостью КСТ (выше в 1,9 - 2,4 раза) и пластичностью материала (выше на 36 - 43 %) при небольшом снижении прочностных свойств (на 7 – 16 %) относительно исходного закаленного состояния.

2. Построены изотермические диаграммы образования аустенита для трех состояний стали 10Х3Г3МФС, позволяющие прогнозировать фазовый состав и формировать нужный комплекс механических свойств стали путем варьирования режимов неполной закалки.

Методология и методы диссертационного исследования

Изучение проблемы диссертационного исследования проведено в контексте развития представлений об эволюции структуры и свойств низкоуглеродистых сталей при аустенитизации и больших степенях холодной пластической деформации, рассматриваемых в работах отечественных и зарубежных исследователей.

В работе использованы следующие методы исследования: дилатометрический, световой и электронной микроскопии и фрактографии, дюротрии, испытаний на одноосное растяжение и ударный изгиб, оптико-эмиссионного спектрального анализа.

Положения, выносимые на защиту:

1. Форма участков аустенита, образующегося в условиях непрерывного нагрева стали 10Х3Г3МФС со скоростью 1,5 °С/с в МКИТ и последующей выдержки, определяется морфологией матричной альфа-фазы и в случае закаленной стали близка к ламельной, а в случае высоко отпущенной к полиэдрической.

2. При увеличении степени холодной пластической деформации до 60 % в стали 10Х3Г3МФС, закаленной из МКИТ, протекают процессы фрагментации и образования мартенсита деформации на месте тонких пластин-пленок остаточного аустенита.

3. При нагреве и выдержке в МКИТ холоднодеформированной стали происходит образование нового комплекса зерен матричной альфа-фазы и при температурах второй стадии аустенитизации появление двух морфологических форм гамма-фазы: глобулярной и пластинчатой.

4. Близость температуры закалки из МКИТ холоднодеформированной стали 10Х3ГЗМФС к температуре наблюдаемого при непрерывном нагреве максимума скорости альфа-гамма превращения обеспечивает сохранение высокодисперсного состояния структуры в процессе выдержки, что положительно влияет как на изменение характеристик прочности, так и ударной вязкости КСТ.

Степень достоверности диссертационного исследования определяется использованием современных сертифицированных комплексов проведения и анализа результатов исследований, включающих высокоточное оборудование и программное обеспечение с широкими возможностями анализа данных. Использование взаимодополняющих методов исследований и отсутствие противоречий экспериментальных данных способствует формулированию научных положений, которые согласуются с результатами других авторов.

Апробация результатов диссертационного исследования

Основные результаты работы представлены и обсуждены на XVIII Международной научно-технической Уральской школе металловедов-молодых ученых, г. Екатеринбург, 2017 г., XXIV, XXV Уральской школе металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов», г. Магнитогорск, 2018 г. и г. Екатеринбург, 2020 г., XI Международной школе «Физическое металловедение» с элементами научной школы для молодежи, г. Тольятти, 2019 г., IV и V научно-практической конференции с международным участием «Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении», г. Пермь, 2019 и 2021 гг.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 10 печатных работ, в том числе 4 статьи в журналах, рекомендованных Высшей аттестационной комиссией при Министерстве науки и высшего образования Российской Федерации, из них 3

статьи в переводной версии журналов, которые входят в международные базы данных и системы цитирования Scopus, Springer, WoS.

Личный вклад соискателя состоит в постановке цели и задач исследования, анализе литературных источников, разработке методик и обработке результатов исследования. Представленные в работе результаты получены лично автором или при его участии в творческих коллективах, что отражено в авторском составе опубликованных статей. Обсуждение полученных результатов проведено совместно с научным руководителем и соавторами публикаций.

Автор выражает благодарность к.т.н. Панову Д.О., д.т.н., профессору Симонову Ю.Н., к.т.н. Перцеву А.С.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, пяти глав, списка литературы, приложений. Изложена на 158 страницах, включает 52 рисунка, 16 таблиц, одно приложение. Список литературы содержит 123 наименования.

ГЛАВА 1. Закономерности структурообразования и возможности повышения характеристик надежности при деформационной и термической обработке низкоуглеродистой стали с мартенситной структурой

1.1 Низкоуглеродистые безникелевые стали. Термическая обработка

1.1.1 Система легирования низкоуглеродистых безникелевых сталей

Разработка состава низкоуглеродистых безникелевых сталей [26] была осуществлена на основании представлений о структуре и свойствах низкоуглеродистых мартенситных сталей (НМС), которые были созданы в 70 - 80 гг. XX века [27]. НМС (низкоуглеродистые мартенситные стали) выгодно отличаются экономным легированием, уровнем механических свойств и технологичностью. Благодаря сбалансированному химическому составу НМС была достигнута высокая устойчивость переохлажденного аустенита, обеспечившая возможность закаливаться от температур горячего формообразования в больших сечениях при малых скоростях охлаждения (на воздухе) и высокие механические свойства после закалки на воздухе, сочетающие в себе прочность (для стали 12X2Г2НМФТ) $\sigma_b = 1450$ МПа наряду с высокими характеристиками пластичности $\delta = 13$ %, $\psi = 51$ % и вязкости КСУ = 0,8 МДж/м² [28].

В работе [29] научно обосновано получение высоких механических свойств на НМС за счет формирования при закалке структуры низкоуглеродистого мартенсита. НМС имеют достаточно высокую точку M_H (порядка 450 °С) и при охлаждении на воздухе претерпевают фазовое гамма-альфа превращение с образованием реечной формы мартенсита, свойственной железоникелевым (5 - 28 % Ni) и железуглеродистым (до 0,6 % С) сплавам. Образование реечного (пакетного) мартенсита происходит внутри аустенитного зерна по механизму скольжения с возникновением элементарного объема в форме рейки с соотношением сторон, близким к 1:7:30 [30] Каждая последующая рейка образуется сдвиговым путем и для компенсации упругих искажений

кристаллической решетки разворачивается относительно предыдущей на угол 60° . Рейки с общей габитусной плоскостью, параллельной широкой грани реек и близкой к одной из четырех плоскостей $\{111\}_A$ и одной из шести ориентировок Курдюмова-Закса, представляют собой пакет [31]. В одном аустенитном зерне может располагаться несколько пакетов реечного мартенсита, разделенных между собой преимущественно высокоугловыми границами. В реечном мартенсите характерными элементами структуры являются уже не зерна бывшего аустенитного зерна, а рейки толщиной 0,1-0,5 мкм и длиной 2-5 мкм, а также пакеты, размер которых зависит от размеров исходного зерна и может составлять от 3 до 10 мкм. Благодаря высокой дисперсности реечного мартенсита и подвижности дислокаций в нем (т. к. при содержании углерода в твердом растворе менее 0,2 % дислокации не закрепляются атомами углерода, а малоугловые границы реек работают как полупроницаемые) наряду с высокими прочностными характеристиками достигается хороший уровень ударной вязкости. Образование мартенсита в процессе непрерывного охлаждения низкоуглеродистой мартенситной стали с высокой температурой $M_H = 435^\circ\text{C}$ сопровождается процессами автоотпуска [32]. Мартенситное превращение протекает с последовательным образованием областей разной морфологии: с грубыми выделениями карбидов цементитного типа (coarse auto-tempered regions), в виде рельефных тонких полос (ridge-like regions) и бесструктурных областей (untempered regions).

Исследователями [33] рассмотрены условия получения структуры низкоуглеродистого мартенсита за счет системного легирования, обеспечивающего устойчивость аустенита во всем интервале температур диффузионных превращений и исключая охрупчивание. Баланс легирования основывается на соотношении содержания хрома (2-3 %) к углероду (по массе). Для подавления бейнитного превращения это соотношение должно быть не менее 35. Прочие легирующие элементы вводятся в химический состав стали с учетом коэффициента эквивалентности (заменителя) хрома при условии положительного влияния на ее свойства и структуру. Показаны [33] влияние и допустимые

концентрациях для каждого элемента. Марганец (при содержании 1,5 - 2 %) и никель (при содержании 1 - 1,5 %) упрочняют альфа-фазу. Ниобий (при содержании $\leq 0,06$ %) и ванадий сдерживают рост зерна при повышении температуры нагрева. Молибден повышает устойчивость переохлажденного аустенита и исключает хрупкость. Отмечено, что системное легирование хромом, марганцем, никелем и молибденом кроме повышения устойчивости переохлажденного аустенита повышает отпускостойчивость закаленной стали при последующем нагреве, включая область межкритического интервала температур, что приводит к реализации сдвигового механизма альфа-гамма превращения.

На основании данных представлений и изучения кинетики гамма-альфа превращения, структуры и свойств низкоуглеродистых сталей (12X2Г2НМФТ, 08X2Г2ФБ, 07X3ГНМ, 15X2ГМФ) разных систем легирования в работе [34] сформулированы подходы к разработке химического состава стали, позволяющего получать структуру низкоуглеродистого мартенсита при замедленном охлаждении с температур закалки. Показана необходимость обеспечения гомогенности переохлажденного аустенита в области диффузионного превращения до достижения температур бейнитной области путем снижения активности углерода не простым введением 3 - 5 % легирующих элементов, а непрерывным рядом карбидообразующих элементов и реализацией условия их одинаковой термодинамической активности (по отношению к углероду). Это условие обеспечивается уменьшением концентрации вводимого элемента по мере повышения его активности к карбидообразованию. Например, для стали 12Г2Г2НМФТ соотношение $Cr/C = 20$, а соотношение $Cr:Mn:Mo:V:Ti(Nb) = 1:1:1/5:1/25:1/75$. Кроме того, требуется учитывать влияние системного легирования на положение температуры M_n . Значительное снижение M_n приводит к появлению пластинчатой формы мартенсита, а повышение может вызывать автоотпуск низкоуглеродистого мартенсита с выделением дисперсных карбидов и, как следствие, к охрупчиванию стали.

В работе [26] предложены три марки стали: 10Х3Г3МФ, 10Х3Г3МФТ, 10Х3Г3МФС, во-первых, не содержащие дорогой никель и, во-вторых, системно легированные рядом карбидообразующих элементов. Кремний вводится как замена никеля, так как в количестве 1,0 - 1,5 % он приводит к повышению устойчивости аустенита в бейнитной области при сохранении его устойчивости в перлитной области. Для данных сталей построены термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита, на которых отсутствует область диффузионного распада, а бейнитное превращение фиксируется при скоростях охлаждения менее 0,05 °С/с. Сформированная в результате охлаждения на воздухе структура низкоуглеродистого мартенсита обеспечивает высокий уровень механических свойств: $\sigma_{0,2} = 1000$ МПа, $\sigma_B = 1300$ МПа, $\delta = 15 - 17$ %, $\psi = 53 - 63$ %, КСЧ = 1,00 - 1,10 МДж/м², КСТ = 0,20 - 0,30 МДж/м².

1.1.2 Формирование комплекса механических свойств низкоуглеродистых сталей термической обработкой

По литературным данным, с целью одновременного повышения прочности и вязкости для сталей с высокой устойчивостью переохлажденного аустенита применяют разные способы термической обработки: термоциклирование (в том числе в межкритический интервал температур (МКИТ)), неполную закалку, изотермическую закалку. Рассмотрим влияние термической обработки на свойства низкоуглеродистых сталей.

Изучение термоциклической обработки сталей 12Х2Г2НМФТ и 08Х2Г2ФБ [35] с нагревом в МКИТ (межкритический интервал температур) показало возможность получения высоких значений прочности, твердости, трещиностойкости и ударной вязкости за счет диспергирования структуры уже после первого цикла обработки. При увеличении числа циклов и времени выдержки в МКИТ наблюдали снижение комплекса механических свойств (из-за протекания процессов отпуска). Неполная закалка стали 12Х2Г2НМФТ от 800 °С при коротких выдержках позволяет повысить трещиностойкость (Iс). Удельная

работа распространения трещины КСТ после закалки из МКИТ на воздухе не зависит от времени выдержки и составляет 0,63 МДж/м². Для стали 08Х2Г2ФБ наблюдали повышение КСТ относительно исходного горячекатаного состояния с 0,27 до 0,76 МДж/м² для аналогичного режима обработки.

В работе [36] показано положительное влияние кратковременной скоростной (в расплаве соли) термоциклической обработки с нагревом на 900 °С стали 12Х2Г2НМФТ со структурой низкоуглеродистого мартенсита. В результате 5 циклов формируется мелкозернистая (зерно 1,5 мкм) структура с равномерным распределением дислокаций и уровнем механических свойств: $\sigma_{0,2} = 1250$ МПа, $\sigma_{\text{в}} = 1410$ МПа, $\delta = 14$ %, $\psi = 62$ %, КСТ = 0,81 МДж/м².

Скоростное термоциклирование в расплаве соли с аустенитизацией в течение 35 с при температуре 900 °С и охлаждением в воде деформированной со степенью 60 % стали 10Х3Г3МФ после первого цикла обработки приводит к росту условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ с 940 МПа до 1360 МПа (на 45%) и ударной вязкости КСТ с 0,2 МДж/мм² до 0,91 МДж/мм² (в 4 раза) [37].

Преимущество использования изотермической закалки по сравнению с традиционной обработкой – закалкой и высоким отпуском было показано на примере низкоуглеродистой стали (0,24 % углерода) системы легирования Г2Н2МС2 [38].

Исследование влияния режимов неполной и изотермической закалок на механические свойства сталей 07Х3ГНМ и 15Х2Г2НМФБ с разной устойчивостью исходной мартенситной структуры показало перспективы использования неполной закалки для улучшения комплекса характеристик прочности, пластичности и ударной вязкости [39]. В результате неполной закалки стали 15Х2Г2НМФБ от 810 °С формируется структура мартенсита реечного типа с условным пределом текучести $\sigma_{0,2} = 1250$ МПа, временным сопротивлением $\sigma_{\text{в}} = 1570$ МПа, относительным удлинением $\delta = 14$ %, относительным сужением $\psi = 51$ %, ударной вязкостью КСV = 0,9 МДж/м². Изотермической закалкой от 360 °С на той же стали сформирована мартенситно-бейнитная структура с более низким уровнем прочности: $\sigma_{0,2} = 980$ МПа, $\sigma_{\text{в}} = 1270$ МПа, $\delta = 15$ %, $\psi = 56$ %, КСV = 1,0 МДж/м².

Для стали 07X3ГНМ после неполной закалки получена смесь полиэдрической и пакетной формы альфа-фазы с уровнем свойств: $\sigma_{0,2} = 810$ МПа, $\sigma_b = 1050$ МПа, $\delta = 14$ %, $\psi = 60$ %, $KCV = 1,3$ МДж/м².

Термическая обработка с нагревом в межкритический интервал температур широко используется в России и за рубежом для получения феррито-мартенситной структуры, структуры нижнего бескарбидного бейнита [40], в цикле Q \times P обработки [41]. Используют разные режимы термической обработки: однократный нагрев в МКИТ с последующей закалкой, предварительный нагрев в аустенитную область с последующей выдержкой в МКИТ и охлаждением на воздухе [42], изотермическую закалку из МКИТ, выдержку в МКИТ с последующей кратковременной аустенитизацией и закалкой [43]. Актуальность исследования всех названных вариантов термической обработки применительно к низколегированным низкоуглеродистым сталям связана с возможностью снижения энергозатрат и получения хорошего комплекса механических свойств, позволяющего расширить область применения данных материалов.

Термическая обработка с однократным нагревом в МКИТ и последующим ускоренным охлаждением, согласно ГОСТ 33439-2015, обозначают термином неполная закалка.

Для низколегированных низкоуглеродистых сталей 26Х1МФА [17], 15Г [44], 10Г2ФБ [19] установлены закономерности влияния режима неполной закалки на уровень формирующихся свойств. С повышением температуры нагрева в двухфазную область происходит увеличение уровня прочностных свойств и понижение пластичности сталей за счет изменения соотношения фаз феррита и продуктов распада аустенита (мартенсита или бейнита). Подчеркивается определяющая роль в свойствах количества и структуры матричной альфа-фазы (морфология, наличие карбидов и параметры карбидной фазы), так как именно она обеспечивает получение повышенных значений пластичности по сравнению с закаленным состоянием. Данные о характере изменения ударной вязкости противоречивы. Ударная вязкость стали 10Г2ФБ изменяется с образованием максимума ($KCU = 1,2$ МДж/м²) при неполной закалке от 800 °С, увеличиваясь в

два раза относительно режима полной закалки [19]. В работе [17] наблюдали увеличение ударной вязкости стали 26Х1МФА на 30%. Ударная вязкость стали 15Г [44] после неполной закалки и высокого отпуска (600 °С, 1 ч) увеличивается с 0,85 до 1,1 МДж/м² при повышении температуры нагрева в МКИТ от 760 °С до 800 °С (время выдержки 20 минут). В работе [45] наблюдали увеличение ударной вязкости 26Г2СБА при закалке от температуры $A_{с3} = 830$ °С, в то время как для стали 25ХГМНТБА при той же температуре нагрева наблюдали провал характеристик прочности и ударной вязкости.

Влияние времени выдержки при температуре неполной закалки заключается в снижении прочностных свойств стали и росте пластичности, в отдельных случаях установлено повышение ударной вязкости. На примере стали 15Г [46] для температур нагрева 760 °С, 780 °С и 800 °С наблюдали максимум твердости после выдержки 10-15 минут, дальнейшее увеличение времени до 60 минут приводило к снижению твердости, так как выравнивалось содержание углерода в пределах аустенитных участков (на границе и в теле зерна) и снижалась общая концентрация углерода в аустените в связи с увеличением объемной доли гамма-фазы. В работе [19] для стали 10Г2ФБ, наряду со снижением прочности, наблюдали рост ударной вязкости КСУ при неполной закалке от 800 °С и 840 °С с увеличением времени выдержки от 10 до 90 минут.

Интересно влияние времени выдержки при температуре неполной закалки для сталей 12ХН3А и 12Х2Г2НМФТ в условиях скоростного нагрева (90 °С/с) [46]. При нагреве в подкритическом интервале (710 °С) твердость стали 12ХН3А не зависит от времени выдержки, так как в ней в процессе нагрева достигается равновесное состояние. Твердость после закалки из МКИТ (730, 750, 770, 790, 810 °С) увеличивается при увеличении времени выдержки. Иначе изменяется твердость стали 12Х2Г2НМФТ. В подкритическом интервале увеличение времени выдержки с 20 до 300 с приводит к существенному снижению твердости с 30 до 24 НРС. При выдержках 730, 750, 770 °С твердость растет с увеличением времени выдержки в связи с развитием альфа-гамма превращения, так как интегральная твердость определяется аддитивным вкладом твердостей отпущенной матричной

альфа-фазы и свежезакаленного мартенсита. При выдержках 790 и 810 °С твердость практически не зависит от времени выдержки.

Таким образом, применение неполной закалки к низкоуглеродистым безникелевым сталям с высокой устойчивостью переохлажденного аустенита позволяет регулировать комплекс механических свойств материала в широких пределах. Однако, влияние параметров термической обработки на характер изменения прочностных свойств в таких сталях имеет свои особенности, что предопределяется исходной структурой и кинетикой протекания фазового альфа-гамма превращения. В литературных данных отсутствует единое мнение о влиянии режимов неполной закалки на изменение характеристик надежности низкоуглеродистых сталей.

1.2 Формирование структуры и свойств низкоуглеродистых сталей в процессе холодной пластической деформации

Потребность машиностроения в материалах с высокой прочностью и надежностью требует использования внутреннего резерва сталей и сложных схем обработки, включающих термическое и деформационное воздействие. Для сталей разработаны разные схемы комплексного деформационно-термического воздействия [7, 8, 48], позволяющие повысить комплекс механических свойств, выявлены основные закономерности формирования структуры и свойств.

Альтернативой совмещенных методов термомеханического воздействия является последовательное использование в технологическом процессе изготовления изделий объемной закалки, пластической деформации современными перспективными методами - поперечно-винтовой прокатки [48] и радиальной ковки [49, 50] - и термического воздействия. Деформация оказывает значительное влияние на структуру и позволяет изменять механические свойства сталей в широких пределах в соответствии с требованиями условий эксплуатации. Комплекс свойств, получаемых в результате деформационной обработки, зависит от химического состава стали, исходной структуры, методов и режимов обработки.

Положительное влияние холодной пластической деформации методом радиальнойковки (ХРК) на комплекс механических свойств низкоуглеродистых сталей наблюдается для разных исходных состояний: сорбита отпуска [37] и низкоуглеродистого мартенсита закалки [51]. В результате ХРК термически улучшенной конструкционной стали 35Х со степенью 55 % повышаются характеристики прочности $\sigma_{0,2}$ на 50 % и σ_b на 25 %, а характеристики пластичности и надежности незначительно снижаются, оставаясь на высоком уровне. ХРК исходно закаленной стали 10Х3Г3МФ со степенью деформации 60 % обеспечивает увеличение временного сопротивления на 40 % до 1790 МПа при снижении относительного удлинения и сужения до 7 % и 53 %, соответственно, и повышении ударной вязкости КСТ в 3,6 раза до 0,55 МДж/м². Стоит отметить, что изучение особенностей эволюции структуры и свойств низкоуглеродистых безникелевых сталей в процессе ХРК для исходной многофазной структуры, содержащей мартенсит и феррит, не проводилось.

ХПД многофазных сталей, содержащих феррит, мартенсит и аустенит представляет интерес в связи с неоднородностью протекания деформации в разных структурных составляющих и возможностью реализации фазовых превращений. Например, остаточный аустенит в структуре низкоуглеродистых TRIP-сталей после Q&P-обработки обладает разной устойчивостью к деформационному воздействию в связи с неоднородностью содержания углерода в нем [52]. Более высокоуглеродистый аустенит имеет блочную форму и окружен ферритом, в то время как аустенит с меньшим содержанием углерода располагается в виде пластин в мартенситных областях, образовавшихся из межреечного аустенита при нагреве в МКИТ. В первую очередь при деформации превращается в мартенсит тот аустенит, который находился в глобулярной форме, а пленочные формы аустенита сохраняются до степеней деформации более 12 %. Мартенситная матрица экранирует аустенит в процессе деформации за счет высокого предела текучести, кроме того, для протекания деформационного гамма-альфа превращения необходимо преодоление сопротивления матрицы для увеличения объема новой

фазы. В работе [53] показано влияние фактора плотности дислокаций на устойчивость аустенита.

Интересно влияние степени деформации на стали с метастабильной мартенситной структурой. Под действием деформации в мартенсите повышается плотность дефектов кристаллического строения, что приводит к созданию условий для развития диффузионных процессов и возникновению концентрационной неоднородности распределения атомов в твердом растворе. То есть, накопленная в процессе деформирования металла упругая энергия представляет собой термодинамический стимул к развитию процессов распада твердого раствора, сходный с термическим воздействием на деформированную сталь. Интенсивность накопления деформационных дефектов, развитие процессов старения и формирование комплекса механических свойств обусловлено внутренними факторами. Химический состав стали определяет морфологический тип мартенситной структуры, наличие остаточного аустенита, карбидов, возникающих в случае самоотпуска или промежуточного отпуска закаленной структуры, и подвижность атомов легирующих элементов в твердом растворе. В работе [13] показано, что образование пластинчатой формы мартенсита приводит к снижению ударной вязкости и пластичности без изменения прочностных свойств.

Деформация стали приводит к увеличению дефектов кристаллической решетки, которые способны взаимодействовать с атомами углерода. Установлено, что положение атомов углерода в дефектах кристаллической решетки более выгодно, чем в карбидной фазе, так как энергия связи атомов углерода в альфа-железе составляет 1 - 0,55 эВ, а в цементите 0,35 эВ [54]. Скопления атомов углерода закрепляют дислокации, облегчают образование карбидной фазы, которое сопровождается релаксацией напряжений в центре новой фазы и вызывает распада мартенсита по гетерогенному механизму. Однако, повышение плотности дефектов кристаллического строения увеличивает подвижность углерода и может приводить к растворению карбидных частиц. Растворение карбидных частиц при интенсивной пластической деформации (РКУП) наблюдали в низко отпущенной стали 06МФБ [55]. Перераспределение углерода и растворение частиц цементита

при пластической деформации обнаружено в закаленной стали 38ХНЗМА и стали 30Х2Н2МФА со структурой нижнего бейнита [56]. Таким образом, представления о механизме деформации мартенсита на уровне микроструктуры рассматриваются в контексте протекания процессов распада твердого раствора.

Деформационное упрочнение материала хорошо иллюстрируется кривой в координатах [57] «коэффициент деформационного упрочнения – напряжение сдвига» и протекает в пять стадий. На первой стадии действует лишь одна благоприятная система скольжения дислокаций, на второй – происходит множественное скольжение дислокаций и их взаимодействие, на третьей – активируются процессы поперечного скольжения дислокаций. Стадии четыре и пять относят к большим пластическим деформациям. Возможность количественного отражения стадийности процесса деформационного упрочнения показана в работах [58, 59].

Остается вопрос взаимосвязи эволюции микроструктуры и субструктуры материала, наблюдаемых при холодной деформации. В процессе пластической деформации наблюдают рост дефектов кристаллического строения, который приводит к эволюции субструктуры путем самоорганизации [60] и переходу к одной из форм организации. В зависимости от плотности дислокаций выделяют четыре типа структур [61]: клубковая $\rho < 10^{10} \text{ см}^{-2}$, ячеистая $\rho = 10^{10} \text{ см}^{-2}$, полосовая $\rho = 10^{12} \text{ см}^{-2}$, фрагментированная $\rho = 10^{14} \text{ см}^{-2}$. Особенности изменения субструктуры при больших пластических деформациях описаны в работах Рыбина В.В. [62], Коневой Н. А. и Козлова Э.В. [63].

Для ОЦК металлов, обладающих высоким значением энергии дефекта упаковки [64] и ярко выраженной температурной зависимостью напряжения течения, эволюция микроструктуры происходит в направлении от клубковой к разориентированной ячеистой через повышение однородности распределения дислокаций и формирование промежуточных структур [58]. Характерными элементами субструктуры деформированного металла являются зерна-ячейки, имеющие развитые поверхности раздела и разные ориентации друг относительно друга. Процесс разбиения деформируемого металла на микрообласти,

разориентированные на углы порядка нескольких градусов называется «фрагментацией» [62]. Повышение степени холодной пластической деформации приводит к уменьшению размера фрагментов и увеличению разориентировки геометрически необходимых (ГНГ) и случайных дислокационных (СДГ) границ [65]. К первым относятся протяженные границы блоков ячеек (плотные дислокационные стенки деформационного происхождения, микрополосы [66] и ламельные границы). СДГ (случайные дислокационные границы) представляют собой границы ячеек, образовавшиеся вследствие скольжения дислокаций.

Изменение структуры и формирование механических свойств стали в процессе холодной пластической деформации определяется её химическим составом, структурным состоянием и режимом деформационной обработки. Степень пластической деформации определяет полноту протекания процессов фрагментации в матричной структуре и способствует накоплению упругой энергии. На поздних стадиях деформации возникает явление мегапластической (интенсивной) деформации МПД (ИПД) [15], когда запасенная упругая энергия тратится на протекание процессов динамической рекристаллизации, дисклинационные перестройки, фазовые превращения и выделение теплоты. В исходно многофазных и неравновесных (полученных закалкой) структурах возможно протекание фазовых превращений (мартенситное, карбидное) при относительных деформациях менее 100 %. Эволюция структуры и свойств в процессе ХПД многофазных сталей мало изучена. Поэтому особый интерес представляет изучение влияния ХРК на сталь с мартенситно-ферритной структурой, полученной неполной закалкой.

Таким образом, применение холодной деформации к низкоуглеродистым сталям разных классов способствует повышению характеристик прочности, в то время как изменение характеристик надежности определяется структурой стали перед деформацией. В случае неравновесных многофазных структур, содержащих феррит, мартенсит и остаточный аустенит под воздействием значительных степеней холодной пластической деформации возможно протекание фазовых превращений, оказывающих влияние на характеристики надежности материала.

Исследование влияния ХРК на низкоуглеродистые безникелевые стали с мартенситно-ферритной структурой не проводилось.

1.3 Эволюция структуры и формирование свойств низкоуглеродистой стали, подвергнутой закалке и холодной пластической деформации, при последующей термической обработке

Термическая обработка закаленных и холодно деформированных сталей проводится с целью получения более равновесной структуры с заданным комплексом механических свойств. Особый интерес представляют структурные изменения, протекающие в низкоуглеродистых закаленных сталях при нагреве на температуры ниже A_{c1} . В соответствии с ГОСТ 33439-2015 такая термическая обработка называется отпуском. Процессы отпуска протекают и при непрерывном нагреве до температур фазового перехода, определяя структурное состояние матричной альфа-фазы. Структура матричной альфа-фазы оказывает значительное влияние на процессы зарождения и роста аустенита. Важность изучения особенностей аустенитизации связана с тем, что сформированный аустенит к моменту охлаждения будет определять свойства стали после охлаждения.

1.3.1 Процессы отпуска

После закалки стали твердый раствор альфа-железа пересыщен по углероду, имеет повышенную плотность дислокаций и может содержать остаточный аустенит. Под влиянием температурно-временных параметров отпуска эволюция структуры стали заключается в протекании ряда процессов: распад твердого раствора; образование, рост и превращения карбидной фазы; полигонизация и рекристаллизация альфа-фазы; распад остаточного аустенита [67]. Протекание процессов отпуска в низкоуглеродистых сталях (содержание углерода менее 0,3 %) имеет свои особенности и зависит от системы легирования. Стоит отметить, что температура начала мартенситного превращения в низкоуглеродистых сталях достаточно высока. Поэтому распад мартенсита в них происходит уже при

охлаждении с температур закалки и сопровождается образованием карбидов цементитного типа. При повторном нагреве на температуры ниже 150 °С в нелегированных сталях распад твердого раствора протекает с образованием сегрегаций углерода на дислокациях, при температурах выше 250 °С образуется карбид цементитного типа. Остаточный аустенит в низкоуглеродистых нелегированных сталях содержится в небольшом количестве и его распад, происходящий при температурах 200 - 300 °С, не оказывает значительного влияния на свойства [68]. Карбидные частицы активно образуются при температурах 300 - 400 °С, а выше 600 °С происходит только их коагуляция. Растворение мелких карбидов способствует протеканию рекристаллизации альфа-фазы.

В легированных сталях содержатся химические элементы – хром, марганец, никель, молибден, титан, ванадий, ниобий. Находясь в твердом растворе, они оказывают влияние на диффузионную подвижность углерода и определяют возможность образования карбидов. В легированных сталях условия для образования карбида цементитного типа создаются при более низких температурах нагрева, чем условия для образования специальных карбидов. Так, на примере стали 30ХНЗМФА, наблюдали увеличение доли «карбидов самоотпуска» Fe_3C в первый час выдержки при температуре 660 °С и появление специальных карбидов. При увеличении времени выдержки до 100 часов цементит постепенно полностью растворялся, а доля специальных карбидов увеличивалась [69]. Образование специальных карбидов происходит выше 400 °С, когда атомы железа и легирующих элементов становятся подвижны в твердом растворе и выполняется условие минимально необходимой концентрации легирующего элемента. Для образования карбида хрома необходимо 0,8 % Cr [70], карбида ванадия – 0,06 % V. Образование значительного количества дисперсных специальных карбидов в низкоуглеродистых сталях при отпуске приводит к вторичному твердению [71 - 73].

Выделение карбидов в процессе отпуска закаленной стали приводит к сохранению многочисленных границ субзерн альфа-фазы [74] и в

низкоуглеродистых комплекснолегированных сталях наблюдается при высоких температурах термической обработки [71, 16].

Уровень механических свойств после полной закалки и отпуска определяется температурой последней обработки. В системнолегированных сталях с мартенситно-бейнитной структурой [16] временное сопротивление стали 15X2Г2НМФБ сохраняется на уровне 1300 МПа при отпуске до 550 °С, для стали 27X2Г2НМФБ снижается с 1660 до 1400 МПа, условный предел текучести изменяется с образованием максимума. При температуре 550 °С наблюдали минимум ударной вязкости KCV, связанный с проявлением отпускной хрупкости I рода [75].

В сталях системы легирования X3ГНМ характеристики прочности остаются на высоком уровне после проведения высокого отпуска. Ударная вязкость изменяется с образованием минимумов при температурах 300 - 350 °С и 500 – 550 °С. Охрупчивание при высоких температурах связано с образованием сегрегаций примесных атомов на границах зерна и дисперсных карбидов. Последние оказывают более существенное влияние на обратимую отпускную хрупкость и при длительных выдержках при температуре максимальной хрупкости вследствие коагуляции карбидных частиц обнаружено повышение ударной вязкости [76].

В работе [71] рассмотрено влияние температуры отпуска (200 - 650 °С) на механические свойства стали 10X3Г3МФС. При повышении температуры отпуска в стали выделяются дисперсные квазихаотически ориентированные карбиды цементитного типа, снижающие подвижность дислокаций, что приводит к появлению максимума условного предела текучести при температуре отпуска 350 °С и максимума временного сопротивления при температуре отпуска 500 °С, связанного с развитием дисперсионного твердения и наличием в структуре данной стали большого количества дисперсных карбидов Me_7C_3 в теле и по границам элементов субструктуры. Дальнейшее повышение температуры отпуска приводит к разупрочнению в связи с протеканием процессов полигонизации в матричной альфа-фазе и коагуляции карбидов.

Если перед высоким отпуском проводили режим неполной закалки, то уровень механических свойств зависит от режима предшествующей термической обработки [72]. С повышением температуры предварительной неполной закалки стали 13ХФА наблюдали монотонное понижение ударной вязкости KCV^{80} . Твердость практически постоянна при закалке в интервале от 760 до 800 °С, затем линейно увеличивается.

Таким образом, система легирования низкоуглеродистых безникелевых сталей обеспечивает высокую устойчивость закаленной структуры при отпуске и смещение процессов разупрочнения в область более высоких температур, что приводит к сохранению сформированной закалкой речной структуры альфа-фазы при высоких температурах отпуска. Отсутствует низкотемпературная отпускная хрупкость, наблюдается повышение прочности, связанное с дисперсионным твердением. Высокотемпературная отпускная хрупкость, связанная с образованием сегрегаций фосфора на границах зерна проявляется при 500-550 °С.

1.3.2 Рекристаллизация деформированной стали

В процессе холодной пластической деформации металл переходит в неравновесное состояние с повышенной свободной энергией, которая является источником движущих сил структурных изменений. Восстановительные процессы являются термически активируемыми и направлены на переход в более равновесное состояние за счет уменьшения общего количества дефектов кристаллической решетки и их перераспределение. Уменьшение плотности дислокаций под влиянием температуры исследовано на примере холоднокатанной феррито-перлитной низкоуглеродистой стали [77]. Снижение дефектности кристаллической решетки происходит в три этапа: до 380 °С изменений не наблюдается, в интервале 380 - 650 °С плотность дислокаций уменьшается на треть вследствие развития процессов возврата, выше 650 °С и до A_{C1} уменьшение плотности дислокаций еще на одну треть связано с протеканием рекристаллизации.

Восстановительный отжиг стали способствует протеканию возврата и рекристаллизации. Возврат охватывает все изменения в деформированной

структуре за исключением связанных с движением большеугловых границ зерен [75] и подразделяется на отдых и полигонизацию [68]. Процессы отдыха протекают внутри деформированных зерен без образования и миграции субграниц. Полигонизацией называют образование разделенных малоугловыми границами субзерен. В ОЦК металлах, обладающих высокой энергией дефекта упаковки, дислокации могут перемещаться путем переползания, что приводит к разупрочнению в ходе возврата. Чем больше степень холодной деформации, тем меньше доля упрочнения, которая может быть снята возвратом. Полного разупрочнения можно достичь рекристаллизацией. Рекристаллизация изменяет ориентацию участков деформированного металла путем зарождения новых зерен (первичная рекристаллизация) их ростом за счет деформированных участков структуры. После поглощения несовершенных участков структуры наступает стадия роста зерна путем миграции границ зерен с одинаковой скоростью. В случае миграции отдельных границ наблюдается появление отдельных крупных зерен, а процесс называется собирательной рекристаллизацией.

Ультрамелкозернистые структуры (УС), полученные методами ИПД (интенсивной пластической деформации), имеют высокие плотности зернограницных и решеточных дислокаций в структуре, что способствует образованию полей дальнедействующих упругих напряжений. Особенности строения УС (ультрамелкозернистых структур) сказываются на механизме рекристаллизации стали [57]. В процессе возврата происходит перераспределение дислокаций внутри границ зерен, приводящее к увеличению их разориентировки. При этом уменьшаются дальнедействующие поля напряжений и упругие искажения кристаллической решетки, формируется комплекс мелких зерен без изменения их ориентировки. Такой процесс называется рекристаллизации *insitu* и имеет место в случае, когда миграция новых границ зерен затруднена. В случае, когда некоторые границы зерен сохраняют способность мигрировать, процесс рекристаллизации осуществляется обычным способом.

1.3.3 Полиморфное альфа-гамма превращение

Огромный вклад в изучение аустенитизации внесли Садовский В.Д. [22] и Дьяченко С.С. [23]. Привлекая подходы теории термодинамического равновесия систем и кристаллографии по вопросу образования аустенита и обобщая опыт работ исследователей того времени, они пришли к следующим выводам:

- механизм зарождения аустенита - сдвиговой, механизм роста зародышей гамма-фазы определяется химическим составом стали, исходным структурным состоянием и кинетическими параметрами нагрева;

- альфа-гамма превращение происходит в две стадии: на первой идет образование новой фазы сдвиговым путем и ее рост, на второй происходит рекристаллизация;

- альфа-гамма превращение обладает свойством кристаллографической обратимости и лежит в основе эффектов структурной наследственности и эффекта фазового наклепа (наследование аустенитом дефектов альфа-фазы).

Способы образования зародыша аустенита и роль диффузии в альфа-гамма превращении при непрерывном нагреве раскрыты в работе В.И. Зельдовича [24]. В зависимости от параметров термической обработки феррито-цементитных и мартенситных структур железоникелевых сплавов упорядоченное образование аустенита с точки зрения термодинамики может происходить двумя путями: с изменением концентраций (характерно для двух типов превращения: распад твердого раствора и массивное превращение) и без изменения концентраций (мартенситный тип превращения). Механизм распада реализуется в условиях медленного нагрева, когда перегрев, а значит и движущая сила превращения, минимальны. В таких условиях выгоднее образование кристаллов новой фаз в форме стержня с минимальной поверхностной энергией и выполнением ориентационного соотношения Курдюмова-Закса. В случае массивного превращения, реализуемого при средних скоростях нагрева, зародыши аустенита имеют сферическую форму и образуются на границах зерна и межреечных границах. Мартенситный тип превращения протекает в отсутствие диффузии

углерода и легирующих элементов и реализуется при высоких скоростях нагрева, характеризуется пластинчатой формой кристаллов новой фазы, сохраняющей ориентационную связь с матрицей.

Развитие альфа-гамма превращения за счет роста аустенитных участков зависит от типа превращения и может осуществляться двумя механизмами – флуктуационным и сдвиговым. Флуктуационный механизм роста предполагает присоединение отдельных атомов или их групп к зародышу новой фазы. Сдвиговой механизм роста зародыша аустенита предполагает массовое перемещение атомов на расстояния меньше межатомных, которое сопровождается сменой типа кристаллической решетки и сохранением ориентационной связи между новой и старой фазами.

Превращение, протекающее по принципу распада твердого раствора, развивающееся за счет флуктуационного механизма роста кристаллов и сопровождается диффузией углерода и легирующих элементов в объеме растущего кристалла, может приводить к структурной наследственности (если исключается рекристаллизация аустенита), заключающейся в восстановлении исходного размера и формы аустенитного зерна. Если образование аустенита приводит к возникновению мигрирующих границ, за счет которых осуществляется диффузия углерода, а диффузия легирующих элементов отсутствует, то превращение развивается по массивному типу и восстановления аустенитного зерна не наблюдается. При мартенситном типе превращения рост новой фазы осуществляется сдвиговым путем, наблюдается восстановление формы и размеров аустенитного зерна.

Кинетика альфа-гамма превращения определяется скоростью зарождения новых центров и скоростью их роста. Содержание углерода, в отличие от исходного состояния, практически не влияет на эти параметры. В закаленных сталях скорость зарождения центров на порядок выше, чем в отожженном. В сравнении с отожженным состоянием в деформированном состоянии возрастают и скорость зарождения, и скорость роста аустенита, что приводит к ускорению процесса альфа-гамма превращения [23].

Количество и характер распределения дислокаций влияют на положение критической точки A_{C1} . Снижению A_{C1} способствует хаотичное распределение дислокаций, а возникновение полигональной структуры не влияет на A_{C1} [23].

Изучение аустенитизации методами дифференциальной сканирующей калориметрии и дилатометрии позволяет оценить скорость и ускорение изменения энергии и линейных размеров образца исследуемой стали при непрерывном нагреве в области фазового превращения. Обнаружено, что вторая производная ДСК-кривых [79] и производная дилатометрической кривой по температуре в межкритическом интервале имеют сложный характер [80] и могут быть аппроксимированы пиками, характеризующими механизмы аустенитизации и морфологические особенности альфа-гамма превращения [86, 87].

1.3.4 Аустенитизация в межкритическом интервале температур

Исследование аустенитизации в МКИТ позволяет рассмотреть морфологические особенности альфа-гамма превращения и выделить структурные стадии аустенитизации. Морфология формирующегося в МКИТ аустенита зависит от исходного состояния стали и скорости нагрева. Для низкоуглеродистой низколегированной стали в феррито-перлитном состоянии [83], полученном при охлаждении с температур горячей деформации и после холодной деформации со степенью 55 % показано, что повышение неравновесности структуры за счет холодной деформации приводит к увеличению количества образующегося в МКИТ аустенита. Кроме того, для обоих состояний повышение скорости нагрева также способствовало увеличению объемной доли образующегося аустенита. Показано, что скорость нагрева существенно влияет на рекристаллизацию феррита и конкуренцию механизмов образования аустенита, что определяет морфологию формирующейся структуры – размеры, форму и распределение участков аустенита в структуре. Представлена схема образования аустенита под влиянием предварительной деформационной обработки и скорости нагрева.

При нагреве закаленных структур выше критической точки A_{C1} существуют две морфологические формы аустенита [20, 84 - 85]: глобулярный аустенит,

зарождающийся при температурах нижней части МКИТ по границам зерен и пакетов и пластинчатый (восстановленный) аустенит, образующийся по межреечным границам “старого мартенсита” и ориентационно связанный с его решеткой. Пластинчатая форма аустенита появляется при более высоких температурах, чем глобулярная форма и с ее появлением дальнейшее развитие альфа-гамма превращения происходит преимущественно за счет образования и роста участков аустенита пластинчатой формы. Если в матричной альфа-фазе не протекают процессы рекристаллизации, то наблюдается восстановление аустенитного зерна по форме и размерам - структурная наследственность.

В системнолегированной низкоуглеродистой закаленной стали 12Х2Г2НМФТ [46] в условиях скоростного нагрева ($90\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$) процессы в матричной альфа-фазе заключаются в формировании полигонизованной структуры внутри реек (нагрев до $730\text{ }^{\circ}\text{C}$). Аустенит образуется в форме пластин по границам реек и растет вдоль них в процессе выдержки, а при охлаждении превращается в низкоуглеродистый мартенсит. В субструктуре закаленной с температуры $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ стали в ферритной фазе обнаружены скопления дислокаций, возникающих вследствие фазового наклепа. Форма кристаллов матричной фазы и повышенная плотность дислокаций в ней сохраняются. Выдержка при $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к появлению криволинейных участков межфазных границ. Количество аустенита в процессе выдержки увеличивается за счет роста участков гамма-фазы в тело реек матричной альфа-фазы. Двойникованный мартенсит не обнаружен, что свидетельствует об отсутствии расслоения твердого раствора по углероду. Кинетика аустенитизации данной стали характеризуется равномерным увеличением количества аустенита: выдержка 800 секунд при $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ дает 55 % аустенита; выдержка 300 секунд при $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 68 % аустенита; выдержка 200 секунд при $790\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 98 % аустенита. Увеличение времени выдержки приводит к снижению количества аустенита на 1 - 2%.

Исследование закалки из МКИТ стали 26Х1МФА [14] выявило следующие закономерности: снижение объемной доли феррита в структуре и содержания углерода в аустените при повышении температуры нагрева; после закалки из

нижней части МКИТ (780 °С) непревращенный феррит наследует морфологию мартенсита и представляет собой кристаллы пластинчатой формы с карбидными частицами в виде цепочек по границам зерен, которые удерживают границы и тем самым препятствуют рекристаллизации; повышение температуры нагрева неполной закалки (до 810 °С) приводит к изменению формы непревращенного феррита на полиэдрическую; установлено снижение устойчивости переохлажденного аустенита в области нормального превращения благодаря наличию непревращенного феррита и облегченному зарождению новой фазы на межфазных границах; повышенное содержание углерода в аустените при закалке из нижней части МКИТ приводит к подавлению бейнитного превращения при скорости охлаждения 0,5 °С/с; отмечается важная роль в процессах структурообразования и формирования свойств малоподвижных и труднопроницаемых для дислокаций скользящих специальных границ, образующихся в результате сдвигового превращения при охлаждении с температур закалки.

