

05.16.01

К-254

ЧЕЛЯБИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

На правах рукописи

КУТЫМ Анатолий Борисович

СТРУКТУРА, СВОЙСТВА И РАЗРУШЕНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНО
ПЕРЕГРЕТОЙ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ С НИЗКИМ
СОДЕРЖАНИЕМ СЕРЫ

Специальность 05.16.01 - "Металлургия и
термическая обработка металлов"

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Челябинск, 1991

Работа выполнена в лаборатории прецизионных сплавов
отдела прецизионной металлургии Ордена Трудового Красного
Знамени Института физики металлов Ордена Октябрьской
Революции Уральского отделения АН СССР

Официальные оппоненты:

Доктор технических наук, профессор С.В.Грачев

Доктор технических наук В.Я.Заславский

Доктор технических наук Ю.П.Сурков

Ведущее предприятие - НИИТЯЖМАШ ПО Уралмаш

Защита диссертации состоится "5.10.91" 1991 г.
в 14 часов на заседании специализированного совета
д 053.13.04 при Челябинском Государственном Техническом
Университете

Адрес: 454044 г.Челябинск, пр.В.И.Ленина 76.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке
Челябинского Государственного Технического Университета

Автореферат разослан " " 1991 г.

Ученый секретарь
специализированного совета,
доктор физико-математических наук,
профессор

Д.А.Мирзаев

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Улучшение качества металлопродукции путем глубокой очистки стали от вредных примесей и неметаллических включений является одним из основных направлений получения высокого комплекса эксплуатационных свойств. Повышение чистоты стали положительно отражается на механических свойствах, но вместе с тем на производстве возникли определенные трудности проведения термической обработки сталей повышенной чистоты, связанные с получением удовлетворительного излома в заготовках, прошедших высокотемпературный нагрев на предварительной стадии обработки. Исследование влияния предварительного нагрева на вид излома и уровень свойств конструкционных сталей после заключительной термообработки имеет научную и практическую ценность для выяснения природы возникновения дефектных изломов и разработки мероприятий, обеспечивающих предупреждение появления межзеренного разрушения при высоком комплексе свойств изделий ответственного назначения.

Актуальной проблемой является изучение причин повышенной склонности электрошлаковой стали с низким содержанием серы к остаточному перегреву сульфидного происхождения (устойчивому камневидному излому), поскольку в этой стали существенно понижается температура нагрева, при замедленном охлаждении от которой обнаруживается межзеренное вязкое разрушение даже после многократной последующей термообработки.

При изучении условий образования камневидного излома исследователи основное внимание уделяли кинетике выделения сульфидов по границам зерен аустенита, не учитывая при этом возможность выделения включений в объеме зерна. Однако морфология и распределение сульфидных частиц при охлаждении от температуры перегрева должны подчиняться общим закономерностям выделения избыточной фазы в твердом состоянии. Актуальность работы связана с возможностью оценки влияния различных типов сульфидных включений, выделившихся при термической обработке, на уровень механических свойств и характер разрушения.

В литературе не отмечалась связь структурных факторов с появлением межзеренного разрушения, в частности, сохранение в структуре повторно закаленной стали границ исходных крупных зерен может определять развитие отпускной хрупкости по гра-

цам зерен аустенита, существовавших при высоком нагреве на предварительной стадии обработки (камневидный излом второго рода). В связи с этим важным становится определение условий обработки, при которых наблюдается как сохранение "старых" границ зерен, так и их исчезновение, то есть установить влияние режимов предварительной обработки (температуры аустенитизации, скорости охлаждения) и условий повторного нагрева, предназначенного для измельчения исходного крупного зерна, на особенности формирования аустенитной структуры стали.

Целью работы являлось систематическое исследование общих закономерностей влияния высокотемпературного нагрева и режимов охлаждения в аустенитной области на характер разрушения и уровень свойств сталей повышенной чистоты как в закаленном крупнозернистом состоянии, так и после повторного нагрева, обеспечивающего измельчение аустенитного зерна, закалки и окончательного отпуска. Особое внимание уделялось перераспределению включений неметаллической фазы при термической обработке, идентификации частиц, их влиянию на формирование структуры и механизм разрушения.

На защиту выносятся следующие основные положения, определяющие научное значение работы и ее новизну.

1. Результаты исследования впервые обнаруженной транскристаллитной хрупкости закаленной стали - феноменология, условия возникновения и устранения, изменение свойств и природа охрупчивания.

2. Закономерности выделения включений сульфидной фазы в предварительно перегретой и термообработанной стали с низким содержанием серы, влияние включений различной морфологии на уровень свойств и характер разрушения.

3. Результаты изучения влияния состава сталей, способа выплавки и режима предварительной термической обработки в аустенитном интервале на чувствительность к образованию устойчивого камневидного излома сульфидного происхождения, а также влияние горячей пластической деформации на склонность сталей к межзеренному разрушению.

4. Особенности структуры повторно закаленных сталей и влияние сохранившихся "старых" границ аустенитных зерен на характер разрушения.

5. Выяснение природы и расширение понятий вторичный наф-

талинистый излом, камневидный излом второго рода и остаточный перегрев в предварительно перегретых и повторно закаленных сталях.

6. Результаты промышленного опробования и внедрения разработанных рекомендаций.

Практическая ценность работы. Установленные закономерности перераспределения сульфидных включений при термической обработке сталей повышенной чистоты и их влияние на свойства позволяют заключить, что последствия перегрева могут проявляться не только в возникновении крупнозернистого межзеренного излома, но и в существенном снижении свойств при удовлетворительном виде излома. Для сталей с низким содержанием серы важно строго контролировать режимы проведения предварительной высокотемпературной обработки – температуру исходного нагрева, скорость охлаждения, а также возможную задержку охлаждения в austenитной области.

