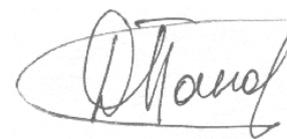


На правах рукописи



**ПАНОВ Дмитрий Олегович**

**СТРУКТУРНЫЕ И ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ  
В НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ  
С ОДНОКРАТНОЙ И ЦИКЛИЧЕСКОЙ АУСТЕНИТИЗАЦИЕЙ**

05.16.01 – Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov i spлавов

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет»

**Научный руководитель:**

доктор технических наук, доцент **Симонов Юрий Николаевич**

**Официальные оппоненты:**

**Окишев Константин Юрьевич**, доктор физико-математических наук, доцент, ФГБОУ ВПО «Южно-Уральский государственный университет» (национальный исследовательский университет), профессор кафедры физического металловедения и физики твердого тела;

**Хотинов Владислав Альфредович**, кандидат технических наук, доцент, ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», доцент кафедры термообработки и физики металлов

**Ведущая организация:**

ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

Защита диссертации состоится «05» июня 2015 г. в 15.00 ч на заседании диссертационного совета Д 212.285.04 на базе ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, аудитория И-420 (зал Ученого совета).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», <http://dissovet.science.urfu.ru/news2/>.

Автореферат разослан «\_\_» апреля 2015 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета Д 212.285.04



Л.А. Мальцева

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** В современных условиях промышленность нуждается в создании новых подходов к обработке низкоуглеродистых сталей, которые обеспечат получение деталей с высоким уровнем характеристик прочности и ударной вязкости. Для этого необходима реализация в металлических деталях зернограницно-субструктурного механизма упрочнения при диспергировании структуры и субструктуры материала.

Сопоставление уровня характеристик механических свойств различных конструкционных материалов показывает, что системно легированные низкоуглеродистые стали типа 10Х3Г3МФ являются перспективными для изготовления деталей нефтедобывающего машиностроения. Однако ресурс прочности и ударной вязкости таких материалов реализован не полностью.

Перспективным направлением диспергирования структуры является термоциклическая обработка (ТЦО). Для измельчения зеренной структуры аустенита стали при ТЦО необходима циклическая аустенитизация с последовательной реализацией процессов фазового наклепа и структурной перекристаллизации. Фазовый наклеп реализуется при аустенитизации в межкритическом интервале температур (МКИТ), а также в процессе закалки на мартенсит. Возможности измельчения аустенитного зерна при циклической аустенитизации в значительной степени определяются исходным состоянием стали, скоростью и температурой нагрева при аустенитизации, количеством циклов нагрева и охлаждения. Для реализации диспергирования структуры низкоуглеродистых сталей типа 10Х3Г3МФ при таком термическом воздействии необходимо определение влияния условий обработки на особенности формирования структуры и свойств при однократной и циклической аустенитизации.

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» ПНИПУ, г. Пермь, в рамках госбюджетных научно-исследовательских работ по ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 гг. (соглашения № 14.В37.21.0136 и № 14.А18.21.0103).

### **Степень разработанности темы исследования**

Выявлению закономерностей аустенитизации сталей со структурой мартенсита и бейнита уделено большое внимание в трудах следующих отечественных и зарубежных ученых: В.Д. Садовский, В.М. Счастливец с соавторами, В.В. Сагарадзе с соавторами, В.И. Зельдович с соавторами, М.Л. Бернштейн с соавторами, Н.Н. Липчин с соавторами, В.Н. Гриднев с соавторами, С.С. Дьяченко с соавторами, Д.А. Мирзаев с соавторами, Л.М. Клейнер с соавторами, А. Боджак с соавторами, Х.К.Д.Х. Бхадешиа с соавторами, Р. Вей с соавторами, Д. Ли с соавторами, С.-Х. Мун с соавторами, И. Тамура с соавторами, М. Чанг с соавторами и другие.

Отечественные и зарубежные авторы, работы которых посвящены вопросам термической обработки с циклической аустенитизацией: А.А. Баранов с соавторами, И.Н. Кидин с соавторами, А.С. Тихонов с соавторами, Р.Л. Тофпенек с соавторами, В.К. Федюкин с соавторами, Р.А. Грендж, Л.Ф. Портер, Д.С. Добковски, Л. Ду с соавторами и другие.

В то же время в работах ученых отсутствует единое мнение о стадиях аустенитизации в МКИТ и влиянии на них исходного состояния и условий нагрева, определяющих зеренную структуру аустенита стали перед закалочным охлаждением. Особенно это относится к конструкционным низкоуглеродистым сталям типа ХЗГЗМФ, система легирования которых обеспечивает высокую прокаливаемость. Данный аспект определил выбор темы исследования, постановку цели и задач.

**Цель работы** – исследование особенностей формирования структуры и свойств низкоуглеродистой стали 10ХЗГЗМФ при термической обработке с однократной и циклической аустенитизацией для получения высоких показателей прочности и ударной вязкости.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи:

1. Изучить процессы фазовых и структурных превращений в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10X3Г3МФ в межкритическом интервале температур (МКИТ) при термической обработке с однократной аустенитизацией с различными скоростями нагрева.

2. Построить термокинетические диаграммы образования аустенита в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10X3Г3МФ с определением положения критических точек  $A_{c1}$  и  $A_{c3}$  и стадий аустенитизации в МКИТ.

3. Исследовать процессы формирования структуры и закономерности изменения свойств стали 10X3Г3МФ при термической обработке с циклической аустенитизацией.

4. Разработать режим упрочняющей обработки стали 10X3Г3МФ для получения высоких показателей прочности и ударной вязкости.

#### **Научная новизна работы:**

1. Разделены температурные области протекания трех стадий  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10X3Г3МФ при однократной аустенитизации со скоростями нагрева от 0,15 до 90 °С/с в межкритическом интервале температур (МКИТ) с использованием дилатометрического анализа.

2. Установлены особенности формирования структуры при однократной аустенитизации со скоростью нагрева 90 °С/с исходно холоднодеформированной стали 10X3Г3МФ в МКИТ: на первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение протекает по границам полигонов, на второй – по границам рекристаллизованных зерен, на третьей – в объеме рекристаллизованных зерен.