Исследование низколегированной стали 13ХФА [84] при отжиге в докритическом интервале не выявило изменения морфологии исходно закаленной матрицы (мартенсит-бейнит). Однако появление аустенита (в нижней части МКИТ) способствует появлению белых полей рекристаллизованной альфа-фазы при повторной закалке из МКИТ со средними скоростями нагрева. В структуре стали присутствуют обе формы аустенита – восстановленный и полиэдрический, причем при более высоких температурах выдержки (770 °С) полиэдрическая форма аустенита наблюдается также внутри старого гамма-зерна на границах пакетов. Снижение температуры предварительной закалки с 1050 °С до 900 °С приводит к формированию более дисперсной структуры и ускоряет рекристаллизационные процессы как в ферритной матрице, так и внутри участков восстановленного аустенита, где методами просвечивающей электронной микроскопии зафиксировано разделение пластинчатых участков аустенита на мелкие зерна глобулярной формы под влиянием фазового наклепа. При закалке от температуры 770 °С аустенит превращается в бейнит, что подтверждается

кристаллографическим исследованием структуры. Скорость образования аустенита при непрерывном нагреве стали 13ХФА до 900 °С почти постоянна до температуры 800 °С. Дальнейшее повышение температуры приводит к резкому росту количества зародышей аустенита с максимумом при 845 °С и промежуточным пиком при 815 °С.

Исходная структура стали 13ХФА оказывает существенное влияние на структуру и свойства стали после неполной закалки [20]. Проведение предварительной нормализации или отжига перед неполной закалкой приводит к формированию в нижней части МКИТ (755 °С) пленочной формы выделений избыточной фазы с повышенным содержанием углерода и резкому снижению ударной вязкости KCV⁻⁸⁰. Для исходно закаленной структуры наблюдали максимум ударной вязкости при температурах немного превышающих A_{c1}, а при повышении температуры нагрева происходит снижение ударной вязкости. Повышение температуры обработки приводит к росту твердости. Наибольшие значения твердости получены после предварительной закалки от 1050 °С.

Особенности альфа-гамма превращения при неполной закалке низкоуглеродистых сталей 13ХФА и 26Х1МФА определяются изменениям субзеренной структуры непревращенного феррита под влиянием температуры нагрева [87]. Введение в сталь молибдена, увеличение содержания хрома и углерода изменяют морфологию непревращенного феррита с полиэдрической формы на пластинчатую. Для стали 13ХФА наиболее дисперсная структура формируется в нижней части МКИТ и после отпуска размер ферритного зерна составляет 1 - 2 мкм, а для стали 26Х1МФА - в верхней части МКИТ и после отпуска размер ферритного зерна 2 - 4 мкм. Стоит отметить, что исследованные стали обладают разной устойчивостью переохлажденного аустенита и после предварительной полной закалки сталь 13ХФА имеет феррито-бейнитную структуру, а сталь 26Х1МФА мартенситно-бейнитную.

Кинетика аустенитизации сталей может быть описана с помощью модели Джонсона-Мехла-Аврами-Колмогорова [88, 89]. Данная модель [90] позволяет описывать процесс фазового перехода при постоянной температуре для

неограниченного объема системы, в которой зарождение центров новой фазы осуществляется случайно, равномерно и с некоторой интенсивностью. Рост зародышей новой фазы осуществляется с одной скоростью, общей для всех зародышей, существующих в данный момент времени, а их выпуклая форма и ориентация сохраняются во времени. Формула Колмогорова определяет долю новой фазы в данный момент времени в зависимости от интенсивности зарождения и объема зародыша новой фазы и носит теоретический характер.

В работе [91] проведено исследование стали процессов структурообразования при повторном нагреве 08Г2Б предварительно прошедшей закалку и контролируемую прокатку. В подкритическом интервале (650 °С) сохраняется речная структура матрицы с высокой плотностью дислокаций, выделяются дисперсные карбиды цементитного типа. При нагреве на 760 °С матричная альфа-фаза частично сохраняет речное строение с повышенной плотностью дислокаций, закрепленных наноразмерными частицами, но появляются округлые субзерна альфа-фазы размером 0,5-1 мкм, свободные от дислокаций и дисперсных частиц. Аустенитные частицы располагаются на границах бывших аустенитных зерен и имеют сферическую форму. Нагрев на 850 °С приводит к коагуляции специальных карбидов в условиях мигрирующих границ феррита и аустенита и приводит к расположению карбидов внутри кристаллов. Удовлетворительные результаты преобразования кинетической кривой аустенитизации стали 08Г2Б в условиях быстрого (90 °С/с) и медленного нагрева (0,3 °С/с) уравнением Аврами позволили отнести альфа-гамма превращение к диффузионно-контролируемым изокинетическим реакциям (контролируемым скоростью роста новой фазы, пропорциональной коэффициенту диффузии). Показано наличие перегиба при некоторой температуре A_p , которая характеризует смену механизма превращения и переход от первой стадии (речная структура матричной альфа-фазы сохраняется) превращения ко второй (доминирует рост округлых зерен аустенита путем миграции границ). Исходное состояние стали (контролируемая прокатка и закалка) не влияет на характер кинетических кривых в спрямляющих координатах и температуру A_p . Понижение

скорости нагрева приводит к смещению A_p в область более низких температур (с 830 °С до 810 °С).

Исследование аустенитизации стали 10Х3Г3МФ [83] в исходно деформированном со степенью 60 % состоянии дилатометрическим методом при нагреве со скоростью 90 °С/с позволило выявить три стадии альфа-гамма превращения по наличию пиков на производной дилатометрической кривой в температурном интервале образования гамма-фазы. Суть метода сводится к аппроксимации сложного характера производной дилатометрической кривой пиками кривой Гаусса с асимметричным профилем и определения температурных интервалов каждого пика и соотношения их площадей. Исследование структуры путем неполных закалок в температурных интервалах стадий превращения выявило наличие морфологических особенностей формирования аустенитной структуры на каждой стадии, взаимосвязанных с протеканием рекристаллизационных процессов в матричной альфа-фазе и исследовано путем пробных закалок. При температуре первой стадии аустенитизации (710 °С) в матричной альфа-фазе обнаружено развитие процессов полигонизации и образование первых зародышей рекристаллизованных зерен диаметром 400 нм. Аустенитные зерна образуются по границам полигонов и имеют размер 200 нм. На второй стадии аустенитизации (750 °С) на фоне дефектной структуры появляются отдельные бездефектные зерна матричной альфа-фазы размером 1 мкм, содержащие карбиды и единичные дислокации. Аустенит образуется на границах рекристаллизованной матричной альфа-фазы в виде полиэдрических зерен и при охлаждении превращается в реечный мартенсит. При температурах третьей стадии аустенитизации (810 °С) происходит рост аустенитных зерен в объеме рекристаллизованных зерен матричной альфа-фазы.

Скорость нагрева влияет на температурные интервалы стадий процесса аустенитизации 10Х3Г3МФ, что представлено в работе [92]. Установлено, что в исходно высоко отпущенном состоянии альфа-гамма превращение начинается с увеличения объема образца во всем интервале скоростей нагрева (0,6 – 400 °С/с). Увеличение скорости нагрева приводит к расширению температурного интервала

образования аустенита: в исходно отпущенном состоянии за счет повышения критической точки A_{C3} при неизменной A_{C1} ; в исходно закаленном – за счет снижения A_{C1} и повышения A_{C3} . Ширина температурного интервала второй и третьей стадии аустенитизации слабо зависят от скорости нагрева и смещаются в область более высоких температур при увеличении скорости нагрева (особенно хорошо это видно для исходно отпущенного состояния), тогда как температурный интервал первой стадии превращения чувствителен к скорости нагрева.

Влияние исходного состояния стали 10X3Г3МФ на механизм структурообразования при высокой скорости нагрева $90\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ представлен в работе [21] в виде схемы. Для исходно высоко отпущенного и исходно закаленного состояний наблюдается совпадение температурных интервалов стадий превращения и процесс развития аустенитизации сводится к образованию равноосных участков гамма-фазы на границах пакетов и бывших аустенитных зерен. В высоко отпущенной стали аустенит обогащается углеродом и в процессе закалки превращается в двойникованный мартенсит, в то время как в закаленной стали глобулярные участки имеют структуру пакетного мартенсита. На второй стадии превращения аустенит в виде реек образуется на границах реек и растет вдоль них. Третья стадия заключается в росте аустенитных участков за счет объема матричной альфа-фазы. Иначе протекает альфа-гамма превращение в исходно деформированной (60 %) стали 10X3Г3МФ. В процессе нагрева в матричной альфа-фазе протекают процессы полигонизации и первая стадия аустенитизации заключается в образовании гамма-фазы по границам полигонов. На втором этапе превращения, в связи с развитием рекристаллизационных процессов в матричной альфа-фазе, появляются новые места зарождения аустенита – границы рекристаллизованных зерен. Третья стадия заключается в росте аустенитных участков в объеме рекристаллизованных зерен.

Рекристаллизация деформированного пакетного мартенсита влияет на морфологические особенности альфа-гамма превращения [93]. Пластические деформаций при комнатной температуре способствуют протеканию рекристаллизации стали при последующем нагреве. Так в недеформированной

закаленной стали при нагреве в МКИТ аустенит образуется на границах зерен и границах рек. А в деформированной со степенью 30 – 50 % стали наблюдали протекание рекристаллизации до момента образования аустенита, а местами зарождения гамма-фазы были границы рекристаллизованных областей. При деформации более 55 % рекристаллизация деформированного мартенсита происходила одновременно с образованием зерен аустенита на границах рекристаллизованных областей.

Актуальным остается вопрос терминологии - названия ферритной составляющей двухфазной структуры. Для исходного феррито-перлитного состояния вводится термин непревращенный феррит [20]. Однако для нагрева упорядоченных структур мартенсита или бейнита необходимо учитывать возможное протекание при нагреве и выдержке в МКИТ уменьшения концентрации углерода в твердом растворе, выделения и растворения карбидных частиц, наследования дислокационного строения и возможность рекристаллизации структур исходной закалки. В связи с этим, понятия мартенсита отпуска и бейнита отпуска применительно к закаленным из МКИТ состояниям, теряют свой первоначальный смысл [84]. В работе [94] двухфазная структура, формирующаяся после закалки из МКИТ названа мартенсит-мартенситной благодаря сохранению реечной структуры альфа-фазы. Нам представляется наиболее общим термин матричная альфа-фаза.

1.3.5 Гамма-альфа превращение при охлаждении из МКИТ

Изучение распада переохлажденного аустенита с температур межкритического интервала, когда сформирована двухфазная феррито-аустенитная структура, показало снижение его устойчивости по отношению к аустениту, сформированному выше критической точки $A_{с3}$.

Распад переохлажденного аустенита стали 13ХФА [84] после выдержки в МКИТ при температуре 800 °С в течение 5 минут во всем интервале скоростей охлаждения от 5 до 70 °С/с начинается с выделения феррита. Облегчение выделения альфа-фазы связано с наличием непревращенного феррита, который

играет роль своеобразной подложки при зарождении нового феррита в условиях охлаждения.

Термокинетические диаграммы (ТКД) распада переохлажденного аустенита предварительно закаленной стали 12Х3Г2МФС [71] с феррито-аустенитной структурой (после нагрева в МКИТ на 830 °С и 800 °С) отличаются наличием обширной области выделения избыточного феррита, которая появляется в интервале скоростей охлаждения 0,05 - 1,5 °С/с и расширяется при снижении температуры нагрева. Неполная закалка приводит к формированию бейнито-мартенитной структуры с небольшим количеством непревращенного феррита, причем для всех исследованных скоростей превращения (0,03 - 100 °С/с) бейнитное превращение предшествует мартенситному. В случае охлаждения однофазной аустенитной структуры (выдержка при 920 °С и 860 °С) в интервале скоростей охлаждения 100 - 1,5 °С/с формируется мартенситная структура, при более медленном охлаждении происходит выделение верхнего бейнита и в интервале скоростей очень медленного охлаждения (0,3 - 0,05 °С/с) гамма-альфа превращение начинается с выделения феррита.

Таким образом, применение неполной закалки для низкоуглеродистых сталей позволяет получать разнообразный комплекс механических свойств. Назначение режима данной термической обработки должно учитывать протекание структурных и фазовых превращений в стали при нагреве и выдержке, а также снижение устойчивости переохлажденного аустенита по отношению к аустениту, сформированному полной закалкой. В сталях с исходной неравновесной структурой, полученной предварительной закалкой и холодной деформацией, повышена плотность дефектов кристаллического строения. В процессе нагрева и выдержки в МКИТ происходит изменение субструктуры матричной альфа-фазы низкоуглеродистых сталей, что играет решающую роль в морфологических особенностях протекания альфа-гамма превращения. Температурные интервалы протекания процессов рекристаллизации и фазового перехода определяются системой легирования стали и могут регулироваться внешними параметрами – скоростью и температурой нагрева, временем изотермической выдержки в МКИТ.

В связи с этим, выявление закономерностей формирования структуры под влиянием внешних и внутренних факторов представляет основу прогнозируемого получения комплекса механических свойств с помощью неполной закалки.

1.4 Постановка цели и задач исследования

На основании обзора литературных данных можно сделать вывод о возможности повышения комплекса механических характеристик конструкционных низколегированных безникелевых сталей путем диспергирования структуры методами термической и деформационной обработки.

Широкие возможности управляемого изменения комплекса механических свойств низкоуглеродистых сталей дает использование энергосберегающей технологии термической обработки – неполной закалки. Регулирование возможно за счет параметров термической обработки – температуры и времени изотермической выдержки и исходного состояния стали. Работы, посвященные неполной закалке [17, 43, 44, 46] содержат противоречивые данные о влиянии длительности выдержки на формирование свойств сталей разных систем легирования и характере изменения ударной вязкости. В работах [81, 82] нет единого мнения о критериях стадийности аустенитизации. Недостаточно исследовано влияние предварительной термической обработки на формирование структуры и свойств стали в МКИТ при средних скоростях нагрева. По-прежнему остается актуальным вопрос создания эмпирических математических моделей описания изменения комплекса механических свойств под влиянием температурно-временных параметров обработки.

Полученное в результате неполной закалкой многофазное состояние обладает большей пластичностью, чем закаленное и перспективно для холодного деформирования. Реализация методом холодной радиальнойковки высоких степеней деформации обеспечивает возможность протекания структурных и фазовых трансформаций, уменьшающих накопленную энергию системы и как следствие, замедляющих развитие процессов, предшествующих разрушению.

Однако подобные исследования на низкоуглеродистых безникелевых сталях не проводились.

Кроме того, использование холодной пластической деформации мартенситной структуры перед последующей высокотемпературной обработкой в двухфазной области позволяет изменить морфологию смеси фаз и повысить комплекс механических свойств [95].

Исходя из сказанного выше, целью данного исследования было установление закономерностей структурообразования и формирования механических свойств стали 10X3Г3МФС холодной радиальной ковкой и неполной закалкой для получения высокого уровня характеристик прочности и надежности.

Для достижения целей необходимо решение следующих задач:

1. Исследовать процессы аустенитизации стали 10X3Г3МФС для оценки перспективности проведения промежуточного высокого отпуска и выбора режима неполной закалкой, направленной на повышение обрабатываемости ХПД за счет получения мартенситно-ферритной структуры благоприятной морфологии.
2. Изучить процессы эволюции структуры и свойств стали 10X3Г3МФС в мартенситно-ферритном состоянии под влиянием ХРК.
3. Выявить закономерности аустенитизации и влияния параметров режима неполной закалки на формирование структуры и механических свойств холоднодеформированной стали 10X3Г3МФС.

ГЛАВА 2. Материалы и методики исследования

2.1 Материал исследования

Исследование проведено с использованием низкоуглеродистой безникелевой конструкционной стали 10ХЗГЗМФС [96]. Химический состав определяли методом эмиссионного спектрального анализа [97] на оптико-эмиссионном спектрометре ДФС-500 (таблица 1).

Таблица 2.1 – Содержание химических элементов в стали 10ХЗГЗМФС

Содержание химических элементов (% по массе)												
C	Si	Mn	Cr	V	Mo	S	P	Cu	Ti	Ni	Al	Fe
0,09	1,38	2,52	2,81	0,13	0,39	0,008	0,021	0,20	0,002	0,17	0,05	основа

Слитки приведенного химического состава были выплавлены в вакуумно-индукционной печи в условиях ПАО «Мотовилихинские заводы», г. Пермь, Россия. Масса слитка составляла 40 кг. Диаметр – 100 мм, высота без прибыльной и донной частей – 250 мм.

Слитки подвергали свободной горячей ковке для получения прутков диаметром $19 \pm 0,5$ мм. Температура началаковки составляла 1150 °С, температура концаковки – 950 °С. Охлаждение проводили на воздухе. В результате данной обработки вследствие высокой устойчивости переохлажденного аустенита стали 10ХЗГЗМФС [26] микроструктура материала представляла собой пакетный мартенсит, что соответствует **закаленному состоянию**.

Высоко отпущенное состояние стали получали термической обработкой прутков $19 \pm 0,5$ мм при 680 °С. Выдержка два часа, охлаждение на воздухе.

Деформированное состояние стали получали по методике 2.2.1 холодной радиальной ковкой со степенью 60 % на предварительно закаленных из МКИТ (800 °С) прутках стали 10ХЗГЗМФС с дисперсной мартенситно-ферритной структурой.

2.2 Методики деформационной и термической обработки

2.2.1 Методика деформационной обработки

Перед деформацией прутки стали 10Х3Г3МФС диаметром $19 \pm 0,5$ мм подвергали закалке в печи СШЦМ 6.12/9 по режиму: температура нагрева 800 °С, выдержка 2 часа и охлаждение на воздухе.

На радиально-ковочной машине SXP-16 в условиях АО «ПНИТИ» проводили холодную пластическую деформацию прутков с непрерывным охлаждением водой очага деформации. Скорость удара бойков составляла 1000 уд/мин; скорость подачи заготовки: 180 мм/мин, скорость вращения заготовки 25 об/мин.

Степень пластической деформации ε рассчитывали по формуле [49]:

$$\varepsilon_i = \left(1 - \frac{F_{ik}}{F_H}\right) \times 100\%,$$

где F_{ik} – площадь поперечного сечения прутка после деформации на i -проходе, F_H – площадь прутка до деформации.

Деформационную обработку осуществляли за несколько последовательных проходов. Первый проход обеспечивал уменьшение диаметра заготовки с $19,0 \pm 0,5$ мм до $17,0 \pm 0,5$ мм, что соответствует степени деформации $\varepsilon_1 \approx 20\%$. Второй проход обеспечивал уменьшение диаметра прутка до $14,7 \pm 0,5$ мм, что соответствует деформации $\varepsilon_2 \approx 40\%$. В результате третьего прохода диаметр прутка составлял $12,0 \pm 0,5$ мм, что соответствует деформации $\varepsilon_3 \approx 60\%$.

2.2.2 Методика термической обработки

Термическая обработка цилиндрических заготовок разного диаметра, длиной 600 мм из стали 10Х3Г3МФС осуществлялась в лабораторных печах типа НАКАЛ (таблица 2.2). Образцы диаметром $3 \pm 0,5$ мм и высотой 10 ± 1 мм термически обрабатывали в закалочном дилатометре Linseis RITA L78 по

режимам, представленным в таблица 2.3 в разделе методики дилатометрического исследования 2.3.1.

Таблица 2.2 - Режимы окончательной термической обработки и размеры образцов

Состояние стали	Размер образца, мм	Режимы закалки: температура, °С, время обработки, минут
Закаленное	Ø19x60	(800, 860), 120
Высоко отпущенное	Ø19x60	(800, 860), 120
Деформированное	Ø12x60	775, (15, 70, 125) 800, (15, 70, 125) 825, (15, 70, 125)

2.3 Методики исследования

2.3.1 Методики дилатометрического исследования

2.3.1.1 Режимы термической обработки стали в дилатометре

Дилатометрический анализ проводили с помощью закалочного дилатометра Linseis RITA L78 и прилагаемого пакета программ WIN-DIL и LinseisDataEvaluation. Объект исследуемого состояния материала в форме цилиндрического образца $\varnothing 3 \pm 0,5$ мм и высотой 10 ± 1 мм с приваренной термопарой К-типа помещался в рабочую камеру прибора. Нагрев индуктором в атмосфере газообразного гелия 6.0 ТУ 0271-001-45905715-02 (чистота 99,9999 %) проводился с заданной скоростью до температуры аустенитизации. Охлаждение проводили со скоростью 50 °С/с до температуры 30 °С. В процессе режима термической обработки фиксируются данные: температура нагревателя T_n (соответствует задаваемой температуре), температура образца T_o , время τ , удлинение $\Delta L = L_n - L_k$ (разность фактической и начальной длин образца, которая фиксируется при помощи датчика LVDT), мощность нагревателя W .

Объем дилатометрических исследований и режимы термической обработки для трех состояний стали 10ХЗГЗМФС представлен в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Режимы термической обработки в дилатометре Linseis RITA L78 образцов из стали 10ХЗГЗМФС

№	Состояние стали 10ХЗГЗМФС	Режим термической обработки	
		Закалка	Неполная закалка
1	Высокоотпущенное	$T_H = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ $v_H = 1,5 \text{ }^\circ\text{C/c}$ $\tau = 15 \text{ мин}$	$T_H = (715, 750, 800, 860) \text{ }^\circ\text{C}$ $v_H = 1,5 \text{ }^\circ\text{C/c}$ $\tau = 9 \text{ ч}$
2	Закаленное	$T_H = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ $v_H = (0,15; 0,6; 1,5; 20; 90) \text{ }^\circ\text{C/c}$ $\tau = 15 \text{ мин}$	$T_H = (715, 750, 800, 860) \text{ }^\circ\text{C}$ $v_H = 1,5 \text{ }^\circ\text{C/c}$ $\tau = 9 \text{ ч}$
3	Деформированное	$T_H = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ $v_H = (0,15; 0,6; 1,5; 20; 90) \text{ }^\circ\text{C/c}$ $\tau = 8 \text{ с}$	$T_H = (715, 750, 775, 800, 860) \text{ }^\circ\text{C}$ $v_H = 1,5 \text{ }^\circ\text{C/c}$ $\tau = 6 \text{ ч}$
Примечание. T_H – температура нагрева, v_H – скорость нагрева, τ – время выдержки.			

2.3.1.2 Обработка данных дилатометрических исследований

2.3.1.2.1 Определение критических точек стали

Протекание фазового превращения сопровождается нарушением линейной зависимости удлинения от температуры нагрева или охлаждения (дилатометрический эффект) в связи с образованием новой, отличающейся степенью компактности, кристаллической решетки [98]. Кроме того, в области фазового перехода при непрерывном нагреве низкоуглеродистых сталей обнаружено изменение характера зависимости мощности нагревателя (резкое увеличение), вызванное различием фактических температур нагревателя и образца ΔT . Снижение температуры образца обусловлено расходом части энергии на осуществление альфа-гамма превращения. Возможность определения данного термического эффекта $\Delta T = T_H - T_0$ с учетом момента возникновения дилатометрического эффекта позволяет более точно определять начало

превращения - критическую точку A_{C1} [99]. На рисунке 2.1 показано определение критической точки A_{C1} с учетом зависимостей относительного удлинения $\Delta L/L_0$, изменения мощности нагревателя W и термического эффекта ΔT от температуры T при непрерывном нагреве. Температуру окончания превращения (A_{C3}) определяли следующим образом: строили касательную к участку кривой нагрева, соответствующему аустенитному состоянию, а затем, в момент отрыва касательной от кривой нагрева определяли искомую температуру (рисунок 2.1). Момент отрыва касательной к участку дилатометрической кривой охлаждения стали в аустенитном состоянии соответствует критической точке M_H .

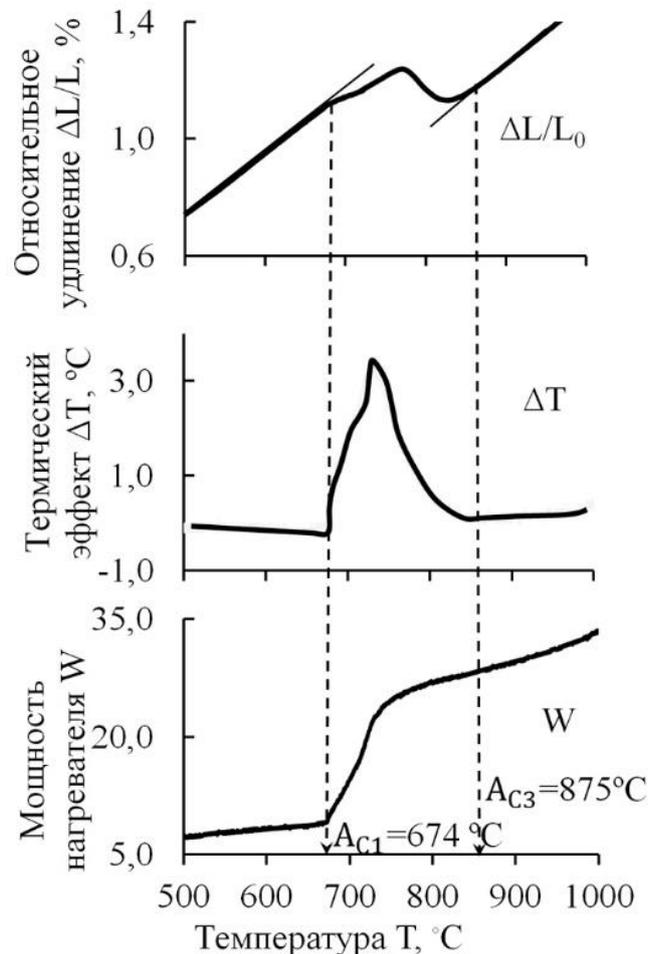


Рисунок 2.1 – Схема определения температурных границ альфа-гамма перехода (A_{C1} и A_{C3}): $\Delta L/L_0$ – относительное удлинение образца, ΔT – разница температур нагревателя и образца, W – мощность нагревателя

2.3.1.2.2 Определение содержания аустенита

Изменение содержания аустенита при непрерывном нагреве в области фазового превращения определяли методом отрезков [100] по графику дилатометрической кривой, которая показывает зависимость абсолютного удлинения образца ΔL от температуры нагрева T . Методика анализа включала следующие этапы:

1. Переход от абсолютных значений удлинения образца ΔL к относительным δ по формуле:

$$\delta = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100\%,$$

где L_0 – исходный размер образца, мкм.

2. Аппроксимация линейных участков дилатометрической кривой вне фазового превращения (участки термического расширения альфа- и гамма-фаз) с помощью уравнений вида:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha \times T + b,$$

где $\frac{\Delta L}{L_0}$ – относительное удлинение образца, α – коэффициент термического расширения, T – температура, b – коэффициент.

Это позволяет экстраполировать функции линейного расширения альфа- и гамма-фаз в область межкритического интервала (штриховые линии на рисунке 2.2).

3. Определение для каждого i -го момента нагрева (характеризуемого температурой T_i) величин: относительного удлинения образца $(\Delta L/L_0)_i$, относительного удлинения, соответствующего расширению альфа- $(\Delta L/L_0)_{\alpha i}$ и гамма-фаз $(\Delta L/L_0)_{\gamma i}$. На рис. 2.2 эти величины определяют координаты точек О, А и В в i -й момент нагрева.

Общее удлинение образца является суммой вкладов расширений каждой из фаз с учетом их количества:

$$\Delta L/L_0 = \Delta L/L_{0\alpha} \cdot (1 - V_A) + \Delta L/L_{0\gamma} \cdot V_A, \quad (1)$$

где V_A – объем аустенита.

Их формулы (1) можно выразить содержание аустенита:

$$V_A = \frac{\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_\alpha - \left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_\gamma}{\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_\alpha - \left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_\gamma} \quad (2)$$

С учетом обозначений на графике (рис. 2.2) выражение (2) можно записать:

$$V_A = \frac{AO}{AB} \cdot 100\% \quad (3)$$

4. Вычисление отрезков АО и АВ и объема аустенита по формуле (3) для каждой экспериментальной точки T_i в МКИТ.

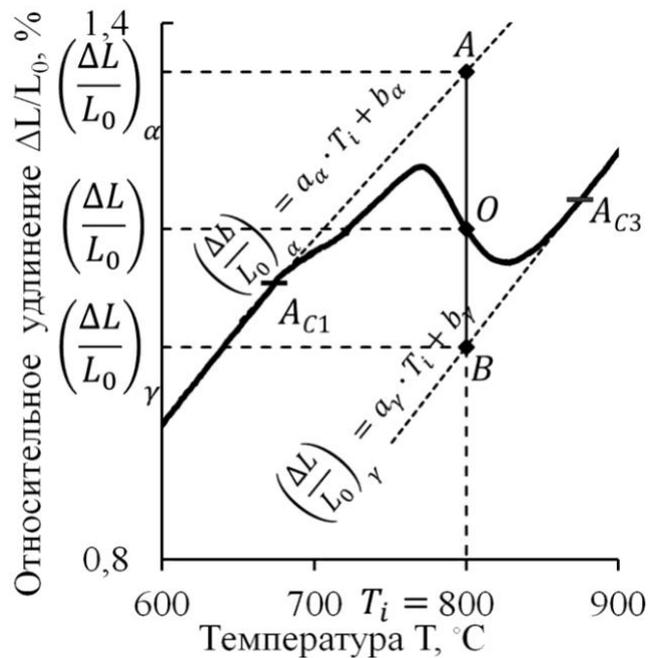


Рисунок 2.2 – Определение количества гамма-фазы методом отрезков по дилатограмме непрерывного нагрева стали

2.3.1.2.3 Методика выявления стадий альфа-гамма превращения

Важным моментом в исследовании фазовых превращений является анализ кривой первой производной относительного удлинения, характеризующей скорость изменения относительного удлинения или скорость превращения. Как правило, при нагреве стали начало превращения сопровождается отклонением производной относительного удлинения от линейной зависимости и возникновением в двухфазной области на данной кривой перегибов,

характеризующих протекание определенных изменений в структуре [80, 81, 83]. Направление пиков определяется изменением удлинения образца. Если в результате фазового превращения наблюдается уменьшение объема образца (альфа-гамма превращение), то пики производной отрицательные. В случае мартенситного превращения объем образца увеличивается, и производная будет иметь положительные пики.

Важно отметить, что выбор способа дифференцирования по времени $\frac{d(L/L_0)}{d\tau}$ или температуре $\frac{d(L/L_0)}{dT}$ не оказывает принципиального влияния на характер производной (рисунок 2.3), так как изменение температуры и времени происходит взаимосвязано и задается исследователем через параметр – скорость нагрева или охлаждения.

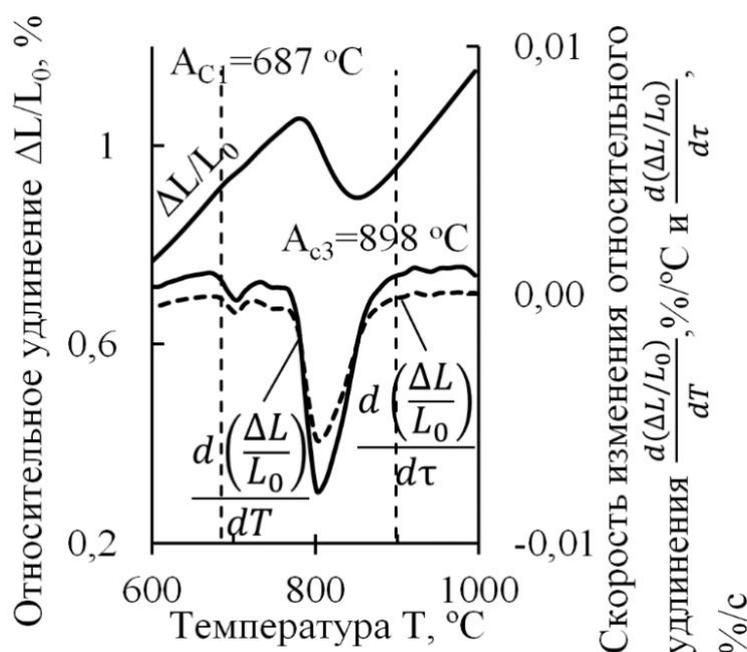


Рисунок 2.3 – Дилатометрическая кривая $\Delta L/L_0$ и её производные $\frac{d(L/L_0)}{d\tau}$ и $\frac{d(L/L_0)}{dT}$ при нагреве высоко отпущенной стали 10X3Г3МФС со скоростью 1,5 °C/с до температур аустенитизации

Стоит отметить, что при нагреве с низкими скоростями неравновесных состояний стали в области температур, предшествующей началу превращения

возможно изменение субструктуры альфа-фазы и выделение карбидов. Эти процессы отражаются на производной дилатометрической кривой в виде расширения первого пика и смещения его начала ниже A_{C1} по температурной шкале (рисунок 2.4). Развивающиеся в докритической температурной области процессы накладываются на начальный этап образования аустенита, что затрудняет анализ стадий альфа-гамма превращения. В этом случае целесообразнее анализировать первую производную изменения количества аустенита (скорость превращения), характер которой повторяет перегибы кривой первой производной относительного удлинения по температурной шкале. Кривая скорости превращения dV_A/dt имеет положительные пики, так как наблюдается прирост количества аустенита.

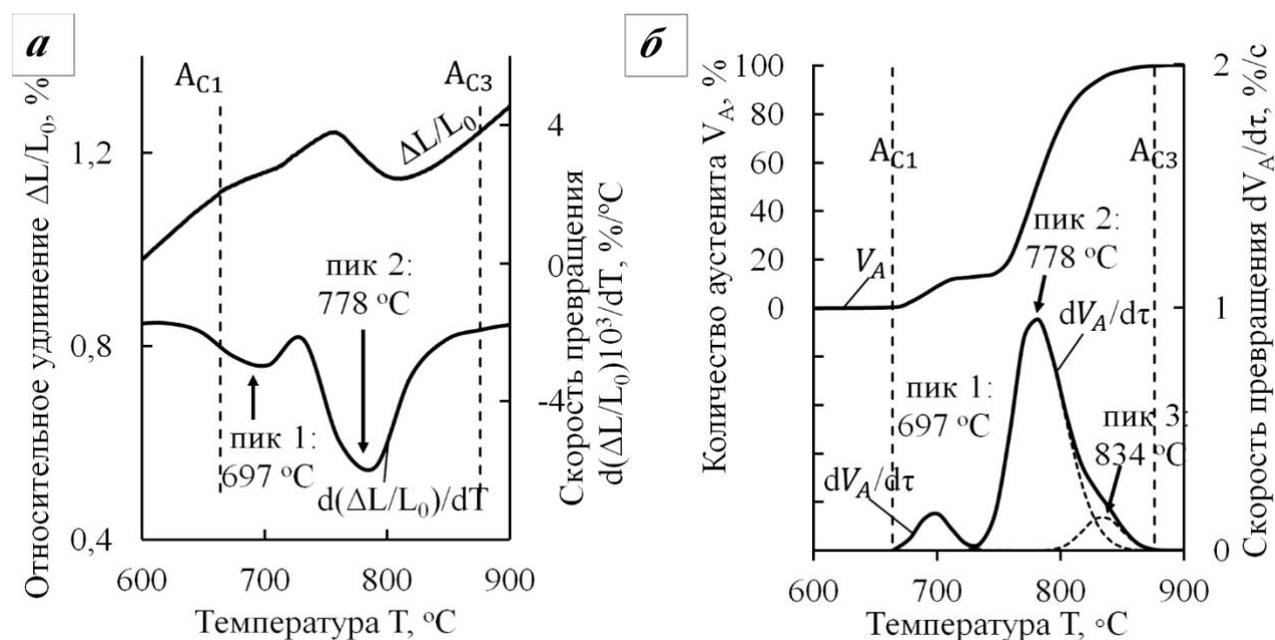


Рисунок 2.4 – Вид дилатометрической кривой нагрева деформированной стали 10X3ГЗМФС и ее производной (а); кинетика аустенитизации и скорость изменения количества аустенита (б). Скорость нагрева 0,6 °C/c

Сложный характер производной изменения количества аустенита можно представить как аддитивное сложение нескольких пиков с ассиметричным профилем кривой Гаусса (рисунок 2.4, б) [81, 101]. Разложение кривой на суперпозиции пиков проводили в программе открытого доступа Fityk [102],

позволяющей проводить аппроксимацию экспериментальных данных пикоподобными функциями. Для каждого пика определяли температурный интервал, температуру максимума и площадь пика. По соотношению площадей пиков получали процентный вклад каждого в общее количество образующегося аустенита.

2.3.2 Методика обработки экспериментальных данных механических свойств и параметров структуры при закалке из МКИТ холоднодеформированной стали

Для решения задач аппроксимации экспериментальных данных с помощью уравнений регрессии широко используют планы полнофакторных экспериментов, позволяющие сократить количество опытов и получить максимум информации о поведении объекта исследования [103]. Важным моментом является принятие упрощения: поверхность отклика $f(X)$ реального объекта непрерывна, гладкая и имеет один экстремум. В таком случае в качестве математической модели $F(X)$ можно принять полиномиальную зависимость.

В расчетах использовали полиномиальную зависимость второго порядка, которая учитывает не только воздействие отдельных факторов – температуры и времени, но и их совокупное влияние. Данная зависимость в общем случае имеет следующий вид:

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{i=1}^k b_{ij} X_i X_j, \quad (4)$$

где k – число факторов, j – номер фактора.

В нашем случае число факторов $k = 2$ и полином второй степени будут выглядеть так:

$$Y = b_0 X_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{12} X_1 X_2 + b_3 X_1^2 + b_4 X_2^2, \quad (5)$$

где X_1 и X_2 – натуральные значения факторов; Y – исследуемая величина (характеристики механических свойств и структуры стали); X_0 – нулевой фактор (всегда принимает значение +1). Стоит отметить, что величины $X_1 X_2$, X_1^2 , X_2^2 – рассматриваются как независимые факторы, то есть в уравнении (5) на величину Y

влияет шесть факторов и ставится задача нахождения шести коэффициентов при них.

Для вычисления коэффициентов уравнения (5) необходимо девять точек – состояний исследуемой стали. Данные состояния получают в результате термической обработки с варьированием факторов – температуры и времени, на трех уровнях, включая нулевой. Центром эксперимента (основным уровнем) выбрано состояние, получаемое неполной закалкой от 800 °С после выдержки 70 минут. Согласно дилатометрическим данным, к окончанию выдержки по данному режиму в структуре стали формируется 77 % аустенита. Интервал варьирования по температуре принят ± 25 °С, по времени ± 55 минут (таблица 2.4). Сочетания максимальных и минимальных значений факторов времени и температуры представляют собой граничные условия эксперимента. Пространство внутри данных границ будет описываться математической моделью в виде уравнения регрессии для каждой исследуемой величины внутренних параметров стали 10Х3Г3МФС.

Таблица 2.4 – Уровни варьирования факторов в натуральном пространстве

Уровни и интервал варьирования факторов	Натуральное значение фактора X_j	
	X_1 (Время τ , минут)	X_2 (Температура T , °С)
Основной уровень X_{j0}	70	800
Интервал варьирования ΔX_j	55	25
Верхний уровень X_j^{max}	125	825
Нижний уровень X_j^{min}	15	775

Для удобства расчетов значения факторов изменяют таким образом, чтобы они принимали значения в интервале $[+1;-1]$. Этот процесс называется переходом к факторному пространству и предполагает кодирование натуральных значений факторов. Кодирование происходит путем расчета по формуле:

$$x_j = \frac{2^*(X_j - X_{j0})}{X_j^{max} - X_j^{min}}, \quad (6)$$

где x_j – кодированное значение уровня j -ого фактора; X_j – натуральное значение уровня j -ого фактора; X_{j0} – натуральное значение j -ого фактора на основном уровне; $X_j^{max} - X_j^{min}$ – интервал изменения j -ого фактора.

При переходе в кодированное пространство путем замены истинного значения фактора X_j на кодированное x_j все абсолютные значения факторов становятся равными 1. При этом коэффициенты b_i будут определять удельный вклад каждого фактора (или произведения факторов) в выходную величину Y . Благодаря свойству ортогональности матрицы все коэффициенты b_i (кроме b_0) являются независимыми. То есть, исключение одного из коэффициентов вследствие незначительности не повлияет на результат расчета других коэффициентов. Коэффициент b_0 дает смешанную оценку истинного значения свободного члена β_0 и суммарного действия всех квадратичных членов:

$$b_0 = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_{jj},$$

где β_{jj} – истинное значение коэффициентов в полиномиальной модели второго порядка X_j^2 , так как невозможно разделить влияние квадратичных членов модели между собой и свободным членом модели X_0 (все они принимают одинаковое значение, равное 1).

После кодирования факторов строили матрицу плана эксперимента. В нашем случае она соответствует плану ортогонального центрального композиционного (ОЦКП) эксперимента 2^2 . Матрица планирования представлена в таблице 2.5. Она включает в себя ядро плана ПФЭ с $N_0 = 2^2$ точками плана, центральную точку и по две «звездные» точки с плечом a для каждого фактора. Для эксперимента 2^2 a равно 1.

Величина a (таблица 2.5) представляет собой константу и вводится для обеспечения ортогонального свойства матрицы планирования (скалярное произведение двух любых столбцов матрицы равно нулю).

Таблица 2.5 – Матрица планирования ОЦКП эксперимента

№ точки, N	Значения факторов		Значения комбинаций факторов		
	x_1	x_2	$x_{12}=x_1 x_2$	$x_3=x_1^2-a$	$x_4=x_2^2-a$
1	-1	-1	1	0,33	0,33
2	1	-1	-1	0,33	0,33
3	-1	1	-1	0,33	0,33
4	1	1	1	0,33	0,33
5	-1	0	0	0,33	-0,67
6	1	0	0	0,33	-0,67
7	0	-1	0	-0,67	0,33
8	0	1	0	-0,67	0,33
9	0	0	0	-0,67	-0,67

$$a = \frac{N_0 + 2 \cdot \alpha^2}{N},$$

где N – общее количество опытов, N_0 – число точек плана 2^2 , α – «звездное» плечо.

На следующем этапе проводили эксперимент и фиксировали результаты изменения исследуемых величин Y_i в натуральных единицах измерения.

Затем для условий факторного пространства, выполняли расчет коэффициентов уравнения:

$$b_j = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^n X_{ij} Y_i,$$

где N – общее число исследуемых состояний, $i=1, \dots, n$ – порядковый номер состояния (точки), j – номер фактора.

Для построения эмпирической зависимости в реальном пространстве значений факторов и исследуемой величины производили обратную замену, подставляя (6) в (5) и находя коэффициенты при переменных.

Среднее относительное отклонение расчетных значений от фактических определяли (средняя ошибка аппроксимации) по формуле:

$$\bar{A} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n \left| \frac{Y - \bar{Y}}{Y} \right| \cdot 100 \%,$$

где n - количество опытов, Y , \bar{Y} - фактическое и расчетное значения исследуемой величины, соответственно.

2.3.3 Методики исследования структуры стали

2.3.3.1 Методика световой микроскопии (СМ)

Исследование микроструктуры проводили на травленных шлифах. Микрошлифы изготавливали по стандартной методике [104] в поперечном сечении путем шлифования с использованием наждачной бумаги различной зернистости Р 240 – Р 2000 и последующей полировки алмазной пастой фракции 1 - 2 мкм. Травление поверхности микрошлифов проводили методом погружения в раствор 4 %-ой азотной кислоты в спирте. Микроструктуру изучали при помощи светового инвертированного микроскопа Olympus GX-51 при увеличениях до $\times 1000$. Анализ и обработку изображений проводили при помощи ПО: OlympusStreamMotion V. 1.8 и SIAMS 700.

Величину доверительного интервала для среднего выборки (m), полученной в результате измерений размеров участков структуры, определяли через среднеквадратичное отклонение по ГОСТ Р 50779.22-2005:

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}, \quad (7)$$

где x_i – значение i -ого измерения, n – общее количество измерений, \bar{x} – среднее арифметическое n измерений, вычисленное по формуле:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (8)$$

Доверительный интервал для результатов измерений определяли с учетом доверительной вероятности 0,95 по формуле:

$$\bar{x} - \frac{t_{0,975}}{\sqrt{n}} s < m < \bar{x} + \frac{t_{0,975}}{\sqrt{n}} s, \quad (9)$$

где m – среднее отклонение совокупности, $t_{0,975}$ – квантиль распределения Стьюдента с $\nu = n + 1$ степенями свободы (значения приведены в таблице ГОСТ Р 50779.22-2005 (ИСО 2602:1980)).

