



На правах рукописи

МУСИХИН Сергей Александрович

**ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ
СРЕДНЕУГЛЕРОДИСТЫХ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ НА
ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И КОМПЛЕКСА СВОЙСТВ ПРИ
ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2015

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов
ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина»

Научный руководитель: кандидат технических наук, доцент,
Беликов Сергей Владимирович

Официальные оппоненты: **Кудря Александр Викторович,**
доктор технических наук, профессор, ФГАОУ
ВПО «Национальный исследовательский
технологический университет «МИСиС»,
профессор кафедры металловедения и физики
прочности;

Яковлева Ирина Леонидовна,
доктор технических наук, старший научный
сотрудник, ФГБУН Институт физики металлов
имени М.Н. Михеева Уральского отделения
Российской академии наук, главный научный
сотрудник лаборатории физического
металловедения

Ведущая организация: ОАО «Уральский институт металлов»,
г. Екатеринбург

Защита диссертации состоится 17 декабря 2015 г. в 17:00 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, Екатеринбург, ул. Мира 19, ауд. 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 «___» октября 2015 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Мальцева Людмила Алексеевна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Достижение высокого комплекса механических и эксплуатационных свойств изделий в современных производственных условиях невозможно без применения научно-обоснованных режимов термической обработки. Для того чтобы корректно провести выбор режима термической обработки для каждой плавки конкретной марки стали необходим сбор большого количества экспериментальных данных. Такой подход является достаточно трудоемким и не всегда себя оправдывающим. Решением данной проблемы может быть применение систем гибкого управления режимами термической обработки, основанных на моделировании процессов фазовых и структурных превращений.

На сегодняшний день имеется большое количество современных программных продуктов, созданных на основе конечно-элементного анализа, позволяющих, посредством проведения компьютерного моделирования совершенствовать технологию изготовления того или иного изделия. В частности, одной из функций таких программных продуктов как Deform 3d или Visual&Weld, является расчет фазовых превращений протекающих при термическом воздействии.

Известно, что на адекватность результатов моделирования влияет огромное количество факторов. При этом на практике довольно сложно бывает учесть даже половину из них, что зачастую связано с трудностью определения количественной величины влияния конкретного фактора на конечный результат. В свою очередь, увеличение числа, учитываемых в модели исходных данных, помимо желаемого повышения точности расчета, приводит к значительному усложнению процесса вычисления. В связи с этим, для проведения более адекватного расчета при приемлемых трудозатратах стараются учитывать влияние только основных технологических параметров моделируемого процесса.

Практика показывает, что подобный подход далеко не всегда может быть оправдан. Распространенность существующего мнения о том, что повышение долговечности и работоспособности изделия, как правило, связано с улучшением качества металла и прежде всего, обеспечивается однородностью его структуры, привела к тому, что, в большинстве случаев, при моделировании процессов термической обработки не учитывается исходное состояние, а точнее его особенности, то есть, зачастую исследуемый материал, представляют в качестве изотропного, однородного тела. В свою очередь, структура реального материала может значительно отличаться от структуры, подобным образом упрощенного объекта моделирования. К особенностям исходной структуры, прежде всего, следует отнести наличие неоднородностей, проявляющихся в структуре реальных материалов на разных размерных уровнях.

В свою очередь, независимо от природы возникновения структурной неоднородности, в большинстве случаев, существует необходимость учета ее влияния на структурообразование при термической обработке и на конструктивную прочность готового изделия. Применение современных систем конечно-элементного анализа, для решения задач такого уровня позволяет совершенствовать уже имеющиеся и разрабатывать новые режимы термообработки. Однако, в таком случае, остро встает вопрос, разработки новых методик количественной оценки влияния определенной структурной неоднородности на свойства стали. В связи с этим, исследования, направленные на разработку новых методик количественного описания влияния химической неоднородности, существующей в реальных материалах на устойчивость переохлажденного аустенита и формирование комплекса механических свойств, следует считать актуальными.

Степень разработанности темы. Существуют фундаментальные работы (Садовский В.Д., Попов А.А.), направленные на изучение кинетики $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в сталях, и ее изменения под влиянием различных технологических параметров. В качестве одного из основных факторов, определяющих устойчивость переохлажденного аустенита, отмечается однородность структуры. При этом в литературе не приводится никакого количественного описания влияния структурной неоднородности на кинетику распада переохлажденного аустенита в определенной стали. На основе полученных данных было проведено количественное описание влияния структурной неоднородности различной природы возникновения на кинетику $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, представленное в виде термокинетических диаграмм распада переохлажденного аустенита. При этом стоит отметить, что если в литературе имеются количественное описание кинетики распада переохлажденного аустенита после нагрева в межкритический интервал температур различных сталей, то количественных данных по влиянию ликвации и внутреннего окисления на устойчивость переохлажденного аустенита в литературе нет.

Целью настоящей работы является рассмотрение влияния локальных отклонений химического состава стали от среднего (плавочного состава) на устойчивость переохлажденного аустенита, формирование структуры и комплекса механических свойств в среднеуглеродистых низколегированных сталях.

Для достижения поставленной цели решались **следующие задачи:**

1. Оценить возможность повышения вязкопластических свойств обсадных труб и муфтовой заготовки, изготовленных из хромомолибденованадиевой стали 26Х1МФА посредством применения межкритической обработки, при сохранении прочностных характеристик на уровне групп М, Р, Т по ГОСТ 632 – 80.

2. Изучить связь структурной неоднородности по сечению стенки термообработанной трубы с ликвацией химических элементов, формирующейся при кристаллизации

непрерывнолитой заготовки, и установить ее влияние на устойчивость переохлажденного аустенита на примере стали 32Г2Ф.

3. Рассмотреть особенности процесса внутреннего окисления и разработать методику учета планарных скоплений неметаллических на устойчивость переохлажденного аустенита.

Научная новизна. Установлены особенности распада переохлажденного аустенита в стали 26Х1МФА с исходной кристаллографически упорядоченной и неупорядоченной структурой после аустенитизации в интервале температур $A_{c1} \dots A_{c3} + 150$ °С. С помощью метода дифракции обратно рассеянных электронов показано, что в интервале температур высокого отпуска и МКИ исходная кристаллографически упорядоченная структура обладает повышенной устойчивостью, что связано с малой подвижностью специальных границ $\Sigma 3$ и выделением вдоль границ дисперсных карбидов. Научно-обоснована возможность повышения ударной вязкости сталей типа 26Х1МФА при сохранении прочностных характеристик на уровне свойств стали после термического улучшения, посредством обработки из межкритического интервала температур за счет измельчения зеренной структуры феррита.

Показано, что аномальное изменение прочностных свойств по сечению стенки труб нефтегазового сортамента, изготовленных из непрерывнолитой заготовки, является следствием структурной неоднородности обусловленной зональной ликвацией в первую очередь таких элементов как углерод и марганец, которую не удается устранить в условиях массового производства термическими методами.

Количественно оценено влияние внутреннего окисления на устойчивость переохлажденного аустенита. Построены диаграммы распада переохлажденного аустенита для материала, содержащего внутреннее окисление. Установлено, что планарные скопления неметаллических включений уменьшают устойчивость переохлажденного аустенита стали 50ХГФА в области диффузионного превращения.

Практическая и теоретическая значимость работы заключается в разработке режима термической обработки 880 – 810 – 600 °С (90 минут), который позволяет получить значения механических свойств, соответствующие группе прочности М по ГОСТ 632 – 80. При этом за счет обработки из межкритического интервала температур обеспечивается большой запас по относительному удлинению и ударной вязкости. В свою очередь, разработанный режим термической обработки 880 – 810 – 450 °С (90 минут) позволяет получить значения механических свойств, соответствующие группе прочности Т, при сохранении относительного удлинения на высоком уровне.

На примере стали 32Г2Ф установлены различия в кинетике распада переохлажденного аустенита обедненного и обогащенного по легирующим элементам и примесям. Показано, что критические температуры A_{c3} различных слоев металла трубы различаются на 25 °С, а различие

в температуре $A_{г3}$ может достигать $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ при охлаждении со скоростями порядка $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$. Построены термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита в стали 32Г2Ф с различным содержанием легирующих элементов и примесей для назначения практических режимов термической обработки на основе конечно-элементного моделирования.

Предложена методика определения устойчивости переохлажденного аустенита в локальных областях, содержащих дефекты типа внутреннего окисления.