3. Построены термокинетические диаграммы образования аустенита в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10X3Г3МФ с определением положения критических точек  $A_{c1}$  и  $A_{c3}$  и стадий аустенитизации в МКИТ. Показано, что при увеличении скорости нагрева от 0,15 до 90 °С/с для всех исследованных состояний наблюдается расширение МКИТ. В исходно закаленной и исходно

холоднодеформированной стали расширение МКИТ происходит за счет снижения  $A_{c1}$ , степень понижения  $A_{c1}$  определяется уровнем релаксированной в процессе  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения энергии наклепа  $\alpha$ -фазы, а положение  $A_{c3}$  при этом изменяется незначительно. В исходно высокоотпущенной стали расширение МКИТ происходит за счет повышения  $A_{c3}$ , что обусловлено смещением третьей стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения в область более высоких температур, положение  $A_{c1}$  в данном случае от скорости нагрева не зависит.

4. Установлено, что сужение МКИТ при циклической аустенитизации со скоростью нагрева  $90 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$  в процессе диспергирования структуры исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФ вызвано увеличением скорости  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при неизменном объемном эффекте на каждой стадии.

#### **Практическая значимость работы:**

1. Разработан режим упрочняющей обработки стали 10Х3Г3МФ, включающий закалку на воздухе с температур горячей пластической деформации, холодную пластическую деформацию методом радиальнойковки со степенью 60 % и однократный нагрев в расплаве солей до температуры  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  с последующей закалкой в воде, что привело к реализации наноструктурного состояния стали с поперечным размером рейки мартенсита в плоскости фольги равным  $(60 \pm 10) \text{ нм}$ , при этом предел текучести увеличился относительно исходно закаленной стали 10Х3Г3МФ на 50 % (до 1360 МПа), предел прочности на – 10 % (до 1420 МПа), ударная вязкость КСТ повышается в 4,5 раза (до  $0,91 \text{ МДж}/\text{м}^2$ ), критическая температура хрупкости  $T_{K12}$  снижается с 10 до  $-60 \text{ }^\circ\text{C}$ . Данный режим опробован в условиях ОАО «Мотовилихинские заводы», изготовлена пробная партия шпилек  $M6 \times 1 \times 60$  с категорией прочности 12.9.

2. Результаты исследования однократной аустенитизации и формирования структуры и свойств стали 10Х3Г3МФ при циклической аустенитизации внедрены в образовательный процесс дисциплин «Физика металлов» и «Материаловедение» основных образовательных программ подготовки бакалавров и специалистов в ПНИПУ. Общий объем внедрения составил 28 часов.

3. Разработана и запатентована методика окисления-травления для выявления зеренной структуры аустенита в закаленных низкоуглеродистых сталях. Данная методика внедрена при выполнении госбюджетных научно-исследовательских работ в ПНИПУ, что позволило изучить динамику изменения размера аустенитного зерна пробных плавок сталей систем легирования ХЗГЗМФ(С,Т) и ХНЗМФС.

#### **Методология и методы диссертационного исследования**

Методологической основой исследования послужили труды ведущих отечественных и зарубежных ученых в области термической обработки с однократной и циклической аустенитизацией, государственные стандарты РФ, а также положения теории термической обработки сталей, теории фазовых превращений, физических методов исследования, теории прочности и теории легирования.

Для достижения поставленной цели и задач в диссертационной работе были использованы следующие методы: металлография, дилатометрия, дифференциальная сканирующая калориметрия, оптико-эмиссионный спектральный анализ, световой и электронный фрактографический анализ, просвечивающая электронная микроскопия, дюрометрия, испытания на одноосное растяжение и ударную вязкость.

#### **На защиту выносятся следующие основные положения и результаты:**

1. При однократной аустенитизации со скоростями нагрева от 0,15 до 90 °С/с в межкритическом интервале температур (МКИТ) исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10ХЗГЗМФ  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение протекает в три стадии.

2. На первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение в исходно холоднодеформированной стали 10ХЗГЗМФ при однократной аустенитизации со скоростью 90 °С/с в МКИТ протекает по границам полигонов, на второй – по границам рекристаллизованных зерен, на третьей – в объеме рекристаллизованных зерен.

3. Термокинетические диаграммы образования аустенита в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной

стали 10X3Г3МФ с определением положения критических точек  $A_{c1}$  и  $A_{c3}$  и стадий аустенитизации в МКИТ.

4. Сужение МКИТ в процессе диспергирования структуры при циклической аустенитизации со скоростью нагрева  $90\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$  исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали 10X3Г3МФ вызвано увеличением скорости  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при неизменном объемном эффекте на каждой стадии.

5. Высокие показатели прочности и ударной вязкости в результате упрочняющей обработки стали 10X3Г3МФ достигаются за счет формирования наноструктурного состояния с поперечным размером рейки мартенсита в плоскости фольги равным  $(60 \pm 10)$  нм.

#### **Апробация работы**

Материалы диссертации были доложены и обсуждены на VII и VIII Конференции молодых ученых «КоМУ–2008» и «КоМУ–2010», Ижевск, 2008, 2010 гг.; XI, XIII, XV Уральской школе-семинаре металлургов – молодых ученых, Екатеринбург, 2010, 2012, 2014 гг.; на I и II Международной конференции «Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении», Пермь, 2012, 2014 гг.; на XIX, XX, XXI и XXII Уральской школе металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического материаловедения сталей и сплавов», Екатеринбург, 2008, 2010, 2012, 2014 гг.

**Степень достоверности результатов диссертации** определяется применением комплекса современной экспериментальной техники и измерительных приборов, комплекса современных методов исследования, а также воспроизводимостью и непротиворечивостью результатов, полученных различными методами.

**Личный вклад соискателя** заключается в постановке цели и задач работы, проведении исследований, обработке и анализе результатов, формулировании выводов, написании статей и тезисов.

Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии диссертант проводил при участии канд. техн. наук, доцента А.И. Смирнова. Калориметрические исследования диссертант проводил при участии д-ра физ.-мат. наук, профессора Л.В. Спивака.

## **Публикации**

По теме диссертационной работы опубликовано 12 научных работ, в том числе 7 статей в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК, и получен 1 патент РФ на изобретение.

## **Структура и объем работы**

Диссертация состоит из введения, 5-ти глав, заключения и списка литературы; изложена на 146 страницах, включает 77 рисунков, 5 таблиц, 3 приложения; список литературы содержит 159 наименований.

## **КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ**

Во **введении** обоснована актуальность темы исследования, показана степень ее разработанности, сформулирована цель и задачи работы, научная новизна и практическая значимость, методология и методы диссертационного исследования, положения, выносимые на защиту, описан личный вклад соискателя, степень достоверности и апробация полученных результатов.

