

## ВЛИЯНИЕ ЗАКАЛКИ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ЛИТОЙ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ 30ХНЗМФА

Э.В. Козлов, Н.А. Попова, С.И. Климашин, О.В. Тихонькова, В.П. Подковка, А.С. Тайлашев, В.В. Целлермаер, В.Е. Громов

### Введение

Известно, что закалка конструкционных сталей сопровождается формированием нескольких типов мартенсита: пакетного, пластинчатого низкотемпературного и пластинчатого высокотемпературного, различающихся морфологией, размерами и дефектной субструктурой кристаллов  $\alpha$ -фазы [1-7]. Размеры и внутренняя структура мартенситных кристаллов зависит от целого ряда факторов. К ним относятся: размер зерна исходного аустенита, скорость охлаждения, температура аустенизации, химический состав стали [8-13]. Эти же факторы оказывают влияние на переход от одного типа мартенсита к другому [6,7], однако наиболее существенным является химический состав стали, а именно, концентрация углерода.

Реализуемые на практике условия закалки с печного нагрева сопровождаются выделением частиц цементита в кристаллах мартенсита в процессе их охлаждения от температуры превращения, т.е. процессом «самоотпуска» стали [14]. Размеры частиц выделившегося цементита, их объемная доля и взаимное расположение зависят от типа мартенсита [4,9,11]. Кроме того, установлено [15], что мартенситное превращение практически всегда протекает не полностью. Это приводит к присутствию в материале некоторого количества остаточного аустенита.

Таким образом, закалка конструкционной стали приводит к образованию в материале сложной структуры, а именно, морфологически различных типов мартенсита, остаточного аустенита и частиц «самоотпущенного» цементита.

Целью настоящей работы являлось количественное исследование тонкой структуры и фазового состава литой конструкционной среднелегированной стали после закалки.

### Материал и методы исследования

Материалом исследования являлась литая конструкционная сталь 30ХНЗМФА. Образцы, имеющие форму слитков размером 80 × 80 × 260 мм, подвергались предварительной термической обработке: гомогенизация 1125<sup>0</sup>С, 13 часов, нормализация 980<sup>0</sup>С,

10 часов и высокий отпуск 660<sup>0</sup>С, 10 часов с охлаждением на воздухе. Затем проводилась закалка от 950<sup>0</sup>С (выдержка 5 часов) с охлаждением на воздухе.

Исследования проводились методами дифракционной электронной микроскопии на тонких фольгах и рентгеноструктурного анализа. Электронно-микроскопические исследования выполнены на электронных микроскопах УЭМВ-100В, УЭМВ-100К и ЭМВ-100Л при малых (2000-4000 крат) и больших (20000-50000 крат) рабочих увеличениях в колонне микроскопа. Съёмка рентгенограмм проводилась на дифрактометре ДРОН-1,5 в монохроматизированном Fe-K $\alpha$  излучении с автоматической записью на диаграммную ленту.

Для проведения исследований из центральной части слитка методом электроискровой резки вырезался образец размером 10 × 10 × 50 мм, который затем разрезался на пластинки (фольги) толщиной 0,2-0,3 мм. Режим электроискровой резки был подобран таким, что не вносил дополнительных искажений в структуру материала. Полученные фольги утонялись вначале химически, а затем электролитически по стандартным методикам.

Фазовый анализ проводился на основе данных, полученных в просвечивающих электронных микроскопах из расшифровки соответствующих микроэлектронограмм [14,16], подтвержденных темнопольными изображениями в рефлексах соответствующих фаз, а также из результатов рентгеноструктурного анализа [17]. Средние размеры мартенситных кристаллов, прослоек остаточного аустенита, частиц цементита и их плотности, параметры тонкой структуры измерялись по соответствующим микрофотографиям методом секущей [18,19]. Параметры кристаллических решеток  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз измерялись методом рентгеноструктурного анализа [17]. Полученные данные обрабатывались статистически.