Разработанные режимы исправления заготовок с дефектным изломом на стали 18Х2Н4МА-III (ЭШ) позволили ликвидировать брак по виду излома на Барнаульском заводе "Трансмаш" им. В.И. Ленина и получить экономический эффект в сумме 17,469 тыс. руб. (доля ИФМ УрО АН СССР) в год. Результаты исследования влияния вида изломов на уровень свойств заготовок стали 38ХН3МФА-III положены в основу изменения ТУВЗ-10-83, внедренного на предприятиях отрасли, что обеспечило годовой экономический эффект в сумме 169,95 тыс. руб. Оптимизация состава электрошлаковой стали, корректировка режимов термической обработки и проведения горячей пластической деформации, разработанные на основе проведенных исследований, позволили получить условный экономический эффект в размере 735,1 тыс. руб., составляющий 25% от общей суммы эффекта.

Научные результаты работы могут быть использованы для развития теории термической обработки, а основные положения диссертации представляют интерес как учебный материал в курсе лекций по металловедению и термообработке.

Апробация работы. Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на следующих конференциях и совещаниях.

1. Уральские школы металловедов-термистов 1975...1989 г.г. 2. Всесоюзная конференция "Интеркристаллитная хрупкость сталей и сплавов" (Ижевск, 1984, 1989). 3. Всесоюзная конференция "Фи-

зика разрушения" (Черновцы, 1985; Киев, 1989). 4. Всесоюзная конференция по физике прочности и пластичности (Куйбышев, 1986). 5. Всесоюзная научно-техническая конференция "Металл и технический прогресс" (Москва, 1988). 6. Всесоюзная научно-техническая конференция "Структура и прочность материалов в широком диапазоне температур" (Каунас, 1989). 7. Республиканский семинар "Излом и хрупкость стали и сплавов" (Киев, 1982). 8. Региональная конференция "Современные методы исследования в металловедении" (Устинов, 1985). 9. Республиканская научно-техническая конференция "Современная технология и перспективы развития упрочняющих методов обработки деталей машин и инструментов" (Ташкент, 1984). 10. Республиканский семинар "Термическая обработка и свойства конструкционных сталей" (Киев, 1988). 11. 3 международная конференция "Основы и применение современных технологий термической обработки" (ГДР, Карл-Маркс-Штадт, 1988). 12. 45 коллоквиум по термической обработке (ФРГ, Бисбаден, 1989). 13. 7 Международный конгресс по термообработке "МОТО-90" (Москва, 1990). 14. Региональная конференция "Спектроскопические методы анализа поверхности металлов и сплавов" (Челябинск, 1990). 15. Всесоюзная конференция "Структура и химическая микронеоднородность в материалах" (Киев, 1990).

По материалам диссертации опубликована 21 статья.

Объем работы. Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и приложения. Она содержит 193 страниц машино-писного текста, 100 рисунков, 11 таблиц и библиографию на 141 наименование.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

РАЗВИТИЕ "СУЛЬФИДНОЙ" ХРУПКОСТИ ПРИ ЗАДЕРЖКЕ ОХЛАЖДЕНИЯ В АУСТЕНИТНОЙ ОБЛАСТИ

Влияние примесей на свойства и характер разрушения конструкционных сталей проявляется в тех случаях, когда в результате термической обработки изменяется химический состав приграничных зон аустенитных зерен. Это происходит за счет протекания сегрегационных процессов или при выделении частиц неметаллической фазы преимущественно по границам зерен, что сопровождается

ослаблением межзеренного сцепления и появлением интеркристаллитного излома. Однако при изучении влияния обработки в аустенитной области на характер разрушения сталей повышенной чистоты такая зависимость вида излома от режима охлаждения перегретой стали оказалась нарушенной. Было установлено, что в результате высокотемпературного нагрева, подстуживания в однофазной аустенитной области и закалки наблюдается резкое падение ударной вязкости с появлением блестящего хрупкого, но не межзеренного, а транскристаллического излома.

В данной главе диссертации описаны феноменология, термические условия возникновения и устранения, влияние на свойства и особенности разрушения, а также причины этого впервые обнаруженного явления транскристаллического охрупчивания стали.

Исследование выполнялось на ряде плавок промышленных сталей 18Х2Н4МА и 38ХН3МФА, изготовленных методом электрошлакового переплава. Установлено, что повышение температуры нагрева стали 18Х2Н4МА в сочетании с быстрым охлаждением обеспечивает повышение ударной вязкости. Предположительно повышение вязкости стали до 1,8...2,0 Мдж/м² объяснялось растворением сульфидных включений при нагреве выше 1200°C и подавлением их выделения закалкой от высокой температуры. При медленном охлаждении образцов с выключенной печью или при задержке охлаждения в интервале температур 950...700°C происходит падение вязкости до 0,08...0,2 Мдж/м² при хрупком транскристаллическом изломе.

Пониженные значения ударной вязкости относятся не только к закаленному состоянию, но и сохраняются во всем интервале температур отпуска, причем до температуры отпуска 550°C повышения вязкости не наблюдается. Изменение режима охлаждения после высокотемпературного нагрева отражается на положении и характере кривых хладноломкости. Если для образцов, закаленных от 1250°C, изменение ударной вязкости с понижением температуры испытания имеет обычный характер снижения вязкости, то после ступенчатого охлаждения низкие значения ударной вязкости относятся не только к испытаниям при температуре жидкого азота или комнатной, но и сохраняются на том же уровне и с повышением температуры испытания до 500°C. Твердость и прочностные характеристики с увеличением продолжительности изотермической выдержки в интервале охрупчивания (950...700°C) не изменяются и совпадают со значениями для варианта прямой закалки. Напротив,

пластические свойства при растяжении заметно падают, особенно относительное сужение (от 60 до 10%).