Методология исследования построена на основных закономерностях фазовых и структурных превращений, протекающих в сталях при термической обработке.

Методы исследования включают: металлографический анализ, растровую и просвечивающую электронную микроскопию, дилатометрию, дюрометрию, определение содержания газов в стали по методу восстановительного плавления, атомно-эмиссионный спектральный анализ, микрорентгеноспектральный анализ, испытания на растяжение цилиндрических образцов, испытания на ударный изгиб.

На защиту выносятся следующие основные положения:

1. Управление процессами формирования структуры, фазового состава и свойств высокопрочной хромомолибденованадиевой трубной стали 26Х1МФА, посредством создания гетерогенной феррито-мартенситной структуры.

2. Количественное описание влияния зональной ликвации, образующейся при кристаллизации непрерывнолитой заготовки на кинетику распада переохлажденного аустенита в стали 32Г2Ф.

3. Разработка методики учета влияния внутреннего окисления на кинетику $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения.

Достоверность результатов работы обеспечена использованием проверенных и апробированных взаимодополняющих методов испытания материалов, применением известных способов обработки экспериментальных данных, а также использованием современных методов структурного анализа. Результаты исследований, проведенных в настоящей работе, хорошо согласуются между собой и не противоречат известным в научной литературе представлениям и результатам.

Личный вклад автора заключается в том, что все этапы экспериментальных исследований выполнены лично автором или при его активном участии. Автор принимал непосредственное участие в планировании эксперимента и обсуждении полученных результатов, а также в написании статей и тезисов докладов.

Апробация результатов работы. Материалы диссертации были доложены и обсуждены на Международной научно-технической Уральской школе-семинаре металлургов-молодых ученых (Екатеринбург 2011 – 2014); Международном Китайско-Российском симпозиуме «Sino-

Russian Young Scientist Forum and Symposium on Advanced Materials and Processing Technology», Qindao, China 2014 (Циндао, Китай 2014).

Публикации. По материалам исследования опубликовано 10 научных работ, из них в рецензируемых научных журналах, определенных ВАК – 3.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы; изложена на 149 страницах, включает 107 рисунков, 8 таблиц, список литературы содержит 98 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, дано общее направление работы, сформулирована цель работы, ее научная новизна, практическая и теоретическая значимость.

В первой главе проведен анализ литературных данных по исследуемой теме. Систематизированы современные представления о влиянии структурной неоднородности, созданной посредством термической обработки из межкритического интервала температур на комплекс свойств среднеуглеродистых конструкционных сталей. Рассмотрены особенности формирования непрерывнолитой заготовки и полосчатой структуры в сталях. Проанализированы сведения об образовании структурной неоднородности в процессе внутреннего окисления областей металла, прилегающих к поверхностным дефектам. Поставлена цель работы и сформулированы конкретные задачи исследований.

Во второй главе описаны материалы и методы исследования. В качестве исследуемых материалов выступали среднеуглеродистые низколегированные стали, состав которых представлен в таблице 1.

Термическую обработку материалов проводили в печах типа СНОЛ. Схемы режимов термической обработки приведены на рисунке 1.

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемых сталей, масс. %

Марка стали	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	S	P	Ni	Cu	As
22Х1МФА	0,22	0,27	0,58	1,30	0,41	0,08	0,003	0,008	0,10	0,09	0,005
26Х1МФА	0,26	0,25	0,62	1,60	0,43	0,08	0,006	0,009	0,09	0,11	0,008
32Г2Ф	0,32	0,39	1,37	0,06	0,02	0,02	0,003	0,008	0,12	0,15	0,008
20КТ	0,18	0,24	0,58	0,04	0,02	0,01	0,004	0,007	0,14	0,18	0,005
50ХГФА	0,50	0,27	1,10	1,05	0,02	0,15	0,025	0,025	0,25	0,20	0,006

остальное – Fe

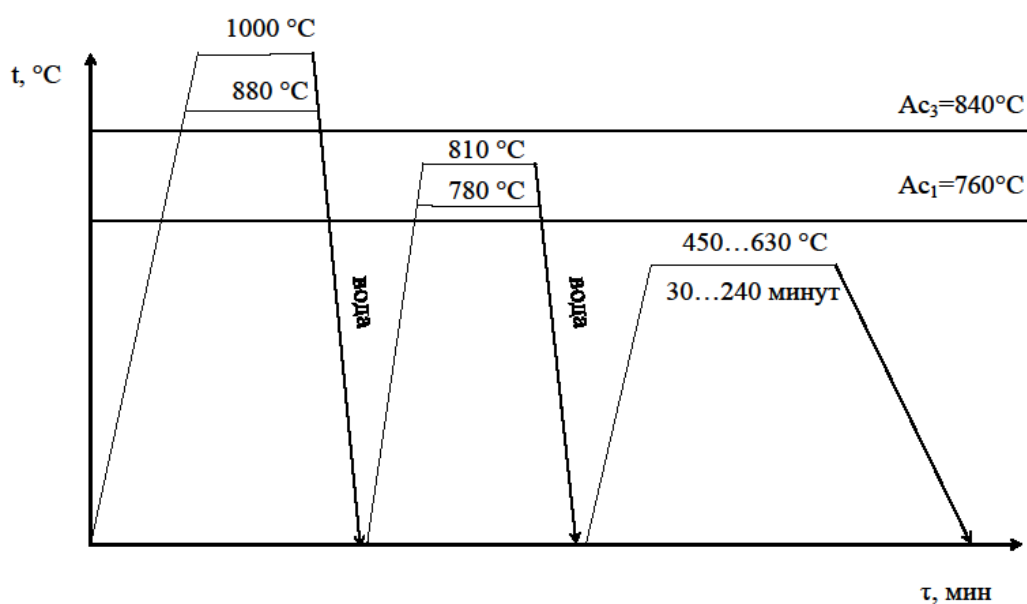


Рисунок 1 – Схема термической обработки стали 26Х1МФА

Исследуемые образцы запрессовывались в электропроводящую смолу Struers PolyFast с помощью автоматического прессы для горячей запрессовки образцов Struers CitoPress-20. Для изготовления шлифов использовался шлифовально-полировальный станок Struers LaboPol-5. Образцы шлифовались на наждачной бумаге различной степени зернистости, а затем полировались на специальном сукне с использованием алмазной суспензии Struers DiaDuo-1 с зернистостью 1 мкм. Микроструктура выявлялась травлением в 4 % спиртовом растворе азотной кислоты. Металлографический анализ осуществляли с применением оптического микроскопа “Epihot 200” при увеличениях 100...1000 крат.

Исследование микроструктуры при больших увеличениях и фрактографический анализ выполнялся с использованием растрового электронного микроскопа Jeol JSM 6490-LV с приставкой для микроанализа Inka DryCool. Исследования тонких фольг на просвет и локальный химический анализ проводились на просвечивающем электронном микроскопе Jeol «JEM-2100» с приставкой для микроанализа InkaEnergyTEM 250 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Анализ химического состава металла проводили с помощью искрового спектрометра SPECTROMAXx. Определение содержания газов в стали по методу восстановительного плавления производили с помощью газоанализатора ONH 2000.

Для построения термокинетических диаграмм распада переохлажденного аустенита использовались данные дилатометрического анализа, который проводился на закалочном дилатометре «Linseis L78 R. I. T. A.». Методика построения термокинетических диаграмм распада переохлажденного аустенита заключалась в охлаждении образцов, нагретых до температуры аустенитизации, с регистрацией моментов начала, конца или приостановки образования продуктов распада переохлажденного аустенита. Выдержка при температуре

аустенитизации составляла 900 с. Нагрев образцов производился в вакууме 10^{-2} Па. В качестве охлаждающей среды использовался гелий. Критические температуры A_{c1} и A_{c3} исследуемых сталей определялись при нагреве образцов со скоростью 0,1 °C/с. Реализованные скорости охлаждения: 100, 50, 40; 30; 20; 10; 5; 1,5; 0,5 °C/с.

Твердость определялась методами Виккерса и Роквелла, соответственно по ГОСТ 2999 – 75 и ГОСТ 9013 – 59. Для проведения механических испытаний на растяжение использовали испытательную машину Instron 3382, погрешность измерений составляет ± 5 МПа. Определение прочностных и пластических характеристик при испытании на растяжение использовали стандартные цилиндрические пятикратные образцы (тип III) в соответствии с ГОСТ 1497 – 84. Динамические испытания проведены в соответствии с требованиями ГОСТ 9454 – 78. Образцы с V – образным надрезом, тип образцов №11 испытывались на маятниковом копре МК – 30А.