2.3.3.2 Методика электронно-микроскопических исследований

Исследование микроструктуры проводили на образцах после дилатометрического исследования, образцах в форме шайб после холодной радиальной ковки и окончательной термической обработки при помощи сканирующих электронных микроскопов (СЭМ) Hitachi S-3400N и FEI Phenom G2 Pro X при увеличениях до $\times 15000$ с ускоряющим напряжением 20 кВ.

Поверхности разрушения образцов после испытаний на ударный изгиб исследовали при помощи сканирующего электронного микроскопа FEI Phenom G2 Pro X.

Электронно-микроскопические исследования проведены при помощи просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) FEI Tecnai 20 G2 TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ с применением темнопольного и микродифракционного анализа [105]. Образцы для исследования (фольги) готовили по стандартной методике. Для электрополирования использовали электролит состава: 860 мл ортофосфорной кислоты и 100 г хромового ангидрита, при напряжении 15 В и 11 В. Количественную оценку плотности дислокаций проводили с использованием метода случайных секущих, наносимых на электронно-микроскопические изображения структуры по методике [105].

Величину доверительного интервала для среднего выборки (m), полученной в результате измерений размеров субструктурных элементов, определяли через среднеквадратичное отклонение по формуле (7).

Формула доверительно интервала:

$$\bar{x} - s < m < \bar{x} + s$$

2.3.3.3 Методики количественной оценки микроструктуры стали

В основе использованных методик определения количественных параметров структуры стали и поверхности разрушения лежит принцип Кавальери-Акера. Согласно данному принципу, относительный объем структурной составляющей V равен относительной площади, занимаемой ею на плоскости шлифа S , или относительной длине, занимаемой ею на случайно проведенной секущей L :

$$V_{\text{фазы}} = \frac{V_i}{V} = \frac{S_i}{S} = \frac{L_i}{L},$$

где S_i – площадь i -й структурной составляющей на шлифе площадью S ; L_i – суммарная длина отрезков, попавших на i -ю структурную составляющую; L – общая длина проведенной секущей.

Количество структурной составляющей определяли через соотношение площадей с помощью программы SIAMS 700 на пяти полях зрения.

2.3.4 Методика фрактографического исследования

Макрофрактографический анализ проводили при помощи OLYMPUS SZX-16 при увеличении до $\times 50$ с использованием программы OlympusStreamMotion V. 1.8.

Микрофрактографический анализ проводили на разрушенных образцах после испытаний на ударную вязкость с применением сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N. Изучаемые поверхности соответствовали плоской части излома, где разрушение проходило в условиях плоской деформации. Количественную оценку изображений структуры с определением долей хрупкой и вязкой составляющей проводили точечным методом (метод Глаголева) [105].

2.3.4 Методики определения механических свойств

2.3.4.1 Методика статических испытаний на растяжение

Определение механических свойств стали проводили по ГОСТ 1497-84 при испытаниях образцов тип III-7 на одноосное растяжение с использованием

универсальной гидравлической системы для статических испытаний INSTRON-SATEC 300 LX при комнатной температуре.

2.3.4.2 Методика испытаний на ударный изгиб

Испытания на ударный изгиб проводили с использованием маятникового копра TE JB-300B при комнатной температуре в соответствии с требованиями ГОСТ 9454–78. Образцы имели концентратор в виде трещины (образец № 17 по ГОСТ 9454-78). С помощью бинокулярного стереомикроскопа Olympus SZX-16 и программного комплекса OlympusStreamMotion V.1.8 определяли геометрические параметры образцов (ширина, высота, площадь живого сечения).

Ударную вязкость определяли как отношение работы разрушения A_p к площади живого сечения F по формуле:

$$\text{КСТ} = A_p / F$$

2.3.4.3 Методика дюрометрических испытаний

Твердость образцов определяли методом Виккерса по ГОСТ 2999-75 на приборе ИТ 5010 с нагрузкой 5 кгс и на приборе DuraScan-70 с нагрузками 0,1, 0,5 кг. Статистическая обработка результатов измерения твердости проводилась в соответствии с ГОСТ Р 50779.22-2005 (ИСО 2602:1980).

Для образцов в деформированном состоянии определяли распределение твердости в поперечном сечении. Направления измерения – диаметральные, взаимно перпендикулярные. Проводили не менее двух испытаний для каждого состояния.

ГЛАВА 3. Влияние исходного состояния стали 10Х3Г3МФС на процессы аустенитизации, формирования структуры и механических свойств в межкритическом интервале температур

В данной главе представлены результаты исследований закаленной и высоко отпущенной конструкционной низкоуглеродистой стали 10Х3Г3МФС в исходном состоянии и после закалки из МКИТ по различным режимам. Микроструктура стали исследована методами световой и электронной микроскопии. С помощью дилатометрического метода построены: термокинетическая диаграмма аустенитизации закаленной стали, изотермические диаграммы образования аустенита закаленной и предварительно высоко отпущенной стали. Выделены температурные интервалы протекания стадий альфа-гамма превращения. Определены морфологические особенности образования аустенита при неполной закалке стали со структурами мартенсита закалки и мартенсита отпуска. Определены механические свойства стали. Обоснован выбор исходного состояния для проведения холодной радиальнойковки.

3.1. Микроструктура, размер зерна и твердость стали 10Х3Г3МФС в закаленном и высоко отпущенном состояниях

Низкоуглеродистая безникелевая конструкционная сталь 10Х3Г3МФС благодаря комплексному легированию обладает высокой устойчивостью переохлажденного аустенита и при охлаждении на воздухе с температур горячей деформации закаливается на мартенсит в сечениях около 100 мм [26]. В закаленном состоянии структура стали представлена низкоуглеродистым мартенситом, имеющим пакетно-реечное строение (рисунок 3.1, *а, в*). После проведения высокого отпуска при 680 °С в течение двух часов и охлаждения на воздухе пакетно-реечное строение сохраняется, однако отдельные рейки объединяются, образуя светлые области с неровными границами, присутствует карбидная фаза (рисунок 3.1, *б, г*). Размер зерна стали 10Х3Г3МФС (рисунок 3.2) в закаленном

состоянии $31,5 \pm 1,1$ мкм, в высоко отпущенном - $29,7 \pm 1,0$ мкм. Твердость стали в закаленном состоянии 403 ± 8 HV5, в высоко отпущенном – 282 ± 4 HV5.

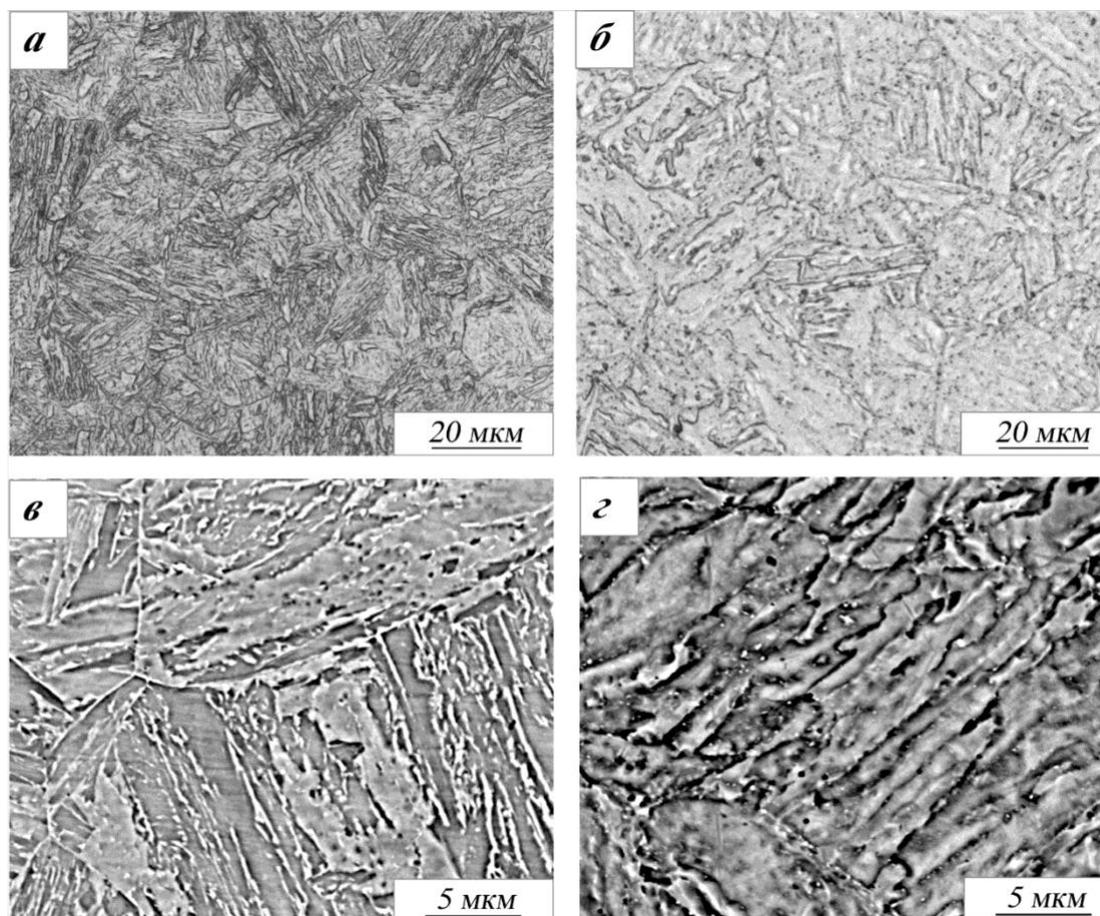


Рисунок 3.1 – Микроструктура стали 10X3ГЗМФС в закаленном (а, в) и высоко отпущенном (б, г) состоянии: а, б – световая микроскопия, в, г – растровая электронная микроскопия

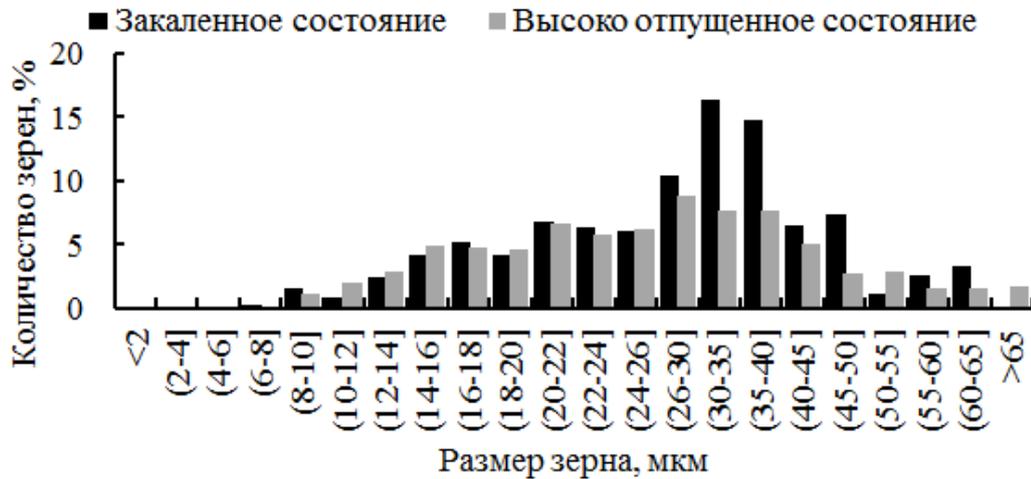


Рисунок 3.2 – Гистограммы распределения размеров зерна стали 10ХЗГЗМФС в закаленном и высоко отпущенном состоянии

3.2 Результаты дилатометрического исследования процесса аустенитизации стали 10ХЗГЗМФС

3.2.1 Влияние скорости нагрева в аустенитную область на положение критических точек и стадий альфа-гамма превращения закаленной стали 10ХЗГЗМФС

Скорость нагрева является одним из важных параметров термической обработки стали, позволяющих контролировать процесс альфа-гамма превращения путем управляемого изменения исходной упорядоченной структуры при нагреве и формирования аустенитного зерна определенной морфологии [22, 24].

В работе [91] для стали 10ХЗГЗМФ, имеющей близкий химический состав к исследуемой марке 10ХЗГЗМФС, проведено исследование влияния высоких ($90\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ и $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$) и низких скоростей ($0,6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$ и $0,15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$) нагрева на положение температурного интервала альфа-гамма превращения для двух структурных состояний – закаленного и высоко отпущенного. В настоящем исследовании дополнительно была исследована средняя скорость нагрева $1,5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$.

На дилатометрических кривых (рисунок 3.3) для всех скоростей нагрева в области фазового превращения, соответствующей нижней части МКИТ, эффект

термического расширения матричной альфа-фазы преобладает над эффектом уменьшения линейных размеров нагреваемого образца за счет перестройки кристаллической решетки в более компактную. В средней части МКИТ на кривой относительного удлинения $\Delta L/L_0$ наблюдается перегиб, после которого линейные размеры образца резко уменьшаются, так как увеличивается количество образующегося аустенита. При приближении к критической температуре A_{c3} образец снова начинает расширяться, в связи с преобладанием процесса термического расширения гамма-фазы. Точка перегиба дилатометрической кривой с повышением скорости нагрева смещается в область более высоких температур. Производная дилатометрической кривой (рисунок 3.3) при скоростях нагрева 0,15, 0,6 и 1,5 °С/с имеет три явно выраженных локальных пика, характеризующих стадии альфа-гамма превращения [82]. При более высоких скоростях нагрева 20 и 90 °С/с второй и третий пик сливаются.

На рисунке 3.4, *а* представлено влияние скорости нагрева на кинетику образования аустенита при непрерывном нагреве стали 10Х3Г3МФС. Количество атермически образованного аустенита ниже 750 °С практически не зависит от параметров нагрева и не превышает 11 %. Выше 750 °С процесс образования аустенита становится чувствительным к скорости нагрева и с её повышением происходит смещение кинетической кривой в область более высоких температур.

Производная кинетической кривой dV_A/dt , представляющая собой линейную скорость образования аустенита во времени, в температурном интервале фазового перехода стали имеет три пика (рисунок 3.4, *б - е*), которые совпадают по температурной шкале с экстремумами на производной дилатометрической кривой (рисунок 3.3), а значит могут быть использованы для характеристики стадии образования аустенита. Данные пики были проанализированы согласно методике, представленной в разделе 2.3.1.2. Установленные параметры пиков представлены в таблице 3.1.

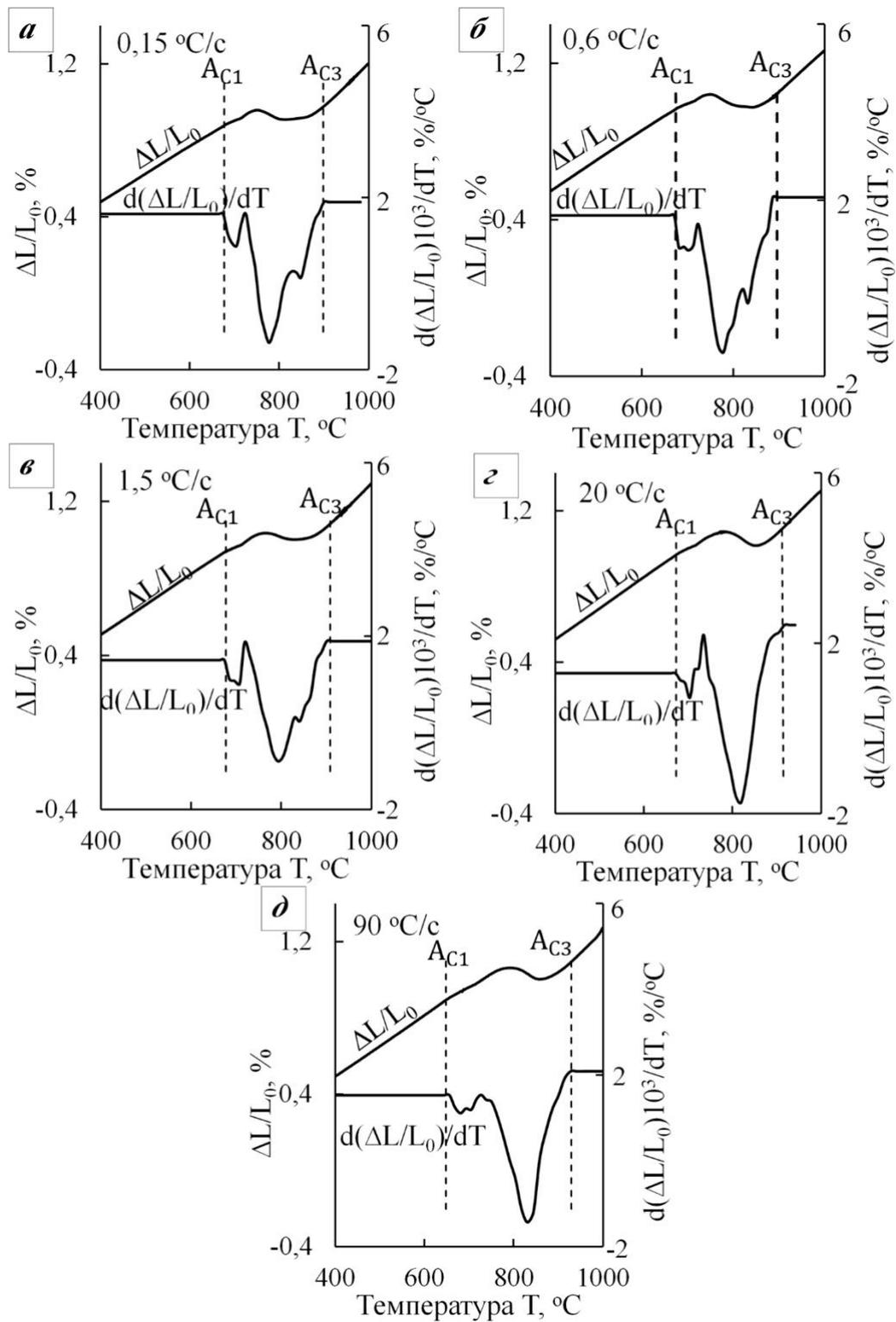


Рисунок 3.3 – Дилатогаммы нагрева закаленной стали 10X3ГЗМФС на температуру 1000 °C со скоростями: 0,15 (а), 0,6 (б), 1,5 (в), 20 (г), 90 (д) °C/c и их производные по температуре: $\Delta L/L_0$ – изменение относительного удлинения; $d(\Delta L/L_0)/dT$ – изменение производной относительного удлинения по температуре

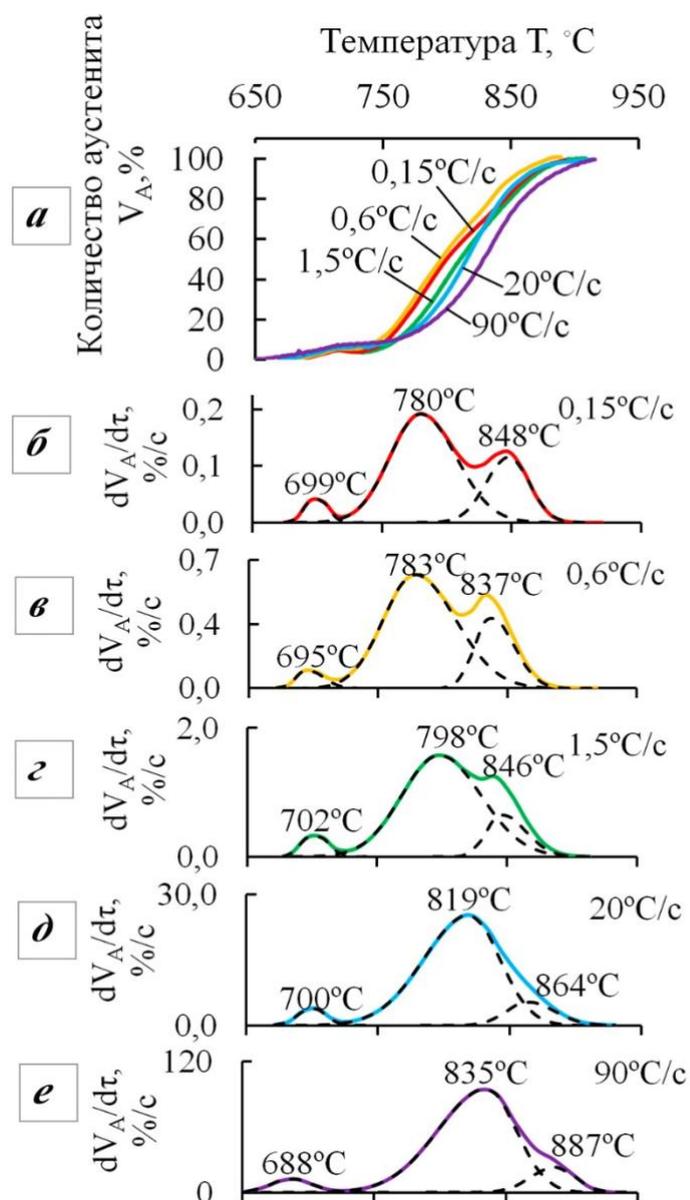


Рисунок 3.4 – Влияние скорости нагрева на кинетику аустенитизации (а) предварительно закаленной стали 10Х3ГЗМФС и разложение производной кинетической кривой на пики для скоростей нагрева: 0,15 (б), 0,6 (в), 1,5 (г), 20 (д), 90 (е) °C/c

Первый пик производной кинетической кривой (рисунок 3.4) расположен в нижней части МКИТ, обособлен по температурной шкале и приводит к образованию от 4 до 6 % гамма-фазы в общей доле аустенита. Второй пик расположен в середине МКИТ, соответствует максимуму скорости образования

гамма-фазы, имеет большую площадь под кривой и играет определяющее значение в процессе аустенитизации. Доля образованного по второй стадии альфа-гамма превращения аустенита увеличивается с 62 до 84 % при увеличении скорости нагрева с 0,15 °С/с до 20 °С/с и практически не меняется при дальнейшем увеличении скорости нагрева до 90 °С/с. Третий пик располагается в верхней части МКИТ и частично накладывается на второй пик. С повышением скорости нагрева наблюдается снижение доли образующегося аустенита по третьей стадии превращения с 27 до 11 %. Параметры пиков, изображенных на рисунке 3.4, представлены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Влияние скорости нагрева на параметры стадий аустенитизации закаленной стали 10X3Г3МФС

Номер стадии и параметры		Скорость нагрева, °С/с				
		0,15	0,6	1,5	20	90
1	$T_{н...T_{к}}$, °С	677...724	674...728	677...731	673...726	648...730
	$\delta (V_A)$, %	5	4	6	5	6
	T_{max} , °С	699	695	702	700	688
	$V_A (T_{max})$, %	2	2	3	4	3
2	$T_{н...T_{к}}$, °С	700...873	700...880	700...900	704...900	712...910
	$\delta (V_A)$, %	68	72	78	84	83
	T_{max} , °С	780	783	798	819	835
	$V_A (T_{max})$, %	32	39	38	54	56
3	$T_{н...T_{к}}$, °С	790...898	800...896	810...909	817...915	837...929
	$\delta (V_A)$, %	27	24	16	11	11
	T_{max} , °С	848	837	846	864	887
	$V_A (T_{max})$, %	82	82	78	93	93

$T_{н}$ и $T_{к}$ – температуры начала и конца стадии альфа-гамма превращения, $\delta (V_A)$ – доля образующегося на данной стадии аустенита в общем объеме альфа-гамма превращения, T_{max} – температура максимума скорости превращения на данной стадии, $V_A (T_{max})$ – количество аустенита в структуре при температуре максимума скорости превращения для данной стадии

Интересна зависимость температурного интервала фазового превращения стали 10X3Г3МФС от скорости нагрева. Согласно построенной в результате дилатометрического исследования термокинетической диаграмме образования

аустенита (рисунок 3.5) температура начала образования гамма-фазы снижается с повышением скорости нагрева, а температура окончания фазового перехода (A_{C3}) повышается [106]. A_{C1} остается на уровне 674 - 677 °С в диапазоне скоростей нагрева 0,15 - 20 °С/с. Увеличение скорости нагрева до 90 °С/с обеспечивает сохранение в матричной альфа-фазе дислокационной субструктуры, что способствует образованию аустенита при более низких температурах [23, 107-109]. Повышение скорости нагрева сокращает время протекания диффузионных процессов при аустенитизации, что обуславливает смещение температуры окончания превращения в область более высоких температур [110].

Скорость нагрева влияет на положение пиков скорости альфа-гамма перехода и интервалы стадий превращения по температурной шкале (рисунок 3.5). Скорости нагрева 0,15; 0,6, 1,5 и 20 °С/с практически не влияют на первый пик, а при 90 °С/с происходит расширение температурного интервала за счет снижения A_{C1} (рисунок 3.5, *а*). Температура начала второй стадии слабо меняется с увеличением скорости нагрева, однако наблюдается смещение максимума скорости альфа-гамма превращения вверх по температурной шкале (рисунок 3.5, *б*). С увеличением скорости нагрева температурный интервал третьего пика также смещается вверх по шкале температур, однако ширина данного интервала практически не изменяется (рисунок 3.5, *в*).

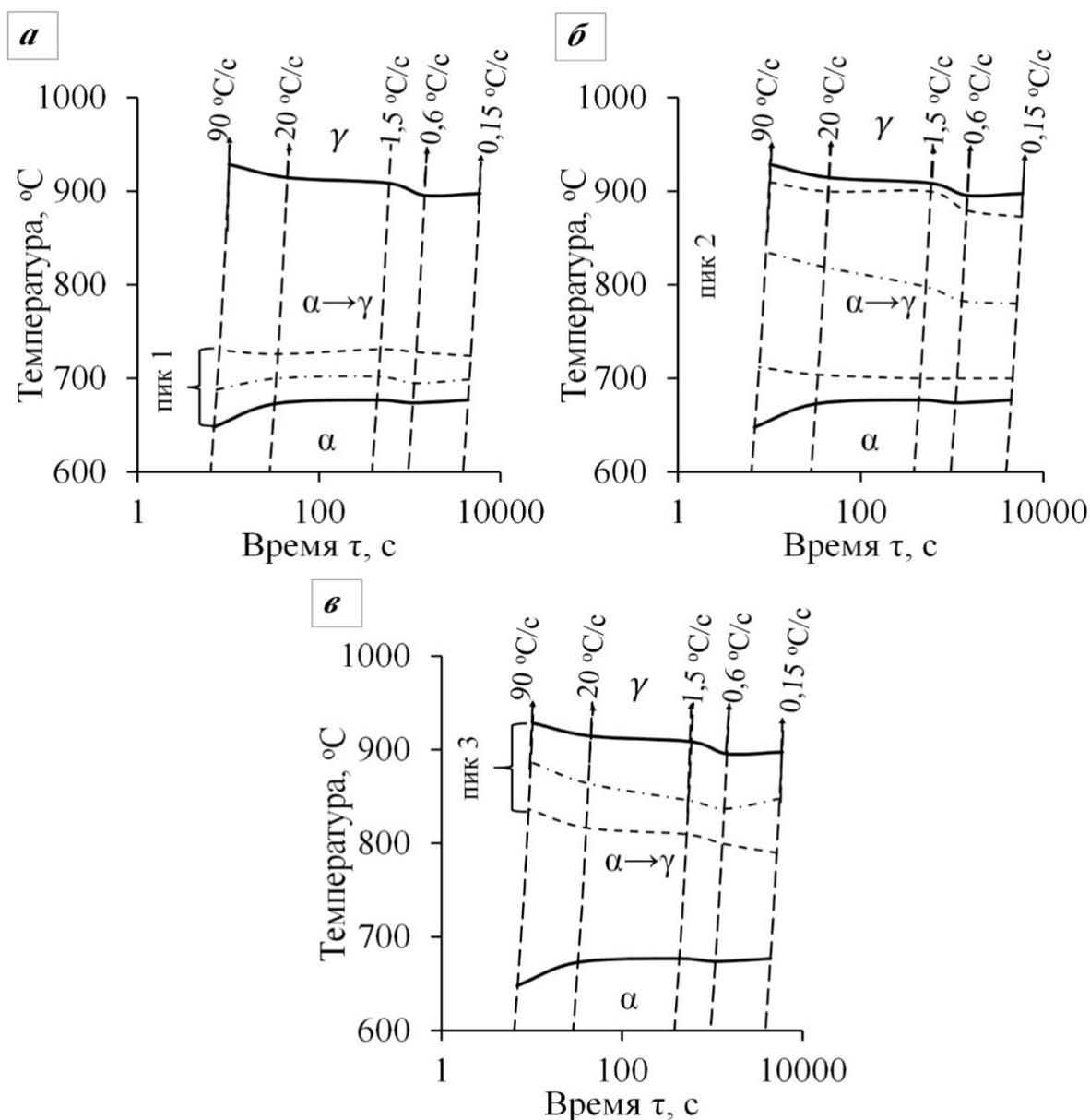


Рисунок 3.5 – Температурные интервалы стадий альфа-гамма превращения при непрерывном нагреве со скоростями 0,15–90 С/с, нанесенных на термокинетическую диаграмму аустенитизации закаленной стали 10ХЗГЗМФС: *а* – первая стадия, *б* – вторая стадия, *в* – третья стадия.

3.2.2 Влияние исходного состояния стали 10ХЗГЗМФС на кинетику аустенитизации при непрерывном нагреве

Дилатометрическое исследование стали проводили для двух исходных состояний – закаленного и высоко отпущенного. Режим обработки: нагрев со

скоростью 1,5 °C/с на температуру 1000 °C, выдержка 15 минут и ускоренное охлаждение со скоростью 50 °C/с.

Дилатометрическое исследование показало, что исходное состояние стали определяет коэффициент термического расширения при нагреве до температур начала альфа-гамма превращения (рисунок 3.6), положение критических точек (таблица 3.2) и кинетику фазового превращения (рисунок 3.7).

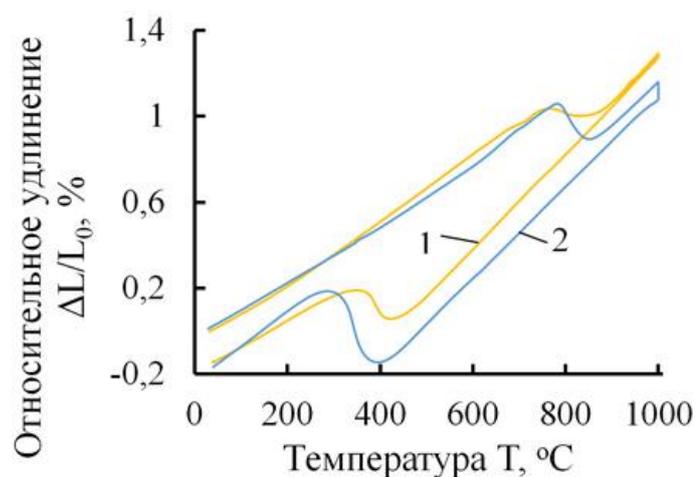


Рисунок 3.6 – Дилатометрические кривые нагрева стали 10X3Г3МФС в закаленном (1) и отпущенном состоянии (2)

Снижение температуры начала альфа-гамма превращения (таблица 3.2) в закаленном состоянии относительно высоко отпущенного связано с решеточной неустойчивостью кристаллической решетки вследствие наличия повышенной плотности дислокаций в мартенсите после закалки, которая способствует началу фазового перехода [109]. Таким образом, структура закаленной стали обладает меньшей термодинамической стабильностью, что отражается на ходе альфа-гамма превращения.

Кинетическая кривая образования аустенита (рисунок 3.7) в закаленной стали характеризуется более плавным увеличением количества аустенита при нагреве, по сравнению с высоко отпущенным состоянием стали. Это связано с меньшей скоростью превращения на пике второй стадии и, возможно, разными

механизмами роста зародышей аустенита. Установлено, что с увеличением степени неравновесности исходной структуры наблюдается рост количества аустенита, образующегося по первой и второй стадиям альфа-гамма превращения и уменьшение вклада третьей стадии превращения.

Таблица 3.2. – Влияние исходного состояния на критические точки стали

Критические точки, °С	Состояние	
	Закаленное	Высоко отпущенное
A_{C1} , °С	677	687
A_{C3} , °С	909	898
Мн, °С	453	433

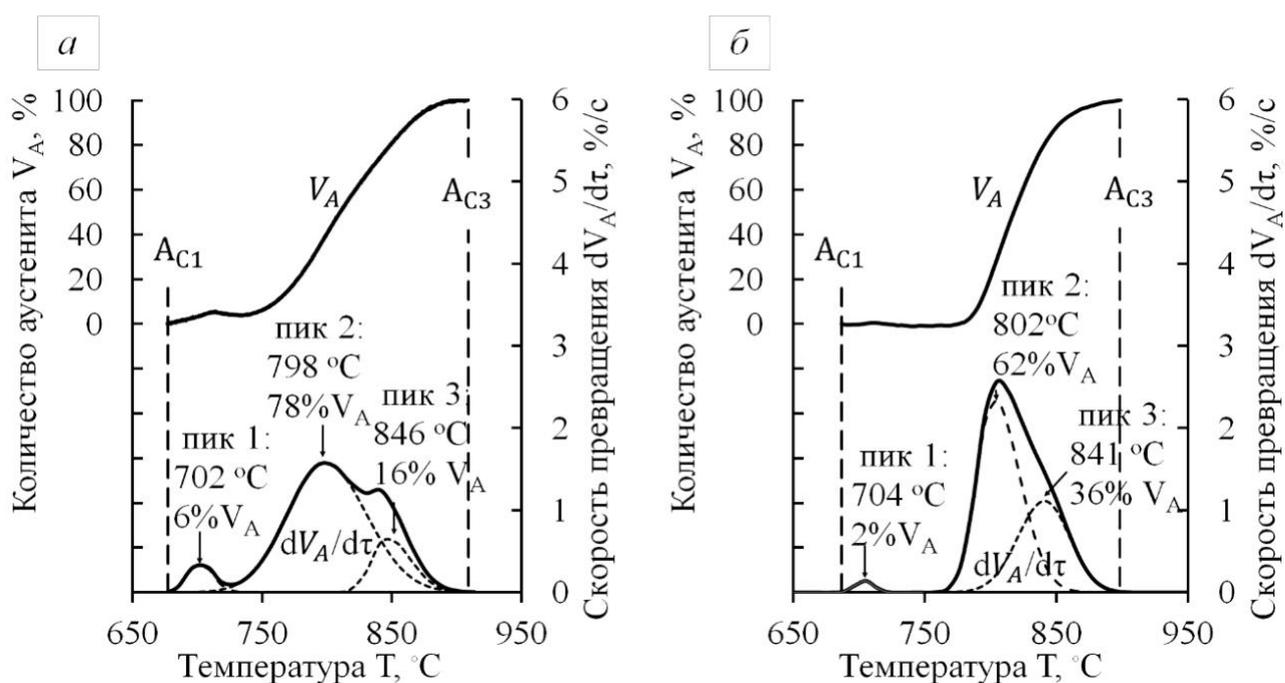


Рисунок 3.7 – Кинетические кривые образования аустенита V_A при непрерывном нагреве стали 10X3Г3МФС со скоростью $1,5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ в закаленном (а) и отпущенном (б) состояниях и их производные dV_A/dt

3.2.3 Влияние исходного состояния стали 10ХЗГЗМФС на процесс аустенитизации в изотермических условиях при нагреве в МКИТ

Для закаленного и высоко отпущенного состояний стали 10ХЗГЗМФС проводили термическую обработку в закалочном dilatометре. Режим обработки включал нагрев со скоростью 1,5 °С/с до температуры изотермической выдержки (715, 750, 800 и 860 °С), выдержку 9 часов и ускоренное охлаждение (50 °С/с). На рисунке 3.8 представлены dilatометрические кривые режимов неполной закалки стали.

Количество образованного аустенита в матричной альфа-фазе стали 10ХЗГЗМФС при неполной закалке определяется исходным состоянием и параметрами термической обработки. Влияние температуры нагрева и времени выдержки отражено на изотермических диаграммах образования аустенита (рисунок 3.9), на которую нанесены значения твердости. При выдержках 860 °С происходит полное превращение альфа-фазы в гамма-фазу.

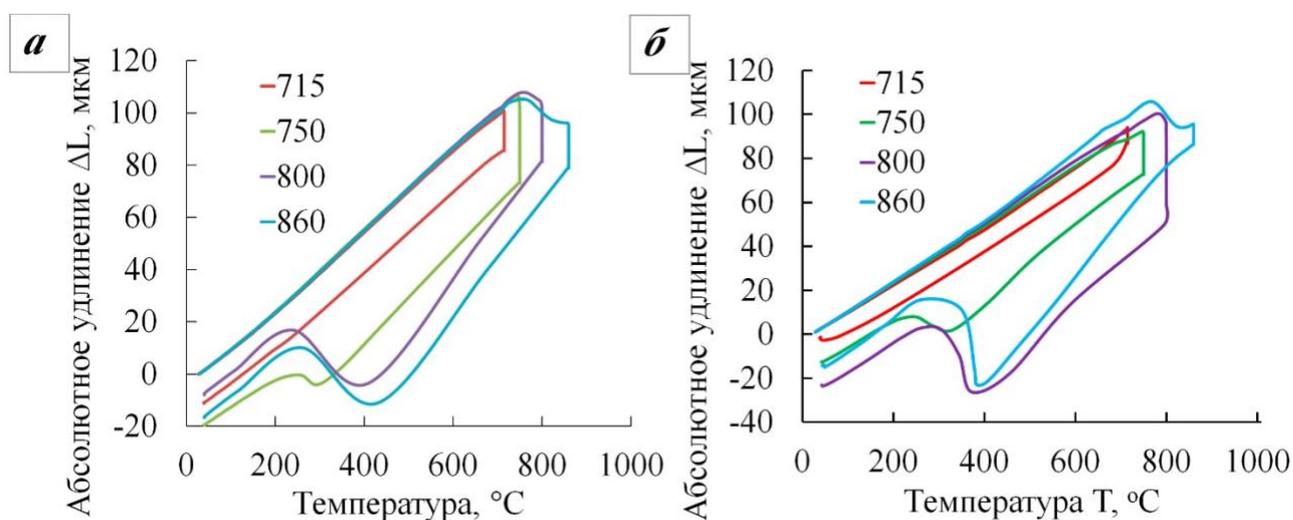


Рисунок 3.8 – Общий вид dilatометрических кривых стали 10ХЗГЗМФС в исходно закаленном (а) и исходно отпущенном (б) состояниях, полученных при термической обработке с нагревом в МКИТ

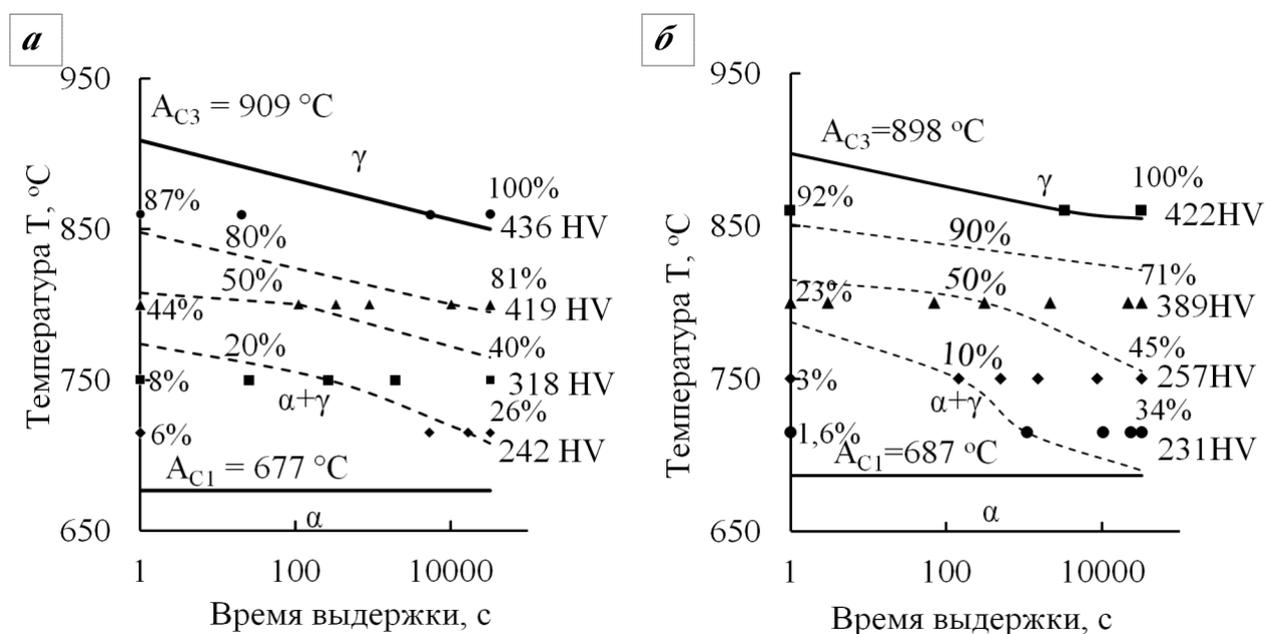


Рисунок 3.9 – Изотермические диаграммы образования аустенита в стали 10X3Г3МФС в предварительно закаленном (а) и предварительно высокоотпущенном состоянии (б)

Влияние исходного состояния на количество аустенита при неполной закалке отражено на рисунке 3.10. В нижней части МКИТ (при температурах выдержки 715 °C и 750 °C) конечное содержание аустенита в структуре отпущенной стали несколько больше, чем в закаленной, а в верхней части МКИТ наблюдается противоположная тенденция.

Стоит отметить, что выдержки при 800 °C приводят к образованию наибольшего количества изотермического аустенита, что объясняется достижением максимума скорости превращения при нагреве до данной температуры и проявляется в большей мере в случае высокоотпущенного состояния, в связи с достижением более высокой скорости превращения, определяемой высотой второго пика на производной кинетической кривой (рисунок 3.7).

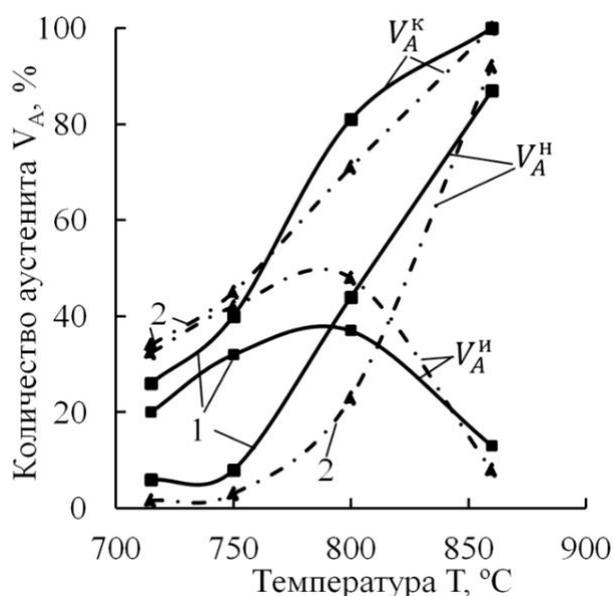


Рисунок 3.10 – Зависимость количества аустенита в начале V_A^H и конце V_A^K изотермической выдержки от температуры нагрева T стали в закаленном (1) и высоко отпущенном состоянии (2); количество аустенита, образованного при выдержке в МКИТ V_A^H для стали 10X3Г3МФС в закаленном (1) и высоко отпущенном состоянии (2)

3.3. Влияние исходной структуры стали 10X3Г3МФС и температуры нагрева под неполную закалку на формирование структуры и свойств

Исследование особенностей формирования структуры при изотермической аустенитизации стали 10X3Г3МФС в межкритическом интервале температур проводили на термически обработанных в dilatометре образцах. Предварительной термической обработкой сформированы два структурных состояния стали – закаленное и высоко отпущенное (описание в разделе 3.1). Затем, режимы неполных закалок обеспечивали нагрев со средней скоростью 1,5 °C/с на температуры 715 °C, 750 °C, 800 °C и 860 °C, выдержку 9 часов и ускоренное охлаждение со скоростью 50 °C/с.

3.3.1 Формирование структуры предварительно закаленной стали 10Х3Г3МФС в МКИТ

В закаленном состоянии сталь 10Х3Г3МФС обладает структурой низкоуглеродистого пакетного мартенсита (рисунок 3.11, *а*).