Для развития транскристаллитной хрупкости необходимыми условиями являются высокотемпературный нагрев и последующая задержка охлаждения в аустенитной области. Если при нагреве до 1150°C с выдержкой 3 часа и последующим ступенчатым охлаждением хрупкость не проявляется, то при 1200°C достаточно 30-минутной выдержки, а при 1250°C - 15 мин, чтобы после задержки охлаждения произошло сильное охрупчивание стали. Другое условие относится к интервалу изотермической выдержки при охлаждении. Обнаружено, что интервал развития хрупкости зависит от температуры исходного нагрева. Нагрев до $1200\ldots 1250^{\circ}\text{C}$ обеспечивает охрупчивание стали при выдержке на $800\ldots 700^{\circ}\text{C}$, тогда как повышение температуры до 1300°C приводит к расширению этого интервала от 950 до 700°C . Минимальное время выдержки для появления хрупкости во всем интервале температур подстуживания приблизительно одинаково и равно $20\ldots 30$ мин. После выдержки при температурах ниже 700°C транскристаллитное разрушение не наблюдается и излом преимущественно межзеренный.

Обнаруженный вид хрупкости обладает свойством обратимости. Многократное повторение последовательных циклов нагрева до 1250°C и изотермической выдержки приводит поочередно то к полному устранению хрупкости после закалки от высокой температуры, то вновь к ее возникновению после закалки с задержкой охлаждения.

В пределах интервала охрупчивания изменяется тонкое строение поверхности изломов. Падение ударной вязкости закаленной стали после изотермической выдержки при $950\ldots 900^{\circ}\text{C}$ сопровождается появлением на поверхности разрушения плоских круглых микроучастков, достигающих в диаметре 10 мкм. Эти участки не имеют фрактографических признаков хрупкого или вязкого разрушения. Они расположены не только параллельно плоскости разрушения, но и под некоторыми углами к ней.

Выдержка при более низкой температуре (850°C) вызывает разрушение по определенным кристаллографическим плоскостям. Положение плоскостей скола относительно поверхности разрушения связано с ориентацией аустенитных зерен и при переходе от зерна к зерну их пространственное расположение изменяется. Макроскопически ровные плоскости разрушения имеют не гладкую по-

верхность, а состоят из совокупности мелких чашек с низкими гребнями отрыва, наблюдаемыми лишь при большом увеличении, но на дне чашек каких-либо включений не обнаружено.

Необычный рельеф поверхности изломов формируется в закаленных образцах после изотермической выдержки при 750°C . Развитие трещины происходит по "квазивязкому" механизму, то есть наблюдается хрупкое распространение магистральной трещины с одновременным раскрытием многочисленных вторичных трещин в условиях стесненной пластической деформации, что создает сложный рисунок, напоминающий "паркетную" укладку. Закономерное расположение вторичных трещин и в этом случае отражает кристаллографически упорядоченный процесс разрушения.

Изменение условий испытания (динамический изгиб или статическое растяжение) или скорости нагружения от максимальной при ударных испытаниях до минимальной при статическом изгибе для данного вида хрупкости не отражается на структуре изломов, что отличает этот вид хрупкости от других.

При исследовании образцов с максимальной и минимальной ударной вязкостью отличительных особенностей в структуре мартенсита как при металлографическом анализе (травление ниталем), так и электронно-микроскопическом изучении тонких фольг не обнаружено. Остаточный аустенит, по данным магнитометрических измерений, в том и другом случае присутствует в одинаковом количестве (4...5%).

Различия в структуре[°] охрупченных и неохрупченных образцов обнаруживаются при травлении реактивом Аустена, который используется для определения остаточного перегрева сульфидной природы. В образцах с круглыми микроучастками разрушения вытравливаются отдельные короткие штрихи, которые образуют систему параллельных рядов, развернутых на определенные углы. Длина штрихов соизмерима с диаметром круглых участков в изломе. Наиболее сильный эффект травления реактивом Аустена проявляется в образцах с разрушением по кристаллографическим плоскостям (подстуживание при 250°C). Внутри бывших аустенитных зерен на фоне мартенситной структуры расположены правильные сетки, образованные прямыми протяженными линиями. Такие сетки наблюдаются только в объеме зерна аустенита, тогда как около границ остается зона, в которой сетка не вытравливается. Вдоль границ зерен выявляется цепочка дисперсных глобуллярных включений.

Следовательно, охрупчивание стали при задержке охлаждения может быть выявлено на шлифах при специальном травлении реактивом Аустена. Однако в образцах, подстуженных до 750°C и ниже, сетка внутри зерен уже не вытравливается, несмотря на развитие хрупкости.

Сопоставление результатов фрактографического анализа и травления металлографических шлифов позволяет предположить, что возникновение хрупкости вызвано выделением избыточной фазы. Правильные сетки свидетельствуют о кристаллографической связи выделений со структурой аустенита. Для определения кристаллографии выделений на двух взаимно перпендикулярных гранях металлографических шлифов, потравленных реактивом Аустена, были измерены углы между следами плоскостей, по которым расположена выделившаяся фаза. Затем рентгенографически по остаточному аустениту были определены ориентировки соответствующих аустенитных зерен. Геометрическим построением получено, что фаза выделяется параллельно плоскостям {111} решетки аустенита.

Для определения химического состава участков поверхности разрушения был применен метод Оже-спектроскопии. На спектрах наблюдается высокий пик серы, что свидетельствует о высокой ее концентрации. Многократное травление поверхности разрушения ионами аргона позволило установить, что обогащение серой имеет не сегрегационную природу, а связано с выделением тонких прослоек устойчивой фазы. По приблизительной оценке толщина выделений с понижением температуры изотермической выдержки изменяется от 20 нм (950°C) до 0,5 нм (750°C). Кроме серы на Оже-спектрах присутствуют пики железа и марганца, что дает основание считать обнаруженные выделения сульфидной фазой.