В **первой главе** приведен аналитический обзор литературных источников по исследуемой теме. Описаны особенности структуры и свойства низкоуглеродистого мартенсита. Рассмотрены превращения при нагреве низкоуглеродистых сталей в различных исходных состояниях. Определены основные процессы при аустенитизации сталей в области МКИТ. Проведен анализ процессов и факторов при различных видах ТЦО. По результатам аналитического обзора сформулирована цель и задачи работы.

Во **второй главе** представлено описание материалов, режимов обработки и методик исследования. В качестве материалов исследования выбраны конструкционные низко- и среднеуглеродистые стали: 10Х3Г3МФ, 12ХН3А, 12Х18Н9, 40Х, 40ХН2МА.

Сталь 10Х3Г3МФ исследована в исходно закаленном, исходно холоднодеформированном и исходно высокоотпущенном состоянии. Исходно закаленное состояние стали 10Х3Г3МФ получено при закалке на воздухе с температур горячейковки. Для получения исходно высокоотпущенного состояния образцы исходно закаленной стали подвергнуты отпуску при

температуре 680 °С в течение 2 ч с охлаждением на воздухе. Исходно холоднодеформированное состояние стали получено при холодной пластической деформации прутков исходно закаленной стали методом радиальной ковки со степенью деформации 60 %. Стали 12ХН3А, 40Х, 40ХН2МА исследованы в исходно нормализованном, а сталь 12Х18Н9 – в исходно аустенитном состоянии.

Термическую обработку с циклической аустенитизацией стали 10Х3Г3МФ проводили в расплаве солей со скоростью нагрева порядка 90 °С/с до температур 900 и 1000 °С с выдержкой 35 с и последующим охлаждением в воде.

Металлографический анализ проводили с использованием светового микроскопа Olympus GX 51. Изображения обрабатывали с помощью программно-аппаратного комплекса SIAMS 700 и Olympus Stream Motion. Тонкую структуру изучали на просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai 20 G2 TWIN.

Дилатометрический анализ проводили на закалочном дилатометре Linseis RITA L78. Сбор и обработку данных осуществляли с помощью программ WIN – DIL, Fityk и Linseis Data Evaluation. Калориметрические исследования проводили на дифференциальном сканирующем калориметре STA-449 Jupiter.

ДюрOMETрический анализ проводили по методу Виккерса по ГОСТ 2999–75 на микротвердомере DuraScan 70. На одноосное растяжение образцы испытывали на машине для статических испытаний Instron-Satec 300 LX по ГОСТ 1497–84. Ударную вязкость КСТ определяли на маятниковом копре PSWO-30 по ГОСТ 9454–78. Фрактографический анализ проводили с использованием светового стереомикроскопа Olympus SZX-16, а также растровых электронных микроскопов Phenom ProX и Carl Zeiss EVO50.

**В третьей главе** изучены фазовые и структурные превращения в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ в МКИТ при термической обработке с однократной аустенитизацией.

При исследовании аустенитизации в МКИТ с использованием закалочного дилатометра Linseis RITA L78 одновременно проводили дилатометрический и термический анализ (Рисунок 1). Положение критической точки  $A_{c1}$  определяли по моменту возникновения объемного и термического

эффекта. Объемный эффект проявляется на дилатограмме и на первой производной от дилатограммы, что графически выглядит как отклонение от линейной зависимости. Термический эффект проявляется как возникновение

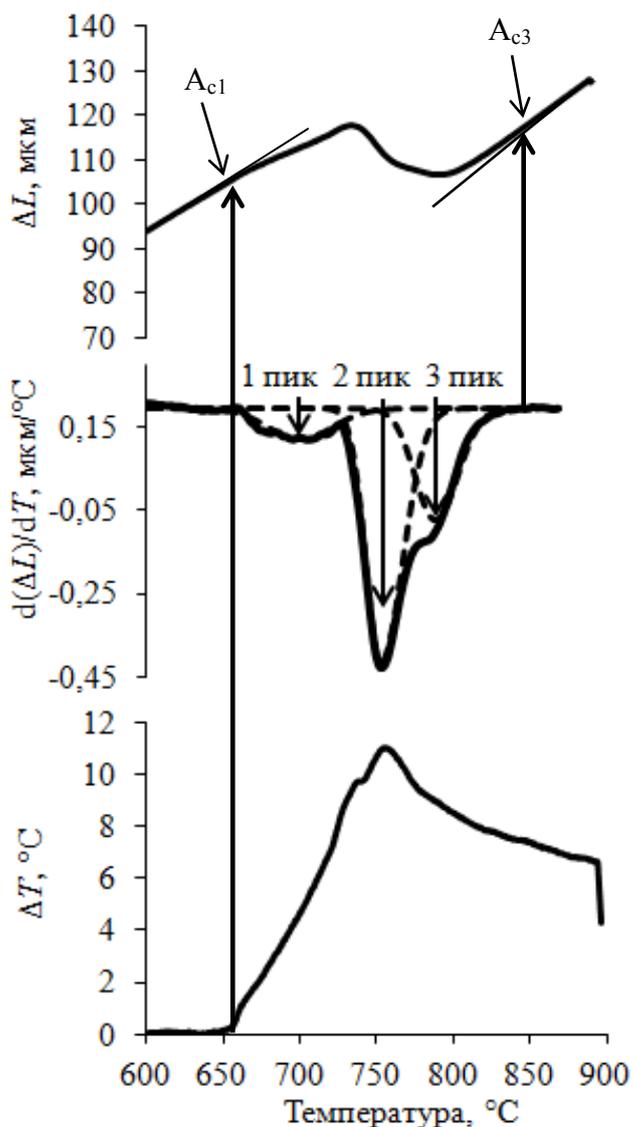


Рисунок 1 – Графики зависимостей абсолютного удлинения образца ( $\Delta L$ ), первой производной от дилатограммы ( $d(\Delta L)/dT_{\text{обр}}$ ) и разницы между задаваемой прибором и реальной температурой образца ( $\Delta T$ ) от температуры образца, полученные при нагреве исходно холоднодеформированной стали 10ХЗГЗМФ со скоростью 20 °C/c

разницы между задаваемой прибором и реальной температурой образца в результате эндотермического теплового эффекта при  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращении. Критическую точку  $A_{c3}$  определяли методом касательной к участку термического расширения аустенита по точке отрыва, что на первой производной от дилатограммы проявляется как переход к горизонтальному участку (Рисунок 1). Для изучения стадий аустенитизации низкоуглеродистых сталей в МКИТ в работе проводили разложение на пики графиков первой производной от дилатограмм (Рисунок 1).