В **третьей главе** исследована возможность управления комплексом механических свойств высокопрочной среднеуглеродистой низколегированной стали 26Х1МФА за счет создания структурной неоднородности материала при термической обработке из межкритического интервала температур. На основе анализа влияния основных структурных факторов, определяющих характер поведения гетерогенных материалов при нагружении, применен научно-обоснованный подход для формирования структуры, обладающей одновременно высокими прочностными и вязкопластическими свойствами.

В связи с тем, что увеличение ударной вязкости и снижение склонности к отпускной хрупкости после закалки из МКИ и высокого отпуска происходит только при исходной кристаллографически упорядоченной структуре, была изучена кинетика распада переохлажденного аустенита в стали 26Х1МФА при охлаждении из γ - области. Повышение температуры аустенитизации с 880 °C до 930 °C приводит к увеличению устойчивости переохлажденного аустенита к распаду по диффузионному механизму. При этом температурно-временной интервал бейнитного превращения практически не изменяет своего положения на диаграмме, а температура начала мартенситного превращения снижается на 40 °C с 390 °C до 350 °C соответственно. Подобное влияние температуры нагрева может быть связано с тем, что при нагреве стали 26Х1МФА происходит постепенное растворение карбидов ванадия, которое приводит к обогащению аустенита углеродом и ванадием, а также к постепенному росту зерна.

Для оценки возможности реализации режима термической обработки в промышленных условиях в качестве температур закалки из МКИ были выбраны 780 и 810 °C, позволяющие зафиксировать в структуре стали 26Х1МФА соответственно 20 и 50 % упрочняющей фазы.

Особенности распада переохлажденного аустенита, сформированного в результате нагрева в МКИ предварительно закаленной стали, определяются в первую очередь содержанием в нем углерода (температурой нагрева в МКИ), количеством подложек для гетерогенного

зарождения и степенью дефектности структуры. В стали 26Х1МФА аустенит, образующийся в нижней части МКИ (780 °С) за счет малой объемной доли, обогащен углеродом, что подтверждается понижением температуры M_n и M_k (Рисунок 2 а). Однако первые порции продуктов распада в феррито – перлитной области фиксируются при охлаждении со скоростью 5 °С/с, на порядок большей чем после аустенитизации в однофазной области. Повышение содержания углерода в нераспавшемся аустените приводит к подавлению бейнитного превращения и закономерному снижению температур начала и конца мартенситного превращения, соответственно до 260 °С и 150 °С при скорости охлаждения 0,5 °С/с.

Повышение температуры аустенитизации в МКИ до 810 °С приближает ТКД к построенной при охлаждении из однофазной γ – области, но некоторая разница сохраняется: температура окончания превращения по диффузионному механизму в интервале скоростей охлаждения 1...0,5 °С/с ниже на 30...40 °С (Рисунок 2 б). Гораздо резче расширяется интервал повышенной устойчивости за счет подавления бейнитного превращения. При охлаждении со всеми исследованными скоростями превращение аустенита заканчивается при температурах ниже температуры начала мартенситного превращения. При этом температуры M_n и M_k , практически совпадают с интервалом образования мартенсита при закалке из однофазной области.

Закалка из межкритического интервала температур (МКИ) по сравнению с закалкой из аустенитной области может обеспечивать при отпуске в широком интервале температур значительное повышение ударной вязкости при одновременном некотором снижении прочностных свойств. При этом гораздо в меньшей степени наблюдается проявление обратимой и необратимой отпускной хрупкости. В работе была исследована возможность компенсировать снижение прочности двухфазной структуры подбором температурно-временных параметров отпуска. Изучено влияние температуры отпуска в интервале от 450 до 630 °С и продолжительности от 30 до 240 минут на комплекс прочностных и пластических свойств стали 26Х1МФА.

Показано, что при варьировании температуры отпуска в интервале 450...630 °С, происходит плавное снижение твердости с увеличением времени выдержки. Установлено, что значения твердости при одном и том же времени отпуска изменяются на 6...7 единиц HRC. Во всем исследованном интервале температур отпуска, в первые 30 минут происходит резкое падение твердости. Величина падения тем больше, чем выше температура отпуска. Так после двукратной закалки 880 – 810 °С отпуск при 480 °С продолжительностью 30 минут приводит к снижению твердости на 4...5 единиц HRC, тогда как при 630 °С твердость уменьшается на 9...10 единиц HRC. Основным структурным изменением, которое приводит к подобному резкому снижению прочности, является распад мартенсита на феррито – карбидную смесь. На кривых

отпуска отсутствует пик вторичного твердения, это вероятно связано с тем, что основная масса выделяющихся карбиды типа $Fe(Me)_3C$. После отпуска при температуре $480\text{ }^{\circ}C$ продолжительностью 30 минут частицы карбидов располагаются преимущественно по границам феррита и мартенситных пакетов. Дальнейшее увеличение времени выдержки до 120 минут приводит к замедлению темпа падения прочностных характеристик. На этой стадии, помимо выделений карбидных частиц на межфазных границах, местами зарождения становятся межреечные границы внутри пакета мартенсита, и повышается общее количество выделений. Выдержка в интервале 120...240 минут приводит к выходу прочностных свойств на постоянный уровень.

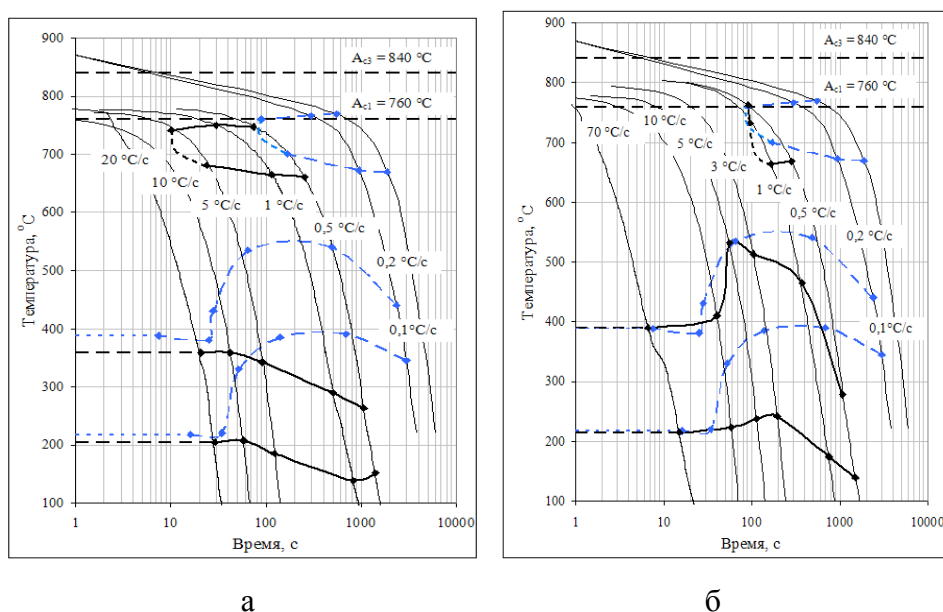


Рисунок 2 – Термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита стали 26X1MФА: а – черные сплошные линии – температура нагрева $780\text{ }^{\circ}C$, синие пунктирные – обработка из аустенитной области; б – черные сплошные линии – температура нагрева $810\text{ }^{\circ}C$, синие пунктирные – обработка из аустенитной области

Помимо зеренной структуры, а также количества и размеров выделений карбидных частиц, большое влияние на формирование комплекса механических свойств изделия оказывает ориентировка кристаллов. Исследование особенностей структуры методом ДОРЭ (EBSD) показало, что в пределах мартенситного пакета между рейками формируется набор специальных границ $\Sigma 3$, $\Sigma 11$, $\Sigma 25\alpha$, $\Sigma 33b$, $\Sigma 41c$.