Необходимо подчеркнуть, что вся количественная обработка проводилась отдельно в каждой из структурных составляющих  $\alpha$ -фазы. А именно: в отдельных рейках пакетного мартенсита, в отдельных пластинах низкотемпературного мартенсита, в отдельных

пластинах и бесструктурных областях высокотемпературного мартенсита и отдельных бейнитных кристаллах. Полученные таким образом данные суммировались отдельно для каждой структурной составляющей  $\alpha$ -фазы и находились средние параметры структуры для пакетного, пластинчатого низко- и высокотемпературного мартенсита и бейнита. Затем, учитывая объемные доли каждой структурной составляющей  $\alpha$ -фазы, определялись средние значения параметров структуры в целом по материалу. Для определения объемных долей структурных составляющих  $\alpha$ -фазы (мартенситных пакетов, пластин и бейнита) был использован планиметрический метод, который сводился к измерению суммарной площади сечений данной структурной составляющей на определенной площади фольги [20]. Отметим, что такая работа для мартенситной стали в литом состоянии была выполнена впервые.

#### Полученные результаты и их обсуждение

Как показали проведенные исследования, кристаллическая структура матрицы стали состоит из двух фаз: твердого раствора углерода и легирующих элементов в  $\alpha$ -Fe с ОЦК решеткой и твердого раствора углерода и легирующих элементов и  $\gamma$ -Fe с ГЦК решеткой.

**Морфология  $\alpha$ -матрицы.** Основной составляющей (~93%) в структуре матрицы закаленной стали является  $\alpha$ -фаза, которая характеризуется следующими значениями: параметр кристаллической решетки - 0,28702 нм, статические смещения атомов - 0,02 нм, уровень микронапряжений II рода - 700 МПа. Структура  $\alpha$ -фазы представляет собой смесь пакетного (или реечного), пластинчатого (низкотемпературного и высокотемпературного) мартенсита и бейнита.

Пакетный (или реечный) мартенсит – это набор приблизительно параллельных мартенситных кристаллов (реек), объединенных в пакеты (рисунок 1). Он занимает основную долю  $\alpha$ -матрицы (~80%). Эти данные хорошо согласуются с результатами, полученными в [4,6,7].

Пластинчатый мартенсит – это второй самостоятельный морфологический тип  $\alpha$ -матрицы исследуемой стали. Особенностью этого типа мартенсита является то, что он представляет собой отдельно расположенные кристаллы мартенсита – пластины, как правило, не образующие параллельных пачек, что наблюдается в пакетном мартенсите (рисунок 1). Поперечный размер пластин

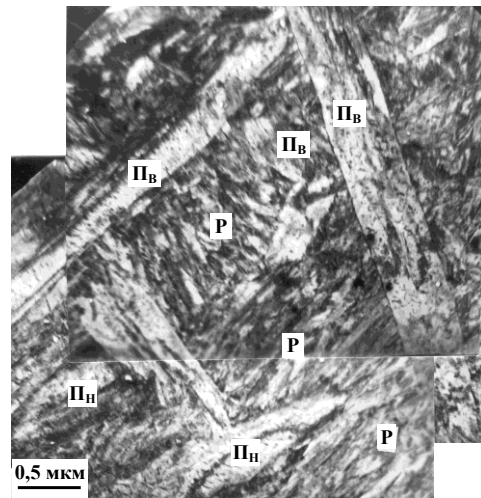


Рисунок 1 – Тонкая структура смешанного пакетно-пластинчатого мартенсита в закаленной литой стали 30XНЗМФА: П<sub>в</sub> – пластинчатый высокотемпературный, П<sub>н</sub> – пластинчатый низкотемпературный, Р – реечный (или пакетный) мартенсит

больше поперечного размера отдельной реки примерно на порядок и составляет величину ~1-2 мкм. Отдельные мартенситные пластины встречаются двух видов: 1) большие пластины, длина которых достигает 20-25 мкм и 2) малые пластины длиной 1.5-2 мкм. Большие пластины лежат друг к другу под некоторыми углами и пронизывают практически все зерно. Их размер ограничивается либо границами зерна, либо другой большой пластиной, образовавшейся в этом же зерне. Размер же малых пластин ограничен большими пластинами и пакетами реек. Это хорошо видно на рисунке 1. Кроме того, в исследуемой стали присутствует еще один вид пластинчатого мартенсита – это области, бесструктурные по форме, не содержащие внут-