По результатам разложения на пики графиков первой производной от дилатограмм (Рисунок 2) разделены три стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при аустенитизации в МКИТ исходно закаленной, исходно

холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ. На дилатограммах однократной аустенитизации в МКИТ исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ наблюдается дилатометрическая аномалия на первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения (пик, направленный вверх относительно базовой линии), которая, по-видимому, возникает в результате растворения карбидов и обогащения аустенита углеродом. Эта аномалия наблюдается во всех исследованных случаях нагрева высокоотпущенной стали, а также при нагреве с низкими скоростями исходно закаленной (при 0,6 и 0,15 °С/с) и исходно холоднодеформированной стали (при 0,15 °С/с), когда при нагреве до  $A_{c1}$  успевают пройти процессы отпуска.

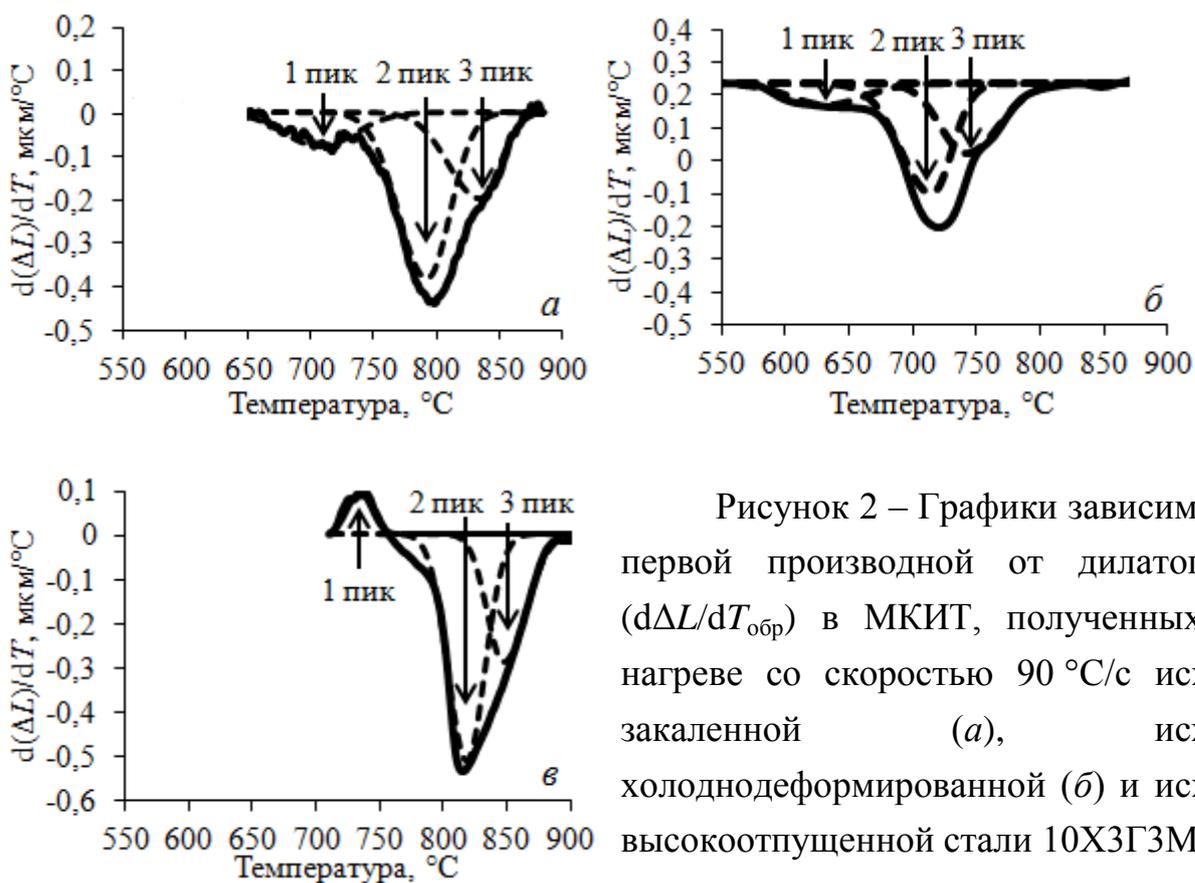


Рисунок 2 – Графики зависимостей первой производной от дилатограмм ( $d\Delta L/dT_{обp}$ ) в МКИТ, полученных при нагреве со скоростью 90 °С/с исходно закаленной (а), исходно холоднодеформированной (б) и исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ (в)

По результатам дилатометрического анализа построены термокинетические диаграммы образования аустенита в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ (Рисунок 3). При увеличении скорости нагрева для всех исследованных состояний наблюдается расширение МКИТ. В исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали расширение МКИТ

происходит за счет снижения  $A_{c1}$ , степень понижения  $A_{c1}$  определяется уровнем релаксированной в процессе  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения энергии наклепа  $\alpha$ -фазы, а положение  $A_{c3}$  при этом изменяется незначительно (Рисунок 3, *а, б*). В исходно высокоотпущенной стали расширение МКИТ происходит за счет повышения  $A_{c3}$ , что обусловлено смещением третьей стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения в область более высоких температур, положение  $A_{c1}$  в данном случае от скорости нагрева не зависит (Рисунок 3, *в*). Эффект снижения критической точки  $A_{c1}$  изучен в работах В.Н. Гриднева и С.С. Дьяченко с соавторами.