Установлено, что при отпуске стали 26X1MФА ферритная фаза наследует морфологию мартенсита, средний размер «пакетов» ферритных кристаллов соответствует размеру мартенситных пакетов, полученных в результате закалки от разных температур. Это позволяет

уменьшать размер ферритных зерен за счет закалки из МКИ и последующего отпуска. Размер ферритных зерен составляет 10...20 мкм после улучшения, 2...20 мкм после двойной закалки (температура нагрева в МКИ – 780 °С) и отпуска и 2...4 мкм после двойной закалки (температура нагрева в МКИ – 810 °С) и отпуска. Кристаллографическая структура оказывается исключительно устойчивой (сохраняется после нагрева в МКИ и высокого отпуска). По-видимому, это связано с малой подвижностью специальных границ $\Sigma 3$ (Рисунок 3) и выделением вдоль границ дисперсных карбидов (Рисунок 4).

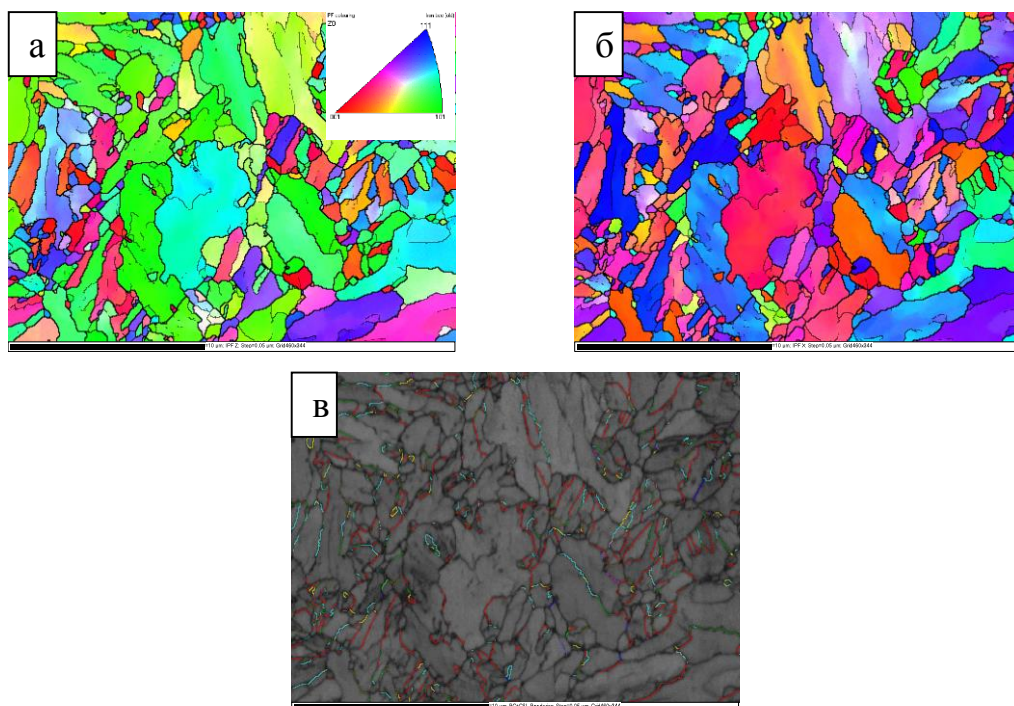


Рисунок 3 – Микроструктура стали 26Х1МФА, после двойной закалки (температура нагрева в МКИ – 780 °С) и высокого отпуска, полученная методом ориентационной микроскопии ДОРЭ: а – ориентационные карты с направлениями прокатки; б – ориентационные карты нормально к направлению прокатки; в – цветовое выделение специальных границ

Помимо измельчения микроструктуры, повышению ударной вязкости после обработки из межкритического интервала температур может способствовать создание за счет частичной перекристаллизации (при нагреве в МКИ) благоприятной ориентировки зерен. Известно, что вдоль направления горячей прокатки в материале могут формироваться довольно протяженные области с однородной ориентировкой. В случае неблагоприятной ориентировки внешних нагрузок относительно плоскостей $\{001\}$, по которым происходит скол в ОЦК-Fe, облегчено образования микротрещин, характерный размер которых коррелирует с размером областей однородных ориентировок. Раздробление подобных областей за счет частичной перекристаллизации будет способствовать увеличению ударной вязкости стали.

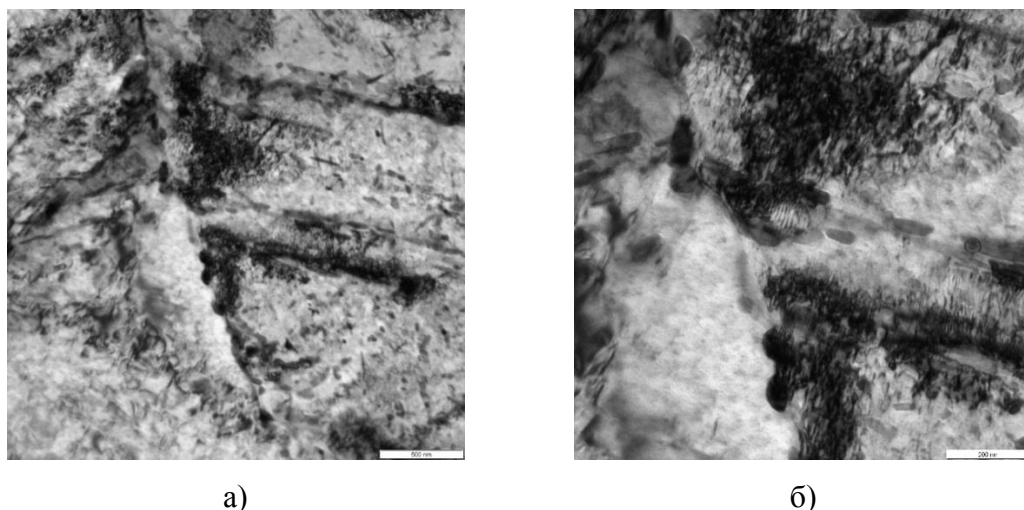


Рисунок 4 – Микроструктура стали 26X1MФА после двойной закалки и высокого отпуска

На основе полученных результатов, научно-обосновано выбраны два перспективных режима термической обработки стали 26X1MФА. Двойная закалка (температура первой закалки – 880 °С, второй – 810 °С) с последующим отпуском при температуре 600 °С продолжительностью 90 минут, позволяет получить значения механических свойств, соответствующие группе прочности М по ГОСТ 632 – 80. При этом за счет межкритической обработки относительное удлинение превышает значение, установленное ГОСТ 632 – 80 практически в два, а ударная вязкость в 4,5 раза. В свою очередь двойная закалка (880-810) с отпуском при температуре 450 °С (90 минут) позволяет получить значения механических свойств, соответствующие группе прочности Т. При этом относительное удлинение выше значения, установленного ГОСТ примерно в два раза. Таким образом, для стали 26X1MФА показана возможность управления механическими свойствами в широком интервале, посредством применения обработки из МКИ и последующего варьирования параметров отпуска. Создание гетерогенной структуры позволяет увеличить вязкопластические характеристики материала за счет измельчения зеренной структуры феррита, а также формирования благоприятной ориентировки зерен.

В четвертой главе рассмотрены особенности формирования структуры и свойств бесшовных труб нефтегазового сортамента из высокопрочных среднеуглеродистых низколегированных сталей под влиянием зональной ликвации. Зачастую, при приемо-сдаточных испытаниях трубной продукции приходится сталкиваться с микро- и макронеоднородностью структуры, которая приводит к значительному разбросу механических свойств, следовательно, должна учитываться при создании изделий из материалов с высокой конструктивной прочностью.

В закаленной (спрейерное двухстороннее охлаждение) трубе 278x28,5 мм изготовленной из стали 32Г2Ф было выявлено семь основных и две переходных зоны разной травимости (Рисунок 5). Обнаруженная структурная неоднородность приводит к аномальному изменению прочностных характеристик по сечению стенки трубы. Твердость на наружной поверхности трубы составляет 600...620 HV. В переходной зоне 1-2 происходит постепенное падение твердости до уровня соответствующего зоне 2 (340...360 HV). Так как зона 2 отличается относительно однородной структурой, соответственно и колебание значений твердости не велико. Постепенное повышение твердости до уровня 440...460 HV соответствует переходной области 2-3. Область 3, как и область 4 характеризуется чередованием светлых – мартенситных участков с темными, преимущественно состоящими из продуктов распада переохлажденного аустенита по первой и второй ступени. Соответственно и значения твердости будут резко отличаться в зависимости от того, в какой участок пришелся укол индентора. При этом в зоне 3 преобладают светлые участки, а расстояние между ними (темные области) меньше. Поэтому изменение значений твердости в третьей зоне, меньше чем в четвертой. Область 5 характеризуется постепенным повышением твердости до величины соответствующей 550...570 HV. Зона 6, так же как и области 3 и 4 имеет неоднородное распределение механических свойств, при этом значение твердости меняются от 310 до 460 HV. Приповерхностная область характеризуется значительной долей продуктов превращения по диффузионному механизму и как следствие значением твердости 330...350 HV.