Электронно-микроскопическое исследование угольных экстракционных реплик, полученных с поверхности разрушения показало, что выделения фазы действительно имеют форму пленок. Расшифровка электронограмм позволила идентифицировать эту фазу как сульфид марганца. При понижении температуры выдержки изменяются размеры и форма выделений от отдельных грубых пленок (950°C) до совокупности локальных более мелких (850°C), а затем пластинчатой формы (750°C). По результатам темнопольного анализа реплик, полученных с поверхности разрушения по кристаллографическим плоскостям, определено, что все отдельные монокристаллические пленки, принадлежащие данной плоскости, све-

тятся в одном рефлексе, то есть имеют одинаковую ориентировку.

Таким образом, в работе показано, что в конструкционной стали с низким содержанием серы после высокотемпературного нагрева, задержки охлаждения в интервале температур $950\text{--}700^{\circ}\text{C}$ и закалки возникает транскристаллитная хрупкость, имеющая сульфидную природу. Предполагается, что при нагреве до температур выше 1200°C первичные сульфидные включения растворяются, а при последующем охлаждении морфология и распределение выделяющейся фазы будут зависеть от режима охлаждения в аустенитной области. Быстрое охлаждение препятствует процессу выделения, и сера остается в твердом растворе. При подстуживании в результате снижения растворимости сера выделяется в виде тонких прослоек параллельно плоскостям (111) решетки аустенита. Форма выделений отражает стремление к соблюдению условий минимальной поверхностной и упругой энергии при данной температуре согласно принципу ориентационного и размерного соответствия Данкова-Конобеевского.

Различия в форме пленочных выделений и, как следствие этого, в топографии поверхности разрушения связаны, по-видимому, с изменением скорости диффузии атомов серы в зависимости от температуры изотермической выдержки. По мере снижения подвижности атомов серы утолщение пленок в локальных участках не происходит, а сульфидная фаза выделяется по плоскостям расположенным близко друг от друга. Появление в структуре пленочных выделений сопровождается ослаблением прочности связи в этих участках, что резко понижает сопротивление хрупкому транскристаллитному разрушению.

Переохлаждение ниже 700°C подавляет выделение сульфидной фазы в теле зерна, и ее образование может происходить только на границах зерен, что и подтверждается появлением межзеренного излома.

Установленные закономерности изменения свойств и характера разрушения после задержки охлаждения в аустенитной области обнаружены не только в сталях с низким содержанием серы, но и в сталях с более высоким уровнем серы (до 0,02%), а также и других марках сталей. Необходимым условием для проявления хрупкости в сталях с высоким содержанием серы является повышение температуры исходного нагрева выше 1300°C . Это объясняется, по-видимому, термодинамическими и кинетическими ограничениями

растворения исходных крупных сульфидов при нагреве.

Следует отметить, что пленочные выделения сульфидной фазы наблюдаются и в стальных монокристаллах, выращенных по методу Бриджмена. Это означает, что прослойки сульфидной фазы в объеме зерна аустенита могут формироваться не только при термической обработке, но и во время замедленного охлаждения отливок после кристаллизации. Обнаруженное явление транскристаллитного окрупчивания вследствие выделения сульфидов в виде пленок может встречаться в практике обработки конструкционных сталей, при которой происходит высокотемпературный разогрев металла, например при горячей пластической деформации, закалке крупных заготовок с подстуживанием, электрошлаковой сварке и др.

ИЗМЕНЕНИЕ МОРФОЛОГИИ СУЛЬФИДОВ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ СТАЛЕЙ ПОВЫШЕННОЙ ЧИСТОТЫ

Основное внимание в данной главе уделялось изучению распределения, морфологии и состава включений неметаллической фазы сталей с низким содержанием серы, подвергнутых термической обработке в два этапа: предварительный, на котором варьировался режим обработки в аустенитном интервале, и окончательный, предназначенный для измельчения зерна аустенита (промежуточный спуск 650°C, закалка от 860°C и заключительный отпуск для стали 18Х2Н4МА-III - 200°C, для стали 38ХН3МФА - 650°C). Поскольку металлографический анализ включений в сталях повышенной чистоты затруднен, изучение неметаллических частиц проводилось на поверхности изломов с помощью сканирующей электронной микроскопии и рентгеноспектрального микрозондового анализа. Для уточнения состава включений использовался метод Оже-спектроскопии.

На поверхности разрушения стали в исходном (литом или слабодеформированном) состоянии хорошо различимы неметаллические включения преимущественно глобуллярной формы. По данным анализа эти включения представляют собой сульфиды марганца или окисисульфиды, в состав которых входят S, Al, Ca, Mn, Si и др. Отдельные редкие включения имеют оксидную природу.

За исходный нагрев была выбрана температура 1250°C с выдержкой 1 час, что приблизительно соответствует режиму разог-

рева заготовок для проведения горячей пластической деформации на производстве. После закалки от этой температуры поверхность разрушения образцов сформирована мелкими ямками, зародившимися, скорее всего, на несплошностях металла, структурных несовершенствах или карбидах самоотпуска, так как неметаллические включения на дне ямок не наблюдаются. В отдельно встречающихся крупных ямках находятся мелкие оксидные включения. На основании этого было предположено, что при нагреве до 1250°C первичные сульфидные включения полностью растворяются, а быстрое охлаждение препятствует их выделению.

После перегрева и изотермической выдержки в интервале температур $1200\text{--}1150^{\circ}\text{C}$ термообработанные образцы имеют межзеренный крупнокристаллический излом. Его появление вызвано выделением крупных глобуллярных включений ($1\text{--}2$ мкм) по границам зерен. О сульфидной природе включений свидетельствуют не только данное микроанализа, но и травление реактиром Аустена.