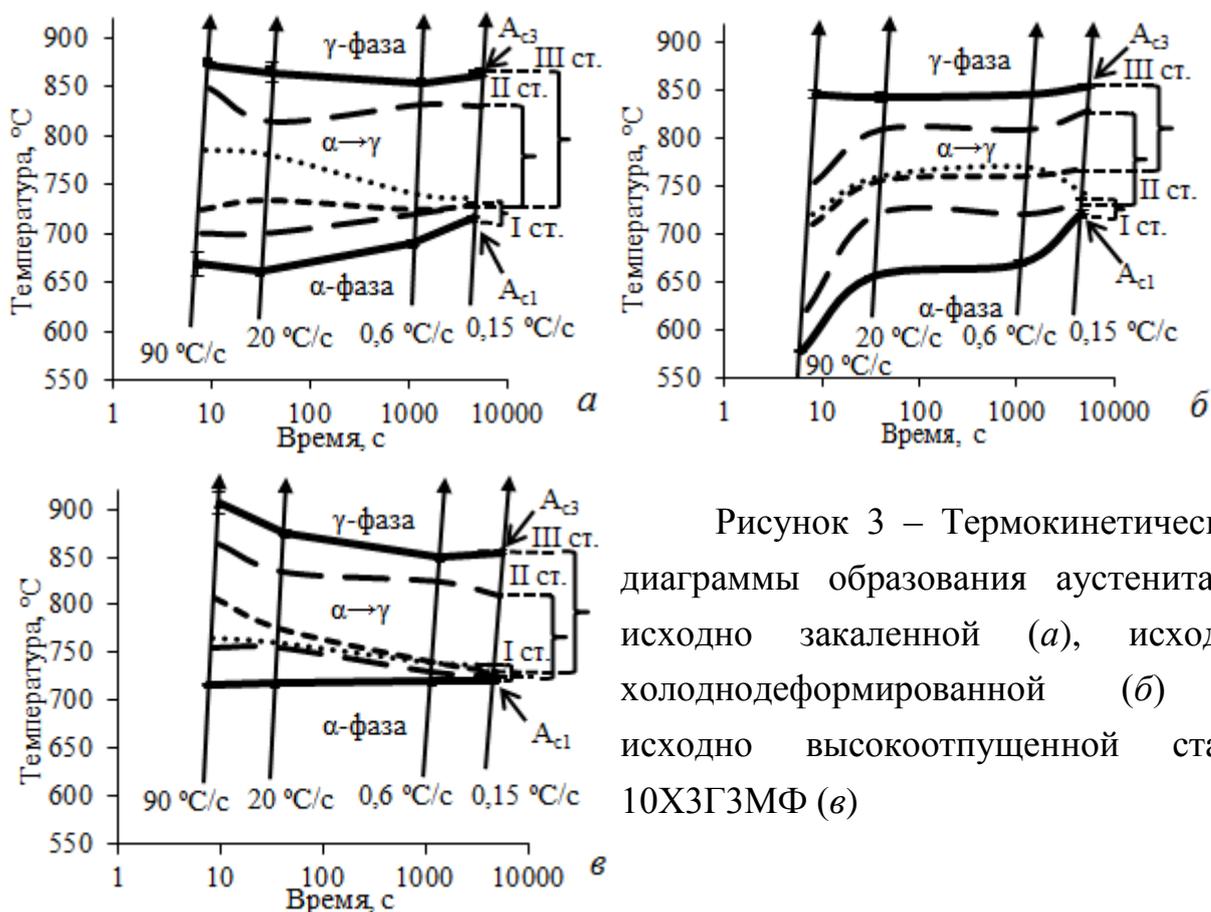


Рисунок 3 – Термокинетические диаграммы образования аустенита в исходно закаленной (*а*), исходно холоднотдеформированной (*б*) и исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ (*в*)

В исходно закаленной и исходно холоднотдеформированной стали 10Х3Г3МФ при увеличении скорости нагрева наблюдается расширение температурного интервала образования аустенита на первой, второй и третьей стадиях  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения; в случае исходно высокоотпущенной стали – расширение температурного интервала первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения, при этом интервалы второй и третьей стадии изменяются мало, но смещаются вверх по оси температур.

Исследование эволюции микро- и тонкой структуры исходно закаленной стали 10X3Г3МФ при аустенитизации со скоростью 90 °С/с в МКИТ показало, что первая стадия  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения заключается в образовании малых порций аустенита по границам бывших аустенитных зерен (Рисунок 4, а), что названо В.Д. Садовским «зернограничным эффектом». В качестве второй стадии превращения выступает процесс образования и роста зародышей аустенита по межречным границам мартенсита. Такой характер образования аустенита на межречной границе мартенситных реек исследован в работах В.М. Счастливецва и В.И. Зельдовича с соавторами. Третья стадия заключается в росте зародышей аустенита по объему элементов структуры и субструктуры, в данном случае – мартенситных реек. В работах М.Л. Бернштейна, Л.М. Капуткиной и С.Д. Прокошкина с соавторами по результатам прямых наблюдений в колонне электронного микроскопа были получены данные о формировании структуры речного аустенита выше  $A_{c3}$ , а последующая выдержка или нагрев вызывает рекристаллизацию этого аустенита, что отражено на рисунке 4, а. В настоящей работе впервые разделены три стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при однократной аустенитизации в МКИТ с использованием дилатометрического анализа.

В исходно холоднодеформированной стали 10X3Г3МФ на первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения в МКИТ зародыши аустенита образуются по границам полигонов  $\alpha$ -фазы. Далее получают развитие процессы рекристаллизации холоднодеформированной матрицы и свежие порции аустенита образуются по границам рекристаллизованных зерен, что является второй стадией  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения. На третьей стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения рост аустенитных зерен происходит по объему рекристаллизованных зерен (Рисунок 4, б).

В случае исходно высокоотпущенной стали стадии аустенитизации в МКИТ аналогичны стадиям в исходно закаленной стали. Однако образование аустенита на первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения в исходно высокоотпущенной стали сопровождается растворением карбидной фазы и обогащением аустенита по углероду (Рисунок 4, в).