Нагрев и выдержка при температуре 715 °С способствует развитию процессов отпуска в матричной альфа-фазе, но пакетно-реечная морфология сохраняется. Просматриваются отдельные границы зерна, карбиды внутри зерна, часто расположенные в виде цепочек по границам бывших реек (рисунок 3.11, *б*). Карбидные частицы сохраняются не только в матричной альфа-фазе (плоские участки), но и внутри мартенситных участков (светлые, объемные области на рисунке 3.12, *б*). Мартенситные участки располагаются по границам зерна и пакетов (рисунок 3.12, *б*), что является следствием развития первой стадии превращения и согласуется с данными работ [22, 24, 111, 112].

В процессе выдержки при 750 °С появляется аустенит пластинчатой морфологии, аналогично наблюдаемому в исследовании [112]. Участки свежего мартенсита, образующегося на месте аустенита, выглядят как светлые области продолговатой формы с четкой границей (показаны стрелками на рисунке 3.11, *в*). Вдоль одной границы двух соседних реек выделяется несколько пластин аустенита. Образование аустенита происходит с сохранением ориентационной связи с матрицей, что проявляется в сохранении преимущественного направления роста пластин аустенита в пределах каждого пакета (рисунок 3.12, *в*). Карбидные частицы в структуре альфа-фазы сохраняются.

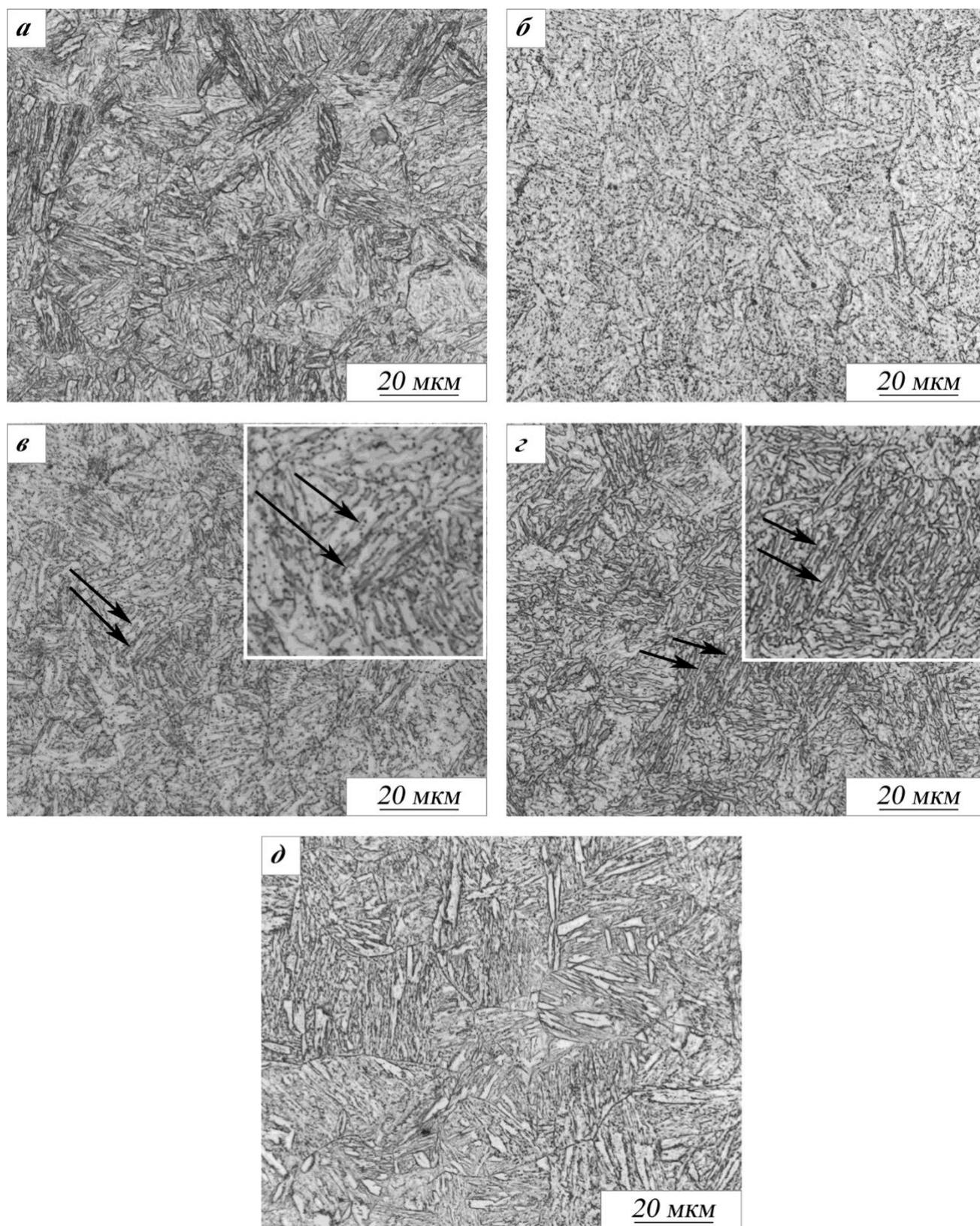


Рисунок 3.11 – Микроструктура (СМ) стали 10X3Г3МФС в закаленном состоянии (а) и после неполных закалок от температур 715 °С (б), 750 °С (в), 800 °С (г), 860 °С (д); добавочное увеличение на врезках $\times 2$

Увеличение температуры нагрева до 800 °С (рисунок 3.11, *з*) приводит к развитию второй стадии превращения и формированию структуры с 81 % мартенсита (рисунок 3.9, *а*). Превращение осуществляется за счет роста аустенитных участков вдоль границ реек до столкновения. Стоит отметить, что образованные пластины не имеют внутренних границ и после закалки на мартенсит выглядят как единое целое (рисунок 3.12, *з*). Пластины разделяют пакеты и зерна матричной альфа-фазы на части. Толщина пластин превращенного аустенита изменяется в меньшей мере, чем ширина и поэтому между участками мартенсита оказываются пластинчатые участки матричной альфа-фазы (рисунок 3.12, *з*). Тонкая структура матричной альфа-фазы (рисунок 3.13, *а*) характеризуется наличием дислокационных субграниц и карбидов. Кроме того, вследствие фазового наклепа при протекании мартенситного превращения, вблизи границ феррита с мартенситом, плотность хаотически расположенных дислокаций повышается. Пластины мартенсита содержат тонкие прослойки остаточного аустенита (рисунок 3.13, *б*). Сохранение аустенита после закалки обусловлено, по-видимому, обогащением областей гамма-фазы углеродом в процессе изотермической выдержки и неравномерным его распределением в теле пластин аустенита, что в отдельных областях приводит к понижению температуры начала мартенситного превращения. На границах бывшего аустенитного зерна в структуре стали присутствуют полиэдрической формы мартенситные области (рисунок 3.13, *в*).

Выдержка при температуре 860 °С приводит к полной аустенитизации, что подтверждается данными дилатометрического исследования. Структура стали имеет пакетно-реечное строение (рисунок 3.11, *д*). Дислокации равномерно распределяются в объеме пакетов мартенсита (рисунок 3.13, *з*). В отдельных областях присутствуют участки двойникового мартенсита (рисунок 3.13, *д*), что свидетельствует о неравномерном распределении углерода в аустените в данных условиях неполной закалки. Восстановления размеров аустенитного зерна не происходит. Средний размер зерна уменьшается на 30 % относительно исходного состояния и составляет $22,7 \pm 2,0$ мкм.

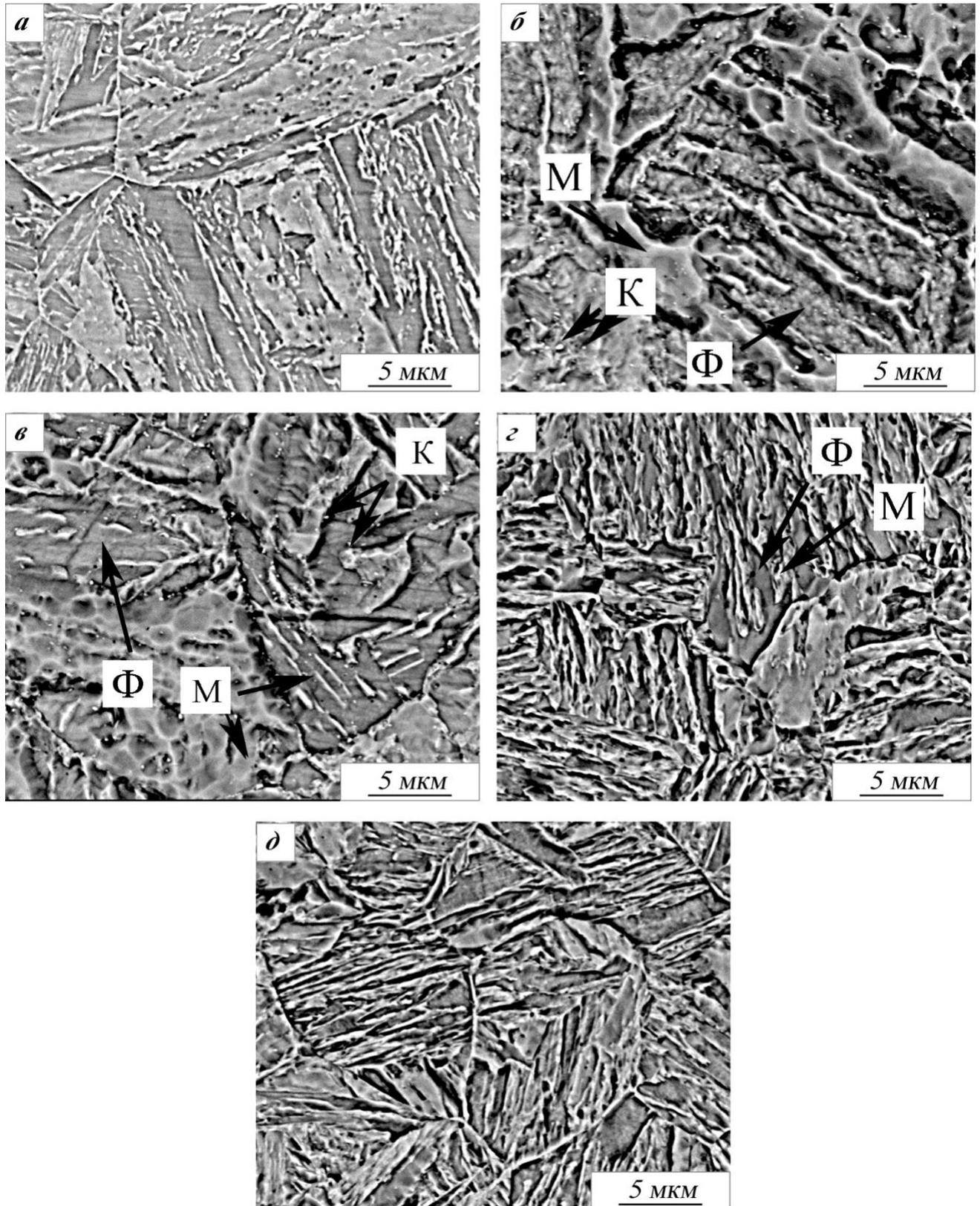


Рисунок 3.12 – Микроструктура (СЭМ) стали 10X3Г3МФС в закаленном состоянии (*a*) и после неполных закалок от температур 715 °C (*б*), 750 °C (*в*), 800 °C (*г*), 860 °C (*д*)

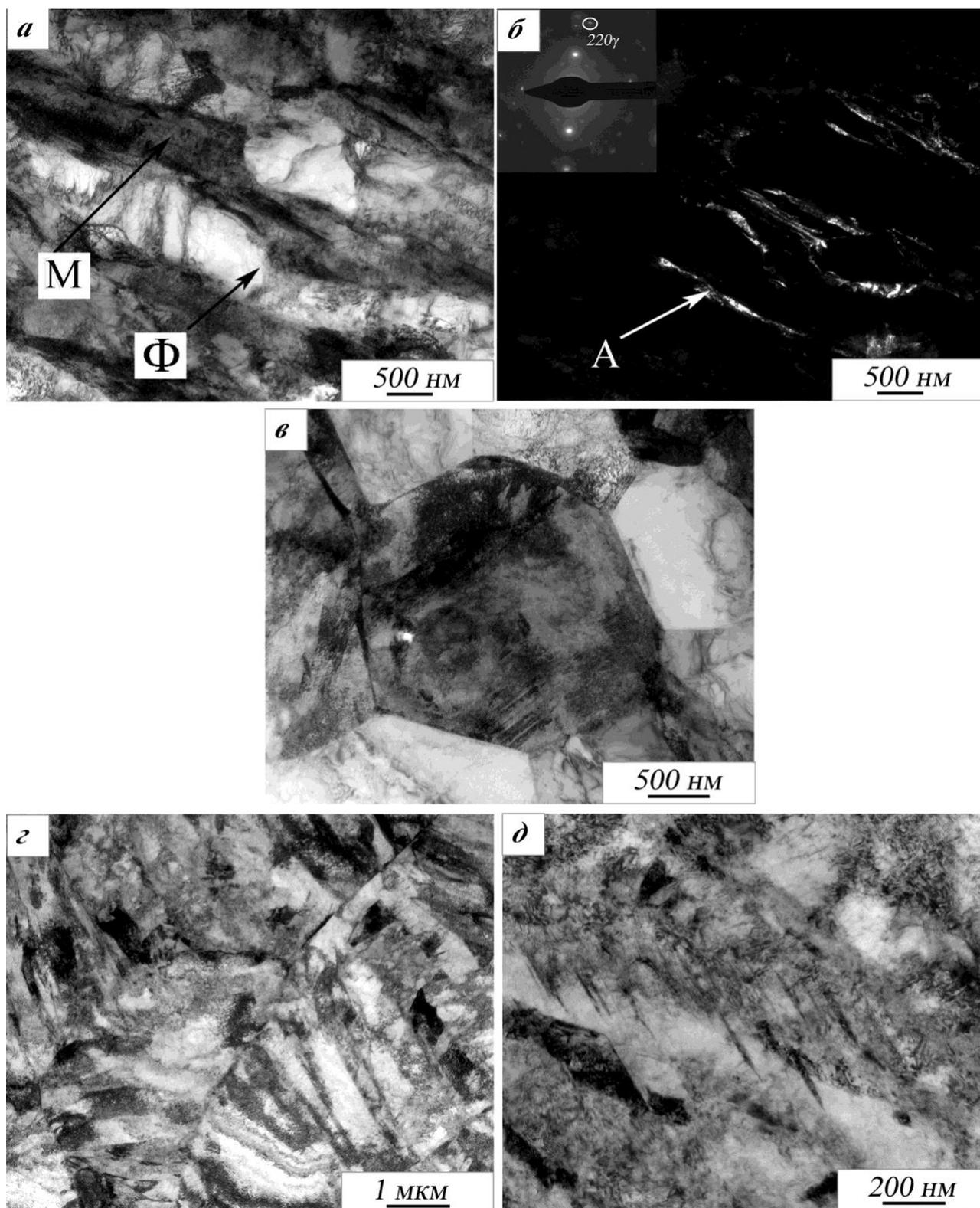


Рисунок 3.13 – Микроструктура (ПЭМ) закаленной стали 10X3ГЗМФС после неполных закалок от температур 800 °С (а - в) и 860 °С (з, д): а, в, з, д – светлопольное изображение, б – темнопольное изображение в рефлексе аустенита

3.3.2 Формирование структуры предварительно высоко отпущенной стали 10X3ГЗМФС в МКИТ

В высоко отпущенном состоянии структура стали представляет собой частично сохранившую пакетно-реечное строение ферритную матрицу и карбиды (рисунок 3.14, *а*).

После закалки из нижней части в структуре присутствуют темные участки мартенситного распада переохлажденного аустенита. Участки превращенного аустенита на границах зерна и пакетов, образующиеся по первой стадии альфа- гамма превращения, хорошо видны после выдержки при 715 °С и 750 °С (серые стрелки на рисунке 3.14, *б*, *в*). Активация второй стадии альфа-гамма превращения приводит к появлению цепочек пластинчатой формы участков превращенного аустенита по границам реек (черные стрелки на рисунке 3.14, *в*).

В процессе развития фазового перехода при повышении температуры нагрева до 800 °С (рисунок 3.14, *г*) появляется все большее количество новых зародышей аустенита на границах реек, а их рост осуществляется не только вдоль границы рейки, но и в её тело. Нарушается ориентационная связь аустенитных участков с матрицей, и после их столкновения границы аустенитных зерен сохраняются. Комплекс новых зерен окружает участки матричной альфа-фазы, имеющей разную форму – от полиэдрической до пластинчатой с неровными границами. Доля аустенита к концу выдержки составляет 71 % (рисунок 3.9, *б*).

Закалка высоко отпущенной стали 10X3ГЗМФС от температуры 860 °С приводит к получению 100 % мартенсита (рисунок 3.14, *д*), что подтверждается данными дилатометрического исследования (рисунок 3.9, *б*). Восстановления размеров аустенитного зерна не происходит. Средний размер зерна уменьшается на 46 % относительно исходного состояния и составляет $16,0 \pm 0,4$ мкм.

Размеры ферритных участков в структуре по мере повышения температуры изотермической выдержки постепенно уменьшаются (рисунок 3.15). Размеры мартенситных участков остаются дисперсными в широком интервале температур нагрева и при неполной закалке от 800 °С с выдержкой 9 часов формируется

двухфазная мартенситно-ферритная структура с близким размером структурных участков, размер которых составляет 3,7 - 4,0 мкм.

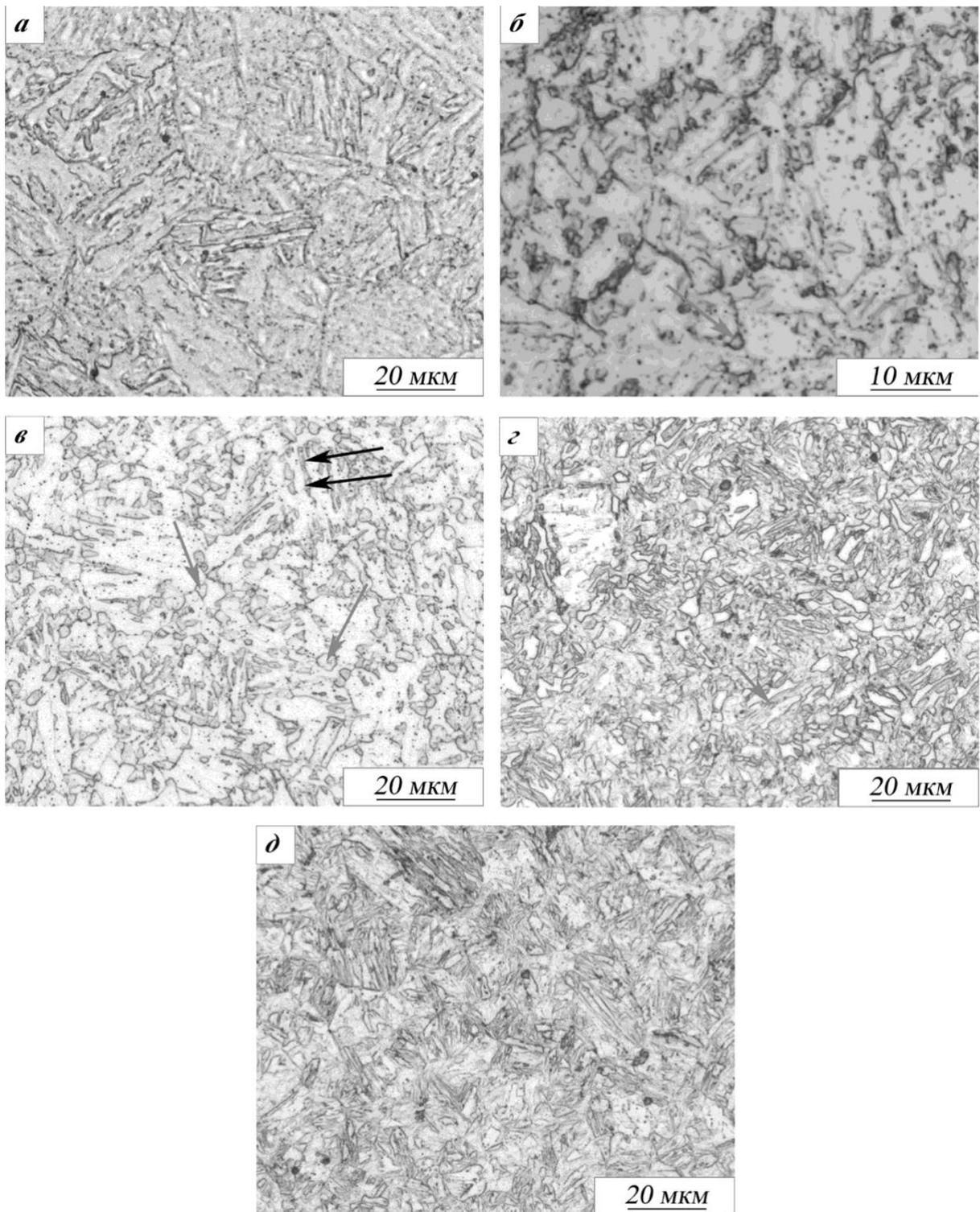


Рисунок 3.14 – Микроструктура (СМ) стали 10X3Г3МФС в высокоотпущенном состоянии (а) и после неполных закалок от температур 715 °С (б), 750 °С (в), 800 °С (г), 860 °С (д)

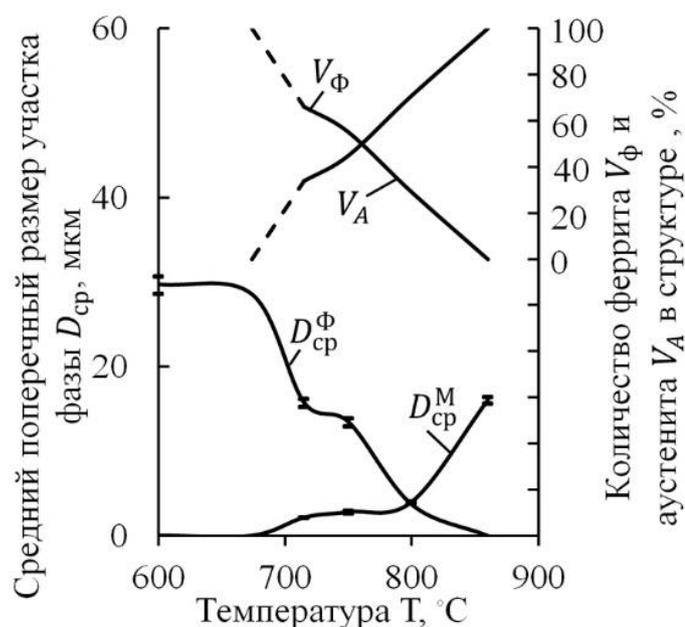


Рисунок 3.15 – Размеры участков двухфазной структуры: феррита $D_{ср}^Ф$ и мартенсита $D_{ср}^М$; количество (данные дилатометрии) аустенита V_A и феррита $V_{Ф}$ в высоко отпущенной стали 10X3Г3МФС после режимов неполных закалок

По данным растровой электронной микроскопии при повышении температуры изотермической выдержки доля карбидной фазы уменьшается (рисунок 3.16). В структуре матричной альфа-фазы после высокого отпуска карбиды присутствуют как на границах, так и в теле зерна (рисунок 3.16, а). Неполная закалка от 715 °C (рисунок 3.16, б) способствует развитию полигонизационных процессов в матрице и формированию обширных бесструктурных участков матричной альфа-фазы неправильной формы с карбидными частицами внутри них. Мартенситные участки имеют развитую субструктуру, глобулярную (рисунок 3.16, б) и пластинчатую формы (рисунок 3.16, в). При повышении температуры изотермической выдержки до 800 °C (рисунок 3.16, г) существенно сокращается количество плоских ферритных участков; карбидная фаза внутри них представлена единичными частицами. Участки матричной альфа-фазой разделены областями с мартенситной структурой. Стоит отметить, что мартенситные области превращенного аустенита представляют собой объединения более мелких полиэдрических участков, что

подтверждается данными металлографического анализа методом СМ. После неполной закалки от 860 °С (рисунок 3.16, *д*) сформирована структура пакетного мартенсита.

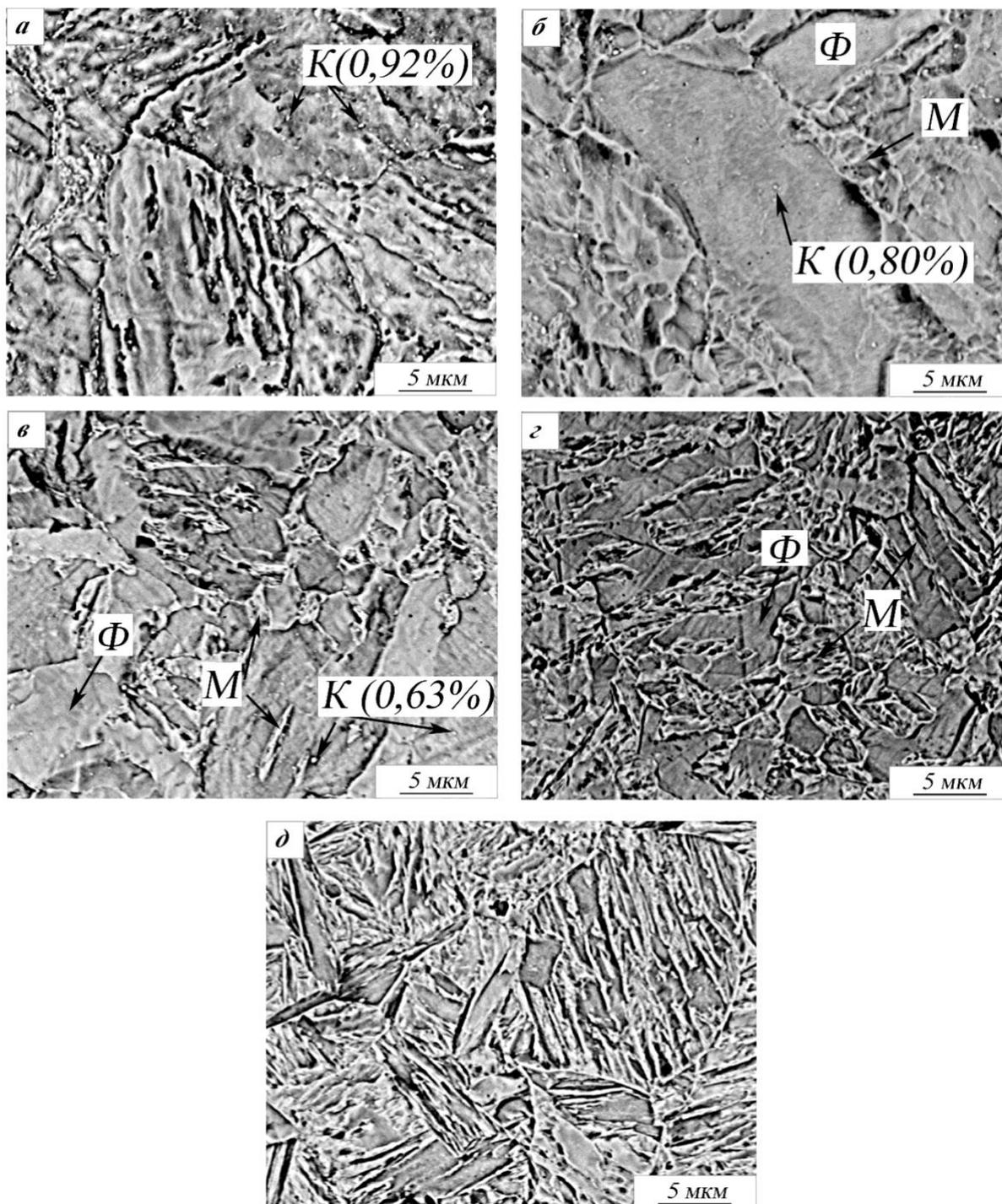


Рисунок 3.16 – Микроструктура стали 10X3Г3МФС (РЭМ) в высокоотпущенном состоянии (*а*) и после неполных закалок от температур 715 °С (*б*), 750 °С (*в*), 800 °С (*з*), 860 °С (*д*); Ф – матричная альфа-фаза, М – мартенсит, К – карбиды

3.3.3 Влияние исходного состояния на формирование комплекса механических свойств стали 10X3Г3МФС при неполной закалке

Комплекс механических свойств исследуемой стали (таблица 3.3) определяется предварительной и окончательной термической обработками. Сталь после охлаждения на воздухе с температур горячейковки (закалка) приобретает высокую прочность с уровнем временного сопротивления $\sigma_b = 1320$ МПа. Характеристики пластичности находятся на уровне: 14 % относительное удлинение, 54 % относительное сужение. Уровень ударной вязкости удовлетворительный: КСТ = 0,44 МДж/м². Отпуск закаленной стали при температуре 680 °С приводит к снижению прочностных свойств ($\sigma_b = 790$ МПа) и повышению пластичности ($\delta = 16$ %, $\psi = 74$ %) и ударной вязкости КСТ = 1,02 МДж/м².

В результате повторной закалки с нагревом в МКИТ сформированы два состояния стали с различным содержанием мартенсита: 80 % (состояние № 2 в таблице 3.3.) и 97 % (состояние № 3 в таблице 3.3.). Значения временного сопротивления и характеристик пластичности этих состояний одинаковы. С повышением температуры нагрева от 800 °С до 860 °С наблюдается рост условного предела текучести и снижение уровня ударной вязкости. После неполной закалки от 800 °С относительно исходно закаленного состояния наблюдается увеличение относительного сужения с 54 до 60 %. Уровень ударной вязкости стали КСТ увеличивается существенно, более чем на 70 %, до 0,76 МДж/м².

Для предварительно отпущенной стали увеличение температуры неполной закалки с 800 °С до 860 °С приводит к росту характеристик прочности (временное сопротивление σ_b увеличилось на 67 %) при снижении ударной вязкости КСТ и относительного удлинения [113]. Относительное сужение остается на одном уровне. Таким образом, неполная закалка отпущенной стали может использоваться как упрочняющая термическая обработка.

Заслуживает внимания состояние стали после повторной закалки от 800 °С (№ 5), так как наблюдали положительное изменение свойств относительно

закаленного состояния (№ 1): достигнут более высокий уровень ударной вязкости (повышается на 52 %) при снижении временного сопротивления и условного предела текучести на 15 %.

Оценка восприимчивости материала к холодной пластической деформации проводилась по критерию $\sigma_{0,2}/\sigma_B$ [114]. Минимальное значение отношения условного предела текучести и временного сопротивления установлено для состояния стали 10Х3ГЗМФС после повторной закалки от 800 °С, что обуславливает его выбор для дальнейшей обработки методом ХРК.

Таблица 3.3 – Механические свойства стали после различных режимов термической обработки

№	Исходное состояние	Режим неполной закалки: температура, °С, время, мин	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %	КСТ, МДж/м ²	$\sigma_{0,2}/\sigma_B$
1	Закаленное	-	960	1320	14,0	54	0,44	0,73
2		800, 120	910	1350	12,0	62	0,76	0,67
3		860, 120	970	1350	12,0	62	0,28	0,72
4	Высоко отпущенное	-	670	790	16,0	74	1,02	0,84
5		800, 120	830	1120	15,0	59	0,64	0,74
6		860, 120	950	1310	12,0	59	0,24	0,73

Исследование поверхности разрушения испытанных на ударную вязкость КСТ образцов (рисунок 3.17) выявило влияние термической обработки стали на структуру излома. Излом закаленной стали (рисунок 3.17, а) характеризуется наличием боковых утяжек и плоской части, где разрушение происходило в условиях плоского деформированного состояния. Характер плоской части излома хрупко-вязкий благодаря наличию ямок и фасеток квазискола (рисунок 3.17, з). Закалка из МКИТ от 800 °С (рисунок 3.17, б) приводит к уменьшению плоской части макроизлома, а на микроуровне (рисунок 3.17, д) разрушение развивается путем образования и роста ямок, свойственного вязкому механизму разрушения. Увеличение температуры неполной закалки до 860 °С (рисунок 3.17, в) приводит к увеличению плоской части макроповерхности разрушения, а на микроуровне

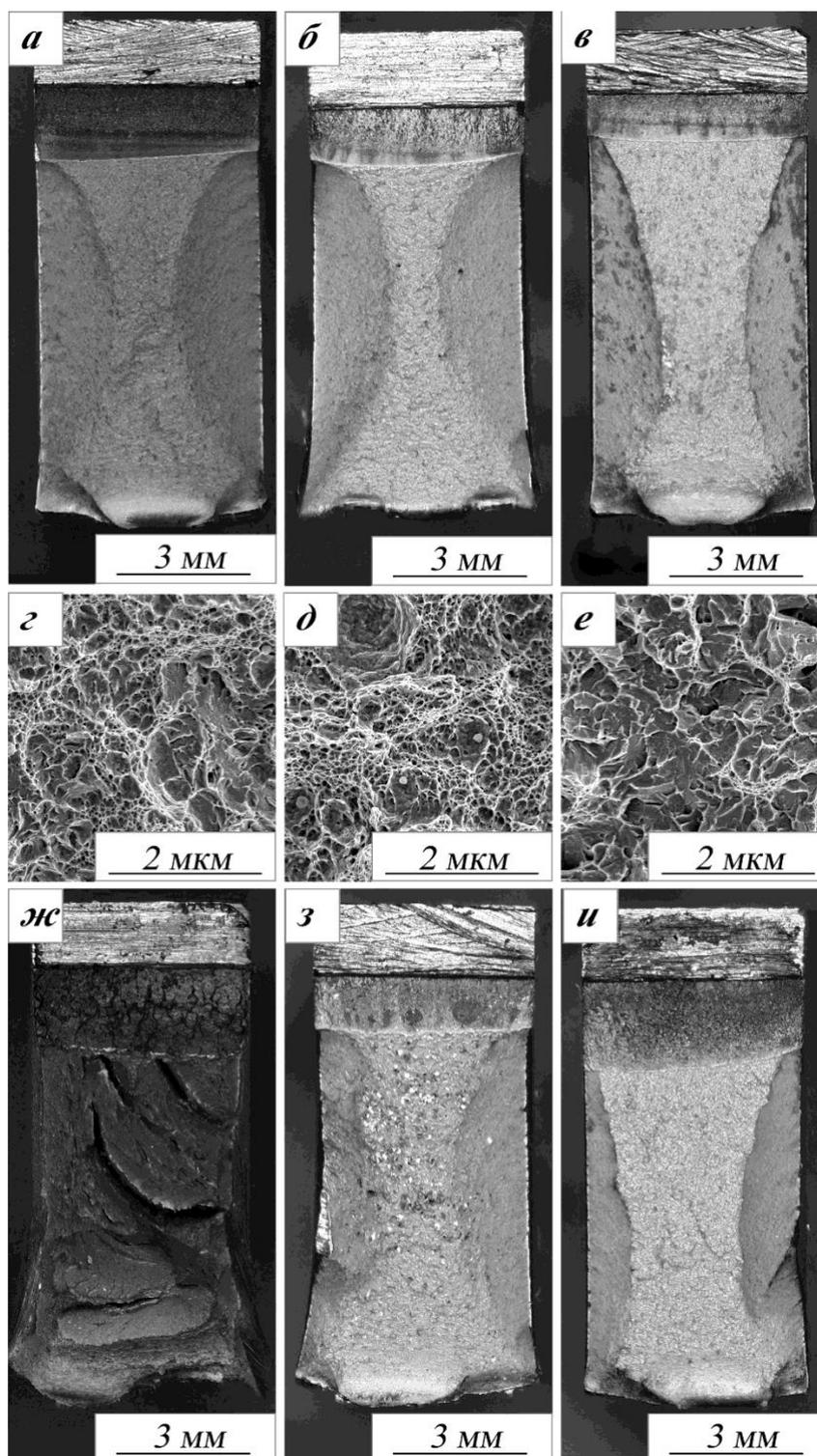


Рисунок 3.17 – Изломы испытанных на ударную вязкость КСТ образцов из стали 10X3Г3МФС, предварительно обработанных по различным режимам: закалка (*а, г*), неполная закалка стали от 800 °С (*б, д*) и 860 °С (*в, е*), высокий отпуск при 680 °С (*ж*) и последующая неполная закалка от 800 °С (*з*) и 860 °С (*и*):

а - в, ж - и – СМ, *г - е* – СЭМ

(рисунок 3.17, *е*) разрушение происходит преимущественно по механизму квазискола.

Излом высоко отпущенной стали 10Х3Г3МФС (рисунок 3.17, *ж*) имеет развитую поверхность с большим количеством макро-расщеплений [115]. Влияние температуры неполной закалки на характер макроизлома такое же, как и в случае закаленного состояния. Наблюдается увеличение площади плоской части поверхности разрушения (рисунок 3.17, *з, и*), что в сочетании со снижением уровня ударной вязкости КСТ может свидетельствовать о смене механизма разрушения с вязкого на квазискол.

3.4 Выводы по главе 3

По результатам исследования процесса аустенитизации стали 10Х3Г3МФС в МКИТ и влияния исходного состояния на структуру и свойства после неполной закалки, можно сделать следующие выводы:

1. Температурный интервал альфа-гамма превращения закаленной стали 10Х3Г3МФС при непрерывном нагреве в диапазоне скоростей 0,15 - 90 °С/с расширяется за счет снижения A_{C1} при переходе от скорости нагрева 20 °С/с к скорости нагрева 90 °С/с, в связи с сохранением решеточной неустойчивости мартенситной структуры, и постепенного повышения A_{C3} , происходящего вследствие смещения диффузионно-зависимых процессов в область более высоких температур.

2. Процесс фазового перехода при непрерывном нагреве со скоростью 1,5 °С/с в закаленной стали по отношению к высоко отпущенному состоянию характеризуется более широким температурным интервалом альфа-гамма превращения: более низкой температурой A_{C1} и более высокой A_{C3} , плавной кинетической кривой и меньшей величиной максимума скорости превращения.

3. Скорость образования аустенита в структуре стали 10Х3Г3МФС при непрерывном нагреве вне зависимости от исходного состояния имеет три

экстремума, характеризующие три стадии фазового перехода. Интенсивное образование аустенита происходит преимущественно в температурном интервале второй стадии превращения. Для предварительно закаленной стали при повышении скорости нагрева от 0,15 до 90 °С/с количество аустенита, образованного по второй стадии превращения, увеличивается с 68 % до 83 – 84 % за счет уменьшения доли аустенита, образующегося по третьей стадии.

4. В предварительно закаленной стали в процессе нагрева под неполную закалку от температур 715 - 800 °С количество атермического аустенита к моменту начала выдержки несколько больше, чем при нагреве предварительно отпущенной структуры. Однако в процессе выдержки превращение быстро затухает, и при одинаковых температурах обработки доля изотермического аустенита в предварительно закаленной стали остается несколько меньше, чем в предварительно отпущенной. Максимум объемной доли изотермического аустенита для исследованных состояний наблюдается вблизи максимума скорости превращения при непрерывном нагреве, после неполной закалки от 800 °С.

5. Морфологические особенности формирования гамма-фазы в структуре стали 10Х3ГЗМФС в изотермических условиях обусловлены сохранением при средних скоростях нагрева в МКИТ пакетно-реечного строения матричной альфа-фазы. Образование аустенита при температурах первой стадии превращения происходит на границах бывшего зерна аустенита и границах пакетов матричной альфа-фазы. При температурах второй стадии превращения аустенит образуется по границам реек, а его рост определяется развитием полиганизационных процессов в матричной альфа-фазе. В закаленной стали наблюдали сохранение и рост пластинчатой формы аустенита. В предварительно высоко отпущенной стали рост аустенита происходит с образованием цепочек полиэдрической формы зерен. При температурах третьей стадии аустенитизации происходит поглощение оставшихся участков матричной альфа-фазы аустенитом.

6. Образование аустенита на границах сохранившейся субструктуры альфа-фазы и кинетические особенности образования гаммы-фазы способствуют диспергированию структуры. В случае предварительно отпущенной стали размер

мартенситных участков после закалок 715 - 800 °С остается примерно на одном уровне, размер ферритных участков уменьшается. Завершение превращения при изотермической выдержке 860 °С приводит к уменьшению первоначального размера зерна: в случае исходно закаленной стали на 30 % до 22,7 мкм, а в случае высоко отпущенной на 46 % до 16,0 мкм.

7. Диспергирование структуры стали 10Х3Г3МФТ в исследованных исходных состояниях в МКИТ обеспечивает получение высоких значений ударной вязкости КСТ при неполной закалке от 800 °С, а повышение температуры неполной закалки до 860 °С приводит к снижению уровня ударной вязкости КСТ. Лучшим сочетанием механических характеристик: ударной вязкости КСТ 0,76 МДж/м² и прочности 1350 МПа, обладает ламельная структура стали 10Х3Г3МФС, полученная повторной закалкой с нагревом в МКИТ на температуру 800 °С.

8. Состояние предварительно закаленной стали после неполной закалки от 800 °С, имеющее высокий комплекс характеристик механических свойств, выбрано в качестве исходного перед деформационной обработкой.

ГЛАВА 4. Влияние холодной пластической деформации на формирование структуры и свойств предварительно закаленной из МКИТ стали 10Х3Г3МФС

В данном разделе представлены результаты исследования стали 10Х3Г3МФС, прошедшей этапы термической и деформационной обработки. Прутки диаметром 19 мм в предварительно закаленном состоянии подвергали закалке из МКИТ с температуры 800 °С для перехода к мартенситно-ферритному состоянию. Температура нагрева в МКИТ была выбрана с учетом результатов исследований, приведенных в главе 3.

Далее, методом холодной радиальной ковки получали три состояния стали со степенями деформации 20 %, 40 % и 60 %. Исследование структуры проводили методами световой и электронной микроскопии. Определяли механические свойства стали, распределение твердости по сечению прутков, изучали структуру изломов испытанных на ударный изгиб образцов.

4.1 Формирование структуры стали 10Х3Г3МФС в процессе холодной радиальной ковки

Сталь 10Х3Г3МФС перед деформацией имеет преимущественно мартенситную структуру (рисунок 4.1, *a*). Форма участков мартенсита определяется морфологией аустенита, образованного в МКИТ. Присутствует небольшое количество полиэдрических зерен превращенного аустенита, и большое количество пластин превращенного аустенита внутри матричного зерна, сформированного на этапе формообразования стального изделия при охлаждении на воздухе. Внутри матричного зерна стали мартенситные кристаллы чередуются с изолированными участками непревращенной альфа-фазы, также имеющей форму пластин. Как показали электронно-микроскопические исследования (рисунок 3.10, *a*, *b*), внутри мартенситных участков в небольшом количестве содержится остаточный аустенит.