Для определения причин обнаруженных особенностей распределения структуры и свойств стали 32Г2Ф был проведен спектральный химический анализ металла в разных сечениях трубы. Установлено, что наиболее сильно по сечению стенки трубы изменяется содержание углерод и марганца. Так содержание углерода на наружной поверхности трубы составляет $0,271 \pm 0,004$ масс.%, а на расстоянии 15,5 мм от наружной поверхности трубы (т.е. в зоне 3) достигает $0,359 \pm 0,004$ масс. %. Можно предположить, что низкая концентрация углерода на наружной поверхности связана с обезуглероживанием поверхности трубы при технологических нагревах. Содержание марганца минимально на внутренней стенке трубы $1,28 \pm 0,02$ масс.%, а максимально (также как и углерода) в третьей зоне на расстоянии 15,5...15,6 мм от наружной поверхности трубы и составляет $1,43 \pm 0,02$ масс. %. Характер распределения кремния, фосфора и серы схож с характером распределения углерода и марганца, но относительные изменения концентрации значительно ниже.

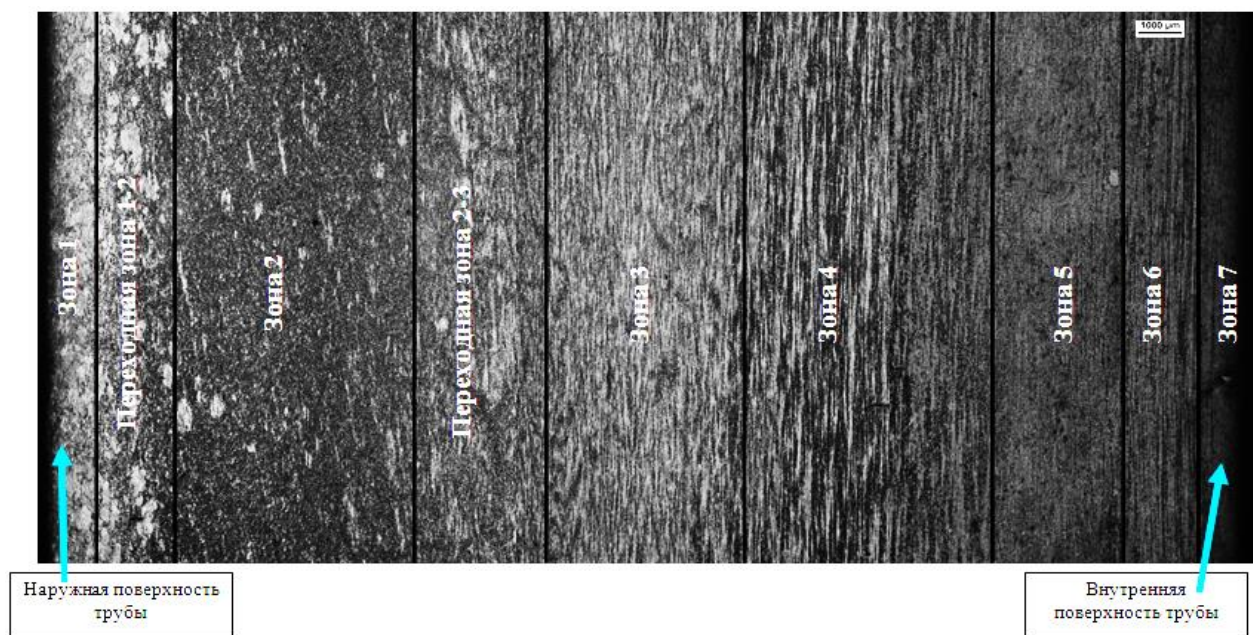


Рисунок 5 – Изменение микроструктуры закаленной стали 32Г2Ф по сечению стенки трубы 278x28,5 мм

Кроме основных примесей в зоне 3 повышенное содержание азота по сравнению с зоной 2. Концентрация кислорода в обеих зонах одинаковая.

Для количественного установления степени влияния выявленной ликвации на устойчивость переохлажденного аустенита были проведены дилатометрические исследования металла, отобранного из двух зон, 2 и 3 (Рисунок 5) резко отличающихся по структуре и содержанию основных легирующих элементов (С, Мn).

При охлаждении металла, отобранного из зоны 3 от температуры 850 °С со скоростью 0,5°С/с превращение переохлажденного аустенита протекает по диффузионному механизму (Рисунок 6 а). Повышение скорости охлаждения до 5°С/с, приводит к появлению в структуре помимо продуктов распада по первой ступени, бейнита и небольшого количества мартенсита (Рисунок 6 б). Дальнейшее увеличение скорости охлаждения до 20 °С/с, приводит к резкому увеличению объемной доли продуктов распада по механизмам второй и третьей ступени (Рисунок 6 в), что в свою очередь повышает твердость более чем в полтора раза до 470...475 НV. При этом объемная доля диффузионных продуктов составляет около 10 %. После охлаждения со скоростью 100°С/с (Рисунок 6 г), структура стали на 90...95 % состоит из мартенсита. Выявляются также небольшие бейнитные участки, перлитные зерна и мелкие выделения избыточного феррита, расположенные по границам исходных аустенитных зерен.

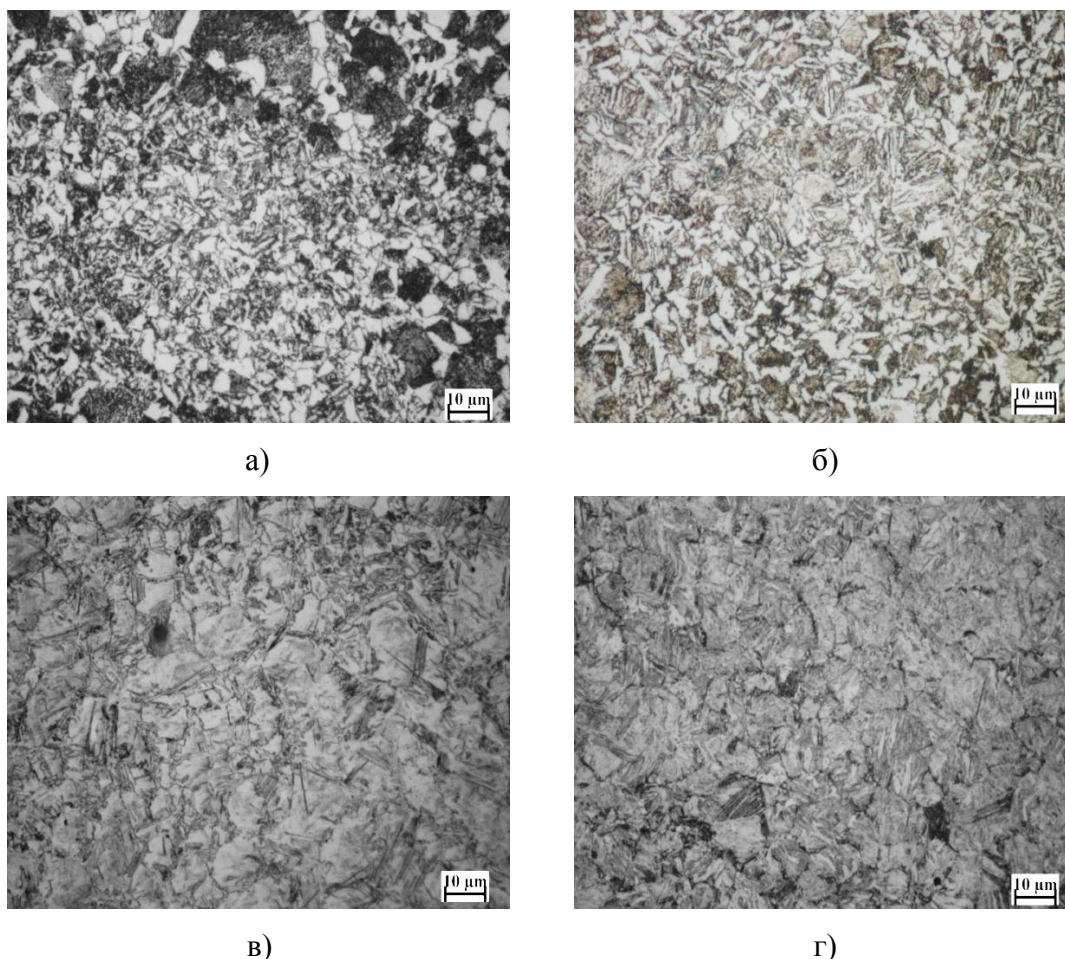


Рисунок 6 – Микроструктура металла, отобранного из зоны 3 полученная в результате охлаждения от температуры 850 °С: а – скорость охлаждения 0,5 °С/с; б – 5 °С/с; в – 20 °С/с; г – 100 °С/с