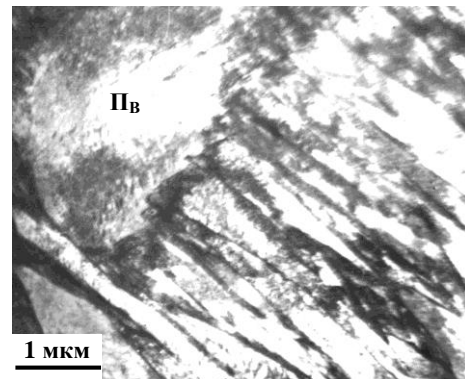


Рисунок 2 – Бесструктурные области пластинчатого высокотемпературного мартенсита (П<sub>в</sub>)

## ВЛИЯНИЕ ЗАКАЛКИ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ЛИТОЙ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ 30ХНЗМФА

ри себя ни реек, ни пластин, ни других четко обозначенных границ раздела. Располагаются такие области либо на стыках пакетов (рисунок 2), либо на стыках пакетов и пластин (рисунок 1). По-видимому, большие пластины и пластины в виде бесструктурных областей образовались при более высоких температурах мартенситного превращения и поэтому относятся к высокотемпературному мартенситу. Малые пластины, образовавшиеся при более низких температурах, - к низкотемпературному мартенситу. Заметим, что именно по форме, размерам и расположению пластин в зерне проведено разделение пластинчатого мартенсита на высоко- и низкотемпературный в сталях с близким химическим составом в работе [7]. Проведенные количественные оценки показали, что объемная доля высокотемпературного мартенсита в  $\alpha$ -матрице стали составляет величину  $\sim 3\%$ , а низкотемпературного -  $\sim 7\%$ , что также хорошо согласуется с данными работ [6,7].

В результате охлаждения образцов после проведенной закалки происходит частичный «самоотпуск» материала с выделением внутри мартенситных кристаллов дисперсной фазы - частиц карбида железа (цементита  $Fe_3C$ ). Нужно отметить, что если весь пластинчатый мартенсит (как высоко-, так и низкотемпературный) находится в состоянии частичного «самоотпуска», то в пакетном мартенситу процессы «самоотпуска» развиваются неодинаково: наряду с «самоотпущенным» пакетным мартенситом, объемная доля которого составляет  $\sim 60\%$  от общего объема  $\alpha$ -матрицы, в материале присутствуют рейки и даже целые пакеты, в которых процессы «самоотпуска» практически полностью отсутствуют (объемная доля цементита в них  $< 0.05\%$ ). Такой пакетный мартенсит является дислокационным (или безкарбидным) мартенситом и образовался он в результате мартенситного превращения [1-4]. Объемная доля дислокационного мартенсита в материале -  $\sim 20\%$  от общего объема  $\alpha$ -матрицы.

Третий самостоятельный морфологический тип  $\alpha$ -матрицы исследуемой стали - бейнит. Это набор практически параллельных кристаллов, образующих пакеты (по типу пакетного мартенсита). Такой бейнит, названный пакетным нижним бейнитом, подробно описан Л.М. Утевским [14]. Основными отличиями пакетного бейнита от пакетного «самоотпущенного» мартенсита являются: 1) поперечный размер отдельных бейнитных кристаллов, образующих пакеты, больше мар-

тенситных в 1.5-2 раза; 2) выделения цементита располагаются вдоль одного направления под углом, близким к  $60^\circ$ , к границе бейнитного кристалла, что характерно для нижнего бейнита [14] (рисунок 3).