Изотермическая выдержка в интервале температур $1100\text{--}850^{\circ}\text{C}$ приводит к изменению внешнего вида излома — он становится внутризеренным. При этом строение поверхности разрушения в пределах рассматриваемого интервала существенно различается. После выдержки при температурах $1100\text{--}950^{\circ}\text{C}$ в изломе наблюдаются широкие продолговатые, закономерно расположенные друг относительно друга, ямки, на дне которых находятся протяженные частицы игольчатой формы. В зависимости от длительности выдержки частицы имеют разную длину (от 3 до 10 мкм), но равную толщину (0,1 мкм). Микрозвондовый анализ показал, что игольчатые включения являются сульфидами марганца. Ориентированный характер выделений подтвердил электронно-микроскопическое исследование. Изучение тонких фольг "на просвет" позволило установить кристаллографическую связь выделений сульфидов игольчатого типа с аустениитной матрицей (по остаточному аустениту). Из анализа электронограмм определены ориентационные соотношения: $(112)\gamma\text{:}(110)_{\text{MnS}}$; $(111)\gamma\text{:}(110)_{\text{MnS}}$; $(110)\gamma\text{:}(001)_{\text{MnS}}$. Длинная ось сульфида ориентирована вдоль направления $\langle 111 \rangle$ решетки аустениита, то есть в одном аустениитном зерне возможны четыре направления роста включений, три из которых можно одновременно наблюдать на фрактограммах.

Следует отметить, что в перегретой и закаленной стали (без повторной закалки) с задержкой охлаждения при $1100\text{--}950^{\circ}\text{C}$

разрушение происходит по телу зерна по "квазивязкому" механизму. На фрактограммах, полученных с помощью сканирующего микроскопа, никаких включений рассмотреть не удалось. В то же время на экстракционной угольной реплике зафиксированы включения игольчатого типа, которые при расшифровке электронограмм были определены как сульфиды марганца.

Образование игольчатых сульфидов марганца, по-видимому, требует высокой диффузионной подвижности элементов, входящих в состав включений. При задержке охлаждения в нижней части температурного интервала выделения сульфидных "игл" на фрактограммах при небольших увеличениях также видны упорядоченно расположенные вытянутые ямки. Однако в них находятся не сплошные включения, а цепочки из глобулярных частиц, которые имеют одинаковые размеры, и расстояние между ними строго определено. Такая особенность выделения включений свидетельствует, вероятно, об автокаталитическом механизме выделения сульфидов - зародившееся в определенном месте включение инициирует образование следующих зародышей через фиксированное расстояние в направлении <111> решетки аустенита. При увеличении продолжительности выдержки может происходить "подрастание" включений в этом направлении. Высокая плотность частиц в "строчках" приводит к образованию больших протяженных макроямок, подобно тому как это наблюдается и при выделении игольчатых сульфидов.

После подстуживания на предварительной стадии обработки при температурах 950...900°C образование игольчатых частиц сначала сопутствуют, а затем и полностью заменяют, выделения сульфидов в необычной форме - в виде локальных скоплений круглой формы дисперсных частиц размером около 0,1 мкм. Такая особенность выделения включений хорошо выявляется при разрушении: микропоры зарождаются не только на каждой отдельной частице, формируя своеобразную "сотовую" структуру, но и вокруг такого скопления частиц образуется большая чашка, то есть в процессе распространения трещины мелкие близкорасположенные частицы ведут себя как одно крупное включение. Дисперсные включения с высокой плотностью в отдельных участках являются нестабильными и при изотермической выдержке происходит их трансформация с образованием более крупных глобулярных частиц или коротких игольчатых включений.

Результаты, представленные в предыдущей главе, показали,

что при снижении температуры до $950\ldots 900^{\circ}\text{C}$ происходит образование сульфидных пленок. Можно заметить совпадение формы, размеров и расположения круглых участков разрушения в изломе не-термообработанной (без повторной закалки) стали с участками разрушения типа "сот" в термообработанном состоянии. Следовательно, возникновению локального выделения дисперсных частиц предшествует выделение сульфидной фазы в пленочной форме на предварительном этапе обработки.

Появление в изломе игольчатых включений и "сот" связано с достаточно четкими интервалами выделения сульфидов той или иной морфологии - тип включений определяется только температурой подстуживания, оказывающей влияние на растворимость серы и диффузионную подвижность. Поэтому они обнаруживаются одновременно либо при двухступенчатом охлаждении в интервалах выделения той и другой морфологии, либо при непрерывном медленном охлаждении.

Наследование ориентированного выделения сульфидной фазы на предварительном этапе обработки после заключительной закалки в трансформированном глобулярном виде наблюдается и при подстуживании на 850°C (разрушение по кристаллографическим плоскостям). После повторной закалки сохраняется общий характер разрушения по определенным плоскостям, почти также, как и до новой закалки. Путь распространения трещины при этом определяется очень мелкими (менее $0,1 \text{ мкм}$) глобулярными включениями.

В случае ориентированного выделения игольчатых включений или глобулярных по плоскостям однородный волокнистый излом, наблюдавшийся в образцах, предварительно закаленных с температуры перегрева, после изотермической выдержки заменяется на транскристаллический с характерным, хотя и слабым, селективным блеском. Внешний вид этого излома напоминает вторичный нафталинистый излом, но природа его образования связана с упорядоченным выделением сульфидной фазы, а не с наличием вторичной внутризеренной текстуры.

Подстуживание до температур ниже 800°C в повторно закаленной стали приводит к появлению почти 100% крупнокристаллического межзеренного излома. В отличие от межзеренного излома, возникающего при высокотемпературной выдержке, при данной обработке разрушение по границам зерен вызывается дисперсными

(0,1...0,3 мкм) сульфидными частицами. Выделение по границам зерен сульфидов марганца с высокой плотностью частиц определяет энергетически выгодный путь распространения вязкой трещины, приводя к межзеренному разрушению относительно исходных зерен аустенита, несмотря на последующую перекристаллизацию стали при нагреве под окончательную закалку.