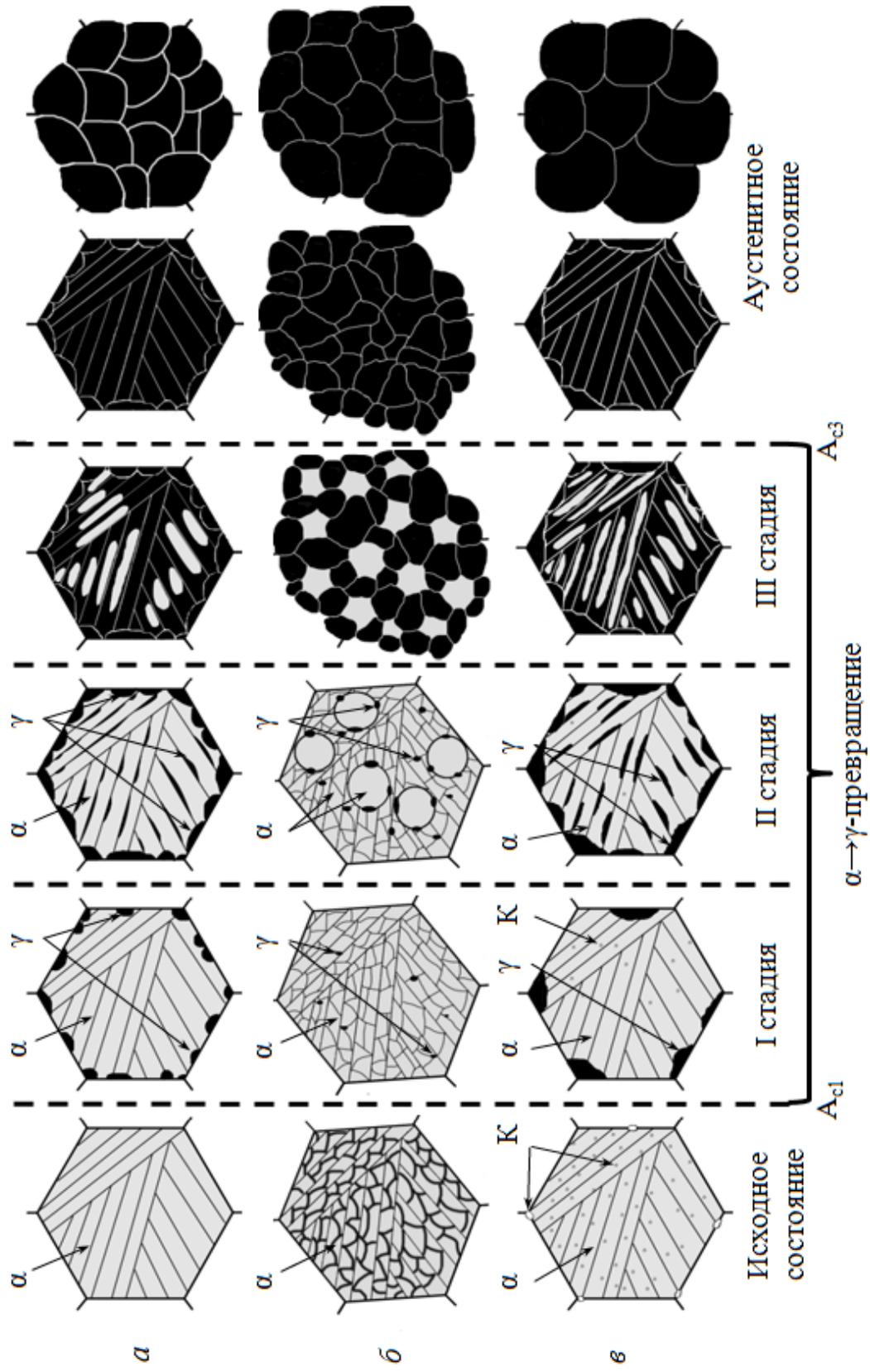


Рисунок 4 – Схема формирования структуры при однократной аустенизации в МКИТ исходно закаленной (а), исходно холоднодеформированной (б) и исходно высокоотпущенной стали 10Х3Г3МФ (в) при нагреве со скоростью 90 °С/с

В четвертой главе исследовано формирование структуры и закономерности изменения свойств стали 10Х3Г3МФ при термической обработке с циклической аустенитизацией.

Разработана методика окисления-травления для выявления зеренной структуры аустенита в закаленных низкоуглеродистых сталях. Данная методика заключается в окислении кислородом нагревательной среды поверхности исследуемых образцов при температурах полной аустенитизации, охлаждении до комнатной температуры, приготовлении микрошлифа и травлении границ в переходной зоне между зоной окислов и зоной сердцевины. Приоритет по созданию данной методики подтвержден патентом РФ на изобретение.

Исследование склонности к росту аустенитного зерна стали 10Х3Г3МФ показало, что в интервале температур 900–1000 °С наблюдается стабилизация размера аустенитного зерна на уровне 10–15 мкм по сравнению с традиционными сталями 12ХН3А, 40Х, 40ХН2МА, что делает целесообразной термическую обработку стали 10Х3Г3МФ в этом интервале температур. Дальнейшее повышение температуры нагрева приводит к экспоненциальному росту зерна аустенита.

При исследовании динамики изменения зеренной структуры аустенита при циклической аустенитизации при 900 и 1000 °С исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФ установлено, что диспергирование структуры аустенита в случае исходно закаленной стали происходит до третьего цикла аустенитизации при 900 °С, средний размер аустенитного зерна при этом измельчается до 2 мкм (Рисунок 5, а), а средний размер рейки мартенсита в плоскости фольги – до 120 нм (Рисунок 6, а). Циклическая аустенитизация исходно холоднодеформированной стали 10Х3Г3МФ вызывает наибольшее измельчение зерна аустенита в первом цикле аустенитизации при 900 °С – до 1 мкм (Рисунок 5, б), а средний размер рейки мартенсита в плоскости фольги в этом случае составляет 60 нм (Рисунок 6, б). Увеличение числа циклов обработки при 900 °С или обработка при 1000 °С не приводит к получению более дисперсного зерна аустенита.

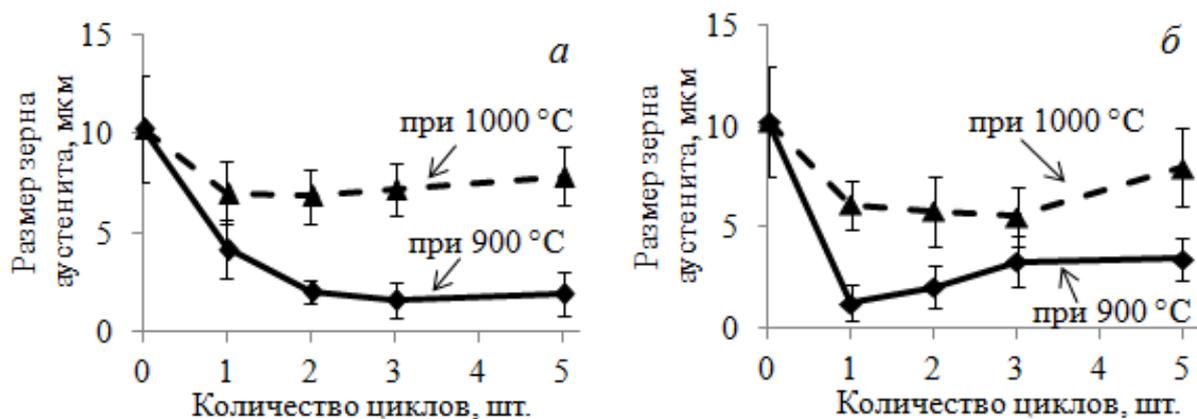


Рисунок 5 – Графики зависимостей среднего размера аустенитного зерна в исходно закаленной (а) и исходно холоддеформированной стали 10ХЗГЗМФ (б) от количества циклов аустенитизации при 900 и 1000 °С