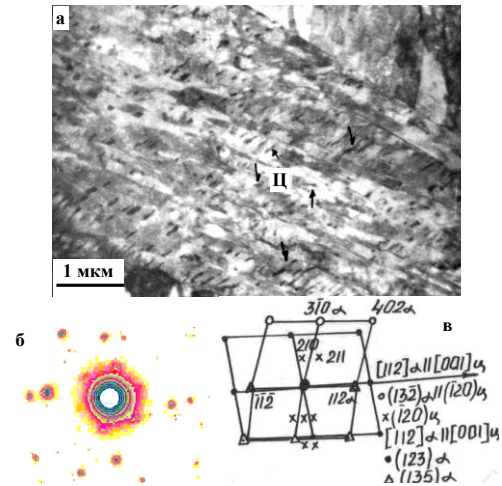


Рисунок 3 – Пакет бейнита в закаленной стали 30ХНЗМФА: а – светлопольное изображение (стрелками отмечены частицы цементита Ц); б - микродифракционная картина; в – ее индцированная схема (стрелкой указаны совпадающие направления  $[112]_\alpha$  и  $[001]_\beta$ , при этом  $(32)_\beta \parallel (20)_\alpha$  - соотношение Багаряцкого)

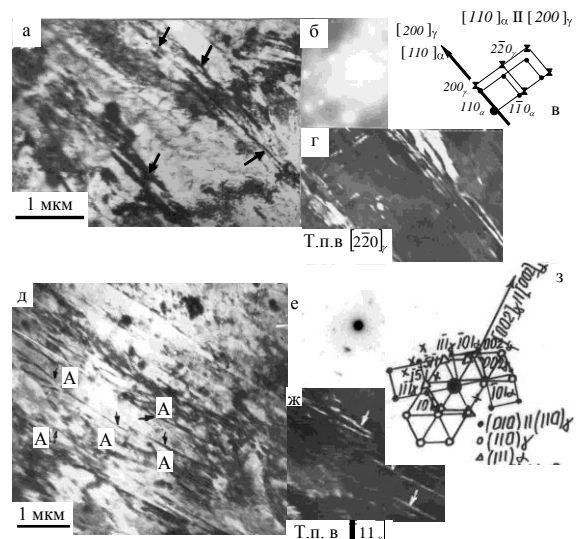


Рисунок 4 – Прослойки остаточного аустенита (А) по границам мартенситных реек (а-г) и пластин низкотемпературного мартенсита (д-з) в закаленной стали 30ХНЗМФА. На микродифракционных картинах стрелками указаны совпадающие направления  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз, свидетельствующие о выполнении соотношения Курдюмова-Закса

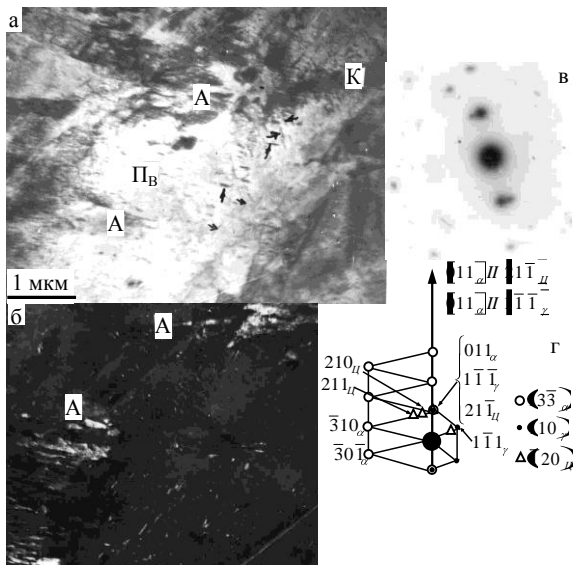


Рисунок 5 – Закаленная сталь 30XN3MFA. В пластине высокотемпературного мартенсита (П<sub>В</sub>) присутствуют выделения частиц цемента (отмечены стрелками) и аустенит (А) в виде «островков» (а). Темнопольное изображение (б) получено в совпадающих рефлексах  $[11\bar{1}]_{\alpha} + [1\bar{1}]_{\gamma}$ . На схеме к микродифракционной картине (в) стрелкой обозначены совпадающие направления  $\alpha$ -фазы и цемента и  $\alpha$ - и  $\gamma$ -фаз, что свидетельствует о выполнении соотношения Багаряцкого и Курдюмова-Закса, соответственно. К – изгибный экстинкционный контур