Причиной межзеренного разрушения после заключительной термообработки могут быть не только глобулярные включения, равномерно расположенные по границам зерен, но и пленочные выделения сульфидной фазы. Если на предварительной стадии обработки подстуживание при температурах 700...600°C приводит к появлению "ячеистого" строения поверхности разрушения из-за образования сульфидных пленок, то и после повторной закалки на межзеренных участках нередко сохраняется такой же узор.

Таким образом, наблюдаемое разнообразие в распределении и морфологии сульфидов, выделяющихся в различных температурных интервалах на предварительной стадии обработки, сохраняются в стали и после новой закалки. Распределение и морфология выделяющихся частиц зависят от степени переохлаждения, определяющей уровень снижения растворимости серы в аустените, и диффузионной подвижности элементов при данной температуре. Отсюда следует вывод, что выделение сульфидов подчиняется общим закономерностям выделения избыточной фазы в твердом состоянии с понижением растворимости элементов в матрице.

ОСТАТОЧНЫЙ ПЕРЕГРЕВ СУЛЬФИДНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ В КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЯХ

В данной главе рассматриваются условия возникновения и устранения камнёвидного излома в сталях с различным содержанием серы; обсуждаются причины повышенной чувствительности сталей с низким содержанием серы к остаточному перегреву по сравнению с обычными сталями; уделяется внимание влиянию остаточного перегрева на механические свойства; определена связь проявления межзеренного разрушения с аустенитной структурой; представлены результаты влияния горячей пластической деформации на вид излома термообработанной стали.

В результате нагрева до высоких температур (1300...1350°C) и замедленного охлаждения преимущественное выделение сульфидов

по границам зерен аустенита приводит к возникновению в сталях обычного способа выплавки устойчивого дефектного излома камне-видного типа. Устойчивым камне видным изломом (или остаточным перегревом) называется сохранение в изломе крупнокристаллических межзеренных участков, по величине соответствующих зерну аустенита перегретой стали, несмотря на фактически мелкозернистую структуру, наблюдавшуюся металлографически. В практике обработки сталей с низким содержанием серы неожиданно столкнулись с высокой склонностью этих сталей к образованию дефектного межзеренного излома сульфидной природы. При изучении этого явления возникновение камне видного излома связывают с определенной скоростью непрерывного охлаждения. Учитывая результаты исследования изменения морфологии сульфидов, представленные в предыдущей главе, было предположено, что существует несколько комбинаций скорости охлаждения и изотермической выдержки, приводящие к преимущественному выделению сульфидов по границам зерен и появлению межзеренного разрушения.

Как было показано, камне видность в изломе наблюдается после задержки охлаждения в двух температурных интервалах 1200 ... 1100⁰С и 800...600⁰С. При быстром охлаждении от высокой температуры выделение сульфидов подавлено и вполне вероятно, что при дополнительном нагреве сера, оставшаяся в твердом растворе, будет связываться во включения. Для подтверждения этого образцы от температуры перегрева быстро охлаждали до 600⁰С (до начала фазового превращения), выдерживали 10 мин, нагревали от 950 до 1100⁰С (через 50⁰С) и после часовой выдержки охлаждали в воде, на воздухе или с выключенной печью. После заключительной обработки практически все изломы, независимо от температуры дополнительного нагрева и скорости охлаждения, имели сильную камне видность из-за интенсивного выделения глобулярных сульфидов марганца.

Иная зависимость вида излома от режима охлаждения наблюдается в образцах также охлажденных до 600⁰С, но затем закаленных в воде. После нового нагрева, обеспечивающего перекристаллизацию структуры, и охлаждения по указанным выше режимам межзеренный излом появляется в образцах, дополнительно нагретых до 950 и 1000⁰С, в то время как при нагреве на более высокие температуры крупнозернистые межзеренные участки в изломе отсутствуют. По фрактографическим данным установлено, что в

в этом случае сульфиды выделяются как на сохранившихся границах исходных крупных зерен, так и новых мелких, образующихся при фазовом превращении. Исправление излома совпадает с исчезновением в структуре "старых" границ исходных зерен.

Для практических целей важно знать температуру, нагрев на которую не будет вызывать образование дефектного излома. Экспериментально установлено, что в стали 18Х2Н4МА-Ш устойчивый камневидный излом может формироваться уже после нагрева до $1150\ldots1180^{\circ}\text{C}$ с выдержкой в течение часа. При 1250°C время выдержки сокращается до 15 мин, то есть процесс растворения сульфидов происходит достаточно быстро. В электростали с низким содержанием серы (0,008%) температура перегрева повышается приблизительно на 60°C . При высоком содержании серы (0,02%) камневидность возникает только после перегрева на 1350°C . Соответственно этому и исправление дефектного излома в чистой стали происходит при более низких температурах, чем в обычной стали. Так, в стали ЭШИ дефектный излом устраниется при температуре 1100°C , что на $50\ldots100^{\circ}$ ниже, чем для электростали с низким и высоким содержанием серы.

Анализ условий появления межзеренного разрушения и состава сталей показал, что повышенная чувствительность сталей электроплавкового переплава к остаточному перегреву определяется двумя факторами - низким содержанием серы и общей чистотой стали по неметаллическим включениям другой природы. Первое условие определяет пониженную температуру растворения исходных мелких сульфидов, второе - облегчает распространение межзеренной трещины при выделении сульфидов по границам зерен, кроме того в чистой стали отсутствуют готовые "подкладки" (в виде оксидов или других частиц) для повторного выделения сульфидов при охлаждении от температуры перегрева. Наиболее показательными в этом отношении были эксперименты, проведенные на высокочистых синтетических сталях, выплавленных в вакуумной индукционной печи на основе карбонильного железа. В стали, содержащей 0,0018% серы, камневидность в изломе появляется уже после предварительного нагрева до 1100°C . Для полного устранения возможности образования камневидного излома содержание серы должно быть порядка 0,001%.