Сравнение ТКД, построенных для аустенита разного химического состава (Рисунок 7) показало, что при наиболее медленном охлаждении со скоростью 0,5 °С/с разница в температуре начала образования феррита составляет 20 °С, а температурный интервал перлитного превращения в обогащенном аустените ниже на 25 °С. Понижение температуры распада приводит к уменьшению размеров ферритных зерен, увеличению дисперсности перлита и его объемной доли. Совместное действие этих факторов повышает твердость на 25...35 НВ. Повышение скорости охлаждения до 10 °С/с увеличивает разницу в температуре начала выделения феррита до 35 °С, однако разница в твердости достигает максимального значения в 140...150 НВ, что связано с образованием различного количества бейнита и мартенсита. Разница в температурах M_n при увеличении скорости охлаждения от 10 до 100 °С/с возрастает с 10 до 40 °С. Наиболее сильно из всех легирующих элементов и примесей на температуру начала мартенситного превращения влияет углерод, но его концентрация определяет и твердость мартенсита. Этим объясняется тот факт, что при более высоких скоростях охлаждения, несмотря

на примерно одинаковые объемные доли различных структурных составляющих, разница в твердости сокращается незначительно, и после охлаждения со скоростью 100 °С/с составляет 85...95 НВ.

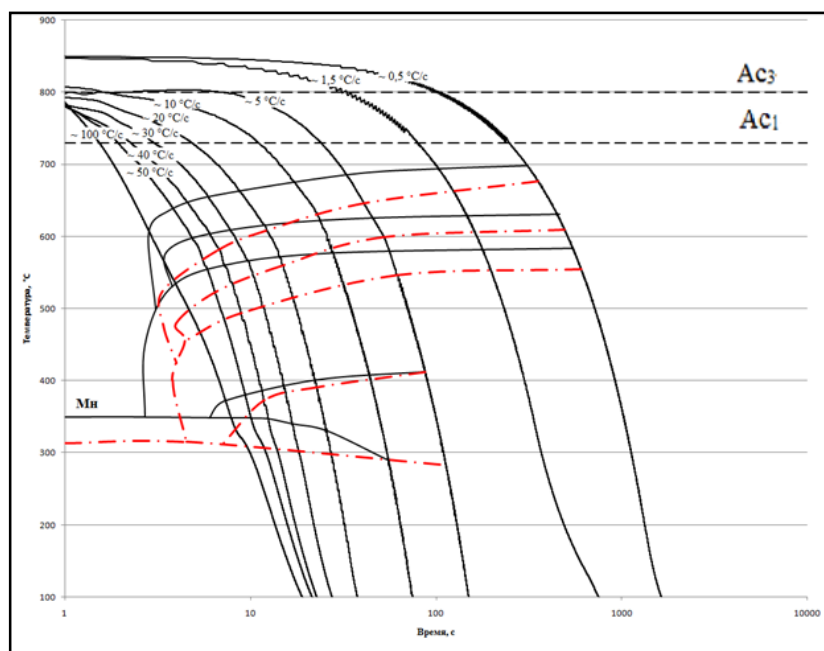


Рисунок 7 – Влияние колебания химического состава по сечению стенки трубы из стали 32Г2Ф на устойчивость переохлажденного аустенита в различных зонах: сплошная линия (зона 2) – С – 0,27; Si – 0,38; Mn – 1,33; V – 0,02; S – 0,001; P – 0,007 масс.%; Ac1=730 °С; Ac3=800 °С; штрих-пунктирная линия (зона 3) – С – 0,35; Si – 0,40; Mn – 1,43; V – 0,03; S – 0,002; P – 0,008 масс.%; Ac1=725 °С; Ac3=775 °С

Таким образом, на примере систем легирования Cr – Mo – V и Mn – V, показано, что формирующиеся на этапе металлургического передела особенности распределения легирующих элементов и примесей, не могут быть полностью устранены последующей термической обработкой в условиях современного трубного производства, и должны учитываться при создании изделий из материалов с высокой конструктивной прочностью и повышенными требованиями к хладо- и коррозионной стойкости.

В пятой главе рассмотрено влияния локального изменения химического состава и повышенной концентрации неметаллических включений, сопутствующих дефектам сталеплавильного и прокатного происхождения на кинетику распада переохлажденного аустенита в конструкционных сталях. Подобные дефекты, как правило, сопровождаются наличием на их продолжении, так называемой зоны внутреннего окисления (т.е. области дисперсных окисных включений, распространяющихся вглубь металла). Глубина залегания таких скоплений неметаллических включений может намного превышать глубину залегания

самого дефекта. При этом поверхностные дефекты могут быть удалены зачисткой, а зоны внутреннего окисления сохраняться в металле и влиять на формирование структуры и свойств в локальных областях. Подобное явление характерно не только для трубной продукции, но и для широкого круга полуфабрикатов и изделий из конструкционных сталей разных систем легирования.

Металлографическим методом было показано, что зона внутреннего окисления может распространяться на глубину более 1 мм, а также в виде отдельных ответвлений и оставаться в металле даже при полной зачистке поверхностного дефекта. Скопления неметаллических включений располагаются в ферритной матрице, а границы окаймлены перлитной оторочкой. Оксидная фаза, как правило, содержит повышенное количество таких элементов как: Si, Al, Mn, Cr, т.е. тех, которые имеют большее сродство к кислороду чем железо.

В работе было проведено физическое моделирование процесса эволюции дефекта при горячей пластической деформации различной интенсивности с целью создания в материале зоны внутреннего окисления. Для этого были изготовлены образец клиновидной формы и образец «свидетель». В качестве искусственного дефекта выступало сквозное отверстие по продольной оси образцов, заполненное окалиной. Далее образец «свидетель» подвергался только температурному воздействию, а образец клиновидной формы температурно-деформационному.

На примере трубной стали 20кт показана возможность образования зоны внутреннего окисления в процессе технологических нагревов. Так при исследованных параметрах температурного воздействия в образце «свидетеле» вокруг искусственного дефекта была получена зона окислов, ширина которой достигает 80...100 мкм. Был изучен состав неметаллических включений, сформировавшихся в процессе внутреннего окисления в образце «свидетеле». В нем присутствуют двухфазные включения с сердцевиной, состоящей (Fe, Mn) O и оболочкой, богатой SiO₂ (Рисунок 8). Помимо двухфазных, в стали 20кт также присутствуют однофазные включения сферической формы, размер которых не превышает 3...5 мкм, содержащие оксиды Si, Mn и Fe. При этом содержание Si изменяется в пределах 3,0...9,0 масс. %, а содержание Mn 3,0...10,5 масс. %. Кроме кремния и марганца, в некоторых включениях присутствует Al в количестве 0,4...0,6 масс. %.

Показано, что ширина зоны окислов в области действия сжимающих напряжений зависит от степени деформации. В то время как в области действия растягивающих напряжений имеются преимущественные направления распространения включений, возможно связанные с неоднородностью течения металла при пластической деформации. Установлено, что при температурах горячей прокатки 1150...1200 °С и степени деформации от 17 до 48 % протяженность зоны окислов в отдельных направлениях может достигать 200...250 мкм.