**Остаточный аустенит.** Как отмечалось выше, в структуре матрицы исследуемой стали присутствует  $\gamma$ -фаза, или остаточный аустенит, образовавшийся в результате неполного мартенситного превращения при закалке стали [15]. Изучение методом электронной микроскопии показало, что остаточный аустенит в пакетном и пластинчатом низкотемпературном мартенсита располагается по границам мартенситных кристаллов в виде длинных тонких прослоек (рисунок 4). В пластинчатом высокотемпературном мартенсита он располагается внутри мартенситных кристаллов и имеет вид «островков» (рисунок 5) или «игл» (рисунок 6). В бейните остаточного аустенита не обнаружено. Объемная доля остаточного аустенита - ~7 %. Отметим, что его большая часть (~6 %) находится в пакетной составляющей мартенсита, а наименьшая часть (~0.5 %) – в пластинчатом высокотемпературном мартенсита.

Кристаллические решетки остаточного аустенита и  $\alpha$ -матрицы связаны между собой

ориентационным соотношением Курдюмова-Закса [14], что подтверждается приведенными на рисунках 4-5 микродифракционными картинками.

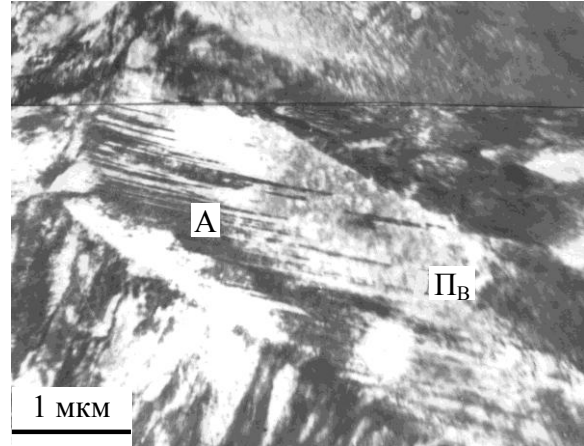


Рисунок 6 – Закаленная сталь 30XN3MFA. Внутри пластинчатого высокотемпературного мартенсита (П<sub>В</sub>) присутствует остаточный аустенит (А) в виде «игл»

**Мартенсит «самоотпуска».** Как отмечалось выше, закалка стали сопровождается процессами «самоотпуска» [14]. Выделяющиеся при этом частицы цемента имеют пластинчатую форму и ориентированы в двух и более направлениях. Пример «самоотпущенного» пластинчатого мартенсита в исследуемой стали приведен на рисунке 7. Размеры частиц, плотность распределения и объемная доля в различных морфологических составляющих мартенсита «самоотпуска» различны. Самые мелкие частицы цемента (10 × 15 нм) образуются в пакетном мартенсита, самые крупные (30 × 120 нм) – в пластинчатом высокотемпературном мартенсита. Отметим, что при этом плотность частиц цемента в пакетном мартенсита самая высокая ( $1.4 \cdot 10^6 \text{ см}^{-1}$ ), а в пластинчатом высокотемпературном мартенсита – самая низкая ( $0.03 \cdot 10^6 \text{ см}^{-1}$ ).

Кристаллические решетки  $\alpha$ -матрицы и выделившегося в процессе закалки цемента связаны между собой ориентационным соотношением Багаряцкого [14], что подтверждают приведенные рисунки 5,7.

**Дефектная структура и дальнедействующие поля напряжений.** Метод просвечивающей электронной микроскопии при больших (50000 – 70000 крат) увеличениях показал, что каждый кристалл  $\alpha$ -матрицы характеризуется наличием плотной дислокационной структурой. Дислокации равномерно заполняют кристаллы, образуя из резко искрив-

## ВЛИЯНИЕ ЗАКАЛКИ НА СТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ЛИТОЙ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ 30ХНЗМФА

ленных и перепутанных линий подобие трехмерной сетки. Контраст на дислокациях размытый вследствие осажденных на них атомов углерода и образовавшихся при этом атмосфер Коттрелла и Максвелла. На это впервые обратил внимание В.В. Рыбин [21].