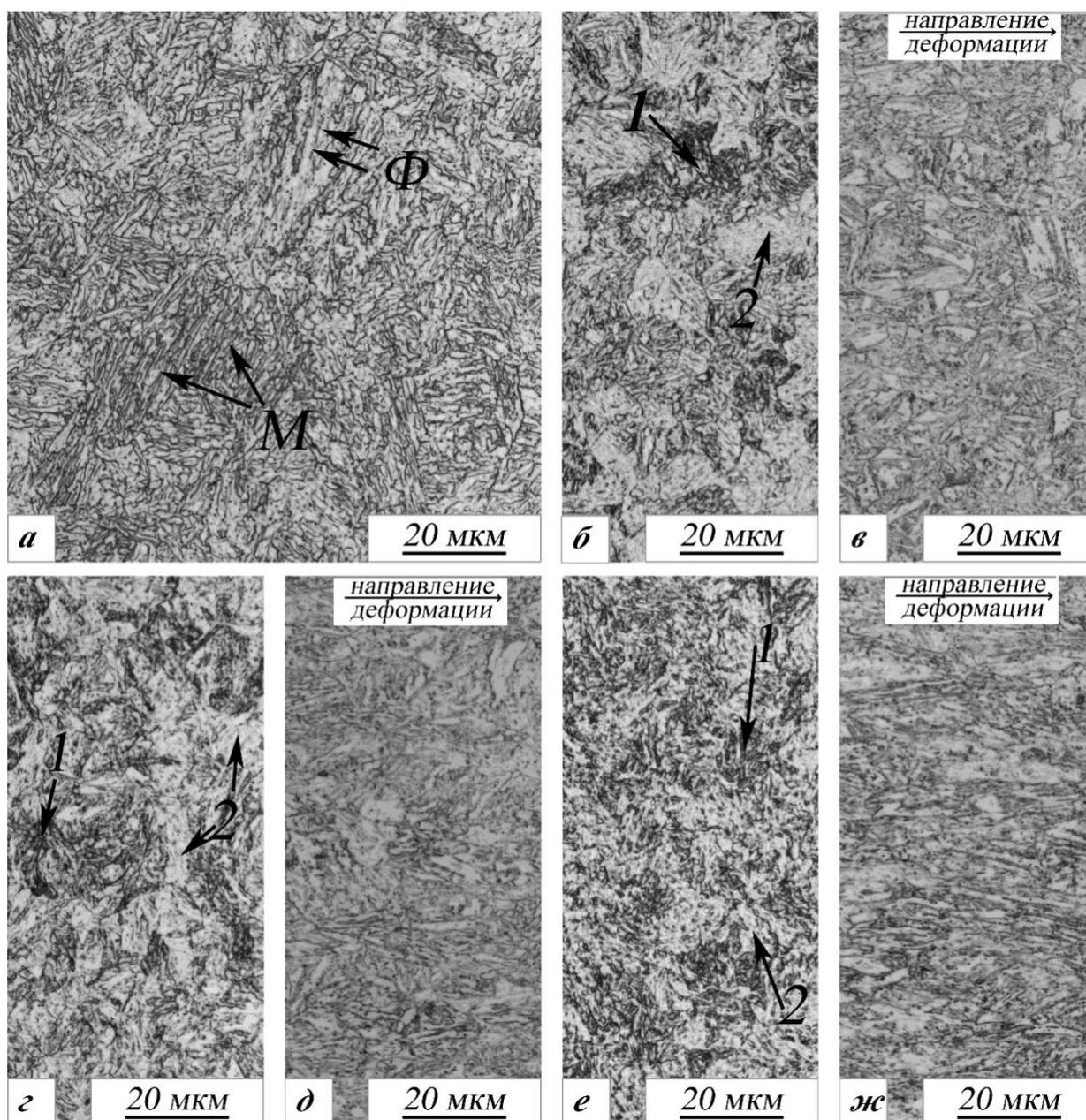


Рисунок 4.1 – Микроструктура стали 10X3Г3МФС после неполной закалки от 800 °С (а) и последующей ХРК со степенью $\varepsilon = 20\%$ (б, в), $\varepsilon = 40\%$ (г, д), $\varepsilon = 60\%$ (е, ж) в поперечном (а, б, г, е) и продольном (в, д, ж) сечениях прутка; М – мартенсит, Ф – феррит, 1, 2 – области повышенной и пониженной травимости, соответственно

В процессе холодной радиальной ковки в микроструктуре поперечного сечения прутка наблюдаются следующие изменения: образование дисперсных участков с разной травимостью и исчезновение пакетно-речного строения зерна. Светлые участки после деформации 20 % имеют собственные границы

(рисунок 4.1, б), которые перестают различаться при повышении степени деформации. Темные участки имеют развитую субструктуру различной морфологии: после деформации 20 % внутри таких участков прослеживается преимущественно пластинчатое строение (рисунок 4.1, б), после деформации 40 % - пластинчато-зернистое (рисунок 4.1, в), а после деформации 60 % - преимущественно зернистое (рисунок 4.1, г). В продольном сечении на микроструктурном уровне также происходят существенные изменения. После деформации 20 % сохраняется пакетно-реечное строение зерна (рисунок 4.1, в), направленность структурных элементов в направлении деформации отсутствует. После деформации 40 % наблюдали разворот отдельных элементов структуры в направлении деформации (рисунок 4.1, г). При $\varepsilon = 60$ % можно говорить о возникновении полосовой структуры (рисунок 4.1, ж).

Исследование тонкой структуры деформированной стали проводили в продольном сечении прутка. Субструктура стали после $\varepsilon = 20$ % отличается повышенной плотностью дефектов кристаллического строения (рисунок 4.2, а) и локальных скоплений дислокаций в виде полос (отмечены стрелками на рисунке 4.2, б). Темнопольный анализ показал наличие остаточного аустенита в виде тонких пластин в местах с повышенной плотностью дислокаций (рисунок 4.2, в - д).

На субзеренном уровне в структуре стали с $\varepsilon = 40$ % наблюдается ориентировка объемов металла по направлению наибольшей вытяжки (рисунок 4.3, а), присутствуют отдельные параллельные друг другу конфигурации совершенных (ножевых) дислокационных границ (рисунок 4.3, б). Появление областей с внутренней однородной фрагментированной структурой в форме пластин, ограниченных протяженными ножевыми границами, является началом формирования полосовой структуры [62]. Анализ дифракционных картин показал присутствие рефлексов аустенита (рисунок 4.3, в - д).

На рисунке 4.4, а показана структура стали после деформации со степенью 60 %, для которой характерно наличие отдельных сформированных полос. Полосы разбиты на фрагменты (рисунок 4.4, в), присутствуют микрообласти с высокоугловыми границами, практически свободные от дислокаций

(рисунок 4.4, б), что свидетельствует о протекании динамической полигонизации [15]. На микродифракционных картинах рефлексы аустенита не обнаружены (рисунок 4.4, г).

Увеличение степени деформации способствует уменьшению характерного элемента субструктуры – ячеек деформации. В субструктуре закаленной из МКИТ стали за счет фрагментации дислокационными границами ферритных прослоек образуются области размером 496 ± 178 нм (рисунок 4.5, а). В холоднодеформированной стали с $\varepsilon = 20\%$ размер ячеек деформации составляет 245 ± 105 нм (рисунок 4.5, б), а в состоянии с $\varepsilon = 40\%$ и $\varepsilon = 60\%$ - 125 ± 54 нм (рисунок 4.5, в) и 67 ± 28 нм (рисунок 4.5, г), соответственно. Повышение дисперсности субструктуры сопровождается сужением интервалов распределения ячеек деформации по размерам, то есть увеличивается однородность структуры. Фрагментация структуры сопровождается ростом плотности дислокаций (рисунок 4.6).

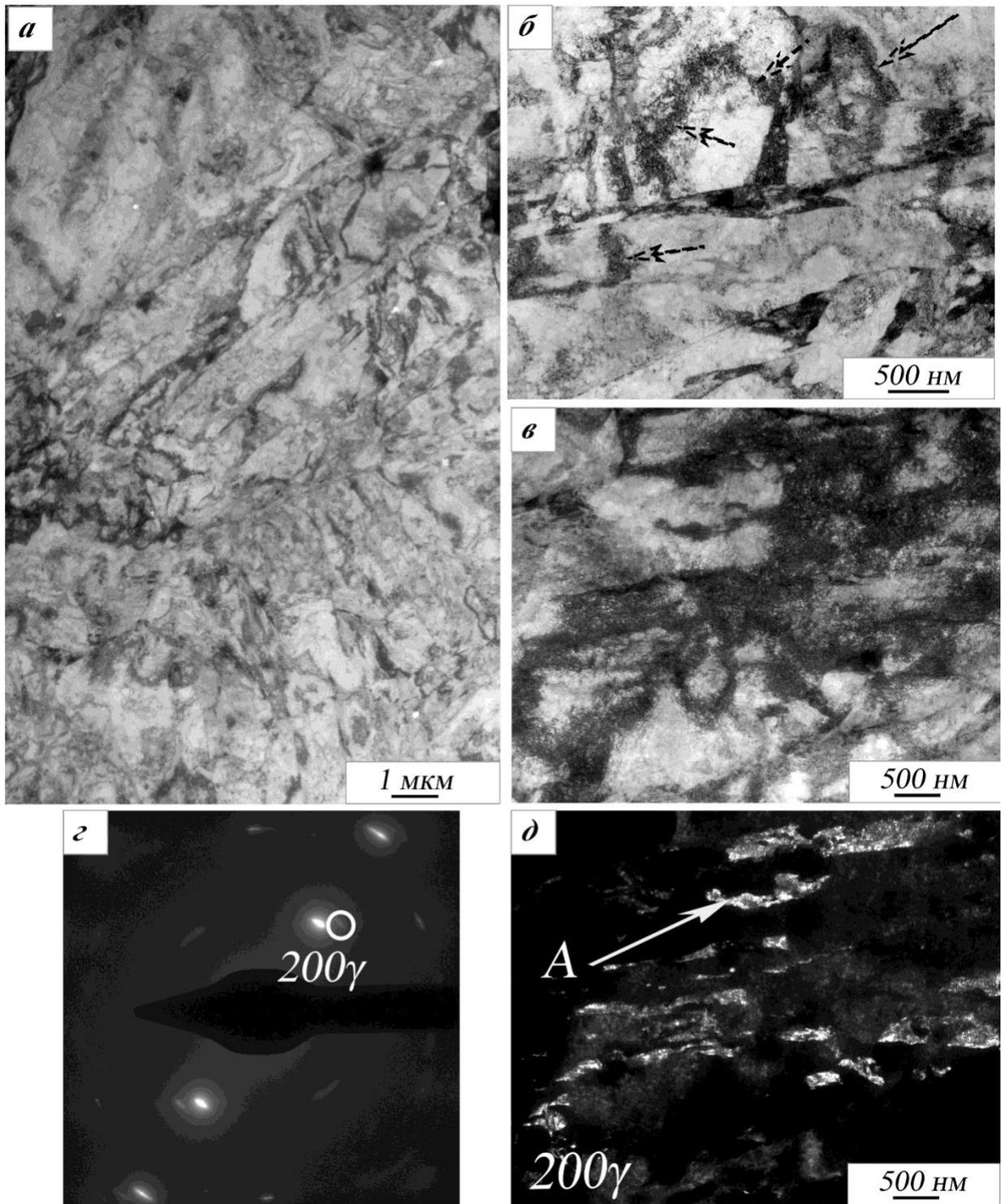


Рисунок 4.2 – Тонкая структура стали 10X3Г3МФС в продольном сечении прутка после ХРК со степенью 20 %: *a - в* – светлопольное изображение, *г* – картина микродифракции с поля зрения (*в*), *д* – темнопольное изображение поля зрения (*в*) в рефлексе аустенита $[200]_{\gamma}$

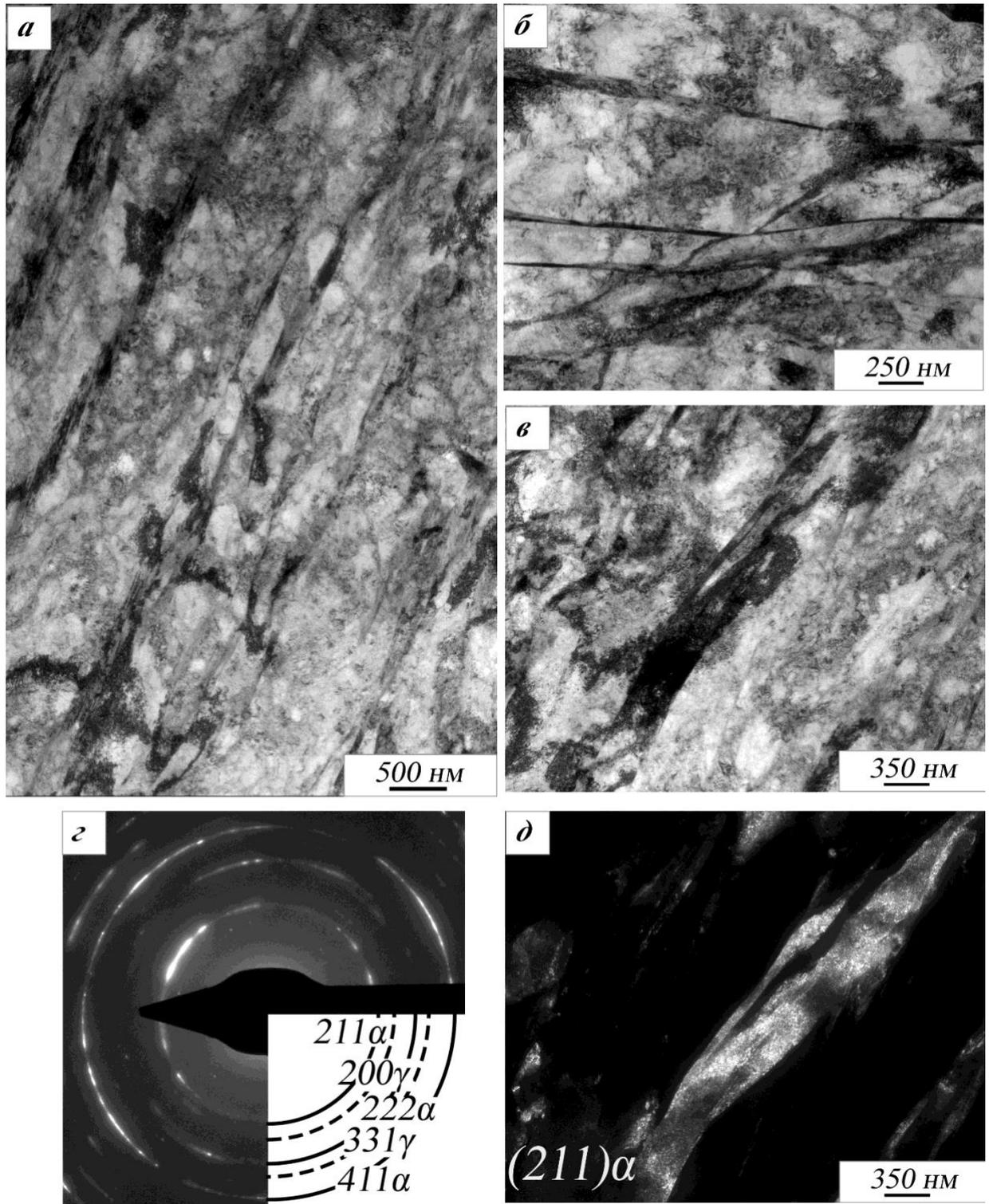


Рисунок 4.3 – Тонкая структура стали 10X3Г3МФС в продольном сечении прутка после ХРК со степенью 40 %: *а* - *в* – светлопольное изображение, *г* – картина микродифракции с поля зрения (*в*), *д* – темнопольное изображение поля зрения (*в*) в рефлексе альфа-фазы $[211]\alpha$

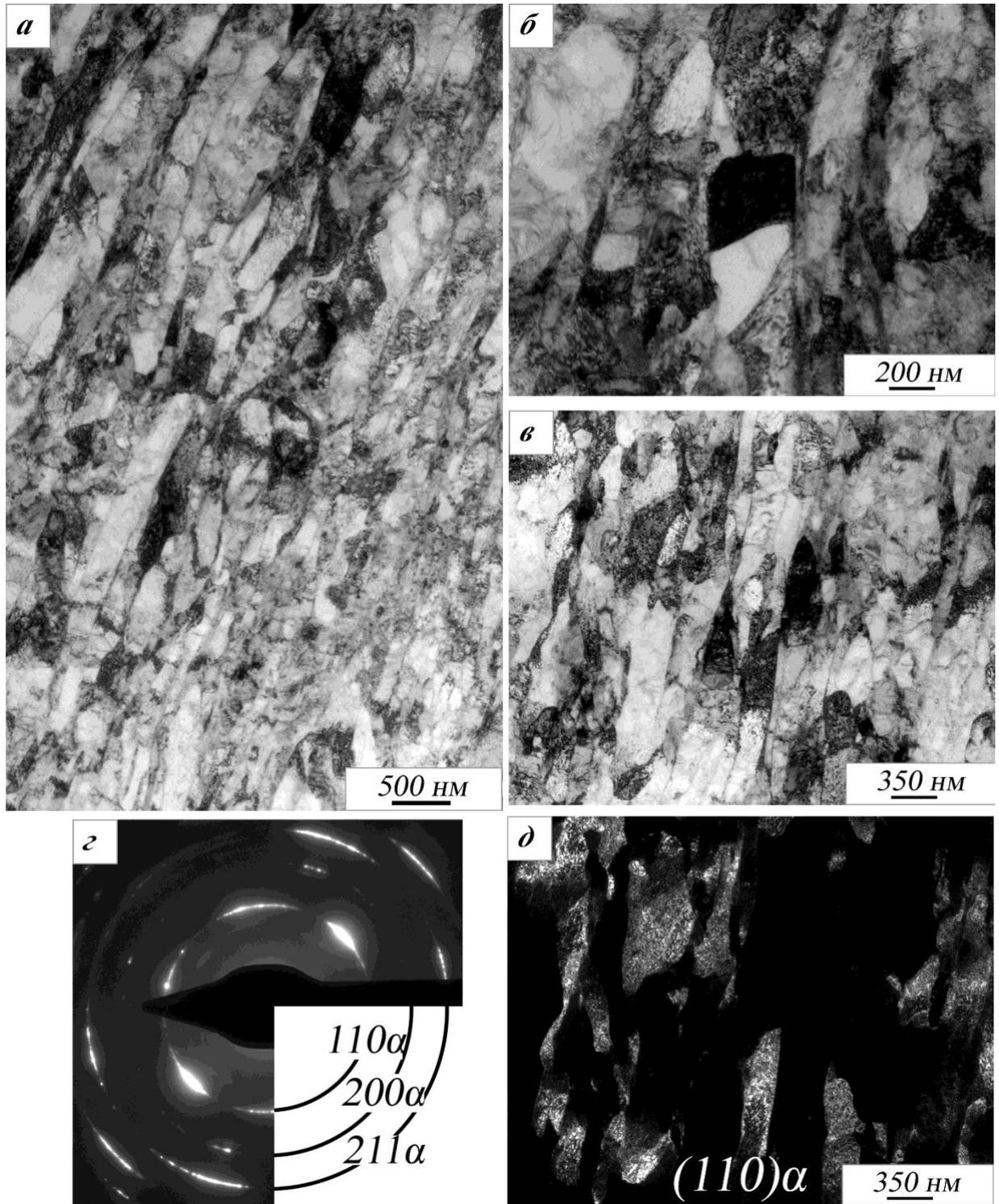


Рисунок 4.4 – Тонкая структура стали 10X3Г3МФС в продольном сечении прутка после ХРК со степенью 60 %: *a* - *б* – светлопольное изображение, *в* – картина микродифракции с поля зрения (*в*), *д* - темнопольное изображение поля зрения (*в*) в рефлексе альфа-фазы $[110]\alpha$

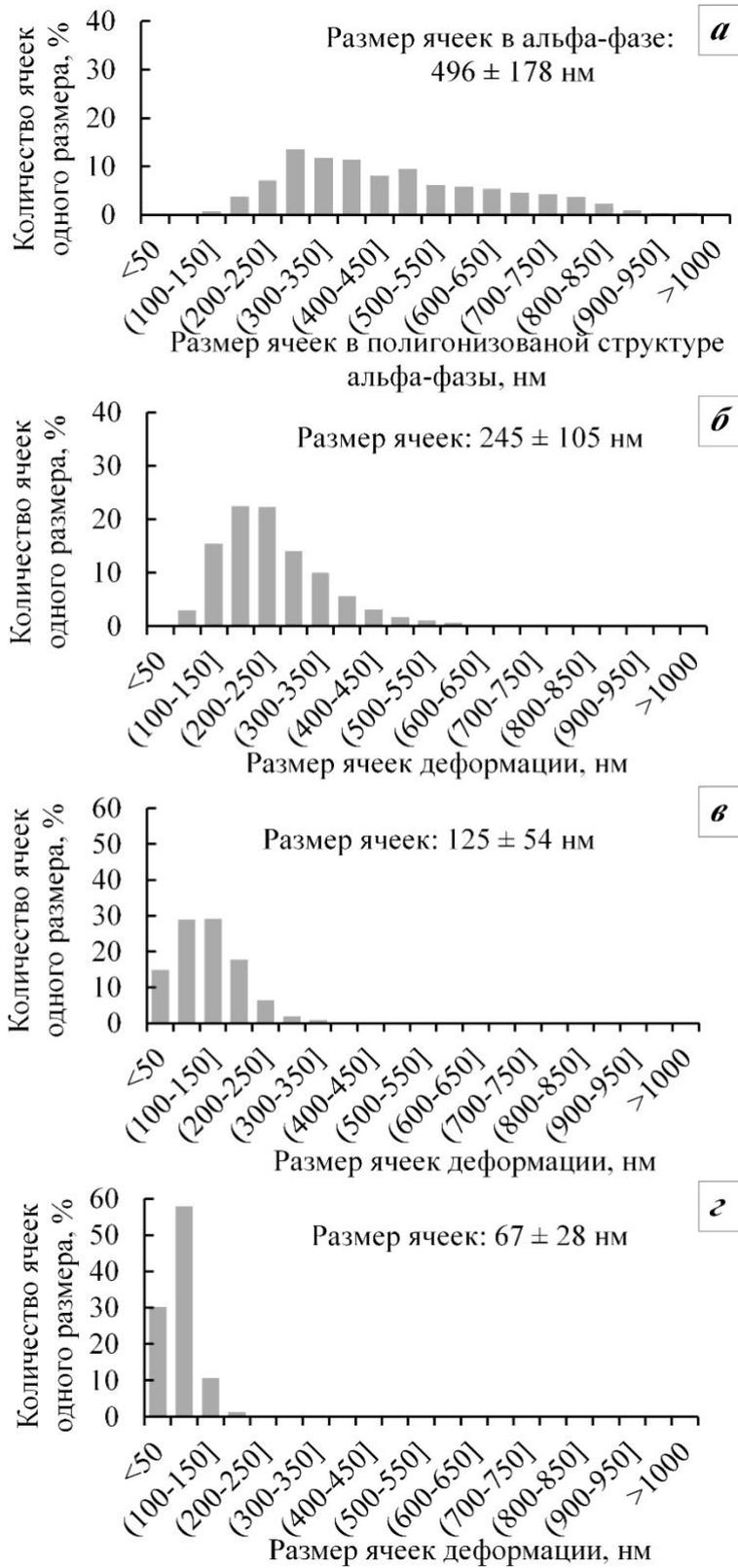


Рисунок 4.5 – Гистограммы распределения: размеров дислокационных ячеек, сформированных в альфа-фазе при неполной закалке от $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а) и размеров дислокационных ячеек, сформированных под влиянием ХРК со степенью 20 % (б), 40 % (в), 60 % (г)

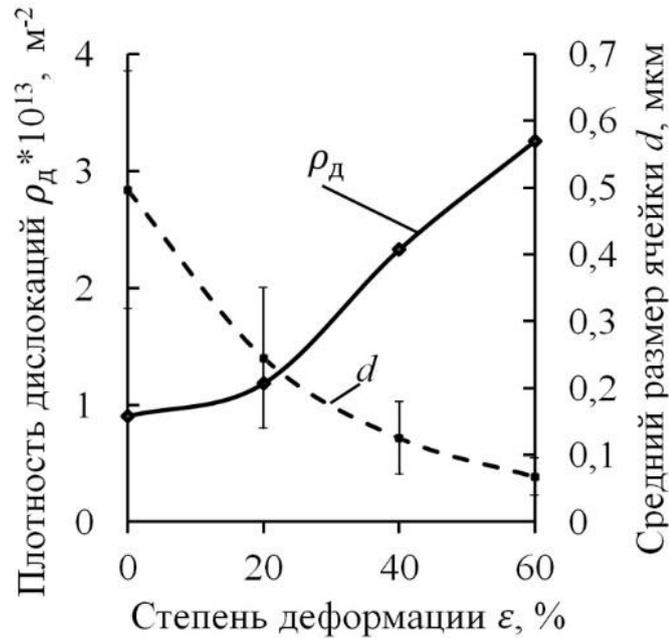


Рисунок 4.6 – Влияние степени деформации при ХРК на размер ячеек деформации и плотность дислокаций стали 10Х3Г3МФС

4.2. Формирование механических свойств стали 10Х3Г3МФС в процессе холодной радиальнойковки

Характер диаграмм одноосного растяжения образцов стали 10Х3Г3МФС после деформации отвечает высокопрочному состоянию (рисунок 4.7). За участком упругой деформации отсутствует участок равномерной деформации, наблюдается плавное достижение максимума напряжения, определяемого как временное сопротивление стали. Определение условного предела текучести по методике ГОСТ 1497-84, которая заключается в построении на расстоянии $\varepsilon = 0,2$ % прямой, параллельной участку упругой деформации, не представляется возможным. Точка пресечения восстановленной прямой оказывается на участке локализации деформации в испытуемом образце [116]. В таком случае условный предел текучести принимали равным временному сопротивлению материала.

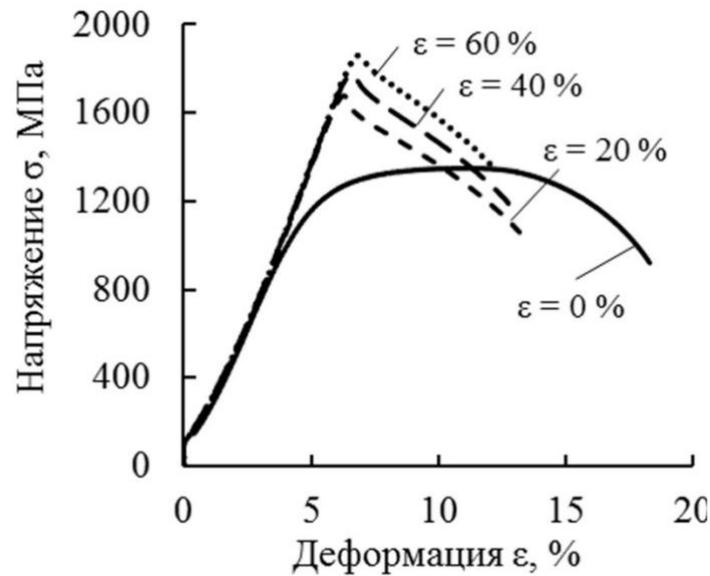


Рисунок 4.7 – Диаграммы одноосного растяжения образцов стали 10ХЗГЗМФС после неполной закалки от 800 °С ($\varepsilon = 0\%$) и после ХРК со степенями деформации $\varepsilon = 20, 40$ и 60%

Холодная радиальная ковка стали 10ХЗГЗМФС в мартенситно-ферритном состоянии приводит к повышению характеристик прочности (таблица 4.1): временное сопротивление (предел прочности) увеличивается на 38 % до 1860 МПа. Наблюдается снижение характеристик пластичности: относительное удлинение δ уменьшается на 43 %, относительное сужение ψ снижается на 27 %. Представляет интерес влияние степени пластической деформации на надежность материала. Ударная вязкость КСТ стали снижается в три раза относительно исходного состояния. Интенсивное снижение КСТ (в пять раз) происходит при увеличении степени деформации от 0 % до 20 %, в то время как повышение степени деформации от 20 % до 40 % не изменяет уровень ударной вязкости, а увеличение степени деформации от 40 % до 60 % приводит к росту характеристики КСТ на 50 %. В работе [117] наблюдали противоположное влияние степени пластической деформации на ударную вязкость: холодная радиальная ковка стали 10ХЗГЗМФ со степенью 60 % приводит к росту ударной вязкости относительно исходного закаленного состояния с 0,21 МДж/м² до 0,55 МДж/м². Такое различие в поведении КСТ связано со структурными изменениями в процессе деформирования сталей. В

стали 10X3Г3МФ пред деформацией структура представляет собой низкоуглеродистый мартенсит, в стали 10X3Г3МФС предварительной термической обработкой получено многофазное состояние, где, наряду с пакетным мартенситом, содержится непревращенная при неполной закалке альфа-фаза и небольшое количество пластинчатой формы аустенита. Деформационное воздействие способствует протеканию процессов фрагментации, повышает однородность распределения дефектов кристаллического строения и служит термодинамическим стимулом к развитию фазового гамма-альфа перехода. Протекание фазового превращения отрицательно сказывается на надежности материала, так как образование мартенсита с повышенным содержанием углерода на месте тонких пластин остаточного аустенита охрупчивает сталь. Кроме того, стоит отметить, что благодаря окружающей мартенситной матрице остаточный аустенит в стали 10X3Г3МФС обладает высокой устойчивостью [52, 53] и частично сохраняется в структуре стали при $\varepsilon = 20$ и 40 %, что подтверждается результатами анализа картин микродифракции.

Таблица 4.1 – Влияние степени деформации на механические свойства стали 10X3Г3МФС

№	Степень деформации ε , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	Ψ , %	КСТ, МДж/м ²
1	0*	910	1350	12,0	62	0,76
2	20	1670	1680	8,2	55	0,15
3	40	1770	1770	7,5	49	0,16
4	60	1860	1860	6,8	45	0,23

Примечание. * Предварительная термическая обработка: закалка 800 °С

В результате ХПД сформировано градиентное состояние материала с неоднородным распределением твердости в поперечном сечении прутка (рисунок 4.8), что согласуется с данными работы [51]. После холодной радиальнойковки твердость прутка увеличивается с 419 кгс/мм² до 541 кгс/мм² в центральной части, и до 479 кгс/мм² на периферии. Разница значений твердости центральной части образца и периферии увеличивается с 9 % до 14 % при увеличении степени деформации от 20 % до 60 %. Неравномерное распределение твердости в материале

возникает в связи с особенностями наложения полей деформации в заготовке круглого сечения, которое приводит к тому, что центральная часть прутка испытывает более высокие степени деформации [118].

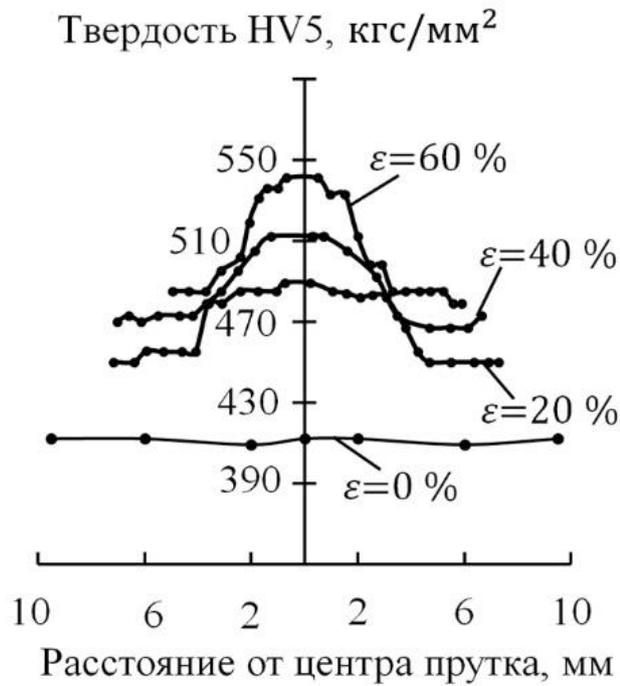


Рисунок 4.8 – Распределение твердости в поперечном сечении образцов стали 10X3ГЗМФС после неполной закалки от 800 °С ($\varepsilon = 0\%$) и после ХРК со степенями деформации $\varepsilon = 20, 40$ и 60%

При повышении степени деформации наблюдали изменение рельефа излома образцов с трещиной, испытанных на ударный изгиб (рисунок 4.9). Для исходного состояния характерно наличие значительных боковых утяжек (рисунок 4.9, а). В плоской части излома разрушение происходит по вязкому механизму (рисунок 4.9, б). Состояние стали с $\varepsilon = 20\%$ характеризуется большой площадью плоской поверхности излома (рисунок 4.9, в) и сменой механизма разрушения на квазискол (рисунок 4.9, г). Площадь поверхности разрушения, занимаемая фасетками квазискола, соответствует 74%. С повышением степени деформации до 40% на макроповерхности разрушения (рисунок 4.10, а) появляются неровности –

макро-расщепления [116], механизм разрушения остается квазискол (рисунок 4.10, б), но доля фасеток снижается до 70 %. В макроструктуре излома деформированной с $\varepsilon = 60\%$ стали присутствует большое количество разно ориентированных макро-расщеплений (рисунок 4.10, в), в плоской части излома меняется характер разрушения с хрупкого на хрупко-вязкий (рисунок 4.10, г). Доля хрупкой составляющей уменьшается до 53 %.

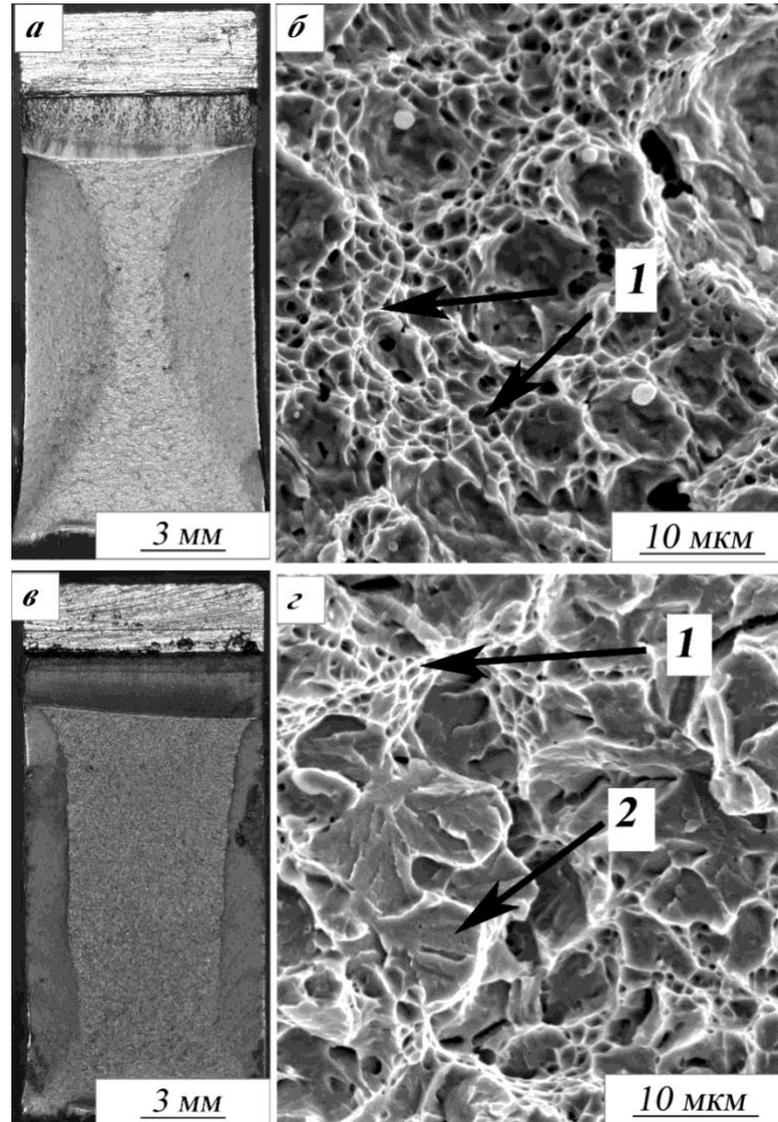


Рисунок 4.9 – Изломы образцов стали 10X3Г3МФС после испытаний на ударный изгиб: а, б – неполная закалка от 800 °С; в, г – ХРК с $\varepsilon = 20\%$: 1 – ямки, 2 – фасетки

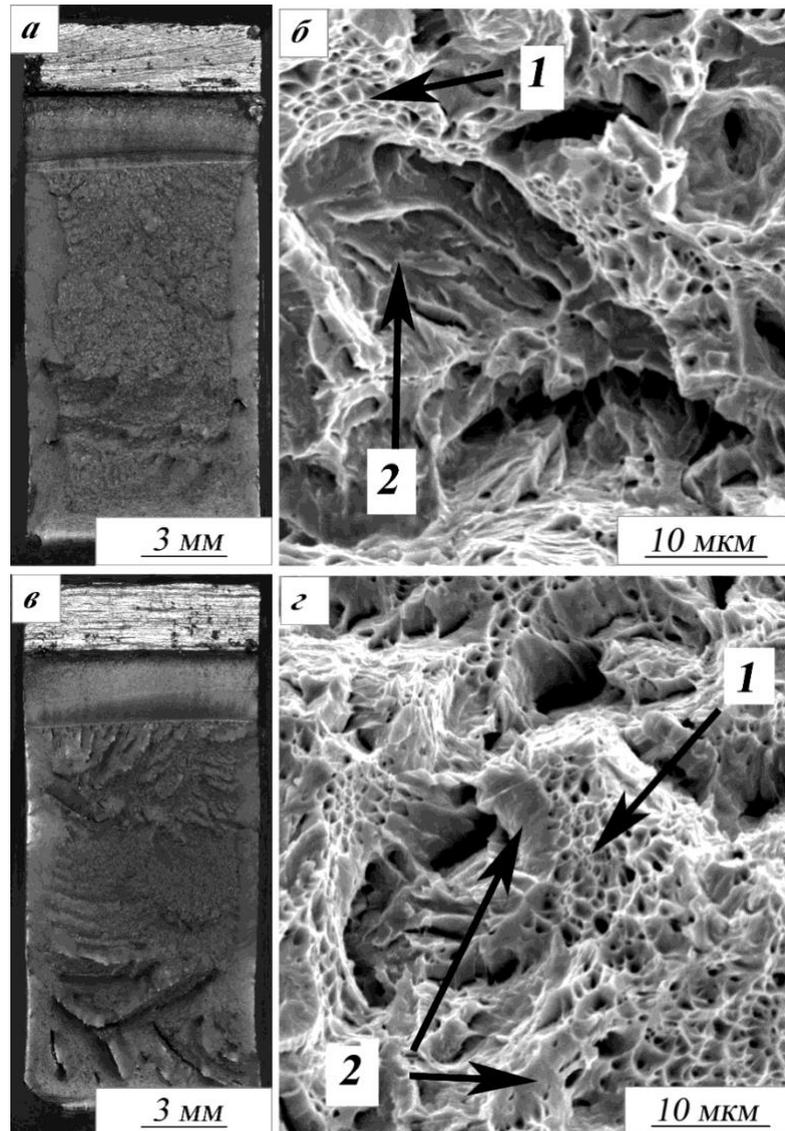


Рисунок 4.10 – Изломы образцов стали 10X3Г3МФС после испытаний на ударный изгиб: *a, б* – ХРК с $\varepsilon = 40\%$; *в, г* – ХРК с $\varepsilon = 60\%$: *1* – ямки, *2* – фасетки

4.3 Выводы по главе 4

По результатам исследования влияния степени деформации при ХРК на структуру и свойства предварительно закаленной из МКИТ стали 10Х3Г3МФС можно сделать следующие выводы:

1. Холодная пластическая деформация прутков стали 10Х3Г3МФС с многофазной структурой способствует развитию процессов фрагментации и фазового гамма-альфа превращения, что обеспечивает переход стали в высокопрочное состояние с уровнем временного сопротивления 1860 МПа и низкой ударной вязкостью $KCT = 0,24 \text{ МДж/м}^2$.

2. Тонкие пластины остаточного аустенита, сформированные неполной закалкой стали от 800 °С, располагаются в мартенситном каркасе и обладают высокой деформационной устойчивостью. Превращение остаточного аустенита в мартенсит деформации происходит постепенно. После деформации 20 % пластинчатая форма аустенитных участков сохраняется. После деформации 40 % остаточный аустенит обнаружен по наличию рефлексов гамма-фазы на микродифракционных картинах. После деформации со степенью 60 % на микродифракционных картинах рефлекс аустенита не обнаружены.

3. Фрагментация стали 10Х3Г3МФС в процессе ХРК со степенью деформации 60 % сопровождается уменьшением размеров характерного элемента субструктуры – ячеек деформации с $496 \pm 178 \text{ нм}$ до $67 \pm 28 \text{ нм}$ и повышением плотности дислокаций.

4. Снижение ударной вязкости КСТ относительно исходного состояния в процессе холодной пластической деформации с $\varepsilon = 20 \%$ обусловлено образованием, предположительно, высокоуглеродистого мартенсита деформации на месте тонких пластин-пленок остаточного аустенита. Дальнейшая деформация со степенью $\varepsilon = 40 \%$ не изменяет уровня ударной вязкости, а при $\varepsilon = 60 \%$ наблюдается положительная динамика и ударная вязкость увеличивается на 50 % относительно состояния с $\varepsilon = 20 \%$.

ГЛАВА 5. Закономерности аустенитизации, формирование структуры и свойств холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФС при неполной закалке

В данной главе описаны закономерности аустенитизации холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФ, построены диаграммы образования аустенита при непрерывном нагреве и в изотермических условиях, выделены стадии образования аустенита. Методами СМ и РЭМ показаны структурные особенности протекания альфа-гамма превращения, эволюция зеренной структуры под влиянием температуры и времени неполной закалки. Определены характеристики механических свойств и содержания аустенита под влиянием температурно-временных параметров неполной закалки, результаты аппроксимированы полиномиальными зависимостями. Проведен анализ изменения конструкционной прочности в процессе цикла деформационно-термической обработки.

Структура стали 10Х3Г3МФС после холодной радиальнойковки

В результате ХРК (холодной радиальнойковки) стали 10Х3Г3МФС, предварительно прошедшей неполную закалку, формируется структура, состоящая из деформированного феррита, мартенсита закалки и мартенсита деформации. Участки феррита – это сохранившаяся при неполной закалке матричная альфа-фаза с повышенной плотностью дислокаций, возникшей вследствие фазового наклепа и последующей холодной деформации. Методом сканирующей электронной микроскопии выявлено, что в ферритных участках присутствуют карбиды (рисунок 5.1). Мартенситные участки выглядят более светлыми. Границы мартенситных реек искажаются и выглядят в поперечном сечении заготовки как изогнутые, волнообразные (рисунок 5.1, а). В продольном сечении наблюдается ориентировка элементов структуры вдоль направления деформации (рисунок 5.1, б), образуется волокнистая структура с чередованием полос феррит + карбид и мартенсит.

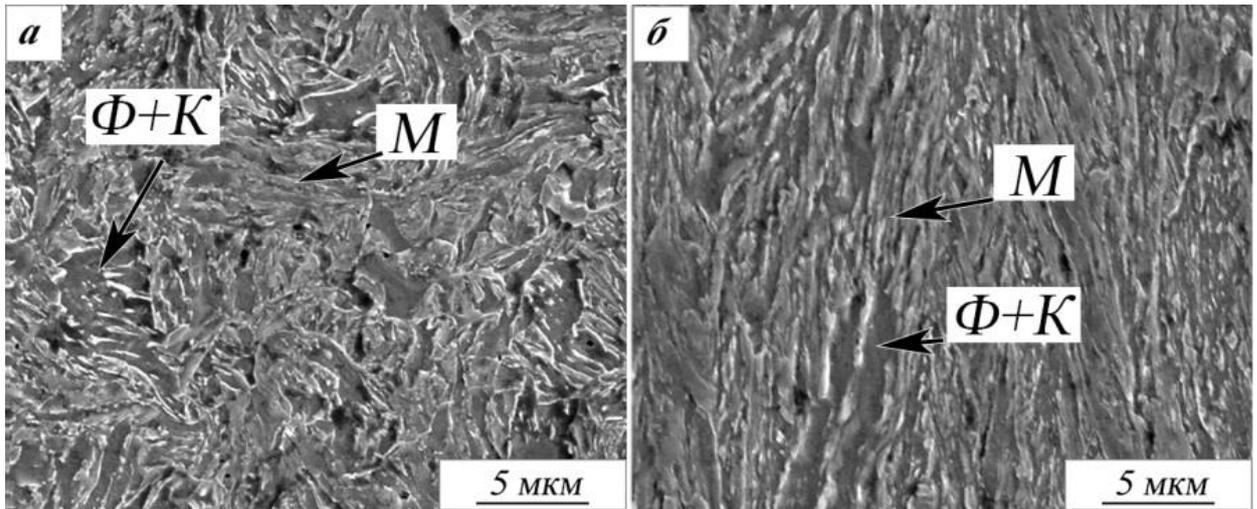


Рисунок 5.1 – Микроструктура (РЭМ) деформированной стали 10X3Г3МФС: *a* – поперечное сечение, *б* – продольное сечение

5.1 Результаты дилатометрических исследований процесса аустенизации деформированной стали 10X3Г3МФС

5.1.1 Влияние скорости нагрева на процесс образования аустенита

Дилатометрические кривые непрерывного нагрева на 1000 °С и последующего охлаждения холоднодеформированной стали 10X3Г3МФС представлены на рисунке 5.2. В области фазового перехода для всех скоростей нагрева на дилатометрической кривой можно выделить три участка, разделенных точками перегиба. На первом и третьем участках образец продолжает расширяться, на втором – происходит резкое уменьшение линейных размеров образца. С увеличением скорости нагрева дилатометрический эффект на начальной стадии альфа-гамма превращения уменьшается, а точка перегиба на дилатометрической кривой постепенно смещается в область более высоких температур. При охлаждении сталь 10X3Г3МФС претерпевает мартенситное превращение при температуре 400 ± 15 °С для скоростей нагрева 0,6 - 90 °С/с и 448 °С для скорости нагрева 0,15 °С/с.

Влияние скорости непрерывного нагрева холоднодеформированной стали на положение температур A_{C1} и A_{C3} (таблица 5.1) и количество образующегося

аустенита V_A отражено на термокинетической диаграмме (рисунок 5.3). Ширина интервала МКИТ минимальна при скорости нагрева $1,5\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ и увеличивается симметрично как в сторону уменьшения, так и в сторону увеличения скоростей нагрева. При этом увеличение скорости нагрева с $0,15$ до $1,5\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ приводит к повышению критической точки A_{C1} , а увеличение скорости нагрева с $1,5\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ до $90\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ приводит к снижению A_{C1} . Критическая температура A_{C3} снижается при увеличении скорости нагрева с $0,6\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ до $1,5\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$, затем повышается. При скоростях нагрева $0,15\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ и $90\text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ A_{C3} практически одинакова.