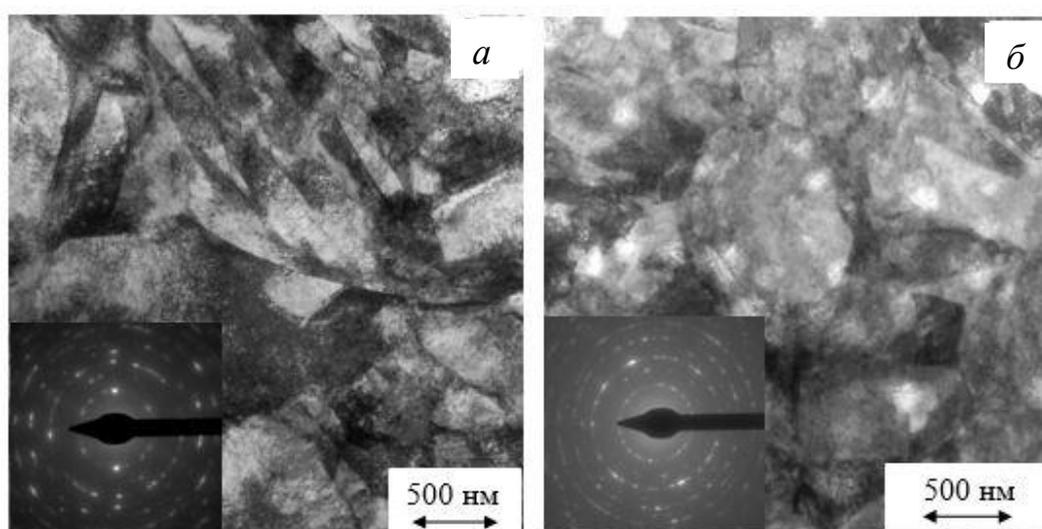


Рисунок 6 – Тонкая структура после 3 циклов аустенитизации при 900 °С исходно закаленной (а) и 1 цикла аустенитизации при 900 °С исходно холоддеформированной стали 10ХЗГЗМФ (б)

Анализ кинетики образования аустенита при циклической аустенитизации исследуемой исходно закаленной стали показал, что от цикла к циклу наблюдается увеличение скорости  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения. При этом происходит снижение температур положения пиков второй и третьей стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения, а положение пика первой стадии при обработке остается неизменным. Температуры максимумов пиков при аустенитизации исходно холоддеформированной стали 10ХЗГЗМФ на первом цикле находятся ниже, чем на втором. Это обусловлено более низким положением критической

температуры  $A_{c1}$  на первом цикле и последующим ее повышением при таком режиме обработки. Кинетика образования аустенита во время циклической аустенитизации при  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  исходно холоднодеформированной стали свидетельствует о наиболее высокой скорости  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения на втором и последующих циклах нагрева. Увеличение скорости  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при циклической аустенитизации исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали 10X3Г3МФ приводит к сужению МКИТ при неизменном объемном эффекте  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения на каждой стадии.

Как показал анализ механических свойств стали 10X3Г3МФ после различных режимов циклической аустенитизации при  $900$  и  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , наилучшее сочетание характеристик прочности и пластичности наблюдается после одного цикла аустенитизации при  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  исследуемой исходно холоднодеформированной стали. При этом в результате получения наноструктурного состояния происходит увеличение предела текучести на  $50\%$  выше исходно закаленной стали 10X3Г3МФ (до  $1360\text{ МПа}$ ) и предела прочности на  $10\%$  (до  $1420\text{ МПа}$ ), а пластичность сохраняется на том же уровне ( $\delta = 13\%$ ,  $\psi = 69\%$ ).

Ударная вязкость (КСТ) исходно закаленной исследуемой стали составляет  $0,21\text{ МДж/м}^2$ , микромеханизмом разрушения является квазискол. После наиболее перспективного режима обработки – однократного нагрева до  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$  исходно холоднодеформированной стали – ударная вязкость (КСТ) повышается до  $0,91\text{ МДж/м}^2$ , при этом преимущественным микромеханизмом разрушения является образование и рост ямок.

Проведение сериальных испытаний на КСТ стали 10X3Г3МФ показало, что наиболее высокое значение критической температуры хрупкости ( $T_{K12}$ ) наблюдается у исходно закаленной стали 10X3Г3МФ. В результате получения наноструктурного состояния исследуемой стали значение  $T_{K12}$  снижается с  $10$  до  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

В пятой главе приведены результаты опробования результатов диссертации на производстве ОАО «Мотовилихинские заводы» с изготовлением пробной партии образцов шпилек  $M6 \times 1 \times 60$  с категорией

прочности 12.9 из стали 10X3Г3МФ и результаты внедрения в образовательный процесс и в научно-исследовательскую работу кафедры «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов» ФГБОУ ВПО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (ПНИПУ), подтвержденные соответствующими актами.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

По результатам исследования можно сделать следующие выводы:

1. При дилатометрическом анализе однократной аустенитизации в МКИТ при нагреве со скоростями от 0,15 до 90 °С/с исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10X3Г3МФ разделены температурные области протекания трех стадий  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения.

2. По результатам комплекса исследований процесса формирования структуры при однократной аустенитизации со скоростью нагрева 90 °С/с в МКИТ исходно холоднодеформированной стали 10X3Г3МФ впервые установлено, что на первой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение происходит по границам полигонов, на второй – по границам рекристаллизованных зерен, на третьей – в объеме рекристаллизованных зерен.

3. На термокинетических диаграммах образования аустенита в исходно закаленной, исходно холоднодеформированной и исходно высокоотпущенной стали 10X3Г3МФ показано, что увеличение скорости нагрева от 0,15 до 90 °С/с приводит к расширению МКИТ. В исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали расширение МКИТ происходит за счет снижения  $A_{c1}$ , степень понижения  $A_{c1}$  определяется уровнем релаксированной в процессе  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения энергии наклепа  $\alpha$ -фазы, а положение  $A_{c3}$  при этом изменяется незначительно. В исходно высокоотпущенной стали расширение МКИТ происходит за счет повышения  $A_{c3}$ , что обусловлено смещением третьей стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения в область более высоких температур, положение  $A_{c1}$  в данном случае от скорости нагрева не зависит.