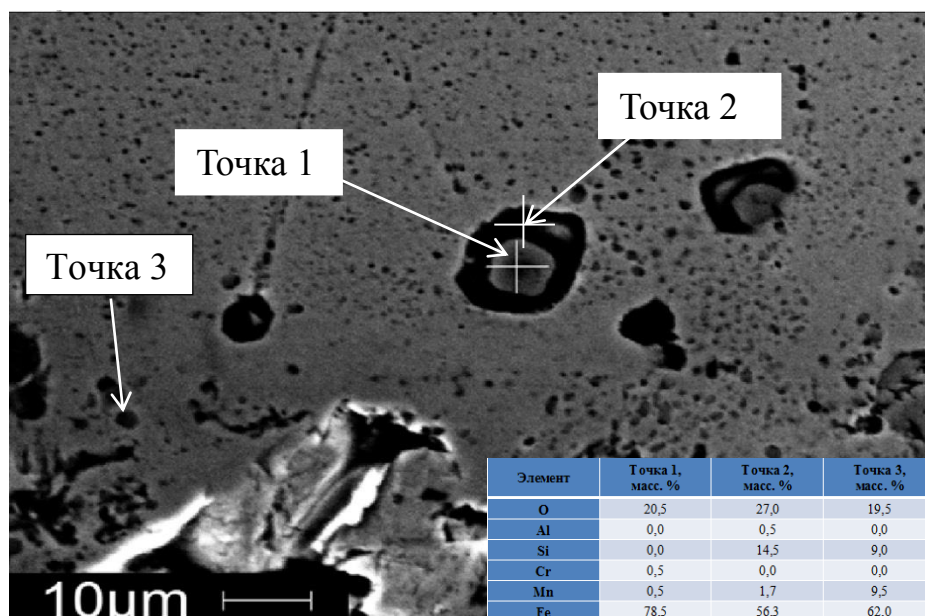


Рисунок 8 – Химический состав включений в образце «свидетеле»

В работе предложена методика определения устойчивости переохлажденного аустенита в локальных областях, прилегающих к дефектам, сопровождаемым внутренним окислением и построена термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита в стали 50ХГФА, содержащей внутреннее окисление. Установлено, что в металле, содержащем дефект не удастся подавить распад переохлажденного аустенита по первой ступени даже при скорости охлаждения 100 °C/с, также снижается устойчивость к распаду по промежуточному механизму, а разница в температуре начала мартенситного превращения достигает 50 °C (Рисунок 9).

Структура стали 50ХГФА в отдалении от зоны внутреннего окисления (Рисунок 10 а) схожа со структурой стали 50ХГФА не содержащей искусственно созданных окисных включений. С приближением к зоне внутреннего окисления, в микроструктуре увеличивается количество продуктов распада по первой ступени (Рисунок 10 б). Сами зоны представляет собой ферритную матрицу с дисперсными окислами (Рисунок 10 в), а области между ними имеют структуру феррита (Рисунок 10 г).

Данные о перераспределении химических элементов в процессе внутреннего окисления, полученные с помощью микрорентгеноспектрального анализа, показывают, что содержание таких легирующих элементов как Mn и Cr находится на одном уровне во всех трех основных структурных областях, т.е. в основном металле, зоне внутреннего окисления и между зонами внутреннего окисления. При этом резкое отличие в структуре этих областей, предполагает существенную разницу в содержании в них углерода. Установлено, что в самом центре зоны внутреннего окисления образуется ферритная область, свободная от дисперсных окисных включений и практически не содержащая в себе легирующих элементов. При этом в ней могут

присутствуют грубые оксидные и оксисульфидные включения, содержащие повышенное количество таких элементов как Si, Ca, Cr, Mn.

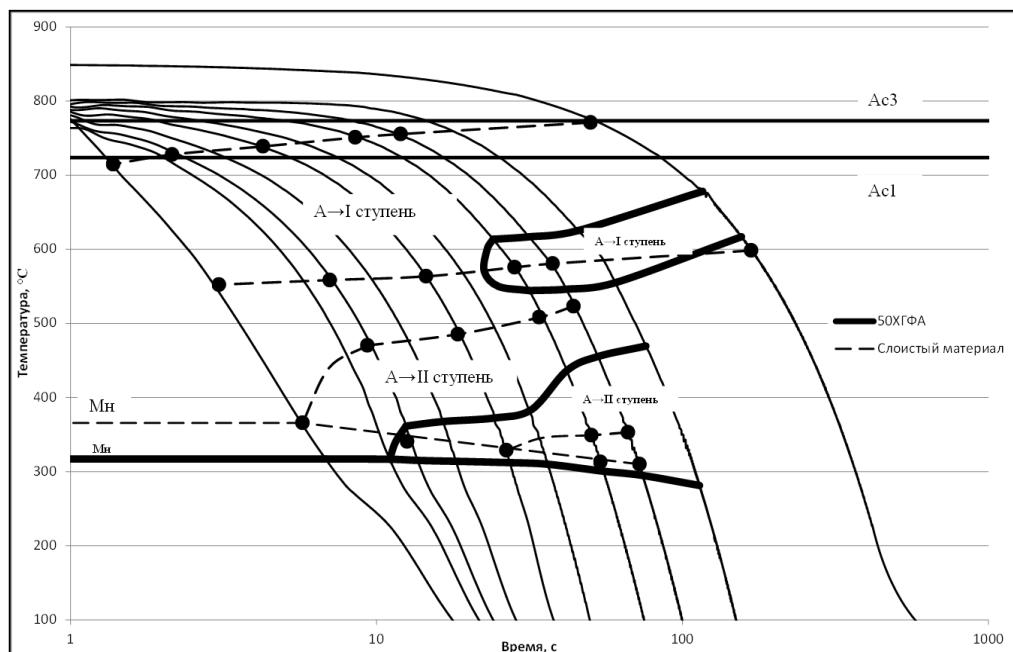


Рисунок 9 – Влияние внутреннего окисления на устойчивость переохлажденного аустенита в стали 50ХГФА

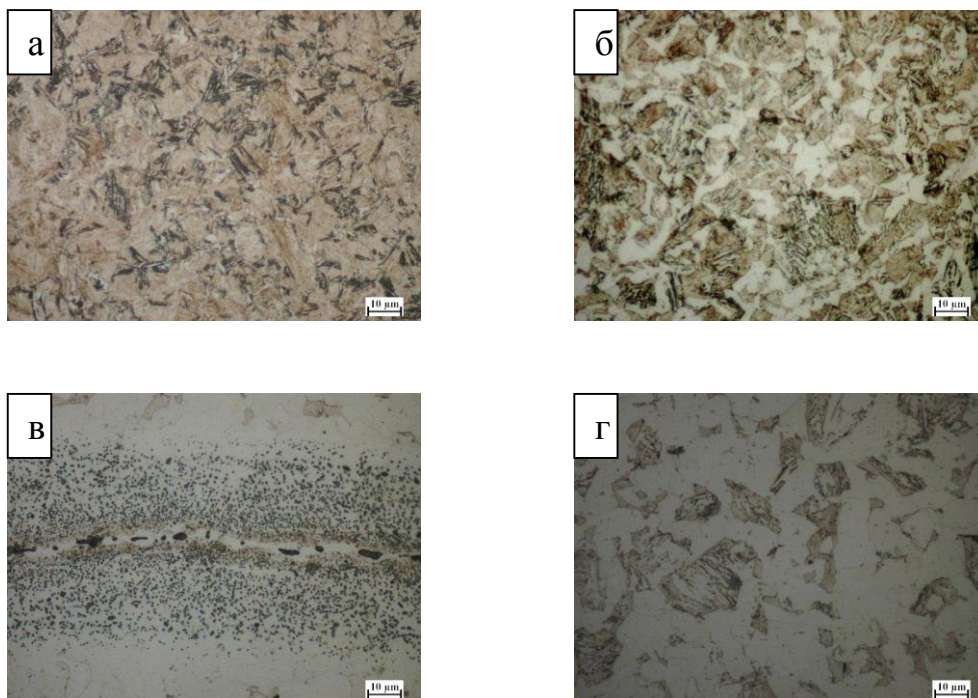


Рисунок 10 – Микроструктура стали 50ХГФА, содержащей внутреннее окисление после охлаждения со скоростью 7,5 °C/с: а – структура основного металла; б – структура вблизи зоны внутреннего окисления; в – зона внутреннего окисления; г – структура между зонами внутреннего окисления

Все три перечисленных типа структурных неоднородностей будут оказывать влияние на свойства в областях различного размерного уровня, следовательно, должны учитываться при создании материалов с высокой конструктивной прочностью.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Рассмотрено влияние температуры нагрева в МКИ на кинетику распада переохлажденного аустенита в стали 26Х1МФА. Показано, что при охлаждении стали 26Х1МФА от температуры неполной аустенитизации 780 °С происходит снижение устойчивости переохлажденного аустенита по первой ступени, а также замена бейнитного превращения мартенситным по сравнению с охлаждением из аустенитной области. Повышение температуры нагрева в МКИ до 810 °С приближает вид ТКД стали 26Х1МФА к ТДК, построенной при охлаждении из γ – области.