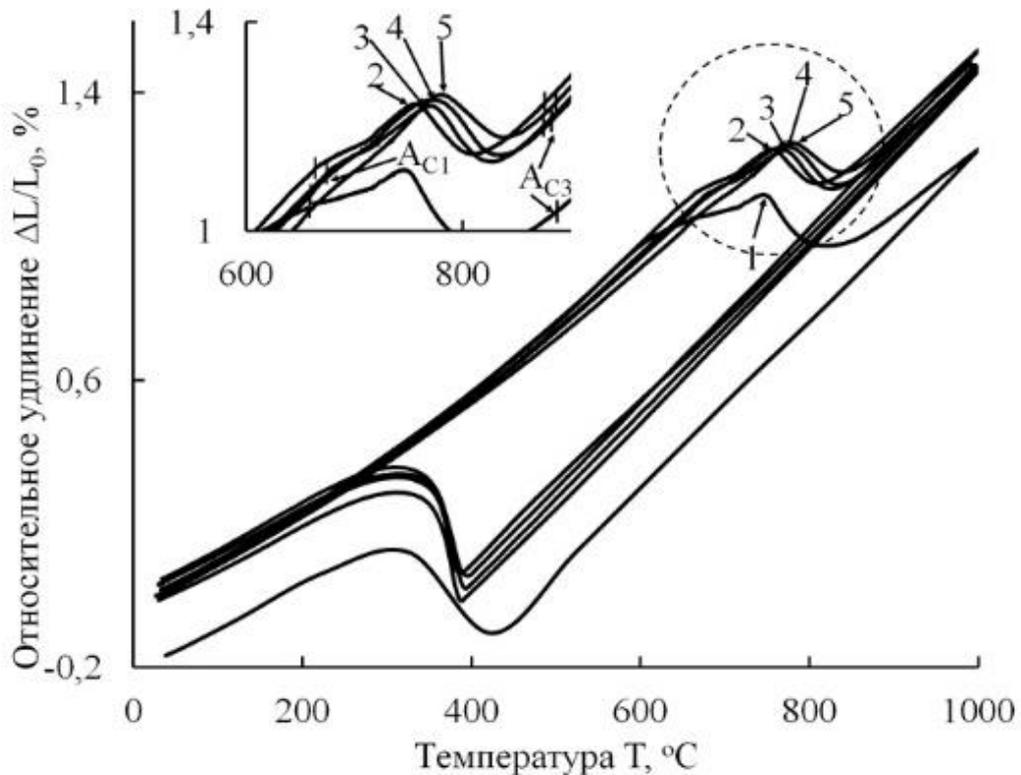


Рисунок 5.2 – Дилатометрические кривые нагрева и охлаждения стали 10X3ГЗМФС для скоростей нагрева: $0,15$ (1), $0,6$ (2), $1,5$ (3), 20 (4) и 90 (5) $^\circ\text{C}/\text{с}$

Таблица 5.1 – Влияние скорости нагрева на критические точки деформированной стали 10ХЗГЗМФС

Обозначение критической точки	Скорость нагрева, °C/c				
	0,15	0,6	1,5	20	90
A _{c1} , °C	659	664	674	666	651
A _{c3} , °C	887	876	875	882	886
M _H , °C	424	399	399	389	389

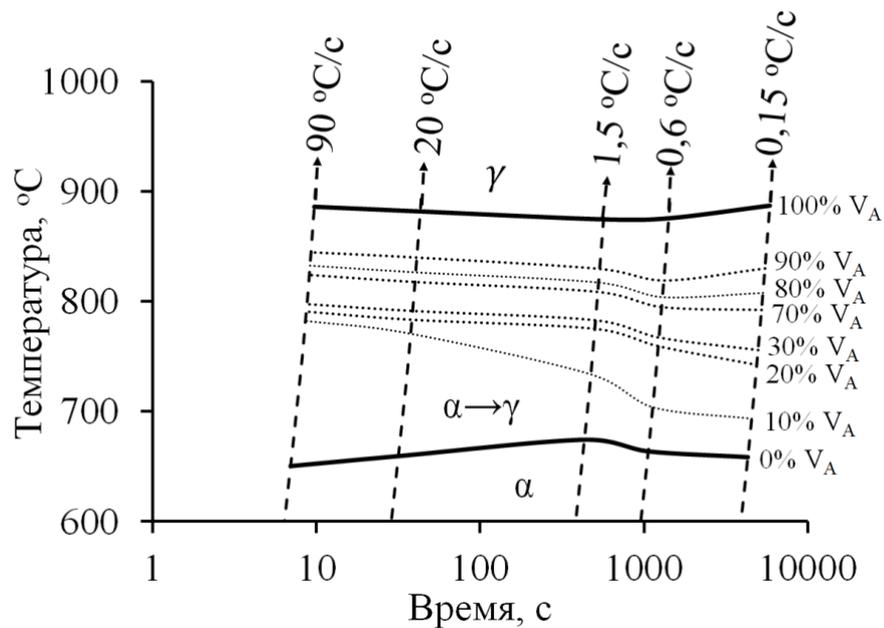


Рисунок 5.3 – Термокинетическая диаграмма аустенитизации деформированной стали 10ХЗГЗМФС и влияние скорости нагрева на изменение количества аустенита V_A в структуре стали при нагреве

Особенностью образования гамма-фазы при нагреве холоднодеформированной стали 10ХЗГЗМФС является сосредоточение основной части превращения в средней-верхней части МКИТ (рисунок 5.3). Температурный интервал интенсивного протекания альфа-гамма превращения (увеличение V_A от 20 до 90 %) сужается с 88 °C до 60 °C при повышении скорости нагрева от 0,15 °C/c до 1,5 °C/c и смещается в область более высоких температур. Дальнейшее повышение скорости нагрева от 1,5 °C/c до 90 °C/c слабо влияет на ширину данного

температурного интервала (54 – 57 °С) и смещает его на 16 °С вверх по температурной шкале.

По результатам обработки дилатометрических кривых (методика изложена в разделе 2.3.1.2.4) построены кинетические кривые (рисунок 5.4, *a*) образования аустенита и их первые производные (рисунок 5.4, *б - e*), характеризующие линейную скорость образования аустенита. Скорость альфа-гамма превращения характеризуется наличием трех максимумов. Первый пик обособлен по температурной шкале, второй и третий накладываются друг на друга (рисунок 5.4). Ширина первого пика колеблется в интервале 63 - 77 °С и увеличивается до 107 °С при скорости нагрева 90 °С/с (рисунок 5.5). Ширина второго пика колеблется в интервале 125 - 157 °С. Иначе меняется ширина третьего пика. При увеличении скорости нагрева она уменьшается с 126 до 62 °С, что делает возможным предполагать существование взаимосвязи между структурными процессами в интервале температур третьей стадии превращения и диффузионной подвижностью атомов. Доля образованного аустенита $\delta(V_A)$ для каждой из трех стадий превращения (таблица 5.2), определенная как соотношение площадей пиков, слабо зависит от условий термической обработки и для скоростей нагрева 0,6 - 90 °С/с составляет 6 - 9 % для первой стадии, 82 - 88 % для второй стадии, 4 - 9 % для третьей стадии; при медленном нагреве со скоростью 0,15 °С/с объемная доля образованного по первой стадии аустенита составляет 9 %, 69 % - для второй стадии, 21 % - для третьей стадии. Наибольший вклад в альфа-гамма превращение дает второй пик (таблица 5.2) с максимумом в интервале температур 765 - 812 °С.

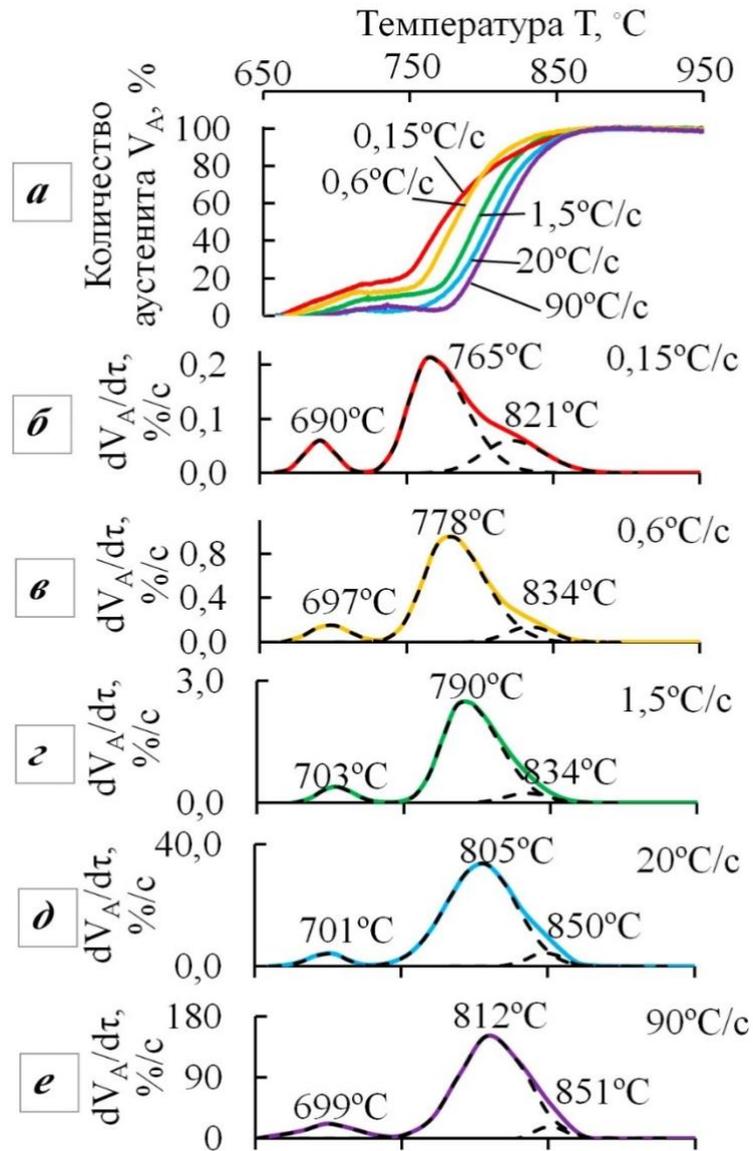


Рисунок 5.4 – Влияние скорости нагрева на кинетику аустенитизации (а) предварительно деформированной стали 10ХЗГЗМФС и разложение производной кинетической кривой $dV_A/d\tau$ на пики для скоростей нагрева 0,15 (б), 0,6 (в), 1,5 (г), 20 (д), 90 (е) °C /с

Таблица 5.2 – Зависимость параметров стадий превращения (пиков производной кинетической кривой) от скорости нагрева предварительно деформированной стали 10ХЗГЗМФС

Номер стадии и ее параметры		Скорость нагрева, °C/c				
		0,15	0,6	1,5	20	90
1	$T_{н...T_{к}}$, °C	659...722	664...736	674...740	660...736	651...757
	$\delta(V_A)$, %	10	9	8	6	9
	T_{max} , °C	690	697	703	701	699
	$V_A(T_{max})$, %	9	8	5	1	1
2	$T_{н...T_{к}}$, °C	717...847	724...862	740...865	725...882	727...884
	$\delta(V_A)$, %	69	82	86	88	87
	T_{max} , °C	765	778	790	805	812
	$V_A(T_{max})$, %	41	46	41	50	52
3	$T_{н...T_{к}}$, °C	761...887	790...876	795...875	820...882	824...886
	$\delta(V_A)$, %	21	9	6	6	4
	T_{max} , °C	821	834	834	850	851
	$V_A(T_{max})$, %	86	95	92	95	93

$T_{н}$ и $T_{к}$ – температуры начала и конца стадии альфа-гамма превращения, $\delta(V_A)$ – доля образующегося на данной стадии аустенита в общем объеме альфа-гамма превращения, T_{max} – температура максимума скорости превращения на данной стадии, $V_A(T_{max})$ – количество аустенита в структуре при температуре максимума скорости превращения для данной стадии

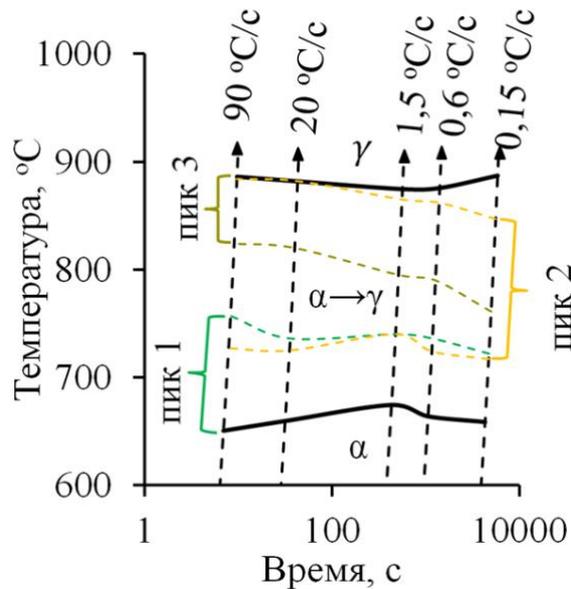


Рисунок 5.5 – Положение интервалов стадий превращения (пик 1 - 3) по температурной шкале в зависимости от скорости нагрева

5.1.2 Влияние температуры изотермической аустенитизации в МКИТ на кинетику альфа-гамма превращения

Для изучения аустенитизации в МКИТ использовали метод пробных закалок. Образцы нагревали в дифференциальном dilatометре со скоростью – 1,5 °С/с. Температуры нагрева выбраны в интервалах стадии превращения: 715 °С, 800 °С и 860 °С. Дополнительно использованы промежуточные температуры нагрева: 750 °С и 775 °С. Время выдержки – 6 часов.

Кинетика образования аустенита в изотермических условиях

Вид dilatометрических кривых режимов полной закалки и закалки из МКИТ приведен на рисунке 5.6. Dilатометрический эффект в области фазового превращения проявляется для всех температур нагрева в МКИТ тем сильнее, чем выше температура изотермы. Относительное удлинение образца до момента изотермической выдержки (при нагреве) изменяется с повторением характера кривой относительного удлинения полной закалки, и с повышением температуры неполной закалки повторяет его наиболее полно. Таким образом, для неполных закалок от 715 °С и 750 °С при нагреве реализуется только начальный этап (до точки перегиба). В процессе нагрева на 775 °С достигается точка перегиба и изменение относительного удлинения образца при выдержке самое большое. Это обстоятельство дает основание предполагать, что температура 775 °С обеспечивает оптимальные условия для образования аустенита при изотермической выдержке. При последующем повышении температуры нагрева до 800 °С при нагреве реализуется примерно половина превращения, а в изотермических условиях относительное удлинение меняется так же, как при выдержке 750 °С. Dilатометрическая кривая в области альфа-гамма превращения при неполной закалке от 860 °С повторяет контур кривой полной закалки.

При охлаждении стали наблюдали протекание мартенситного превращения, начало которого смещалась вверх по температурной шкале при повышении

температуры изотермической выдержки, что связано с уменьшением концентрации углерода в аустените.

Заслуживает внимания изменение угла наклона участка охлаждения дилатометрической кривой стали с феррито-аустенитной структурой. На кривых 1 - 5 присутствует перегиб при температуре ниже 700 °С, связанный с диффузионным распадом аустенита. До точки перегиба угол наклона дилатометрической кривой при охлаждении контролируется общим коэффициентом термического расширения структурных составляющих - матричной альфа-фазы и аустенита. Очевидно, что чем выше температура нагрева, то есть больше аустенита в стали, тем сильнее наклон кривой охлаждения. Значения среднего коэффициента теплового расширения при охлаждении с 860 °С и 1000 °С совпадают, что свидетельствует о переходе стали в аустенитное состояние.

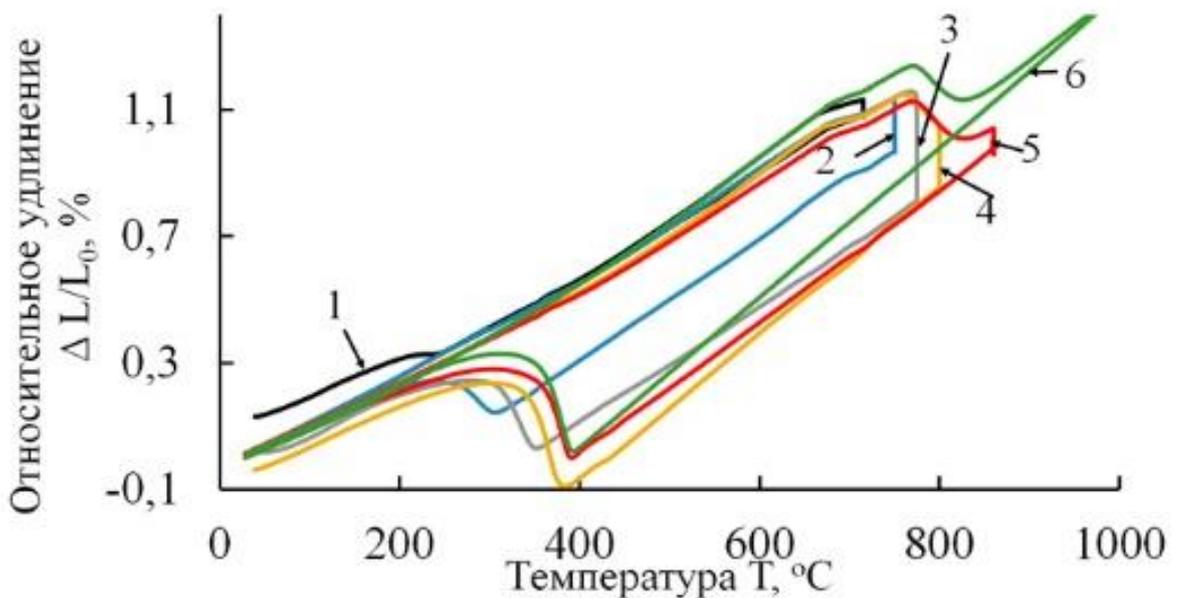


Рисунок 5.6 – Дилатограммы режимов закалки деформированной стали. Температуры нагрева: 715 °С (1), 750 °С (2), 775 °С (3), 800 °С(4), 860 °С (5), 1000 °С (6)

Общий вид кинетических кривых образования аустенита в процессе изотермической выдержки представлен на рисунке 5.7, а. По результатам анализа

данных кривых построена изотермическая диаграмма образования аустенита (рисунке 5.7, б), на которой сплошные линии отражают положение критических точек A_{c1} и A_{c3} , штриховые линии – количество аустенита, соответствующее 10, 30, 50 и 80 %. Также отмечены значения твердости и содержание аустенита в конце выдержки для каждого режима обработки. Аустенитизация при $715\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к образованию 13 % гамма-фазы. В течение выдержки при $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $775\text{ }^{\circ}\text{C}$ образуется 34 % и 61 % гамма-фазы, соответственно. В конце выдержки при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ образуется 81 % аустенита, а выдержка при $860\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к полной аустенитизации. Диаграмма позволяет прогнозировать соотношение фаз, получаемое в результате разных вариантов термической обработки исходно деформированной стали 10ХЗГЗМФС.

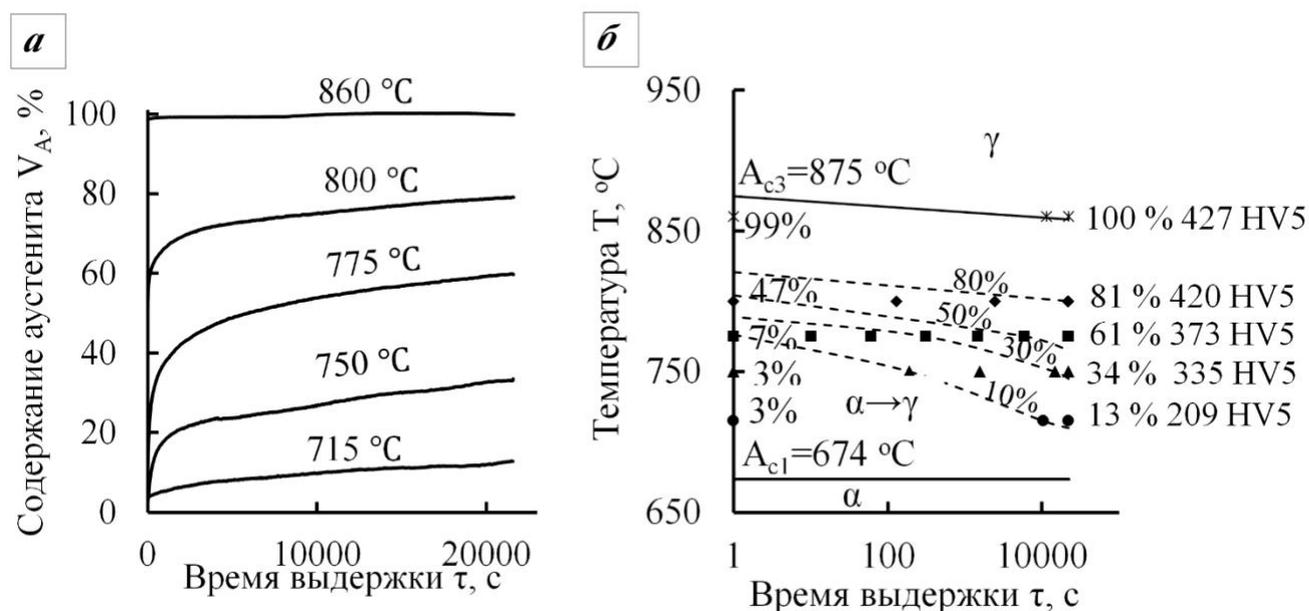


Рисунок 5.7 – Зависимость кинетики образования аустенита от температуры закалки (а) и изотермическая диаграмма образования аустенита (б) деформированной стали 10ХЗГЗМФС

5.2 Формирование структуры деформированной стали 10ХЗГЗМФС при закалке из МКИТ

Микроструктуру стали 10ХЗГЗМФС исследовали на дилатометрических образцах, обработка которых (таблица 2.3) обеспечивала постоянство времени выдержки и варьирование температуры нагрева. Установлено, что в процессе нагрева и выдержки деформированной стали 10ХЗГЗМФС при температурах межкритического интервала альфа-гамма превращение сопровождается рекристаллизацией матричной альфа-фазы и выделением карбидов. Сформированный комплекс мелких полиэдрических зерен матричной альфа-фазы хорошо виден после нагрева на 715 °С (рисунок 5.8, а). При больших увеличениях (рисунок 5.9, а) просматривается карбидная фаза, которая располагается как по границам зерна, так и в его теле. Внутри полиэдрических зерен присутствуют цепочки карбидных частиц, образовавшихся по границам рек матричной альфа-фазы до ее рекристаллизации. Более объемные, светлые участки (рисунок 5.9, а) представляют собой свежий мартенсит. Мелкие мартенситные участки расположены на стыках нескольких ферритных зерен.

Нагрев на более высокую температуру (750 °С) вызывает увеличение числа и размеров темных участков свежего мартенсита (рисунок 5.8, б). Исследование микроструктуры методом РЭМ (рисунок 5.9, б) позволяет наблюдать уменьшение количества карбидной фазы и ее преимущественное расположение в теле ферритных участков. Внутри мартенситных участков начинает различаться внутреннее строение.

Неполная закалка от 775 °С способствует увеличению количества неравномерно распределенных мартенситных участков (рисунок 5.8, в) и более полному растворению карбидов (рисунок 5.9, в). Ферритные зерна матричной альфа-фазы еще не полностью окружены мартенситом и имеют общие границы, позволяющие им располагаться в структуре в виде коротких цепочек. Стоит отметить, что увеличение количества превращенного аустенита не приводит к укрупнению зерна, так как темные области мартенсита состоят из отдельных

мелких участков (рисунок 5.9, в), таким образом, общая дисперсность структуры сохраняется.

После обработки на 800 °С мартенсит становится доминирующей структурной составляющей (рисунок 5.8, з). Мартенситные участки с явно выраженным пакетно-реечным строением окружают полиэдрической формы зерна феррита (рисунок 5.9, з).

Закалка от 860 °С обеспечивает получение полностью мартенситной структуры (рисунки 5.8, д и 5.9, д), что подтверждено результатами дилатометрического исследования.

На рисунке 5.10 показана зависимость размеров участков двухфазной структуры от температуры нагрева. Наблюдается сохранение высокой дисперсности структурных составляющих при выдержках 750, 775 и 800 °С.

Доля мартенсита в структуре стали при выдержках 750, 775 и 800 °С, определенная металлографическим методом с помощью программы SIAMS 700, составила $40,4 \pm 0,8$ %, $67,6 \pm 0,7$ %, $85,1 \pm 1,4$ %, соответственно. Полученные значения несколько выше данных дилатометрического анализа.

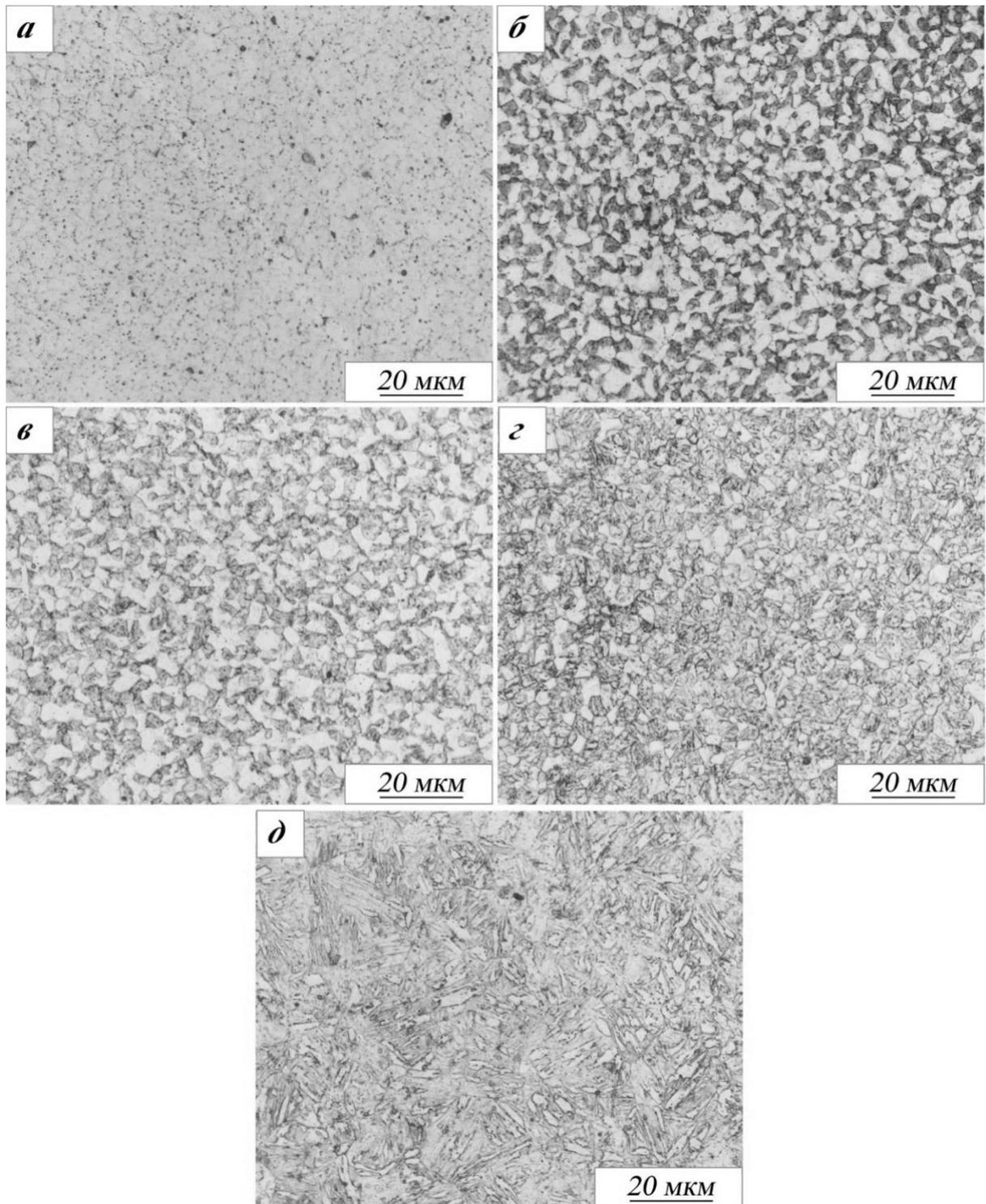


Рисунок 5.8 – Микроструктура (СМ) холоднодеформированной стали 10X3Г3МФС после неполных закалок от температур 715 (а), 750 (б), 775 (в), 800 (г), 860 °С (д). Выдержка 6 часов. Охлаждение со скоростью 50 °С/с

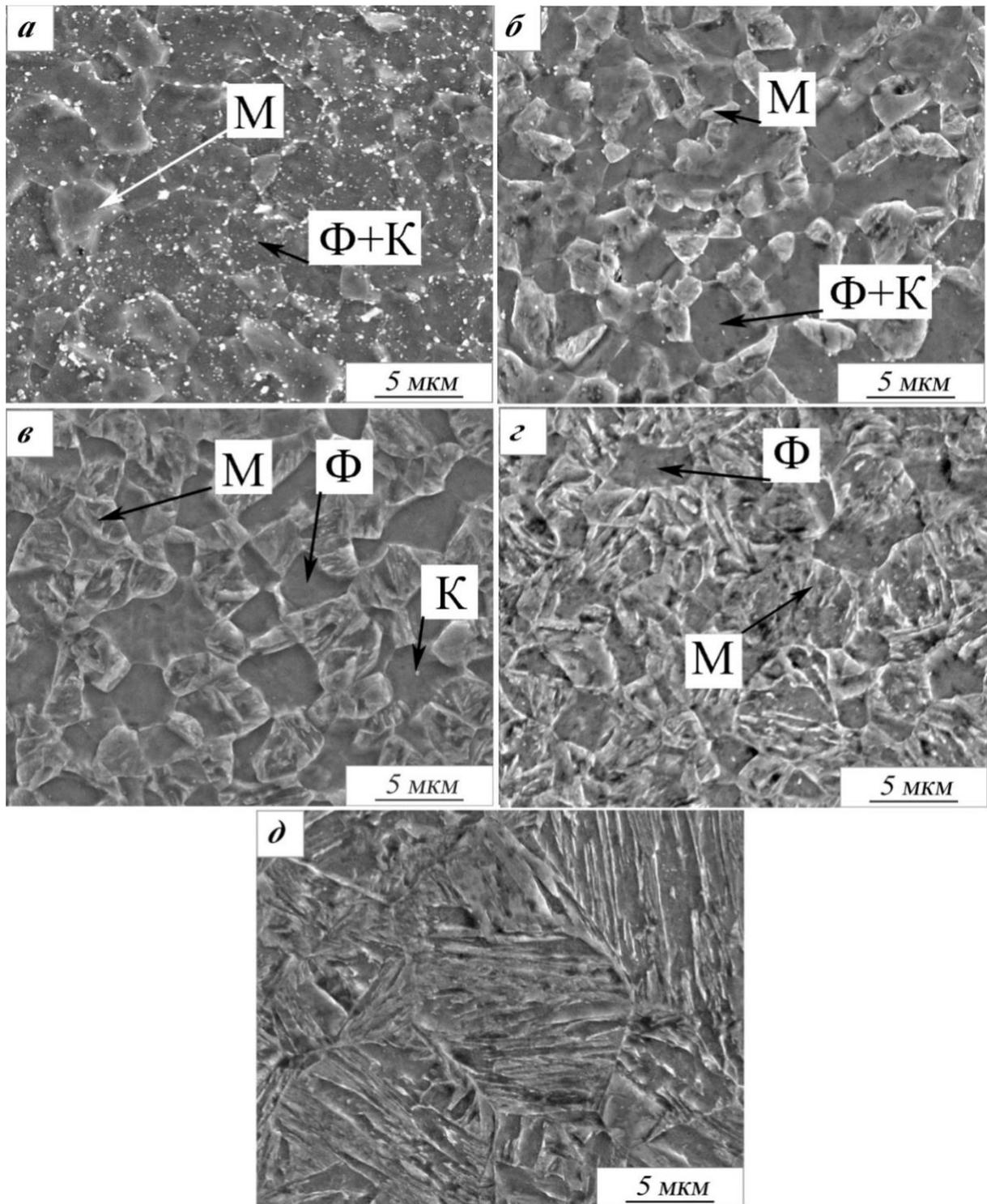


Рисунок 5.9 – Микроструктура (РЭМ) холоднодеформированной стали 10X3Г3МФС после неполных закалок от температур 715 (а), 750 (б), 775 (в), 800 (г), 860 °С (д)

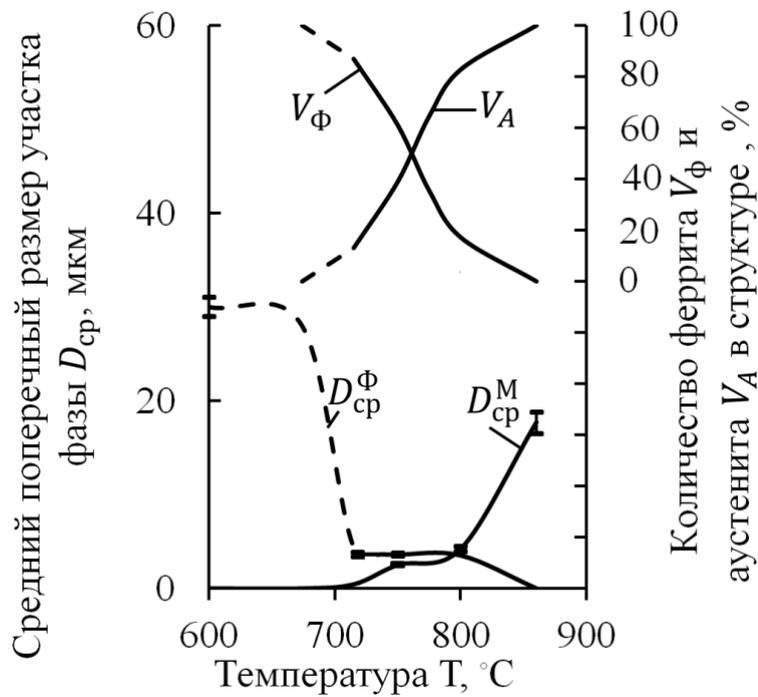


Рисунок 5.10 – Размеры участков двухфазной структуры: феррита $D_{ср}^Ф$ и мартенсита $D_{ср}^М$; количество (данные дилатометрии) аустенита V_A и феррита $V_{Ф}$ в стали 10Х3Г3МФС после режимов неполных закалок

5.3 Совместное влияние параметров неполной закалки на параметры структуры и механические свойства стали 10Х3Г3МФС

Для решения задачи изучения совместного влияния параметров неполной закалки холоднодеформированной стали были использованы подходы факторного планирования эксперимента [100]. Цель факторного планирования эксперимента заключается в построении математической функции отклика, аппроксимирующей зависимость экспериментальных результатов исследуемой величины от совокупного влияния факторов в рамках граничных условий. В процессе неполной закалки внешними воздействующими факторами являются температура нагрева и время выдержки. Исследуемые величины – это характеристики механических свойств ($\sigma_{0,2}$, σ_B , δ , ψ , КСТ, НV) и параметры микроструктуры стали (объемная доля аустенита, размер зерна).

Согласно предложенной методике исследования (п. 2.3.2) холоднодеформированная сталь 10Х3Г3МФС была нагрета на температуры 775,

800 и 825 °С. Время выдержки для каждой изотермы составило: 15, 70, 125 мин. Механические свойства определены на образцах в одной серии испытаний. Изучение микроструктуры и измерение твердости проведено для двух серий испытаний с независимыми термическими обработками. Содержание мартенсита в структуре определено несколькими методиками: по изотермической диаграмме аустенитизации (рисунок 5.7, б), металлографическим анализом в программно-аппаратном комплексе SIAMS 700 и путем анализа зависимостей твердости от содержания мартенсита в структуре стали.

5.3.1 Влияние параметров неполной закалки на эволюцию структуры деформированной стали 10Х3Г3МФС

Микроструктуры образцов предварительно деформированной стали 10Х3Г3МФС после термической обработки по режимам факторного эксперимента представлены на рисунке 5.11. Общей закономерностью для всех температур нагрева наблюдается существенное увеличение объемной доли мартенсита в структуре стали при увеличении времени выдержки от 15 до 70 минут, а дальнейшее увеличение времени выдержки до 125 минут не меняет характера структуры. После неполной закалки от 775 °С структура представляет собой матричную альфа-фазу, в которой располагаются округлой и продолговатой формы участки превращенного при охлаждении в мартенсит аустенита. Повышение температуры нагрева до 800 °С и увеличение времени выдержки с 15 до 70 минут приводит к увеличению доли превращенного аустенита в структуре и нарушению непрерывности (связанности областей) матричной альфа-фазы, в результате чего образуется прочный мартенситный каркас с участками непревращенной матричной альфа-фазы. Такой тип структуры характерен и для неполных закалок от 825 °С.

По данным СЭМ (рисунок 5.12) хорошо видно, что при малом времени изотермической выдержки местами преимущественного зарождения аустенитных зерен служат границы мелких рекристаллизованных зерен матричной альфа-фазы,

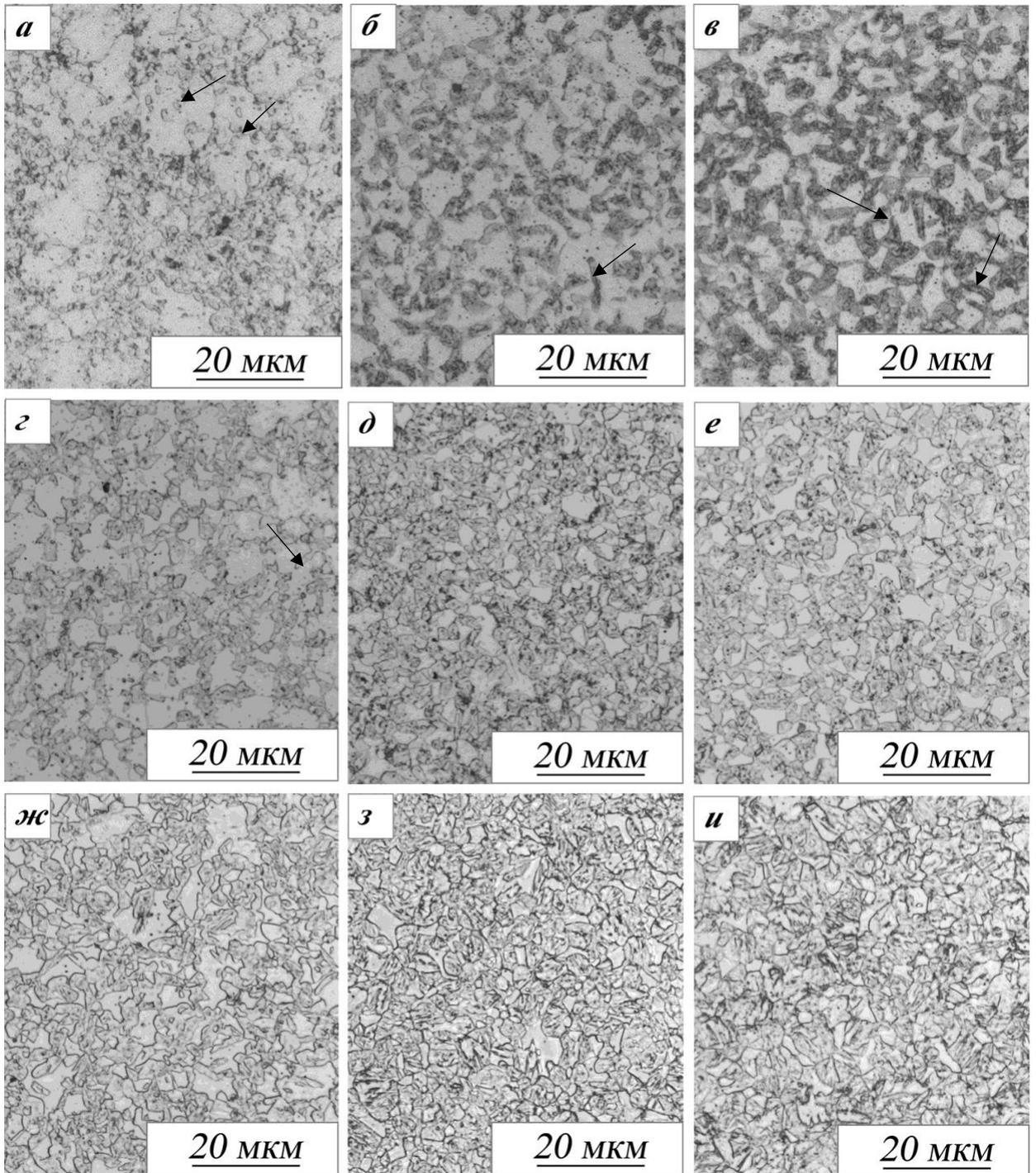


Рисунок 5.11 – Микроструктура (СМ) образцов предварительно деформированной стали 10X3Г3МФС после неполной закалки по режимам: температура нагрева 775 °С (а - в), 800 °С (г- е), 825 °С (ж - и), время выдержки 15 мин (а, г, ж), 70 мин (б, д, з), 125 мин (в, е, и)

возникновение которых приводит к неоднородному развитию превращения – появлению в структуре стали мест скопления участков превращенного аустенита. Кроме того, зарождение аустенита происходит в объеме крупных ферритных областей (отмечено стрелками на рисунках 5.11 и 5.12). Таким образом, в структуре присутствует две формы аустенита – зарождающаяся на границах и зарождающаяся в теле матричной альфа-фазы.

Второй форме аустенита свойственно ориентированное расположение внутри матричной альфа-фазы. При увеличении времени выдержки данные участки увеличиваются в размерах, приобретают явно выраженную пластинчатую форму и располагаются ориентированно - параллельно друг другу или образуют фермообразные ансамбли (рисунок 5.12, *e*), что обусловлено мартенситным механизмом образования аустенита [120]. По данным количественного металлографического анализа изображений структуры, полученной методом световой микроскопии, для девяти состояний стали 10Х3ГЗМФС определены средние размеры зерен и построены гистограммы распределения зерен по размерам (рисунок 5.13).