Известный факт отсутствия камневидного излома после очень медленного охлаждения, что ранее относилось на счет коагуляции

выделившихся дисперсных сульфидов и, благодаря этому, ослабление их воздействия на характер разрушения, в настоящей работе получил новое объяснение: медленное охлаждение после перегрева обеспечивает выделение в объеме исходного зерна игольчатых сульфидов, которые способствуют распространению вязкой трещины по телу, а не по границам крупного зерна, несмотря на присутствие включений на этих границах. Важно, что и в обычной стали после медленного охлаждения обнаружены игольчатые выделения, определяющие внутризеренный характер разрушения.

Изменение морфологии и распределения сульфидов при термообработке избирательно отражается на свойствах сталей. Степень чистоты по неметаллическим включениям, а в равной степени и изменение морфологии сульфидов, практически не отражается на прочностных свойствах, тогда как ударная вязкость и пластические свойства могут реагировать в значительной степени.

Изучение зависимости ударной вязкости от температуры предварительного нагрева и скорости охлаждения после полного цикла термообработки было проведено на сталях 18Х2Н4МА разных способов выплавки. Для электрошлаковой стали повышение температуры исходного нагрева в сочетании с закалкой приводит к постепенному повышению ударной вязкости и после закалки от 1260°C ее значения достигают $1,8\ldots2,0 \text{ МДж}/\text{м}^2$. Медленное охлаждение, напротив, вызывает понижение вязкости до $0,6\ldots0,8 \text{ МДж}/\text{м}^2$. Столь значительное различие в уровне ударной вязкости можно объяснить только изменением состояния сульфидной фазы, поскольку после окончательной термообработки все образцы имели одинаковую величину зерна, структуру мартенсита и равную твердость. Фрактографический анализ подтвердил наличие на поверхности изломов образцов с низкой ударной вязкостью выделений сульфидов в объеме зерна. Увеличение нарастающей разницы в значениях ударной вязкости с повышением температуры нагрева для двух рассмотренных скоростей охлаждения связано с полнотой растворения включений при нагреве и перераспределением сульфидов при охлаждении.

Для электростали с низким содержанием серы наблюдается только понижение вязкости с повышением температуры и медленным охлаждением, что также связано с внутризеренным выделением сульфидов, а повышения ее при закалке не наблюдается. Максимальные значения ударной вязкости после быстрого охлаждения

определяются общим уровнем загрязненности стали неметаллическими включениями. В стали с повышенным содержанием серы уровень ударной вязкости не зависит ни от температуры предварительного нагрева, ни от скорости охлаждения в аустенитной области, то есть перераспределения сульфидов при данных условиях эксперимента в ней не происходит.

Появление в изломе межзеренных участков при образовании сетки сульфидов по границам зерен также сопровождается снижением ударной вязкости (до $1,0 \dots 1,4 \text{ Мдж}/\text{м}^2$), но не в такой степени, как в случае внутризеренного выделения сульфидов. Это связано с тем, что межзеренное разрушение при выделении по границам зерен частиц второй фазы происходит по вязкому механизму путем зарождения и слияния микропор, зародившихся на дисперсных включениях, то есть процесс разрушения в этом случае достаточно энергоемкий.

Следовательно, последствия перегрева (или остаточный перегрев) могут проявляться не только в образовании крупнокристаллического межзеренного излома вследствие выделения глобулярных сульфидов по границам зерен, но и в существенном снижении ударной вязкости стали после заключительной термообработки из-за интенсивного внутризеренного выделения сульфидов различной морфологии. В связи с этим для сталей повышенной чистоты с низким содержанием серы важно контролировать не только режим окончательной обработки, предназначенный для получения необходимого сочетания механических свойств, но и температуру исходного нагрева, скорость охлаждения, а также возможную задержку охлаждения в аустенитной области на предварительном этапе обработки. При разработке новых сталей повышенной чистоты, особенно по сере, необходимо наряду с определением стандартных характеристик (склонности к росту зерна аустенита, кинетики распада переохлажденного аустенита, механических свойств) определять и чувствительность к остаточному перегреву.

Установленные закономерности изменения морфологии и распределения сульфидов, а также их влияние на характер разрушения были получены на термообработанных сталях, не подвергавшихся горячей пластической деформации, хотя подразумевалось, что температура исходного нагрева в экспериментах соответствовала температуре разогрева заготовок для обеспечения высокой деформируемости в промышленных условиях. Основное внимание в даль-

нейших исследованиях былоделено изучению влияния горячей пластической деформации на склонность стали к межзеренному разрушению. Горячая пластическая деформация стали ЗВХНЗМФА-III осуществлялась в режимах, предусматривающих варьирование температуры и степени деформации прокаткой, а также длительности преддеформационной и последедеформационной паузы.

Нагрев 1260°C , перенос на заданную температуру, непродолжительная (5 мин) преддеформационная пауза, выдержка после деформирования различной продолжительности, закалка и окончательная термообработка (отпуск 650°C , закалка от 860°C и заключительный высокий отпуск) вызывают значительное усиление склонности стали к межзеренному разрушению. Наибольшее влияние на появление камневидности в изломе оказывают малые степени деформации 6...12%, а температура изотермической выдержки имеет второстепенное значение. Неблагоприятное действие малых степеней деформации на характер разрушения, с точки зрения формирования камневидного излома, связано, вероятно, с преимущественной локализацией напряжений и деформации в приграничных областях, что может активизировать выделение сульфидных включений на границах зерен. Кроме того, деформация в объеме зерна создает искажения решетки аустенита, что препятствует ориентированному внутризеренному выделению сульфидов. Повышение степени обжатия до 30...50% приводит к более однородному распределению деформации по всему объему металла, что полностью подавляет упорядоченное выделение сульфидной фазы любой морфологии и способствует равномерному распределению глобулярных частиц как по границам, так и в теле зерна, что и определяет равновероятное распространение трещины как по границам, так и по объему зерна.