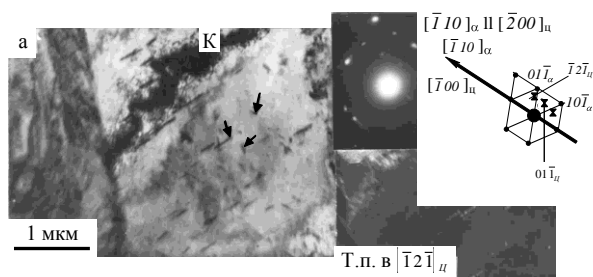


Рисунок 7 – Выделение частиц цементита (отмечены стрелками) в пластинах «самоотпущенного» мартенсита в закаленной стали 30ХНЗМФА. На микродифракционных картинах стрелками указаны совпадающие направления  $\alpha$ -фазы и цементита, свидетельствующие о выполнимости соотношения Багаряцкого. К – изгибный экстинкционный контур

Средняя скалярная плотность дислокаций в целом по материалу составляет величину  $6 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . При этом самое высокое значение ( $6.3 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) она имеет в пакетном дислокационном (безкарбидном) мартенсите, а самое низкое ( $4.5 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) – в пластинчатом высокотемпературном мартенсите.

Закалка стали сопровождается формированием дальнедействующих полей напряжений, проявляющихся при электронно-микроскопических исследованиях тонких фольг в виде экстинкционных изгибных контуров (см., как пример, рисунки 5,7). Отметим, что такие контуры не являются результатом деформации образца при изготовлении из него тонкой фольги, т.к. применяемая методика приготовления фольг практически исключает внесение артефактов при ее приготовлении. Наличие экстинкционных контуров – есть результат изгиба кристаллической решетки, или изгиба кристалла  $\alpha$ -матрицы. При этом лишь небольшая часть кристалла находится в точном отражающем положении (контур). Чем меньше ширина контура, тем сильнее изогнут кристалл, т.е. тем выше амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки  $\chi$  (при этом  $\chi \sim h^{-1}$ , где  $h$  – ширина контура) и, соответственно, выше амплитуда полей напряжений  $\sigma$  (при этом  $\sigma \sim \chi^{-1/2}$ ) [22].

### Заключение

Таким образом, в работе качественно и количественно исследована структура и фазовый состав литой среднелегированной среднеуглеродистой конструкционной стали 30ХНЗМФА в закаленном состоянии. Основным методом исследования являлась дифракционная электронная микроскопия на тонких фольгах, являющаяся весьма информативным методом. Эта, промежуточного состава, сталь характеризуется образованием различных морфологических типов мартенсита [6,7]. В результате проведенного исследования в изученной в настоящей работе стали были обнаружены следующие типы мартенсита: пакетный (или речечный), пластинчатый низкотемпературный и пластинчатый высокотемпературный. Наряду с этим в работе установлено образование двух типов пакетного мартенсита: карбидного и безкарбидного. Первый образуется в результате «самоотпуска», второй – в результате мартенситного превращения. В материале обнаружена высокая скалярная плотность дислокаций  $\rho > 5 \cdot 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . Это связано со значительной Бейновской деформацией [23]. В настоящей стали происходит ГЦК  $\gamma$  → ОЦК  $\alpha$ -превращение типа «куб – куб». Матрица Бейновской деформации имеет следующий вид:

$$\varepsilon = \begin{vmatrix} 0.13 & 0 & 0 \\ 0 & 0.13 & 0 \\ 0 & 0 & 0.20 \end{vmatrix}.$$