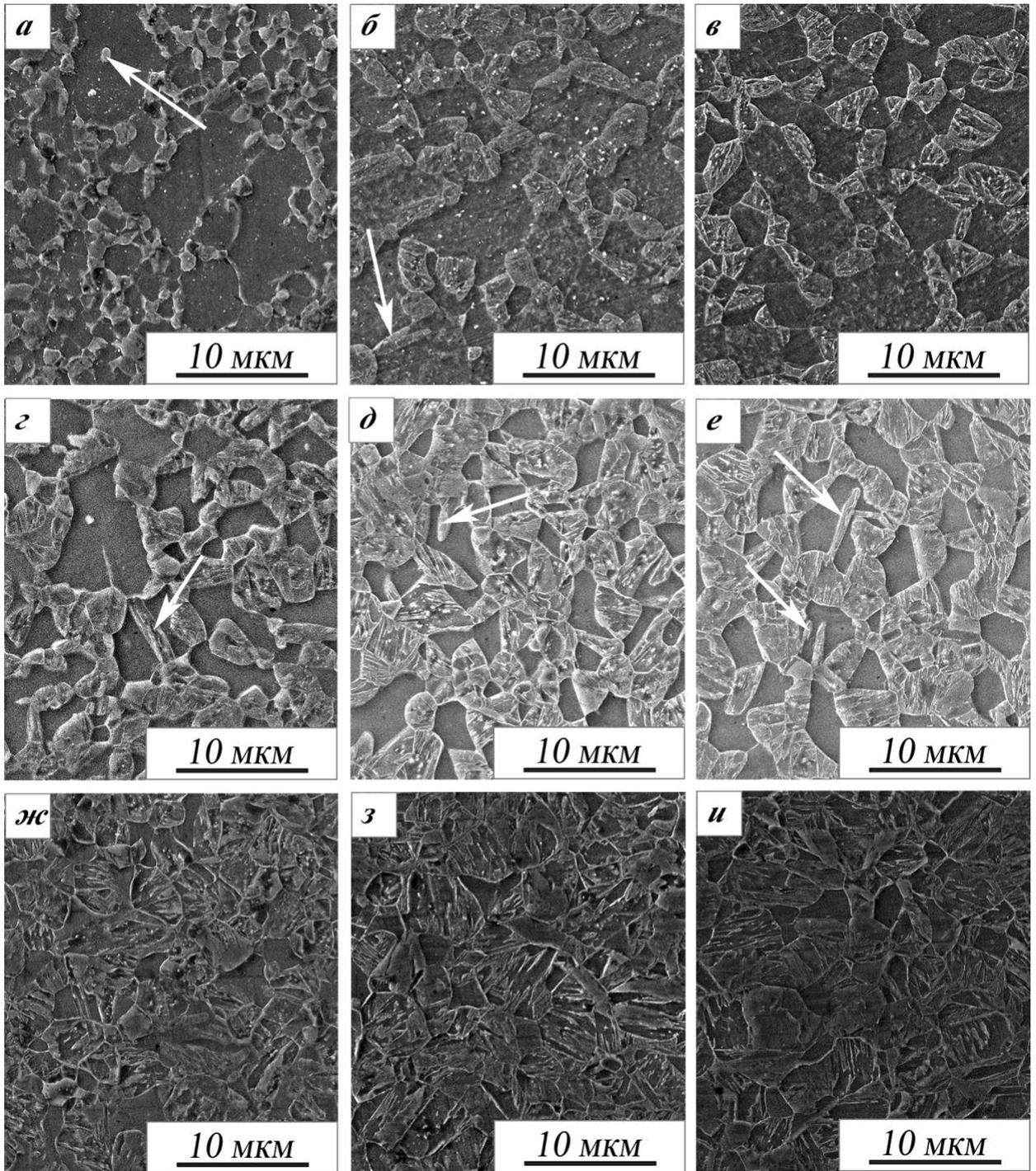


Рисунок 5.12 – Микроструктура (СЭМ) образцов предварительно деформированной стали 10X3Г3МФС после неполной закалки по режимам: температура нагрева 775 °С (а - в), 800 °С (г - е), 825 °С (ж - и), время выдержки 15 мин (а, г, ж), 70 мин (б, д, з), 125 мин (в, е, и)

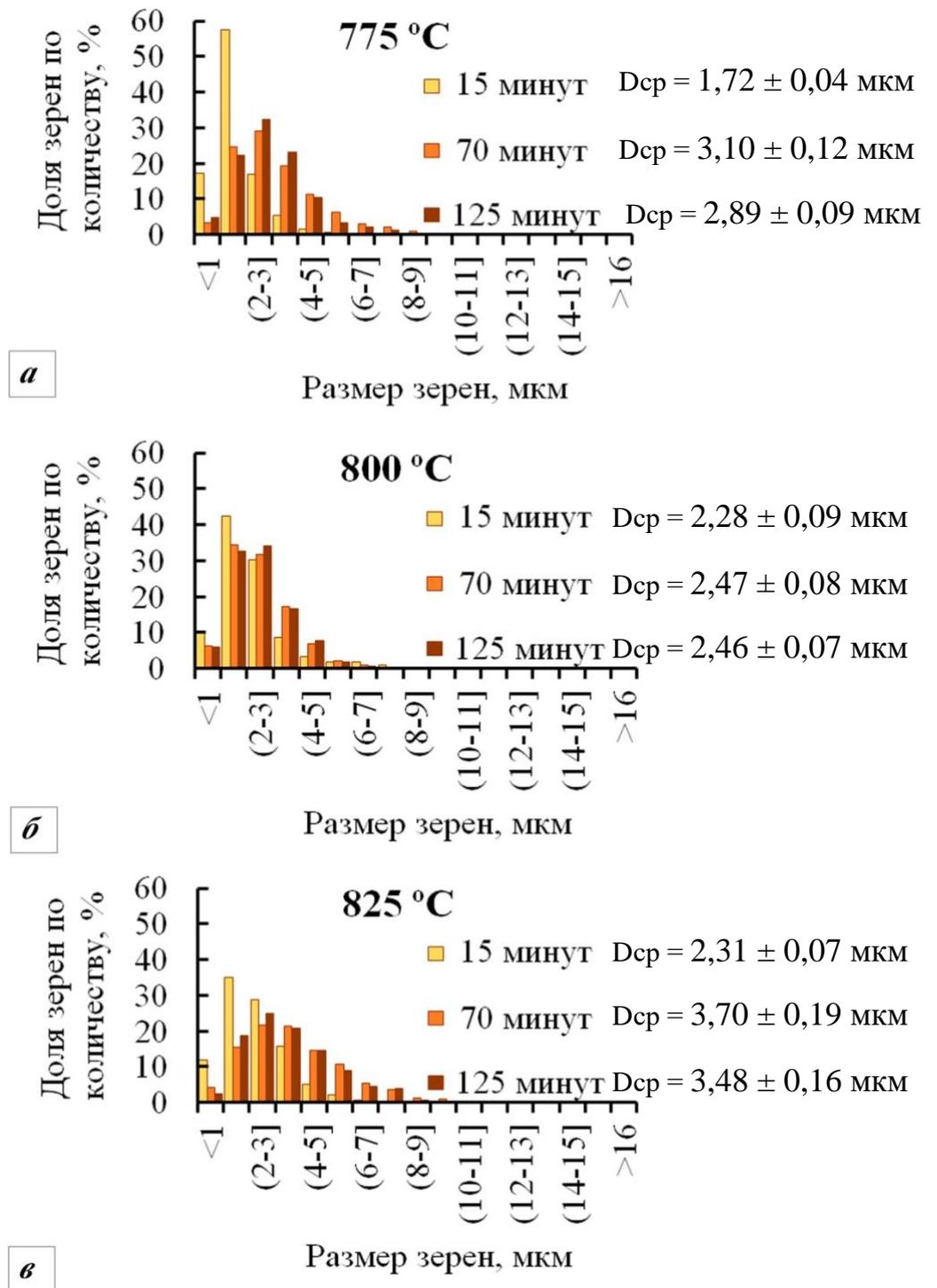


Рисунок 5.13 – Распределение зерен по размерам в структуре стали 10X3ГЗМФС после неполной закалки от 775 °C (а), 800 °C (б), 825 °C (в)

Анализ эволюции зеренной структуры (рисунок 5.14) выявил следующие закономерности:

- в процессе изотермической выдержки в МКИТ для температур нагрева 775 и 825 °С средний размер зерна изменяется экстремально с максимумом, соответствующим выдержке 70 минут;

- увеличение времени изотермической выдержки при температуре 800 °С не приводит к существенному росту среднего размера зерна;

- средний размер зерен после выдержки 125 минут минимален при температуре нагрева 800 °С и составляет $2,47 \pm 0,08$ мкм, для выдержек при 775 и 825 °С средний размер зерна составляет $2,89 \pm 0,09$ мкм и $3,48 \pm 0,16$ мкм, соответственно [121];

- температура нагрева в МКИТ существенно влияет на средний размер зерна: для времени выдержки 15 минут с увеличением температуры нагрева наблюдается небольшой рост зерна; а для времени выдержки 70 и 125 минут наблюдается аномальное уменьшение среднего размера зерна при температуре нагрева 800 °С.

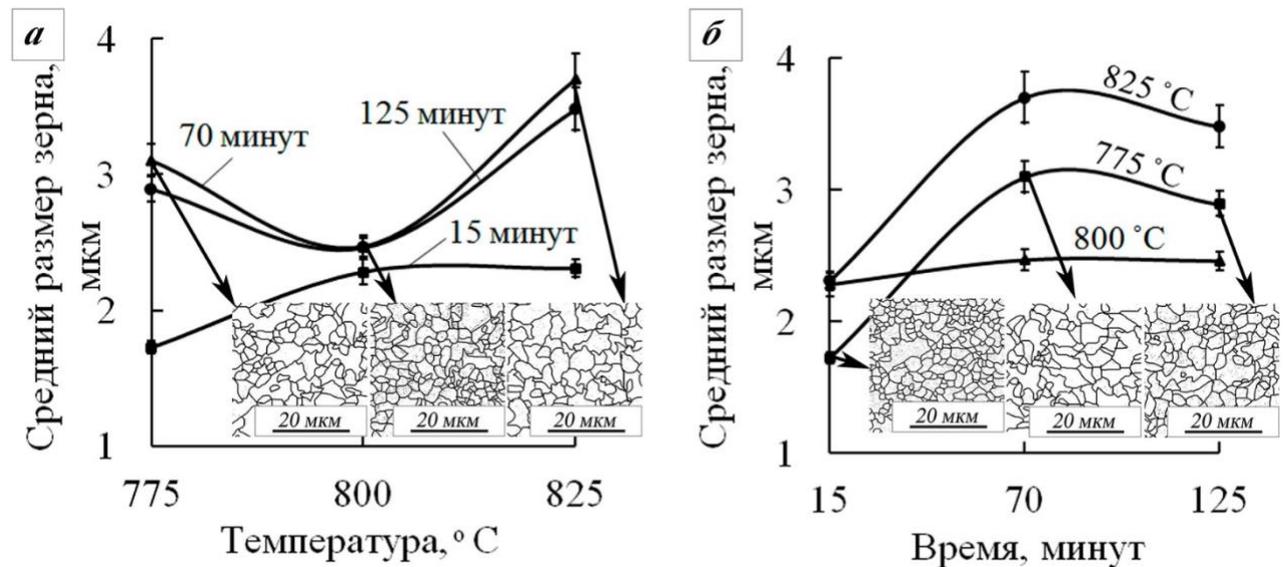


Рисунок 5.14 – Зависимость среднего размера зерна стали 10Х3Г3МФС от режима неполной закалки: температуры нагрева (а) и длительности выдержки (б)

В таблице 5.3 представлены результаты определения содержания превращенного аустенита в стали по данным дилатометрического и металлографического анализов. Анализ процентного соотношения фаз в микроструктуре проводили в программе SIAMS 700. Долю фазы в структуре вычисляли по доле занимаемой площади на фотоснимке микроструктуры и определяли как средний результат анализа пяти полей зрения.

Таблица 5.3 – Результаты определения содержания превращенного аустенита в стали 10Х3Г3МФС дилатометрическим и металлографическим способом

Т, °С	775			800			825		
τ, мин	15	70	125	15	70	125	15	70	125
V_A , %	41	50	54	68	77	79	82	87	88
V_M , %	30 ±1	49±1	57±1	60±2	70±1	73±1	79 ±2	90±1	93±1
Примечание. Т – температура нагрева, τ – время обработки, V_A – количество аустенита по данным изотермической диаграммы образования аустенита, V_M – количество превращенного аустенита по данным металлографического анализа									

Результаты (таблица 5.3) дилатометрического и металлографического исследований расходятся. Возможными причинами могут быть:

- протекание обратного превращения аустенита в феррит при охлаждении на воздухе, так как данный процесс фиксировали дилатометрическим методом;
- точность методики металлографического анализа, связанная с идентификацией фаз.

5.3.2 Влияние параметров неполной закалки на формирование комплекса механических свойств деформированной стали 10Х3Г3МФС

Механические свойства стали 10Х3Г3МФС (таблица 5.4) определяются режимом неполной закалки. Увеличение температуры нагрева в МКИТ при постоянстве времени изотермической выдержки, так же, как и увеличение времени

выдержки при постоянстве температуры нагрева, приводит к росту характеристик прочности и небольшому снижению относительного удлинения (рисунок 5.15). Иначе изменяются ударная вязкость и относительное сужение. Для режимов с временем аустенитизации 15 минут и режимов с температурой нагрева 775 °С ударная вязкость и относительное сужение сначала снижаются, а потом слабо меняются (рисунок 5.15, а, з). На рисунке 5.12, б, в ударная вязкость изменяется с образованием максимума при температуре 800 °С и увеличивается с увеличением времени выдержки от 70 до 125 минут (рисунок 5.15, д). При более высокой температуре нагрева 825 °С ударная вязкость снижается с увеличением времени выдержки (рисунок 5.15, е). Относительное сужение изменяется с образованием максимумов при температуре 800 °С, выдержке 70 минут и при температуре 825 °С, выдержке 125 минут.

Таблица 5.4 – Механические свойства стали 10Х3Г3МФС в исходно деформированном состоянии и после различных режимов неполной закалки

№ точки	Режим ТО °С, мин	V _A , %*	КСТ, МДж/м ²	σ _{0,2} , МПа	σ _в , МПа	δ, %	ψ, %	HV, кгс/мм ²
	-	100	0,23	1860	1860	6,8	45	447-509
1	775, 15	41	1,23	380	650	36	77	244
7	775, 70	50	0,92	690	1000	24,0	61	322
2	775, 125	54	0,93	760	1050	22,5	62	332
5	800, 15	68	0,93	600	990	26	61	352
9	800, 70	77	0,96	800	1120	22,5	64	392
6	800, 125	79	1,02	830	1120	20,0	62	388
4	825, 15	82	0,88	770	1110	19,0	62	394
8	825, 70	87	0,83	810	1230	19,0	62	416
4	825, 125	88	0,72	840	1240	18,0	65	416

*V_A определяли по диаграмме на рисунке 5.7.

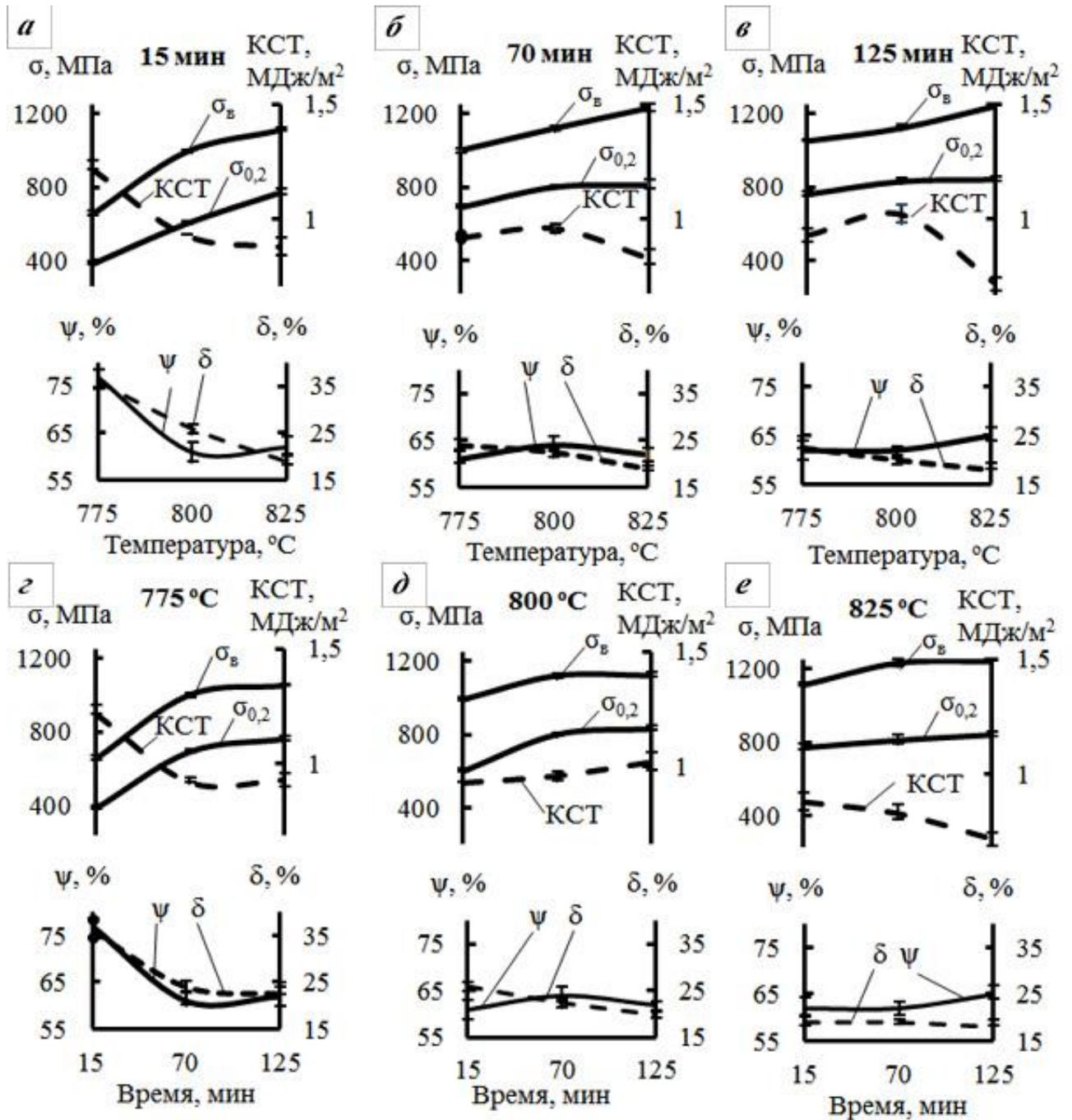


Рисунок 5.15 – Влияние температуры нагрева (а - в) и времени выдержки (г - е) неполной заковки на уровень механических свойств предварительно деформированной стали 10X3Г3МФС

На рисунке 5.16 приводятся значения твердости стали в зависимости от содержания аустенита для режимов термической обработки. Результаты аппроксимированы линейными функциями. Для обработки в dilatометре и обработки в печи коэффициенты при переменной x совпадают. Смещение вдоль

оси y может быть вызвано погрешностью определения содержания мартенсита в структуре образцов, прошедших термическую обработку в печи. Она составляет 11 %.

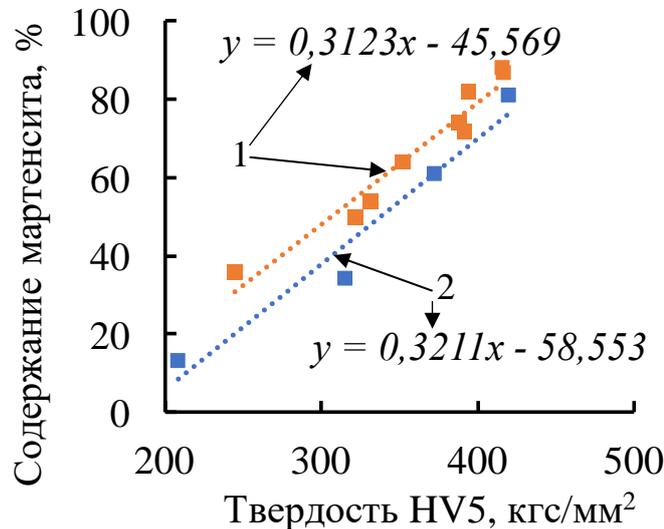


Рисунок 5.16 – Влияние содержания мартенсита на твердость: 1, 2 – линии тренда, точки – фактические результаты при термической обработке в печи (1) и дилатометре (2)

5.3.3 Экспериментальные факторные модели изменения параметров структуры и механических свойств холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФС при неполной закалке

После реализации опытов полного факторного эксперимента полученные результаты механических свойств стали 10Х3Г3МФС (таблица 5.4), количества превращенного аустенита (таблица 5.3) и размера зерна (рисунок 5.13) проверялись на соответствие условиям моделирования – наличие одного экстремума определяемого уравнения регрессии. Для характеристик - ударной вязкости и размера зерна, в исследуемом диапазоне температурно-временных параметров присутствует два экстремума, поэтому для данных характеристик модели не могут быть построены. Для характеристик временного сопротивления, условного предела

текучести, относительного удлинения, относительного сужения и содержания мартенсита в структуре математические модели построить можно.

На первом этапе моделирования определены коэффициенты уравнения регрессии в факторном пространстве и проведена оценка их значимости для каждого из исследуемых параметров. Чем больше значение коэффициента регрессии, тем большее влияние оказывает соответствующий ему фактор или сочетание факторов. На рисунке 5.17 показаны величины коэффициентов регрессии в факторном пространстве. Температура изотермической выдержки в МКИТ определяет содержание аустенита, характеристики твердости и временного сопротивления, а также относительное удлинение. Для условного предела текучести влияние температуры нагрева и времени изотермической обработки близки. На характеристику относительного сужения определяющее влияние оказывает фактор взаимодействия температуры и времени.

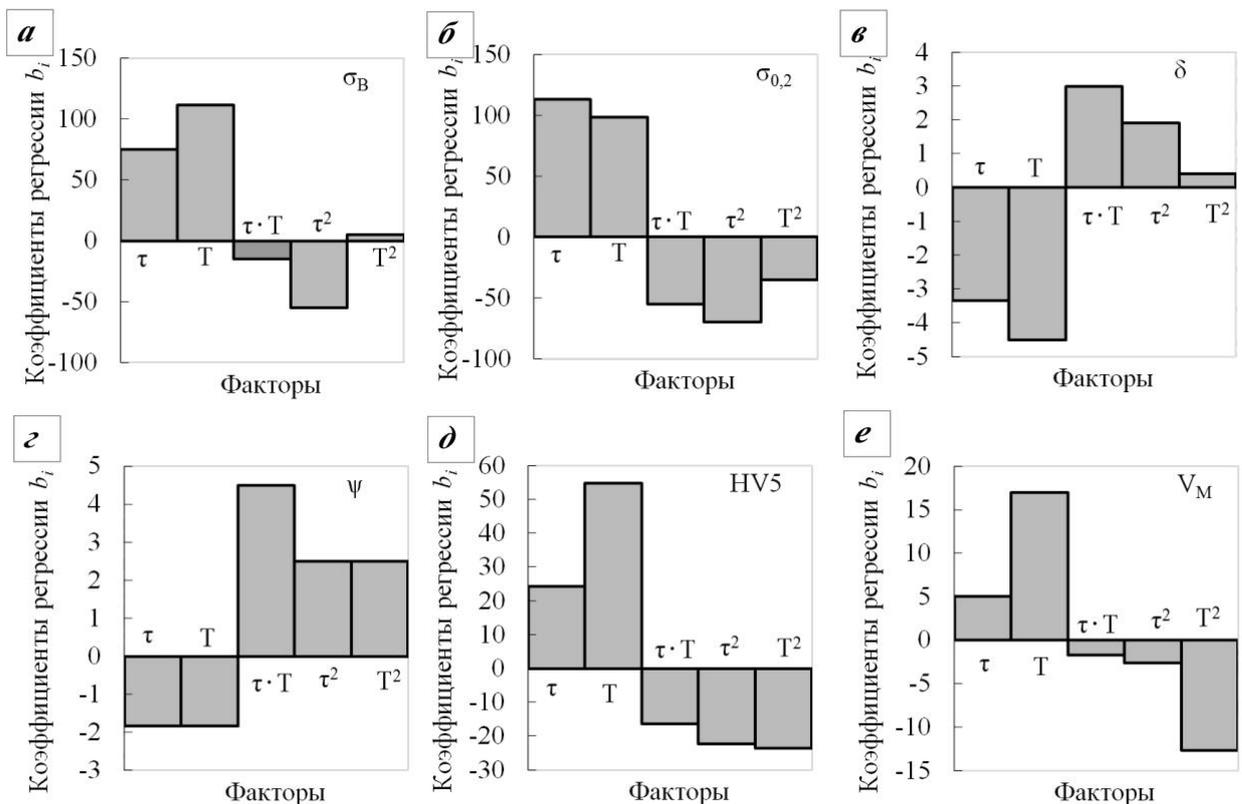


Рисунок 5.17 – Влияние значимых факторов (τ – время, минут; T – температура, °C) и их взаимодействий на характеристики прочности: σ_B (а), $\sigma_{0,2}$ (б); пластичности δ (в), ψ (г), твердости $HV5$ (д), объемной доли мартенсита V_M (е)

На втором этапе моделирования осуществлен переход к натуральным значениям факторов, в результате чего получены эмпирические зависимости, позволяющие определять изменение механических свойств в исследуемой области режимов термической обработки (время τ : от 15 до 125 минут, температура нагрева T : от 775 до 825 °C):

$$\sigma_B = -37311 + 45,438 \cdot \tau + 86,103 \cdot T - 0,04909 \cdot \tau \cdot T - 0,0298 \cdot \tau^2 - 0,048 \cdot T^2, \text{ МПа}$$

$$\sigma_{0,2} = -41610 + 50,4 \cdot \tau + 97,48 \cdot T - 0,0564 \cdot \tau \cdot T - 0,0231 \cdot \tau^2 - 0,056 \cdot T^2, \text{ МПа}$$

$$\delta = 704,6 - 1,89 \cdot \tau - 1,357 \cdot T + 0,002182 \cdot \tau \cdot T + 0,000628 \cdot \tau^2 + 0,00064 \cdot T^2, \%$$

$$\psi = 2868,97 - 2,767 \cdot \tau - 6,7024 \cdot T + 0,00327 \cdot \tau \cdot T + 0,000826 \cdot \tau^2 + 0,004 \cdot T^2, \%$$

$$HV5 = -26176 + 11,06 \cdot \tau + 63,2287 \cdot T - 0,01198 \cdot \tau \cdot T - 0,00739 \cdot \tau^2 - 0,03763 \cdot T^2, \text{ кгс/мм}^2$$

$$V_M = -13520,9 + 1,2974 \cdot \tau + 33,2 \cdot T - 0,001333 \cdot \tau \cdot T - 0,000967 \cdot \tau^2 - 0,020267 \cdot T^2, \%$$

Возможность использования предложенных экспериментальных факторных моделей определяли путем вычисления ошибки аппроксимации (таблица 5.5). Средняя ошибка аппроксимации составляет не более 5 %, ошибка аппроксимации по отдельным точкам не превышает 10 %, таким образом, полученные уравнения дают удовлетворительный результат.

Таблица 5.5 – Средняя ошибка аппроксимации экспериментальных факторных моделей

№	τ , мин	T , °C	σ_B , МПа			$\sigma_{0,2}$, МПа			HV, кгс/мм ²			δ , %			ψ , %		
			Э.	Р.	A, %	Э.	Р.	A, %	Э.	Р.	A, %	Э.	Р.	A, %	Э.	Р.	A, %
1	15	775	654	693	6	383	397	4	244	252	3	36,4	34,5	5	77	74	4
2	125	775	1047	1047	0	759	777	2	332	333	0	23,1	22,3	3	62	61	2
3	15	825	1113	1121	1	774	749	3	394	394	0	19,2	19,5	2	62	61	2
4	125	825	1243	1206	3	842	819	3	416	410	1	18,7	19,3	3	65	66	2
5	15	800	991	937	5	603	608	1	352	346	2	25,8	26,6	3	61	65	7
6	125	800	1121	1156	3	833	833	0	388	395	2	19,7	20,4	4	62	61	2
7	70	775	998	960	4	691	657	5	322	315	2	24,2	26,5	10	61	65	7
8	70	825	1228	1254	2	811	854	5	416	424	2	19	17,5	8	62	61	2
9	70	800	1115	1137	2	796	790	1	392	393	0	22,4	21,6	4	64	60	6
A _{ср} , %					3			3			1			5			3

Примечание. Э. – экспериментально полученное значение исследуемой величины, Р. – расчетное значение, A – ошибка аппроксимации, A_{ср} – средняя ошибка аппроксимации.

Совместное влияние температурно-временных параметров термической обработки на механические свойства стали показано на рисунке 5.18. Временное сопротивление стали, твердость (рисунок 5.18, *a*, *д*) растут с увеличением содержания превращенного аустенита в структуре (рисунок 5.18, *e*). Сложный характер зависимости ударной вязкости (рисунок 5.19, *a*) и среднего размера зерна (рисунок 5.19, *б*) от параметров неполной закалки имеет общие закономерности: более крупному размеру зерна (точка 825 °С, 125 минут), соответствует минимум ударной вязкости; минимальному размеру зерна соответствует максимум ударной вязкости (точка 775 °С, 15 минут).

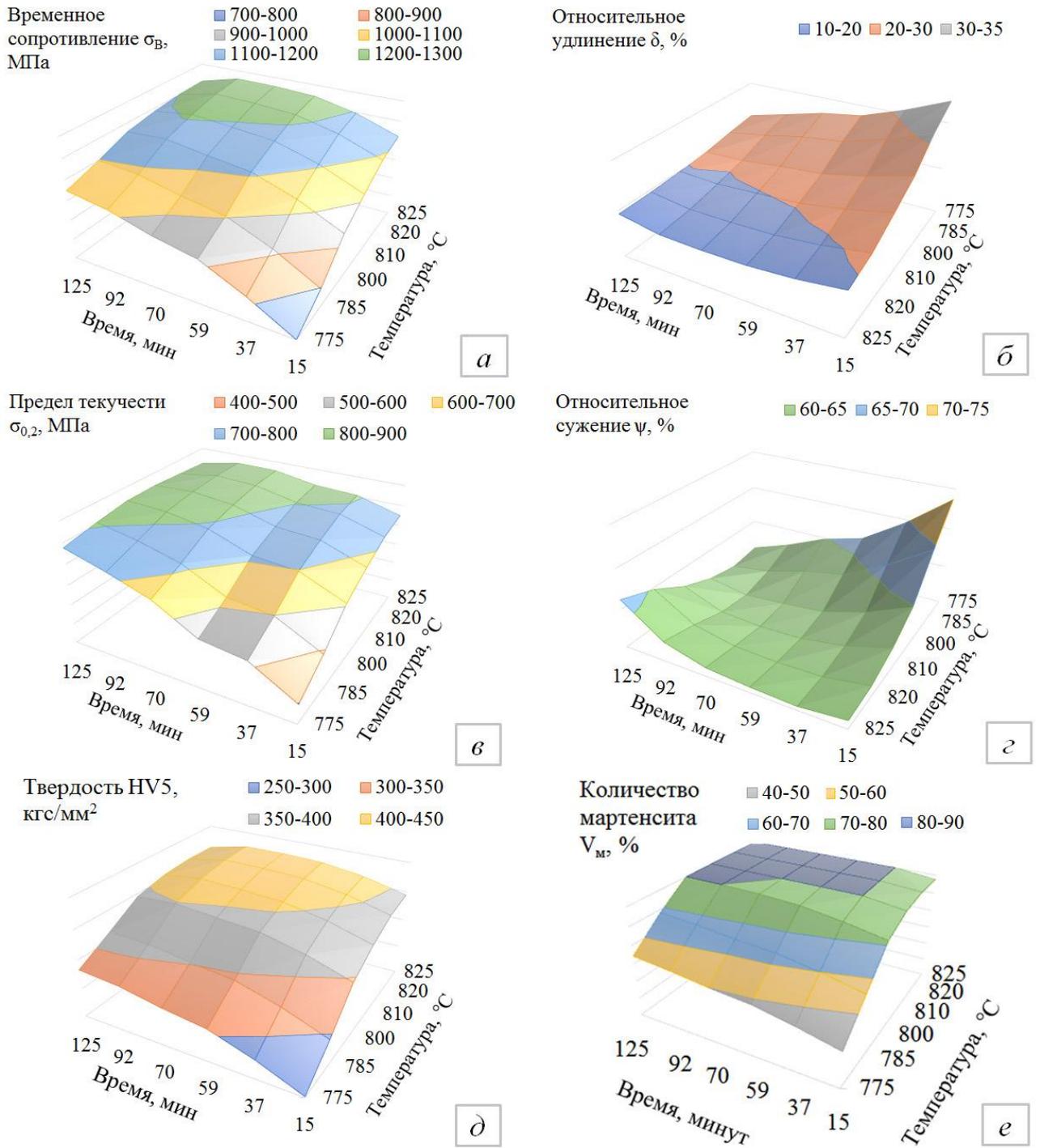


Рисунок 5.18 – Влияние параметров термической обработки на изменение свойств деформированной стали 10X3ГЗМФС: временного сопротивления (а), относительного удлинения (б), условного предела текучести (в), относительного сужения (г), твердости (д), количества мартенсита (е)

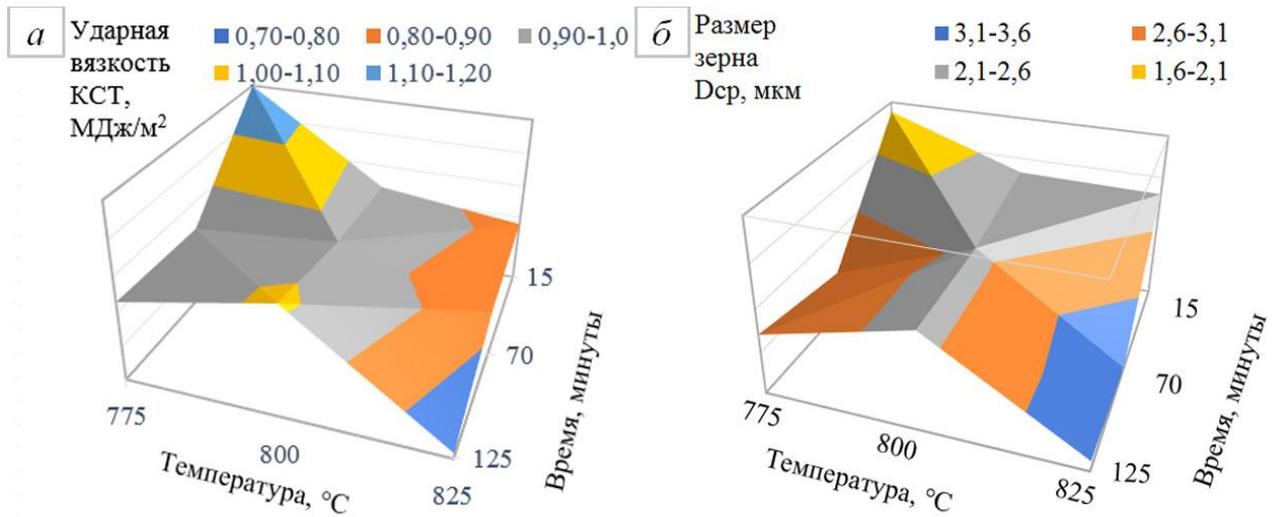


Рисунок 5.19 – Влияние параметров неполной закалки на фактические значения ударной вязкости КСТ (*a*) и размера зерна $D_{ср}$ (*б*) предварительно деформированной стали 10X3Г3МФС: шкала размера зерна (*б*) имеет обратный порядок значений

5.4 Диаграммы конструкционной прочности стали 10X3Г3МФС

В данном разделе главы проводится анализ комплекса механических свойств исследуемой стали 10X3Г3МФС, сформированного последовательным циклом обработок: предварительной термической, деформационной и окончательной термической. Данная сталь относится к мартенситному классу, что обуславливает высокие прочностные свойства материала после охлаждения с температур горячейковки на воздухе. Для повышения пластичности перед холодной деформационной обработкой проводили неполную закалку с температуры 800 °С. Металлографические и электронно-микроскопические исследования полученной структуры показали наличие изолированных участков матричной альфа-фазы, сохранивших форму реек и свежесформированного пакетно-реечного мартенсита, содержащего остаточный аустенит. Полученную структуру подвергли пластической деформации при комнатной температуре методом ХРК со степенью деформации 60 %. Деформация стали сопровождается структурными изменениями, заключающимися в протекании процессов фрагментации и фазового превращения остаточного аустенита в мартенсит, что подтверждается электронно-

микроскопическими исследованиями. Последующая обработка заключалась в неполной закалке холоднодеформированной стали для получения эксплуатационных свойств материала.

Полученные в рамках представленного диссертационного исследования данные по деформационной обработке стали 10Х3Г3МФС сопоставлены с результатами экспериментальных работ Д.О. Панова и А.Н. Балахнина. В работах [122, 123] исследовано влияние ХРК со степенью деформации 60 % на структуру и свойства сталей 10Х3Г3МФ и 10Х3Г3МФТ в мартенситном состоянии. Химический состав сравниваемых сталей приведен в таблице 5.6. Стали имеют близкое содержание углерода, хрома, марганца, молибдена и ванадия, составляющих основу легирования, и отличаются по содержанию кремния и титана. В стали 10Х3Г3МФС кремний вводится как замена титану [26]. Параметры режимов радиальной ковки: скорость подачи заготовки: 180 мм/мин, скорость удара бойков 1000 уд/мин, скорость вращения заготовки 25 об/мин.

Таблица 5.6 – Химический состав сталей

Марка стали	Содержание химических элементов (% по массе)										
	C	Si	Mn	Cr	V	Mo	S	P	Cu	Ti	Ni
10Х3Г3МФ [122]	0,1	0,34	2,81	2,77	0,12	0,40	0,009	0,020	-	0,002	0,16
10Х3Г3МФТ [123]	0,09	0,40	2,65	2,81	0,13	0,43	0,011	0,018	0,18	0,02	0,17
10Х3Г3МФС	0,09	1,38	2,52	2,81	0,13	0,39	0,008	0,021	0,20	0,002	0,17

Механические свойства сталей представлены в таблице 5.7. В горячекатаном состоянии стали имеют временное сопротивление 1250 – 1320 МПа, относительное удлинение 14 – 16 %, относительное сужение 54 - 63 % и существенно отличаются по уровню ударной вязкости КСТ: 0,21 МДж/м² для стали 10Х3Г3МФ, 0,35 МДж/м² для 10Х3Г3МФТ и 0,44 МДж/м² для 10Х3Г3МФС (в 2 раза выше, чем в стали без

кремния). Следует указать размер зерна сталей: 10 ± 5 мкм для стали 10Х3Г3МФ, $31,5 \pm 1,1$ мкм для стали 10Х3Г3МФС.

Таблица 5.7 – Механические свойства сталей

Состояние (условный №)	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %	КСТ, МДж/м ²
10Х3Г3МФ [122]					
Горячекатаное (1)	960	1290	16,0	63	0,21
(1) + ХРК с $\varepsilon = 60$ % (2)	1780	1780	7,0	53	0,55
10Х3Г3МФТ [123]					
Горячекатаное (3)	910	1250	16,0	59	0,35
(3) + ХРК с $\varepsilon = 60$ % (4)	1620	1620	7,0	53	0,82
10Х3Г3МФС					
Горячекатаное (4)	960	1320	14,0	54	0,44
(4) + закалка 800 °С (5)	910	1350	14,5	62	0,76
(5) + ХРК с $\varepsilon = 60$ % (6)	1860	1860	6,8	45	0,23
Примечание. ХРК с $\varepsilon = 60$ % – холодная радиальная ковка со степенью деформации 60 %; закалка 800 °С – неполная закалка посадкой в горячую печь на 800 °С, выдержкой 2 часа и охлаждением на воздухе.					

Наглядное представление об изменении комплекса механических свойств в процессе деформационной обработки дают диаграммы конструкционной прочности (рисунок 5.20). Для стали 10Х3Г3МФС указано промежуточное состояние, предшествующее холодной радиальной ковке. Очевидно, что проведение неполной закалки обеспечивает сохранение уровня прочности и одновременно повышает характеристики пластичности и ударную вязкость. Этот факт обуславливает перспективу данной термической обработки как способа повышения конструкционной прочности.

Обратим внимание на состояния в правой части диаграмм – после проведения ХРК. Наличие мартенситно-ферритной структуры перед холодной радиальной ковкой повышает относительное удлинение стали 10Х3Г3МФС после ХПД (рисунок 5.20, б), одновременно достигается более высокое значение временного сопротивления по сравнению с нелегированными кремнием сталями. Однако стоит отметить, что промежуточная неполная закалка не позволяет реализовать эффект

повышения ударной вязкости материала при холодной пластической деформации, как это происходит в полностью мартенситных сталях 10ХЗГЗМФ и 10ХЗГЗМФТ (рисунок 5.20, в).

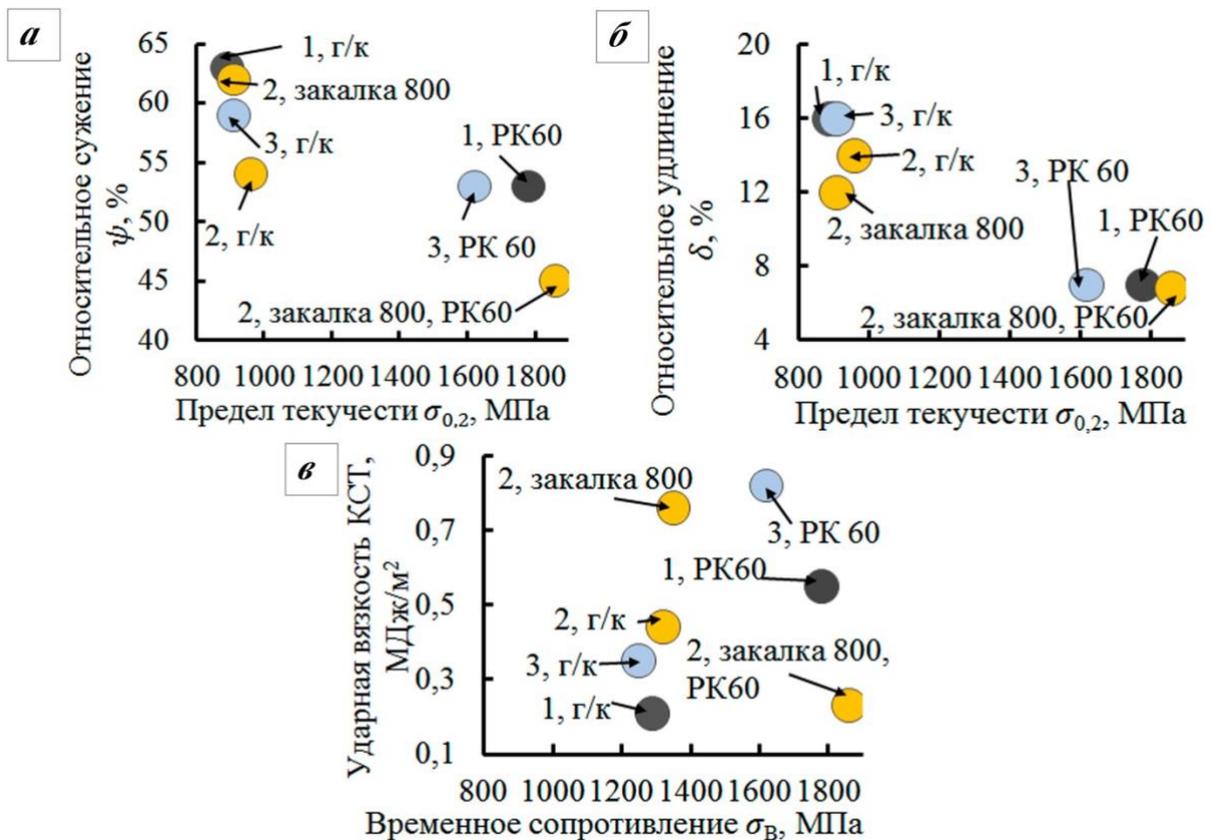


Рисунок 5.20 – Диаграммы конструкционной прочности сталей 10ХЗГЗМФ (1), 10ХЗГЗМФС (2) и 10ХЗГЗМФТ (3) в координатах: *a* – условный предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа и относительное сужение ψ , %; *б* - условный предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа и относительное удлинение δ , %; *в* - временное сопротивление σ_B , МПа и ударная вязкость КСТ, МДж/м². Режимы обработки: г/к - горячекатаное состояние; закалка 800 – неполная закалка от 800 °С; РК60 – ХРК со степенью 60 %.

Для повышения характеристик пластичности и ударной вязкости холоднодеформированной стали 10ХЗГЗМФС проведены режимы повторной неполной закалки (рисунок 5.21). С повышением температуры нагрева в МКИТ увеличивается прочность стали и снижается пластичность (рисунок 5.21, *a*). Ударная вязкость холоднодеформированной стали 10ХЗГЗМФС изменяется

аналогично случаю с исходно закаленной структурой, то есть с максимумом при температуре нагрева 800 °С.

Таким образом, диаграммы конструкционной прочности наглядно показывают, что варьирование режимов неполной закалки, в первую очередь за счет температуры нагрева, позволяет получать широкий диапазон механических свойств стали 10Х3Г3МФС.

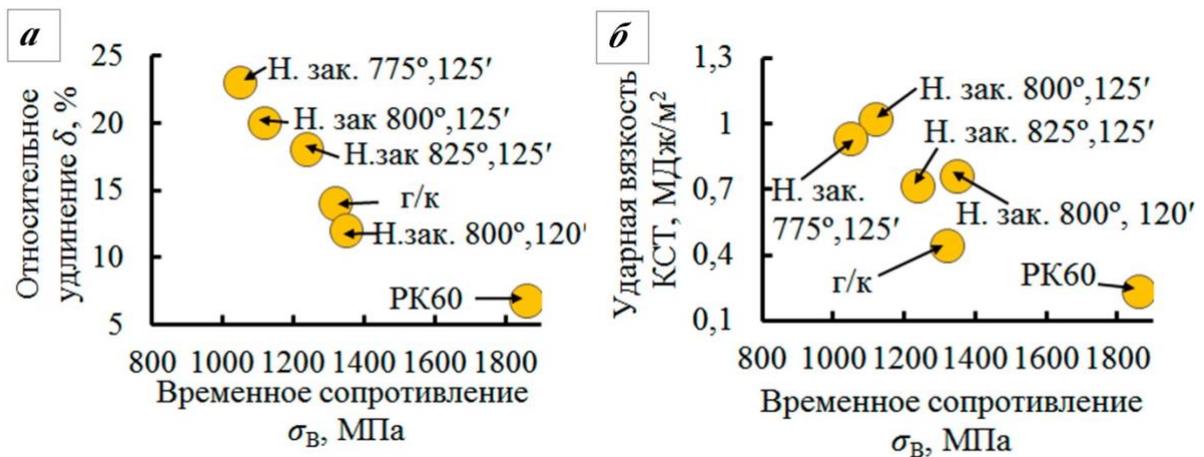


Рисунок 5.21 – Диаграммы конструкционной прочности стали 10Х3Г3МФС в координатах: *а* – временное сопротивление σ_B , МПа и относительное удлинение δ , %; *б* – временное сопротивление σ_B , МПа и ударная вязкость КСТ, МДж/м². Обозначения режимов обработки: г/к - горячекатаное состояние; Н. зак. – неполная закалка, цифры: температура нагрева, °С и время выдержки, минут; РК60 – ХРК со степенью 60 %.