2. Изучено влияние параметров отпуска на свойства стали 26Х1МФА после двойной закалки. Построены кривые отпуска стали 26Х1МФА после двукратной закалки при варьировании температуры отпуска в интервале 450...630 °С, продолжительности от 30 до 240 минут. Во всем исследованном интервале температур отпуска установлено плавное снижение твердости при увеличении продолжительности выдержки. Изучены структурные и фазовые превращения, протекающие в стали 26Х1МФА при отпуске. Рассмотрено влияние продолжительности выдержки в МКИ на процесс выделения, размер и морфологию карбидов после отпуска. Показана высокая кристаллографическая устойчивость структуры, сохраняющей речное строение после вторичного нагрева под закалку в двухфазную область, а также после высокого отпуска.

3. Установлено, что режим обработки 880 – 810 – 600 °С (90 минут) позволяет получить значения механических свойств, соответствующие группе прочности М по ГОСТ 632 – 80. При этом за счет межкритической обработки обеспечивается большой запас по относительному удлинению и ударной вязкости. Относительное удлинение превышает значение, установленное ГОСТ 632 – 80 на 85 %, а ударная вязкость в 4,5 раза. Режим обработки 880 – 810 – 450 °С (90 минут) позволяет получить значения механических свойств, соответствующие группе прочности Т по ГОСТ 632 – 80. При этом относительное удлинение выше значения, установленного ГОСТ на 83 %.

4. Атомно-эмиссионным спектральным методом, выявлено, что количество С и Мп значительно изменяется по сечению муфтовой трубы. Минимальное содержание углерода, наблюдаемое на наружной поверхности трубы и на глубине 5 мм, составляет $0,271 \pm 0,004$ масс. %, а максимальное - на расстоянии 15,5 мм от наружной поверхности трубы достигает $0,359 \pm$

0,004 масс. %. Содержание марганца минимально на внутренней стенке трубы $1,28 \pm 0,02$ масс. % и на глубине 5 мм от наружной поверхности - $1,34 \pm 0,02$ масс. %, а максимальное на расстоянии 15,5...21,0 мм от наружной поверхности трубы - $1,43 \pm 0,02$ масс. %.

5. Построены термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита с разным содержанием легирующих элементов и примесей. Показано, что устойчивость переохлажденного аустенита в разных слоях металла существенно отличается, что приводит к аномальному изменению твердости по сечению стенки трубы. Установлено, что максимальное значение твердости наблюдаются на внешней стенке трубы, значение в среднем достигает 650 HV. В зоне с минимальным количеством химических элементов твердость уменьшается до 350 HV. В области с максимальным количеством химических элементов, среднее значение твердости составляет 470 HV. На внутренней стенке трубы твердость составляет 340 HV.

6. Проведено физическое моделирование процесса эволюции искусственного дефекта при горячей пластической деформации с целью создания зоны внутреннего окисления в стали 20кт. Показано, что при исследуемых температурно-временных параметрах ширина зоны неметаллических включений в образце «свидетеле» составляет 80...100 мкм. При этом по периметру искусственного дефекта ширина зоны окислов изменяется незначительно.

7. Установлено, что горячая пластическая деформация приводит к неравномерному увеличению зоны внутреннего окисления в направлении действия растягивающих напряжений. Показано, что при изученных параметрах температурно-деформационного воздействия протяженность зоны окислов в отдельных направлениях может достигать 200...250 мкм.

8. Показано влияние внутреннего окисления на устойчивость переохлажденного аустенита на примере стали 50ХГФА.

Возможные дальнейшие направления разработки темы:

- Анализ изменения геометрии и формы трубы 278x28,5 мм, изготовленной из стали 32Г2Ф при термической обработке, посредством проведения конечно-элементного моделирования с учетом имеющейся в реальном материале структурной и химической неоднородности.

- Конечно-элементный анализ влияния зоны внутреннего окисления на образование поверхностных дефектов при статической и циклическом нагружении.

Основное содержание работы изложено в следующих публикациях:

Статьи, опубликованные в рецензируемых научных журналах и изданиях, определенных ВАК:

1. Мусихин, С.А. Применение программного комплекса Deform 3D для расчета формирующихся в процессе термической обработки структурных и температурных полей и напряженно-деформированного состояния в муфтовой заготовке из стали 20Х1МФА [Электронный ресурс] / А.А.Х. Аль Катави, С.В. Беликов, С.А. Мусихин, И.А. Соляник, К.И. Сергеева // Современные проблемы науки и образования. – 2013. – № 3. – Режим доступа: <http://www.science-education.ru/109-9244>.

2. Мусихин, С.А. Особенности формирования структуры и комплекса механических свойств трубной низколегированной Cr – Mo – V стали после аустенитизации в межкритической интервале температур / А.И. Степанов, И.Н. Ашмина, К.И. Сергеева, С.В. Беликов, С.А. Мусихин, М.С. Карабаналов, А.А. Аль – Катави // Сталь. – 2014. – № 6. – С. 86 – 90 (0,25 п.л./0,1 п.л.)

3. Мусихин, С.А. Освоение производства обсадных труб, стойких к воздействию промышленных сред, содержащих сероводород / А.И. Степанов, И.Н. Ашмина, И.Н. Веселов, С.В. Беликов, С.А. Мусихин, К.И. Сергеева // Металлург. – 2014. – № 7. – С.63 – 66 (0,18 п.л./0,05 п.л.)

Другие публикации:

4. Мусихин, С.А. Особенности распада переохлажденного аустенита стали 13ХФА после нагрева в межкритический интервал температур / К.И. Сергеева, О.Ю. Корниенко, С.А. Мусихин // Тезисы докладов XI Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. – Екатеринбург: УрФУ, 2010. – С. 83 – 85 (0,12 п.л./ 0,05 п.л.)

5. Мусихин, С.А. Влияние исходной структуры и параметров отпуска на механические свойства стали 13ХФА / К.И. Сергеева, С.В. Беликов, С.А. Мусихин // Тезисы докладов XII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. – Екатеринбург: УрФУ, 2011. – С. 215 – 216 (0,05 п.л./0,01 п.л.)

6. Мусихин, С.А. Изучение влияния цепочек неметаллических включений на образование поверхностных трещин / С.А. Мусихин, С.В. Беликов // Тезисы докладов XIII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. – Екатеринбург: УрФУ, 2012. – С. 49 – 50 (0,05 п.л./0,04 п.л.)

7. Мусихин, С.А. Образование неметаллических включений вблизи поверхности в процессе нагрева и горячей пластической деформации стали 20кт / С.А. Мусихин, С.В. Беликов, И.А. Соляник // Тезисы докладов XIII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. – Екатеринбург: УрФУ, 2012. – С. 229 – 230 (0,05 п.л./0,03 п.л.)

8. Мусихин, С.А. Расчет напряженного состояния стальных изделий после закалки / С.А. Мусихин, С.В. Беликов, И.А. Соляник // Тезисы докладов XIV Международной научно-

технической Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург: УрФУ, 2013. – С. 119 – 121 (0,12 п.л./ 0,05 п.л.)

9. Мусихин, С.А. Влияние температурно-временных параметров отпуска после двукратной закалки на комплекс механических свойств Cr – Mo – V трубной стали / М.Л. Швецов, С.А. Мусихин, С.В. Беликов // Тезисы докладов XV Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. – Екатеринбург: УрФУ, 2014. – С. 269 – 272 (0,18 п.л./0,10 п.л.)

10. Musikhin, S.A. Simplified simulation method of round steel bar cooling / Y.V. Yudin, M.V. Maisuradze, M.A. Ryzhkov, P.D. Lebedev, S.A. Musikhin //ISIJ International. – 2015. – Vol. 55. – No. 7. – P. 1538 – 1540 (0,12 п.л./ 0,01 п.л.)