Вследствие такой значительной деформации и накапливается такая большая скалярная плотность дислокаций.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Изотов В.И., Хандаров П.А. Классификация мартенситных структур в сплавах железа // ФММ. - 1972. - Т.34, №2. - С.332-338.
2. Счастливец В.М., Копцева Н.В., Артемова Т.В. Электронно-микроскопическое исследование структуры мартенсита в малоуглеродистых сплавах железа // ФММ. - 1976. - Т.41, №5. - С.1251-1260.
3. Петров Ю.Н. Дефекты и бездиффузионное превращение в стали. - Киев: Наукова думка, 1978. - 267с.
4. Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Морфология мартенситной фазы в низко- и среднеуглеродистых мартенситных слаболегированных сталях // Термическая обработка и физика металлов. - 1990. - №15. - С.27-34.

5. Иванов Ю.Ф. Электронно-микроскопические исследования структуры и фазового состава цементованного слоя стали 20X2H4M // Изв. вузов. Черная металлургия. – 1990. - №6. – С.55-56.
  6. Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Многоступенчатая схема мартенситного превращения низко- и среднеуглеродистых малолегированных сталей // Материаловедение. – 2000. - №11. – С.33-37.
  7. Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Объемная и поверхностная закалка конструкционной стали – морфологический анализ структуры // Изв. вузов. Физика. – 2002. - №3. – С.5-23.
  8. Вознесенский В.В., Изотов В.И., Добриков А.А., Козлов А.П. Влияние величины исходного аустенитного зерна на структуру и предел текучести закаленной на мартенсит стали // ФММ. - 1975. - Т.40, №1. - С.92-101.
  9. Бернштейн М.Л., Спектор Я.И., Дягтерев В.Н. Влияние температуры аустенизации и горячей деформации на структуру и механические свойства стали 40XH2MA // ФММ. - 1982. - Т.53, №1. - С.68-75.
  10. Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Исследование влияния скорости охлаждения на параметры структуры стали 38XH3MФА // Изв. вузов. Черная металлургия. - 1991. - №6. - С.50-51.
  11. Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Электронно-микроскопический анализ мартенситной фазы стали 38XH3MФА // Изв. вузов. Черная металлургия. - 1991. - №8. - С.38-41.
  12. Иванов Ю.Ф., Козлов Э.В. Исследование влияния параметров аустенизации на морфологию мартенситной фазы стали 38XH3MФА // ФММ. - 1991. - №11. - С.202-205.
  13. Иванов Ю.Ф. Влияние размера зерна исходного аустенита на структуру пакетного мартенсита сталей и сплавов железа // Изв. вузов. Физика. - 1995. - №12. - С.33-38.
  14. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. - М.: Металлургия, 1973. - 584с.
  15. Томас Дж. Фазовые превращения и микроструктура сплавов с высокой прочностью и вязкостью разрушения. Возможности и ограничения их использования при разработке сплавов // Проблемы разработки конструкционных сплавов. - М.: Металлургия, 1980. - С.176-203.
  16. Эндрюс К., Дайсон Д., Киоун С. Электронограммы и их интерпретация. – М.: Мир, 1971. – 256с.
  17. Миркин Л.М. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М.: ГИФ-МЛ, 1961. – 863с.
  18. Чернявский В.С. Стереология в металловедении. – М.: Металлургия, 1977. – 280с.
  19. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. – М.: Мир, 1968. – 574с.
  20. Глаголев А.А. Геометрические методы количественного анализа агрегатов под микроскопом. – Львов: Госгеолиздат, 1941. – 264с.
  21. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение материалов. – М.: Металлургия, 1986. – 224с.
  22. Конева Н.А., Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Лычагин Д.В. Дальнодействующие поля напряжений, кривизна-кручение кристаллической решетки и стадии пластической деформации. Методы измерений и результаты // Новые методы в физике и механике деформируемого твердого тела. Труды международной конференции. - Томск: ТГУ, 1990. - С.83-93.
  23. Ройтбурд А.Л. Современное состояние теории мартенситных превращений // Несовершенства кристаллического строения и мартенситные превращения. – М.: Наука, 1972. – С.7-33.
- Томский государственный архитектурно-строительный университет  
Сибирский государственный индустриальный университет*