5.5 Выводы по главе 5

По результатам исследования влияния холодной пластической деформации стали 10Х3Г3МФС на закономерности образования аустенита и формирование комплекса механических свойств при неполной закалке можно сделать следующие выводы:

1. Фазовое превращение в стали 10Х3Г3МФС, подвергнутой холодной радиальной ковке в мартенситно-ферритном состоянии, в широком интервале

скоростей нагрева $0,15 - 90 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ протекает в три стадии, соответствующие трем пикам на производной кинетической кривой образования аустенита. На термокинетической диаграмме образования аустенита наблюдается сужение интервала фазового альфа-гамма перехода при скорости нагрева $1,5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ за счет повышения температуры начала превращения A_{c1} и снижения температуры завершения превращения A_{c3} .

2. Температура нагрева при неполной закалке с длительными выдержками в МКИТ предварительно холоднодеформированной стали 10X3ГЗМФС определяет места зарождения аустенита и его объемную долю. При температурах нижней части МКИТ $715 - 750 \text{ }^\circ\text{C}$ аустенит зарождается на границах рекристаллизованной матричной альфа-фазы, а его количество не превышает 34% . Закалками из верхней части МКИТ от 775 и $800 \text{ }^\circ\text{C}$ и выдержкой шесть часов в структуре стали получено 61 и 81% аустенита соответственно. Кратковременные выдержки при данных температурах обнаруживают существование в структуре стали 10X3ГЗМФС, наряду с глобулярной формой аустенита, участков пластинчатой морфологии, расположенных в объеме зерен матричной альфа-фазы. Повышение температуры неполной закалки до $860 \text{ }^\circ\text{C}$ и шестичасовая выдержка обеспечивают образование полностью аустенитной структуры.

3. Влияние параметров режима неполной закалки из верхней части МКИТ на средний размер зерна имеет сложный характер. Наиболее дисперсная структура с зерном $\sim 2,4 \text{ мкм}$ формируется при неполной закалке от $800 \text{ }^\circ\text{C}$ и слабо зависит от времени выдержки, в то время как при закалках от $775 \text{ }^\circ\text{C}$ и $825 \text{ }^\circ\text{C}$ происходит существенное увеличение среднего размера зерна с образованием локального максимума при выдержке 70 минут.

4. С помощью экспериментальных факторных моделей, построенных для неполных закалок от $775 - 800 \text{ }^\circ\text{C}$ и времени выдержки $15 - 125$ минут, установлено закономерное изменение характеристик твердости, относительного удлинения, временного сопротивления и содержания аустенита, контролируемое в большей степени температурой термической обработки. Изменение предела текучести обусловлено влиянием времени термической обработки.

5. Формирование механических свойств стали 10ХЗГЗМФС с помощью режимов неполной закалки может осуществляться в широких пределах изменения характеристик прочности, обусловленных содержанием превращенного аустенита в структуре стали, и ударной вязкости КСТ, величина которой напрямую зависит от среднего размера зерна стали. Хорошее сочетание временного сопротивления и ударной вязкости КСТ получено после проведения следующих режимов: закалка 800 °С, выдержка 125 минут ($\sigma_{\text{в}} = 1120$ МПа, КСТ = 1,02 МДж/м²) и закалка 825 °С, выдержка 125 минут ($\sigma_{\text{в}} = 1240$ МПа, КСТ = 0,72 МДж/м²).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенное диссертационное исследование направлено на изучение возможностей управляемого диспергирования структуры низкоуглеродистой конструкционной безникелевой стали 10X3Г3МФС с использованием фазового альфа-гамма превращения, протекающего в межкритическом интервале температур, последующей холодной деформации с высокими степенями и неполной закалки. Впервые рассмотрено формирование структуры и механических свойств при холодной пластической деформации сталей данного класса в многофазном состоянии. Разработаны оптимальные режимы окончательной неполной закалки, обеспечивающие одновременное повышение характеристик прочности и надежности исследуемой стали. Проведенный комплекс металлографических и структурных исследований позволил показать сложный характер эволюции зеренной структуры под влиянием температуры и времени термической обработки в МКИТ. Показана взаимосвязь изменения характеристик структуры и механических свойств: среднего размера зерна и ударной вязкости КСТ, характеристик прочности и количества мартенсита. Построены экспериментальные факторные модели изменения характеристик механических свойств для неполных закалок в интервале температур 775 - 825 °С и времени выдержки 15 - 125 минут. Проведен комплексный анализ процесса аустенитизации стали 10X3Г3МФС в разных исходных состояниях. Установлено влияние предварительной обработки стали на кинетику образования аустенита и морфологические особенности аустенитно-ферритной структуры, формирующейся в МКИТ.

На основании представленных результатов исследования можно сделать следующие общие выводы:

1. Неполная закалка стали 10X3Г3МФС из верхней части МКИТ обеспечивает получение высокого комплекса механических свойств, обусловленных диспергированием структуры за счет особенностей аустенитизации: высокой скорости образования гамма-фазы в температурном

интервале второй стадии превращения; сохранения среднего размера участков гамма-фазы на одном уровне в широком интервале температур; характера распределения и формы вновь образованного аустенита, определяемого исходным состоянием стали.

2. Морфологические особенности структуры на второй стадии альфа-гамма превращения в стали 10Х3Г3МФС обусловлены эволюцией исходной структуры при нагреве со скоростью 1,5 °С/с и выдержке в МКИТ. В предварительно закаленной стали сохраняется субструктура реечного мартенсита и аустенит образуется внутри бывших зерен, по границам реек, растет ориентированно, повторяя форму реек. В предварительно высоко отпущенной стали зарождение аустенита также происходит на сохранившихся рейках матричной альфа-фазы, однако зерна имеют преимущественно полиэдрическую форму. При нагреве холоднодеформированной в мартенситно-ферритном состоянии стали в МКИТ аустенитные участки имеют полиэдрическую форму и образуются на границах рекристаллизованной альфа-фазы, однако при малом времени выдержки внутри зерен матричной альфа-фазы обнаружены отдельные пластинки превращенного аустенита.

3. Уменьшение среднего размера ячеек деформации стали 10Х3Г3МФС до 67 ± 28 нм при холодной радиальной ковке с $\varepsilon = 60$ % и протекание деформационного превращения остаточного аустенита в мартенсит обеспечивают переход стали в высокопрочное состояние с уровнем временного сопротивления $\sigma_v = 1860$ МПа и ударной вязкостью КСТ = 0,24 МДж/м².

4. Неполная закалка холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФС из верхней части МКИТ позволяет регулировать комплекс механических свойств в широких пределах; обеспечивает получение дисперсной структуры со средним размером зерна 2,5 мкм и хорошим сочетанием характеристик прочности и надежности. Определяющим фактором, влияющим на прочность и содержание мартенсита в структуре, является температура нагрева. Изменение ударной вязкости КСТ в исследованной области режимов неполной закалки имеет сложный характер и происходит взаимосвязано с изменением среднего размера зерна.

В качестве перспектив разработки темы диссертационного исследования можно предложить следующие направления исследования низкоуглеродистых сталей:

- изучение деформационного мартенситного превращения;
- исследование кинетики и морфологических особенностей альфа-гамма превращения при медленном нагреве холоднодеформированной стали;
- разработка режима обработки, включающего холодную радиальную ковку предварительно закаленных из МКИТ сталей и последующий отпуск.

Список литературы

1. Валиев, Р.З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией: монография [Текст] / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
2. Федюкин, В.К. Термоциклическая обработка сталей и чугунов [Текст]. – Л.: Машиностроение, 1977. – 384 с.
3. High-speed thermal-cycle processing of low-carbon steel in the initially hardened and initially cold-deformed condition / D. O. Panov, A. I. Smirnov, Y. N. Simonov // *Engineering Solid Mechanics*. – 2016. – Vol. 4, iss. 3. – P. 133-144. – DOI: 10.5267/j.esm.2016.1.004.
4. Growth behavior of ultrafine austenite grains in microalloyed steel / D. Linxiu, Y. Shengjie, L. Xianghua, W. Guodong // *Acta Metallurgica Sinica*. – 2009. – Vol.22, iss. 1. – P. 7-12. – DOI: 10.1016/S1006-7191(08)60064-2.
5. Рааб, Г.И. К вопросу промышленного получения объемных ультрамелкозернистых материалов / Г.И. Рааб // *Физика и техника высоких давлений*. – 2004. – Т. 14. – № 4. С. – 83-89.
6. Получение объемных ультрамелкозернистых материалов методом интенсивной пластической деформации / Р.З. Валиев, Ю. Эстрин, З. Хорита, Т.Г. Лэнгдон, М.Й. Зехетбауэр, Ю.Т. Жу // *Нанотехника*. – 2006. – № 4 (8). – С. 57-65.
7. Исследование микроструктуры микролегированной ниобием трубной стали после различных режимов контролируемой прокатки с ускоренным охлаждением / М.Ю. Матросов, Л.И. Эфрон, А.А. Кичкина, И.В. Лясоцкий // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2008. – № 3. – С. 44-49.
8. Hot Forming of Ultra-Fine-Grained Multiphase Steel Products Using Press Hardening Combined with Quenching and Partitioning Process / E. P. Vuorinen, A. G. Özügürler, J. C. Ion, K. Eriksson, M. C. Somani, L. P. Karjalainen, S. Allain, F. G. Caballero // *Metals*. – 2019. – Vol. 9, iss. 3. – P. 1-15. – DOI: 10.3390/met9030357.
9. Основы получения повышенного уровня динамической трещиностойкости и прочности в стали 35Х после холодной радиальнойковки /

М.Ю. Симонов, А.Н. Юрченко, А.С. Перцев, Ю.Н. Симонов, Г.С. Шайманов // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – № 6. – С. 104-111.

10. Формирование структуры и механических свойств конструкционной стали при холодной пластической деформации методом радиальной ковки / А.С. Перцев, Д.О. Панов, Ю.Н. Симонов, А.И. Смирнов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2014. – №1. – С. 32-38.

11. Влияние речной структуры мартенсита на структурообразование при деформации сдвигом под давлением и последующем нагреве / М.В. Дегтярев, Л.М. Воронова, Т.И. Чащухина // Металлы. – 2005. – № 5. – С. 17-27.

12. Структура и свойства мартенсита конструкционных легированных сталей после деформирования по различным схемам / Л.С. Давыдова, М.В. Дегтярев, Р.И. Кузнецов, В.И. Левит, В.И. Новожинов, В.П. Пилюгин, Н.А. Смирнова // Физика металлов и металловедение. – 1986. – Т. 61. – № 2. – С. 339-347.

13. Деформационное упрочнение низкоуглеродистых мартенситных сталей на стадии равномерной деформации / С.К. Гребеньков, Л.М. Клейнер, А.А. Шацов, Д.М. Ларинин // Деформация и разрушение материалов. – 2013. – № 4. – С. 15-18.

14. Структурообразование конструкционной низкоуглеродистой стали при комплексной механо-термической обработке на этапе холодной пластической деформации методом радиальной ковки/ А.Н. Балахнин, Р.А. Вагин, Д.О. Панов, А.И. Смирнов, Н.А. Морева // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2012. – №3 (56). – С. 92-94.

15. Глезер, А.М. О Природе сверхвысокой (мегапластической) деформации / А.М. Глезер // Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2007. – Т. 71. – № 12. – С. 1764-1772.

16. Структура, фазовые превращения, механические свойства и хладостойкость низкоуглеродистых мартенситных сталей / В.А. Козвонин, А.А. Шацов, И.В. Ряпосов, М.Г. Закирова, К.Н. Генералова // Физика металлов и металловедение. – 2016. – Т. 117. – № 8. – С. 862-870.

17. Особенности формирования структуры и комплекса механических свойств трубной низколегированной Cr-Mo-V стали после аустенитизации в МКИТ / А.И. Степанов, И.Н. Ашихмина, К.И. Сергеева, С.В. Беликов, С.А. Мусихин, М.С. Карабаналов, А.А. Аль-Катави // Сталь. – 2014. – № 6. – С. 86-90.

18. Березин, С.К. Структура и механические свойства низкоуглеродистых мартенситных сталей, закаленных из межкритического интервала температур и после изотермической закалки / С.К. Березин // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2016. – Т. 18. – № 3. – С. 182-197.

19. Малинов, Л.С. Способы повышения свойств стали 10Г2ФБ, обеспечивающие ее применение по новому назначению и энергосбережение / Л.С. Малинов // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2017. – № 2. – С. 71-75.

20. Маковецкий, А.Н. Влияние исходной структуры трубной стали на механические свойства после закалки из межкритического интервала / А.Н. Маковецкий, Д.А. Мирзаев // Физика металлов и материаловедение. – 2014. – Т. 115. – № 6. – С. 656-663.

21. Панов, Д.О. Особенности образования аустенита низкоуглеродистой стали при нагреве в межкритическом интервале температур / Д.О. Панов, А.И. Смирнов // Физика металлов и материаловедение. – 2017. – Т. 118. – № 11. – С. 1138-1148.

22. Садовский, В.Д. Структурная наследственность в стали [Текст] / В.Д. Садовский. – М. : Металлургия, 1973. – 205 с.

23. Дьяченко, С. С. Образование аустенита в железоуглеродистых сплавах [Текст] / С. С. Дьяченко. – М.: Металлургия, 1982 — 182 с.

24. Зельдович, В.И. Три механизма образования аустенита и структурная наследственность в сплавах железа / В.И. Зельдович // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2008. – № 9. – С. 40-47.

25. Impact of Cold-Rolling and Heat Treatment on Mechanical Properties of Dual-Phase Treated Low Carbon Steel / Le Van Long, Dinh Van Hien, Nguyen Truong

Thanh, et al. // *Advances in Materials Science and Engineering* [open access]. – 2020. – ID1674837. – P. 1-9. – DOI: 10.1155/2020/1674837.

26. Превращения, структура и свойства системно-легированных низкоуглеродистых безникелевых сталей / Ю.Н. Симонов, М.Ю. Симонов, Д.П. Подузов, А.В. Смирнов, И.А. Галимова // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2012. – № 11. – С. 4-11.

27. Свойства низкоуглеродистого легированного мартенсита / Л.М. Клейнер, Л.И. Коган, Р.И. Энтин // *Физика металлов и металловедение*. – 1972. – Т. 33. – №4. – С. 824-830.

28. Формирование структуры и свойств низкоуглеродистой мартенситной стали 12Х2Г2НМФТ при закалке / С.С. Югай, Л.М. Клейнер, А.А. Шацов, Н.Н. Митрохович // *Физика металлов и металловедение*. – 2004. – Т. 97. – № 1. – С. 107-112.

29. Структура низкоуглеродистого мартенсита и конструкционная прочность сталей / Л. М. Клейнер, А. А. Шацов, Д. М. Ларинин, М. Г. Закирова // *Перспективные материалы*. – 2011. – №1. – С. 59-67.

30. Изотов, В. И. Морфология и кристаллогеометрия реечного (массивного) мартенсита / В. И. Изотов // *ФММ*. – 1972. – Т. 34. – № 1. – С. 123–132.

31. Счастливцев, В.М. Структура пакета мартенсита в конструкционных сталях / В.М. Счастливцев // *Физика металлов и металловедение*. – 1972. – Т. 33. – № 2. – С. 326-334.

32. Observations on the Relationship between Crystal Orientation and the Level of Auto-Tempering in an As-Quenched Martensitic Steel / R. Babu, S. Nyssönen, T. Jaskari, M. Järvenpää, A. Davis, T. P. Pallaspuuro, S. Kömi, J. Porter // *Metals*. – 2019. – Vol. 9, iss. 12 – P. 1-14. – DOI:10.3390/met9121255.

33. Фазовые и структурные превращения в низкоуглеродистых мартенситных сталях / Л.М. Клейнер, Д.М. Ларинин, Л.В. Спивак, А.А. Шацов // *Физика металлов и металловедение*. – 2009. – Т. 108. – № 2. – С. 161-168.

34. Симонов, Ю.Н. Условия получения структуры пакетного мартенсита при замедленном охлаждении низкоуглеродистого аустенита / Ю.Н. Симонов // Физика металлов и металловедение. – 2004. – Т. 97. – № 5. – С. 77-81.
35. Структура и свойства низкоуглеродистых мартенситных сталей, закаленных из межкритического интервала температур / А.С. Ермолаев, М.Г. Закирова, Л.М. Клейнер, Ю.Н. Симонов // Конструкции из композиционных материалов. – 2006. – № 4. – С. 172-177.
36. Исследование фазовых и структурных превращений закаленной низкоуглеродистой стали в условиях многократного интенсивного термического воздействия / Д.О. Панов, Ю.Н. Симонов, П.А. Леонтьев, А.И. Смирнов, Л.Ц. Заяц // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2012. – № 11 (689). – С. 28-32.
37. Эволюция структуры и свойств при интенсивной термоциклической обработке холоднодеформированной закаленной системнолегированной стали 10ХЗГЗМФ / Д.О. Панов, А.Н. Балахнин, М.Г. Титова, Е.Н. Орлова, А.И. Смирнов, Ю.Н. Симонов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2012. – № 11 (689). – С. 17-22.
38. Maisuradze, M.V. Microstructure and Mechanical Properties of the Heat Treated Nu-TUF Steel / M.V. Maisuradze, M.A. Ryzhkov // Materials Science Forum. – 2020. – V. 989 MSF. – P. 324-328. – DOI:10.4028/www.scientific.net/MSF.989.324.
39. Березин, С.К. Структура и механические свойства низкоуглеродистых мартенситных сталей, закаленных из межкритического интервала температур и после изотермической закалки / С.К. Березин // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2016. – Т. 18. – № 3. – С. 182-197.
40. Юрченко, А.Н. Микроструктурные особенности, механические свойства и термическая обработка бейнитных сталей / А.Н. Юрченко, Ю.Н. Симонов // Вестник ПНИПУ. – 2016. – Т. 18. – № 3. – С. 160-181.

41. Майсурадзе, М. В. Термическая стабилизация аустенита при ступенчатой закалке сталей для автомобилестроения / М.В. Майсурадзе, М.А. Рыжков // *Металлург.* – 2018. – № 4. – С. 38-47.
42. Ткач, Т.В. Влияние нагрева в межкритический интервал температур на фазово-структурные превращения и механические свойства низкоуглеродистых сталей / Т.В. Ткач // *Металознавство та термічнаобробкаметалів.* – 2016. – № 3 (74). – С. 47-53.
43. Малинов, Л.С. Влияние нагрева в межкритическом или подкритическом интервалах температур перед окончательной термообработкой на свойства конструкционных сталей / Л.С. Малинов // *Технологіїотримання та обробкиконструкційнихматеріалів* – 2017. – № 2. – С. 76-81.
44. Троцан, А.И. Механические свойства стали 15Г, термообработанной с нагревом в МКИТ / А.И. Троцан, Д.В. Бурова // *Новости материаловедения. Наука и техника.* – 2015. – № 1 (13). – С. 4
45. Исследование влияния режимов термообработки на качество проката из конструкционных низколегированных сталей марок 26Г2СБА и 25ХГНМТБА / Л.П. Казанский, В.Л. Сивков, Л.М. Бистина // *Труды нижегородского государственного технического университета им. Р.Е. Алексеева.* – 2013. – № 5(102). – С. 340-345.
46. Особенности процессов образования аустенита в межкритическом интервале температур в исходнозакаленных низкоуглеродистых сталях разных систем легирования / Л.Ц. Заяц, Д.О. Панов, Ю.Н. Симонов, А.Н. Балахнин, А.И. Смирнов, И.Л. Яковлева // *Физика металлов и металловедение.* – 2011. – Т. 112. – № 5. – С. 505-513.
47. Ткач, Т.В. Формирование структуры и свойств проката после нагрева и деформации в межкритическом интервале температур / Т.В. Ткач // *Актуальные проблемы современной науки: сб. тез. науч. раб. XV междунар. науч.-практ. конф.* – Киев, 2016. – С. 50-54.

48. Мулюков, Р.Р. Деформационные методы наноструктурирования материалов: предпосылки, история, настоящее и перспективы / Р.Р. Мулюков, А.А. Назаров, Р.М. Имаев // Известия ВУЗов. Физика. – 2008. – Т. 51, № 5. – С. 47–59.
49. Радюченко, Ю.С. Ротационное обжигание / Ю.С. Радюченко. – М: Машиностроение, 1972. – 176 с.
50. Погорильчук, Е.А. Определение оптимальных параметров технологического процесса радиальнойковки / Погорильчук Е.А., Власов Е.А. // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н.Э. Баумана [электронный ресурс]. – 2009. – № 9. – С. 3-8.
51. Механические свойства конструкционной низкоуглеродистой стали 10Х3Г3МФ после холодной пластической деформации методом радиальнойковки / А.Н. Балахнин, Д.А. Костюк, Д.О. Панов, А.А. Никулина, Ю.Н. Ромашова // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2012. - №3 (56). – С. 64-66.
52. The Effect of morphology on the stability of retained austenite / X. Xiong, M.X. Huang, B. Chen, J. Wang // Scripta Materialia. – 2013. – Vol. 68, iss. 5. – P. 321–324. – DOI: 10.1016 / j. scriptamat.2012.11.003.
53. Thermal and mechanical stability of retained austenite surrounded by martensite with different degrees of tempering / J. Hidalgo, K.O. Findley, M.J. Santofimi // Materials Science & Engineering A. – 2017. – Vol. 690. – P. 337-347. – DOI: 10.1016 / j.msea.2017.03.017
54. Васильева, А. Г. Деформационное упрочнение закаленных конструкционных сталей [Текст] / А. Г. Васильева. – М.: Машиностроение, 1981. – 231 с.
55. Влияние интенсивной пластической деформации на структурно-фазовое состояние стали со структурой отпущенного мартенсита / А.В. Никоненко, Н.А. Попова, Е.Л. Никоненко, Н.А. Конева // Перспективы развития фундаментальных наук: сб. науч. трудов XIV междунар. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск, 2017. – С. 243-245.

56. Перераспределение углерода при деформации сталей с бейнитной и мартенситной структурами / К.В. Аксёнова, В.Г. Громов, Ю.Ф. Иванов, Е.Н. Никитина, Д.А. Косинов // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 2017. - №7. – С. 544-548.
57. Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства [Текст] / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: Академкнига, 2007. – 398 с.
58. Фирстов, С.А. Стадийность деформационного упрочнения кристаллов / С.А. Фирстов, Э.П. Печковский // Вопросы материаловедения. – 2002. – №1 (29). – С. 70-78.
59. Конева, Н.А. Современная картина стадий пластической деформации / Н.А. Конева, Э.В. Козлов // Вестник Тамбовского университета. Естественные и технические науки. – 2003. – Т. 8. – № 4. – С. 514-518.
60. Иванова, В.С. О связи стадийности процессов пластической деформации с фрактальной структурой, отвечающей смене масштабного уровня деформации / В.С. Иванова, А.А. Оксогоев // Физическая мезомеханика. – 2006. – Т. 9. – № 6. – С. 17-28.
61. Конева, Н.А. Классификация дислокационных субструктур / Н.А. Конева, Э.В. Козлов, Л.И. Тришкина // Металлофизика. – 1991. – вып.10. – С. 49-58.
62. Рыбин, В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов [Текст]. – М: Металлургия, 1986. – 224 с.
63. Конева, Н.А. Структурные уровни пластической деформации и разрушения [Текст] / Н. А. Конева и Э.В. Козлов: под ред. В.Е. Панина. – Новосибирск: Наука, 1990. – 123 с.
64. Вишняков, Я.Д. Превращения в металлах с различной энергией дефекта упаковки [Текст]/ Я.Д. Вишняков, Г.С. Файнштейн. – М.: Металлургия, 1981. – 136 с.
65. Влияние пластической деформации на изменение разориентировки границ в металлических материалах / Г.А. Салищев, С.Ю. Миронов, С.В.

Жеребцов, А.Н. Беляков // Физика и механика материалов. 2016. Т. 25. №1. С. 42-48.

66. Scaling of microstructural parameters misorientations of deformation induced boundaries / D.A. Hughes, Q. Liu, D.C. Chrzan, N. Hansen // Acta Materialia. – 1997. – Vol. 45, iss.1. – P. 105-112. – DOI: 10.1016 / S1359-6454(96)00153-X

67. Курдюмов, Г. В. Превращения в железе и сталях [Текст] / Г. В. Курдюмов, Л. М. Утевский, Р. И. Энтин. – М. : Наука, 1977. – 236 с.

68. Новиков, И.И. Теория термической обработки металлов [Текст]. – М.: Металлургия, 1986. – 479 с.

69. Структурно-фазовые изменения при отпуске литой конструкционной среднелегированной стали / О.В. Тихонькова, Н.А. Попова, В.Я. Целлермаев В.Я., В.Е. Громов, Э.В. Козлов // Фундаментальные проблемы современного металловедения. – 2006. – Т. 3. – №1. – С. 96-98.

70. Утевский, Л.М. Отпуская хрупкость стали [Текст] / Л.М. Утевский – М. : Металлургия, 1961. – 192 с.

71. Исследование превращений, структуры и свойств системно-легированной низкоуглеродистой стали 12Х3Г2МФС промышленной выплавки / Д.П. Подузов, М.Ю. Симонов, А.Н. Юрченко, Ю.Н. Симонов, А.Д. Бухалов // Вестник ПНИПУ. – 2017. – Т. 19. – № 4. – С. 41-60.

72. Маковецкий, А.Н. Особенности проявления отпускной хрупкости у стали 13ХФА с низким содержанием фосфора, закаленной из межкритического интервала температур / А.Н. Маковецкий, Д.А. Мирзаев // Вестник ЮУГУ. Металлургия. – 2013. – Т. 13. – № 2. – С. 103-110.

73. Воробьев, Р.А. Влияние процессов самоотпуска и отпуска на механические характеристики и характер разрушения закаленной на воздухе низкоуглеродистой мартенситной стали / Р.А. Воробьев, В.Н. Дублинский, В.В. Евстифеева // Физика металлов и металловедение. – 2019. – Т. 120. – С. 1083-1088.

74. Липчин, Н.Н. О структурном механизме превращений при нагреве стали / Липчин Н.Н., С.А. Коковьякина // Металловедение и металлокерамические материалы. Сб. науч.тр. – 1969. – № 51. – С. 3-14.

75. Бернштейн, М. Л. Отпуск стали [Текст] / М. Л. Бернштейн, Л. М. Капуткина, С. Д. Прокошкин. – М: МИСиС, 1997. – 335 с.
76. Сюзева, Е.Б. Отпуск конструкционных сталей со структурой низкоуглеродистого мартенсита: автореф. дис. канд. техн. наук: 05.16.01. / Сюзева Екатерина Борисовна. – Пермь, 2000. – 16 с.
77. Real-Time Investigation of Recovery, Recrystallization and Austenite Transformation during Annealing of a Cold-Rolled Steel Using High Energy X-ray Diffraction (HEXRD) / M. Moreno, J. Teixeira, G. Geandier, J.-C. Hell, F. Bonnet, M. Salib // *Metals*. – 2019. – Vol. 9, iss.1. – P. 1-8. – DOI: 10.3390/met9010008.
78. Физическое металловедение. Дефекты кристаллического строения. Механические свойства металлов и сплавов / Р.Кан [перевод с английского]: ред. В.М. Розенберг. – Вып. 3 – М.: Мир, 1968. – 484 с.
79. Мультиплетный характер процессов аустенитизации и распада аустенита низкоуглеродистых мартенситных сталей / Л.М. Клейнер, Л.В. Спивак, А.А. Шацов, М.Г. Закирова // *Вестник пермского университета. Серия: физика*. – 2010. – №1. – С. 111–114.
80. Determination of the critical points in solid-state phase transformation of some hypoeutectoid steels / C. Dulucheanu, T. L. Severin, A. Potorac, L. Irimescu // *E3S Web of Conferences. ICPEME 2019*. – 2019. – Vol. 95. – P. 1-5. DOI: 10.1051/e3sconf/20199504004.
81. Pawłowski, B. Determination of critical points of hypoeutectoid steels / B. Pawłowski // *Metallurgy and Materials*. – 2019. – Vol. 57, iss. 3. – P. 957-962. – DOI: 10.2478/v10172-012-0106-4
82. Этапы аустенитизации холоднодеформированной низкоуглеродистой стали в межкритическом интервале температур / Д.О. Панов, Ю.Н. Симонов, Л.В. Спивак, А.И. Смирнов // *Физика металлов и металловедение*. – 2015. – Т. 116. – № 8. – С. 846-853.
83. Austenite Formation during Intercritical Annealing / J. Huang, W.J. Poole, M. Millitzer // *Metallurgical and Materials Transactions*. – 2004. – Vol. 35, iss. 11. – P. 3363-3375. – DOI: 10/1007/s11661-004-0173-x.

84. Формирование структуры низколегированной трубной стали при нагреве в межкритическом интервале температур / А.Н. Маковецкий, Т.И. Табатчикова, И.Л. Яковлева, Н.А. Терещенко, Д.А. Мирзаев // Физика металлов и металловедение. – 2012. – Т. 113. – № 7 – С. 744–755.

85. The effects of the initial microstructure on microstructural evolution, mechanical properties and reversed austenite stability of intercritically annealed Fe-6.1Mn-1.5Si-0.12C steel / S. Yan, X. Liu, T. Liang, Y. Zhao // Materials Science and Engineering: A. – 2018. – Vol. 712. – P. 332-340. – DOI: 10.1016/j.msea.2017.11.118.

86. Влияние термической обработки и пластической деформации на структуру и механические свойства азотосодержащей стали 04Н9Х2А / В.М. Блинов., О.А. Банных, Е.И. Лукин, М.В. Костина, Е.В. Блинов // Металлы. – 2014. – № 6. – С. 21-28.

87. Влияние температуры нагрева в межкритический интервал на формирование субзеренной структуры в предварительно закаленных низколегированных сталях / С.В. Беликов, К.И. Сергеева, М.С. Карабаналов, А.А. Попов, А.А. Адван // Современные проблемы науки и образования. – 2013. – № 2. – С. 184-190.

88. Dilatometric model for determining the formation of austenite during continuous heating in medium carbon steel / M. Herrejón-Escutia, G. Solorio-Díaz, H. Javier Vergara-Hernández, E. López-Martínez, O. Vázquez-Gómez // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2019. – Vol. 137, iss. 2. – P. 399 – 410. – DOI: 10.1007 / s10973-018-7936-x.

89. Quantitative dilatometric analysis of intercritical annealing in a lowsilicon TRIP steel / L. Zhao, T. A. Kor, V. Rolin, J. Sietsma, A. Mertens, P. J. Jacques, S. Van Der Zwaag // Journal of Materials Science. – 2002. – Vol. 37, iss. 8. – P. 1585-1591. – DOI:10.1023/A:1014941424093.

90. Кристаллизация аморфного сплава системы Fe-Cu-Nb-Si-B под действием мощного импульсного оптического излучения / Р.А. Назипов, Н.А. Зюзин, А.В Митин // arXiv:1010.5010v1 [электронный ресурс] – 2010. – С. 1-12.

91. Кинетика образования аустенита и влияние нагрева в межкритическом интервале температур на структуру стали 08Г2Б / В.М. Фарбер, В.А. Хотинков, О.В. Силиванова, О.Н. Полухина, А.С. Юровских, Д.О. Панов // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2016. – № 11 (737). – С. 11-16.

92. Панов, Д.О. Дилатометрические исследования процессов аустенитизации в межкритическом интервале температур закаленной и высокоотпущенной низкоуглеродистой стали / Д.О. Панов // *Современные проблемы науки и образования.* – 2014. – № 6. – С. 131-137.

93. Recrystallization and formation of austenite in deformed lath martensitic structure of low carbon steels / M. Tokizane, N. Matsumura, K. Tsuzaki, T. Maki // *Metallurgical Transactions A.* – 1982. – Vol. 13, iss. 8. – P. 1379-1388. DOI: 10.1007/BF02642875.

94. Структурно-фазовые переходы в хладостойких низкоуглеродистых мартенситных сталях, склонных к структурной наследственности / С.К. Березин, А.А. Шацов, С.К. Гребеньков, Л.В. Спивак // *Металлы.* – 2018. – № 3. – С. 9-23.

95. *Металловедение. Сталь* [перевод с немецкого]: в 2 т. / Л.И. Гладштейн, Б.И. Левин и др.; под общ. ред. М.Л. Бернштейна. – М.: *Металлургия*, 1995. – 447 с.

96. Пат. 2532628 Российская Федерация, МПК С 22 С 38/38. Сталь для изготовления изделий с повышенной прокаливаемостью [Текст] / Ю.Н. Симонов, М.Ю. Симонов, Г.С. Шайманов, Д.П. Подузов. – № 2013113589/02; заявл. 26.03.2013; опубл. 10.11.2014, Бюл. № 31.

97. Зайдель, А.Н. Основы спектрального анализа [Текст] / А.Н. Зайдель. - М.: *Наука*, 1965. – 322 с.

98. *Металловедение и термическая обработка стали и чугуна* [Текст] / Б.С. Бокштейн [и др.] // *Методы испытаний и исследования : справ.* – М.: *Интермет Инжиниринг*, 2004. – Т. 1. – 687 с.

99. Пат. 2561315 Российская Федерация, МПК G 01 N 25/02. Способ определения температур фазовых превращений в металлических материалах / Ю.Н.

Симонов, Д.О. Панов. – № 2014120830/28; заявл. 22.05.2014; опубл. 27.08.2015, Бюл. № 24.

100. Гладштейн, Л. И. Дилатометрический анализ кинетики полиморфного превращения при нагреве стали / Л.И. Гладштейн, Т.Н. Риваненок, А.В. Христов // Заводская лаборатория. Диагностика металлов. – 2008. – Т. 74. – № 6. – С. 36-39.

101. Пат. 2639735 Российская Федерация, МПК G 01 N 25/02. Способ определения температур фазовых превращений в металлических материалах / Ю.Н. Симонов, Д.О. Панов. – № 2016138939; заявл. 03.10.2016; опубл. 22.12.2017.

102. Wojdyr, M.J. Fityk: a general-purpose peak fitting program / M.J. Wojdyr // Journal of Applied Crystallography. – 2010. – Vol. 43. – P. 1126-1128. – DOI: 10.1107/S0021889810030499.

103. Ящерицын, П.И. Планирование эксперимента в машиностроении [Текст] / П. И. Ящерицын, Е. И. Махаринский. – Вышэйш. шк., 1985. – 286 с.

104. ASTM E3 - 11 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens

105. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физико-аналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения [Текст] / Б.К. Барахтин, А.М. Немец; ред. Б.К. Барахтин [и др.]. – СПб.: НПО «Профессионал». – 2006. – 490 с.

106. Межкритическая закалка низкоуглеродистой стали с получением дисперсной многофазной структуры / Д.О. Панов, Т.Ю. Барсукова, А.И. Смирнов, Е.Н. Орлова, Ю.Н. Симонов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2017. – № 4 (77). – С. 6–18. – doi: 10.17212/1994-6309-2017-4-6-18

107. Физические основы электротермического упрочнения стали [Текст] / В.И. Гриднев, Ю.А. Мешков, С.П. Ошкарев, В.И. Труфилов. – Киев: Наукова думка, 1973. – 335 с.

108. Критические точки при быстром нагреве деформированной стали / В.Н. Гриднев, О.М. Ивасишин, Ю.А. Мешков, С.П. Ошкадеров // Металловизика. – 1975. – Вып. 61.– С. 98-100.

109. Горностырев, Ю.Н. Микроскопические механизмы гетерогенного зарождения новой фазы при полиморфном ГЦК-ОЦК-превращении / Ю.Н.

Горностырев // Фазовые и структурные превращения в стали: сб. науч. тр. – Магнитогорск: Изд-во Магнитогорского дома печати. – 2008. – С. 31-57.

110. Попов, А.А. Фазовые превращения в металлических сплавах [Текст]. – М.: Metallurgizdat, 1963. – 311 с.

111. Счастливец, В.М. Электронно-микроскопические исследования аустенита при нагреве конструкционной стали / В.М. Счастливец, Н.М. Копцева // Физика металлов и металловедение. – 1976. – Т. 42. – № 4. – С. 837-847.

112. Structure formation in low-alloy pipe steel during heating in the intercritical temperature range / A.N. Makovetskii, T.I. Tabatchikova, I.L. Yakovleva, N.A. Tereshchenco, D.A. Mitzaev // The Physics of Metals and Metallography. – 2012. – Vol. 113, iss. 7. – P. 704-715. – DOI: 10.1134/S0031918X12070083.

113. Барсукова, Т.Ю. Получение дисперсной феррито-мартенситной структуры в низкоуглеродистой конструкционной стали при закалке из межкритического интервала температур / Т.Ю. Барсукова, Д.О. Панов, М.Ю. Симонов // Технология металлов. – 2019. – № 11. – С. 2– 12. – doi: 10.31044/1684-2499-2019-11-0-2-12.

114. Большая энциклопедия нефти и газа [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://ngpedia.ru/index.html>, свободный. – Загл. с экрана.

115. Влияние структуры на динамическую трещиностойкость и особенности микромеханизма роста трещины стали 35Х после холодной радиальнойковки / М.Ю. Симонов, Г.С. Шайманов, А.С. Перцев, Ю.Н. Симонов, А.Н. Князева, К.А. Шибанова, А.И. Смирнов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2016. – № 2 (728). – С. 24-32.

116. Эволюция структуры и свойств многофазной низкоуглеродистой стали в процессе холодной радиальнойковки / Т.Ю. Барсукова, Д.О. Панов, А.С. Перцев, А.И. Смирнов, Ю.Н. Симонов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2019. – № 10. – С. 25–32.

117. Влияние холодной пластической деформации методом радиальнойковки и последующей термической обработки на структуру и свойства стали 10ХЗГЗМФ / А.Н. Балахнин, Д.О. Панов, М.Г. Титова, А.С. Перцев, А.И. Смирнов,

Ю.Н. Симонов // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2012. – № 11 (689). – С. 22-27.

118. Тюрин, В.А. Ковка на радиально-обжимных машинах / В.А. Тюрин, В.А. Лазоркин, И.А. Пospelов. – М.: Машиностроение, 1990 – 256 с.

119. Симонов, М.Ю. Структурные и фрактографические особенности формирования расщеплений в низколегированной стали, подвергнутой деформационно-термической обработке / М.Ю. Симонов, Ю.Н. Симонов, Г.С. Шайманов // *МиТОМ.* – 2019. – № 10 (772). – С. 5-14.

120. Хомская, И.В. Образование аустенита под действием высоких статических и динамических давлений в сплавах железа с ферритной и мартенситной структурами / И.В. Хомская // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2008. – № 9 (639). – С. 47-55.

121. Барсукова, Т.Ю. Закономерности формирования структуры и свойств холоднодеформированной низкоуглеродистой конструкционной стали при неполной закалке / Т.Ю. Барсукова, Д.О. Панов, Ю.Н. Симонов // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2021. – № 7. – С. 3–9

122. Панов, Д.О. Структурные и фазовые превращения в низкоуглеродистой стали при термической обработке с однократной и циклической аустенитизацией [Текст] : дис. ... канд. тех. наук: 05.16.01 : защищена 05.06.15 / Дмитрий Олегович Панов. – Пермь, 2015. – 146 с. – Библиогр.: с. 129-141.

123. Балахнин, А.Н. Формирование структуры и свойств закаленных конструкционных низкоуглеродистых сталей при холодной радиальной ковке и последующем термическом воздействии [Текст] : дис. ... канд. тех. наук: 05.16.09 : защищена 25.12.15 / Александр Николаевич Балахнин. – Пермь, 2015. – 158 с.

Приложение 1



АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ПЕРМСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Героев Хасана ул., д. 41, г. Пермь, 614990
Телефон: (342) 281-02-47, факс: (342) 281-01-90
E-mail: info@pniti.ru; http://www.pniti.ru

ОКПО 07501343; ОГРН 1025900913390
ИНН/КПП 5904000518/590401001

Утверждаю

Генеральный директор

А.В. Шимкевич



04 2020 г.

АКТ № 02/0701 от 03.04.2020

промышленного опробования результатов научно-исследовательских работ и технологических разработок по теме «Повышение надежности низкоуглеродистой конструкционной стали холодной радиальной ковкой и неполной закалкой»

Настоящим актом подтверждается, что совместная научная группа специалистов ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» и АО «Пермский научно-исследовательский технологический институт» (АО «ПНИТИ») в период с 2013 по 2020 г.г. провела в АО «ПНИТИ» комплекс научно-исследовательских работ, в результате которых разработаны и опробованы эффективные технологические процессы производства промышленных заготовок круглого сечения повышенной надежности из низкоуглеродистой конструкционной стали.

В ходе проведения научно-исследовательских работ была разработана и опробована комплексная деформационно-термическая обработка цилиндрических заготовок диаметром $19,0 \pm 0,5$ мм закаленной из межкритического интервала температур конструкционной низкоуглеродистой стали 10X3Г3МФС, заключающаяся в холодной радиальной ковке со степенью деформации ~60 % и последующей неполной закалке.

Результатами опробования научно-исследовательских работ и технологических разработок по различным режимам комплексной деформационно-термической обработки стало изготовление в заводских условиях цилиндрических заготовок диаметром $12,0 \pm 0,5$ мм из конструкционных сталей в ультрамелкозернистом состоянии с уникальным сочетанием характеристик прочности, пластичности и надежности. В таблице приведены некоторые режимы комплексной обработки и полученный комплекс механических свойств. Полученные полнотелые цилиндрические заготовки из низкоуглеродистой конструкционной стали 10X3Г3МФС обладают временным сопротивлением более 1100 МПа, значительным резервом прочности ($\sigma_{0,2}/\sigma_b = 0,6...0,7$), высокой

пластичностью и надежностью, что существенно расширяет области возможного применения данного материала.

Таким образом, полученные в промышленных условиях полнотелые цилиндрические заготовки из низкоуглеродистой конструкционной стали 10Х3ГЗМФС способны успешно конкурировать с получаемыми в современных лабораторных условиях аналогами при интенсивной пластической деформации.

Таблица. Примеры некоторых из опробованных промышленных технологий комплексной деформационно-термической обработки.

№ п/п	Вид обработки	Результат опробования
1	Неполная закалка 800 °С (2 часа, воздух), холодная РК ($\epsilon \approx 60\%$) и неполная закалка от 800 °С (2,1 часа, воздух)	Повышение относительно закаленного состояния: КСТ ⁺²⁰ в 2,3 раза до 1,02 МДж/м ² , δ на 43 % до 20,0 %, ψ на 15 %; при снижении: $\sigma_{0,2}$ на 14 %, σ_B на 15 % до 1120 МПа
2	Неполная закалка 800 °С (2 часа, воздух), холодная РК ($\epsilon \approx 60\%$) и неполная закалка от 825 °С (1,17 часа, воздух)	Повышение относительно закаленного состояния: КСТ ⁺²⁰ на 90 % до 0,84 МДж/м ² , δ на 36 % до 19,0 %, ψ на 15 %; при снижении: $\sigma_{0,2}$ на 16 %, σ_B на 7 % до 1230 МПа
3	Неполная закалка 800 °С (2 часа, воздух), холодная РК ($\epsilon \approx 60\%$) и неполная закалка от 800 °С (2,1 часа, воздух)	Повышение относительно закаленного с 800 °С состояния: КСТ ⁺²⁰ на 35 %, δ на 38 %; при снижении: $\sigma_{0,2}$ на 9 %, σ_B на 17 %

От АО «Пермский научно-исследовательский технологический институт»

Главный инженер

Р.В. Сатюков

Зам. директора по производству
– начальник НПЦ РК

Ю.В. Логинов

Начальник ЦИЛ

С.В. Смирнова

**От ФГБОУ ВО «Пермский национальный исследовательский
политехнический университет»**

Проф., д.т.н., зав. каф. МТО

Ю.Н. Симонов

Аспирант каф. МТО

Т.Ю. Барсукова