4. При исследовании циклической аустенитизации со скоростью нагрева 90 °С/с обнаружено, что в процессе диспергирования структуры происходит сужение МКИТ исходно закаленной и исходно холоднодеформированной стали

10Х3Г3МФ из-за увеличения скорости  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения. Объемный эффект каждой стадии  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при этом изменяется незначительно.

5. Разработана и запатентована методика окисления-травления для выявления зеренной структуры аустенита в закаленных низкоуглеродистых сталях, заключающаяся в окислении при температурах полной аустенитизации поверхности образцов и последующем травлении окисленных границ, что позволяет надежно выявлять границы бывших аустенитных зерен, в том числе в сверхмелкозернистом состоянии.

6. Высокие показатели прочности и ударной вязкости стали 10Х3Г3МФ реализуются после закалки на воздухе с температур горячейковки, холодной пластической деформации методом радиальнойковки со степенью 60 % и однократного нагрева в расплаве солей до температуры 900 °С с последующей закалкой в воде, что приводит к измельчению среднего размера аустенитного зерна до 1 мкм и среднего размера рейки в плоскости фольги до 60 нм, то есть к получению наноструктурного состояния исследуемой стали. При этом происходит увеличение предела текучести на 50 % выше исходно закаленной стали 10Х3Г3МФ (до 1360 МПа) и предела прочности – на 10 % (до 1420 МПа), ударная вязкость КСТ повышается в 4,5 раза (до 0,91 МДж/м<sup>2</sup>), критическая температура хрупкости  $T_{K12}$  снижается с 10 до –60 °С.

7. Результаты диссертации опробованы на ОАО «Мотовилихинские заводы» с изготовлением пробной партии шпилек М6×1×60 с категорией прочности 12.9 из стали 10Х3Г3МФ и внедрены в образовательный процесс дисциплин «Физика металлов» и «Материаловедение» основных образовательных программ подготовки бакалавров и специалистов с общим объемом внедрения 28 часов, а также при выполнении госбюджетных научно-исследовательских работ в ПНИПУ.

### **Основные публикации по теме диссертационной работы**

***Статьи, опубликованные в рецензируемых научных изданиях, определенных ВАК РФ:***

1. Панов, Д. О. Выявление границ аустенитных зерен в сталях с мартенситной структурой методом окисления / П. О. Быкова, Л. Ц. Заяц,

Д. О. Панов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2008. – Т. 74, № 6. – С. 42–45 (0,35 п.л. / 0,20 п.л.).

2. Панов, Д. О. Структурная наследственность и перекристаллизация при «быстрой» аустенитизации системно легированных сталей / Л. Ц. Заяц, Д. О. Панов, М. Г. Закирова // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2008. – № 10. – С. 18–23 (0,58 п.л. / 0,45 п.л.).

3. Панов, Д. О. Диспергирование структуры сталей в условиях интенсивного термического воздействия. Часть 1. Выбор оптимальной системы легирования / Л. Ц. Заяц, Д. О. Панов, Ю. Н. Симонов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2010. – № 11. – С. 13–19 (0,81 п.л. / 0,4 п.л.).

4. Панов, Д. О. Эволюция структуры и свойств при интенсивной термоциклической обработке холоднодеформированной закаленной системно-легированной стали 10Х3ГЗМФ / 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. – С. 17–22 (0,58 п.л. / 0,50 п.л.).

5. Панов, Д. О. Зависимость уровня ударной вязкости конструкционной низкоуглеродистой стали от характера распределения микротвердости по сечению / А. Н. Балахнин, Д. О. Панов, Ю. Н. Симонов, А. А. Никулина // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2013. – № 1. – С. 18–21 (0,50 п.л. / 0,30 п.л.).

6. Панов, Д. О. Метод обработки первичных дилатометрических данных, полученных в условиях высокоскоростных нагрева и охлаждения / П. А. Леонтьев, Ю. Н. Симонов, Д. О. Панов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. – Т. 80, № 6. – С. 45–48 (0,46 п.л. / 0,11 п.л.).

7. Панов, Д. О. Дилатометрические исследования процессов аустенитизации в межкритическом интервале температур закаленной и высокоотпущенной низкоуглеродистой стали [Электронный ресурс] / Д. О. Панов // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – № 6. – Режим доступа: URL: [www.science-education.ru/120-16033](http://www.science-education.ru/120-16033) (0,43 п.л. / 0,43 п.л.).

**Патент:**

8. Пат. 2498262 Российская Федерация, МПК G01N1/32, G01N33/20. Способ контроля структурного состояния закаленных низкоуглеродистых

статей [Текст] / Симонов Ю. Н., Панов Д. О., Симонов М. Ю., Подузов Д. П., Смирнов А. В.; заявитель и патетообладатель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (RU). - № 2012127504/05; заявл. 02.07.2012; опубл. 10.11.2013. Бюл. № 31. – 13 с. (0,81 п.л. / 0,56 п.л.).

*Другие публикации:*

9. Панов, Д. О. Исследование процессов собирательного роста зерна аустенита в низкоуглеродистых мартенситных сталях / Д. О. Панов, А. Н. Балахнин, М. Г. Титова // Инновационные технологии в машиностроении: материалы междунар. науч.-практ. конф., г. Пермь, 24–25 мая 2012 г. – Пермь : Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2012. – С. 115–117 (0,14 п.л. / 0,11 п.л.).

10. Panov, D. O. Nanostructuring of low-carbon steels by heat treatment techniques / Yu. N. Simonov, D. O. Panov, A. N. Balakhnin, A. I. Smirnov // Journal of Materials Science and Technology. – 2013. – Vol. 21, No. 3. – P. 139–148 (0,62 п.л. / 0,35 п.л.).

11. Панов, Д. О. Этапы образования аустенита в исходно холоднодеформированной низкоуглеродистой стали при непрерывном нагреве в межкритическом интервале температур / Д. О. Панов, Ю. Н. Симонов, Л. В. Спивак, А. И. Смирнов // Инновационные технологии в машиностроении и материаловедении: сб. тез. науч.-практ. конф. с междунар. участием, г. Пермь, 29 сентября – 3 октября 2014 г. – Пермь : Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2014. – С. 125–127 (0,11 п.л. / 0,10 п.л.).

12. Панов, Д. О. Дилатометрические исследования процессов формирования аустенита при непрерывном нагреве низкоуглеродистой стали / Д. О. Панов, Ю. Н. Симонов // XV Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых : сб. науч. тр. междунар. науч.-техн. конф., г. Екатеринбург, 8–12 декабря 2014 г. – Екатеринбург : Изд-во УрФУ, 2014. – С. 42–45 (0,18 п.л. / 0,17 п.л.).