Уровень ударной вязкости и характер разрушения стали после различных режимов горячей деформации могут определяться не только кинетикой выделения и морфологией сульфидов, но и структурными факторами, например, развитием процессов рекристаллизации. Проведение деформации на 30...50% при 1050°C и выдержки в течение часа вызывает полную рекристаллизацию деформированной аустенитной структуры. В результате на поверхности изломов обнаруживаются участки межзеренного разрушения, но уже не по границам исходных крупных зерен, а новых, более мелких рекристаллизованных зерен.

Использование длительной преддеформационной выдержки и минимальной последеформационной паузы (1...2 сек) перед закалкой показало, что даже при значительной степени обжатия (50% и выше) принципиальных изменений в характере изломов по сравнению с контрольными образцами без деформации не наблюдается. Как и следовало ожидать, во время длительной выдержки перед деформацией процессы выделения включений протекают полностью и дальнейшего их перераспределения не происходит, и поэтому деформация практически не приводит к изменению характера разрушения. Следовательно, вероятность появления межзеренного вязкого разрушения определяется тем, на каком этапе обработки создаются условия для выделения сульфидных включений. Значительное усиление склонности стали к образованию камневидного излома наблюдается по мере снижения температуры и степени деформации.

Влияние высокотемпературного нагрева, при котором формируется крупное зерно аустенита, может проявляться не только в крупнокристаллическом межзеренном изломе, но и в микроструктуре стали, прошедшей новую закалку от нормальной температуры. Речь идет о структурной наследственности, которая наблюдается в стали 38ХН3МФА, например, при повторном нагреве со скоростью 1 К/мин. В работе было показано, что изменение состояния сульфидной стали при изотермических выдержках в различных температурных интервалах не оказывает влияния на процессы фазовой перекристаллизации, в том числе на восстановление зерна аустенита. В результате предварительных экспериментов было установлено, что в стали 38ХН3МФА-Ш температура исходного нагрева, обеспечивающая восстановление зерна при повторном медленном нагреве, совпадает с температурой перегрева, при замедленном охлаждении от которой возникает камневидность в изломе. Обнаружив в микроструктуре восстановленное крупное зерно, а в изломе камневидность, необходимо установить наличие связи между этими двумя проявлениями перегрева. Было показано, что реализации структурной наследственности способствует предварительная закалка от высокой температуры, а камневидность при этом не формируется, и напротив, межзеренное разрушение возникает после малых скоростей непрерывного охлаждения, но восстановления зерна не наблюдается. Следовательно, два вида дефекта излома и микроструктуры как бы антиагонистичны по условиям возникновения.

кновения того и другого: медленное охлаждение ослабляет тенденцию к проявлению структурной наследственности, но явно способствует развитию камневидности в изломе. Однако для образования камневидного излома определяющим является режим охлаждения в аустенитном интервале, тогда как для перекристаллизации стали при новом нагреве - скорость охлаждения в интервале альфа-гамма превращения.

Можно продемонстрировать, что при определенном режиме охлаждения на предварительной стадии (медленное в аустенитном состоянии с последующей закалкой на мартенсит) обеспечит совместное проявление структурной наследственности и камневидности в изломе. Повышение температуры повторного нагрева до 1000°С вызывает рекристаллизацию восстановленной аустенитной структуры, но излом сохраняется ненормально крупнозернистым. Тем не менее может быть осуществлен такой режим обработки, при котором наблюдается полная корреляция между изломом и структурой, эти-ми двумя проявлениями последствий перегрева, не имеющих между собой причинной связи, даже в отношении их исправления. С практической точки зрения это необходимо учитывать, когда при контроле качества стали после окончательной термообработки обнаружены камневидный излом и восстановленное зерно - в первую очередь следует устраниить крупнозернистую структуру известными приемами термической обработки, а в случае сохранения и после этого дефектного излома провести обработку, обеспечивающую растворение сетки сульфидов, расположенных по границам исходных крупных зерен аустенита.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ФАКТОРОВ НА МЕЖЗЕРЕННОЕ РАЗРУШЕНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНО ПЕРЕГРЕТОЙ СТАЛИ.

В предварительно перегретой и повторно закаленной стали крупнозернистое строение в изломе может появляться не только вследствие выделения неметаллической фазы, но и определяться особенностями структуры, возникающими после новой закалки. В данной главе рассмотрены случаи сохранения межзеренного крупнозернистого излома, вызванные сохранением в структуре "старых" границ исходных крупных зерен (камневидный излом второго рода) и камневидный излом карбидного происхождения.

В существующей классификации изломов камневидный излом

второго рода объяснялся взаимодействием внутризеренной текстуры перегрева и процессов развития отпускной хрупкости. При нагреве стали с исходной кристаллографически упорядоченной структурой образующийся мелкозернистый аустенит оказывается текстурованным в пределах объемов, отвечающих крупному зерну исходной структуры. Границы этих объемов играют роль большеглазовых границ, на которых развиваются сегрегационные процессы, приводящие к развитию отпускной хрупкости. Исправление крупнозернистого излома связывалось с устраниением внутризеренной текстуры при повышении температуры, достаточном для протекания вторичной рекристаллизации.

Проведенные на стали 37ХНЗА эксперименты показали, что камнеобразный излом второго рода не обязательно связан с наличием внутризеренной текстуры; корреляция между появлением камнеобразного излома и вторичного нафталинистого излома, которая также отмечалась, не является необходимой; возможной причиной появления камнеобразного излома второго рода является просто сохранение границ крупных зерен исходной структуры во вновь образованном аустените и развитие на этих "рудиментарных" границах процессов отпускной хрупкости, приводящих к их ослаблению; соответственно и устранение камнеобразного излома при повышении температуры повторного нагрева может быть связано с исчезновением старых границ.

Появление камнеобразного излома второго рода наблюдается после следующей обработки: закалка от 1250°C , отпуск 650°C , повторная закалка от 860°C (нагрев образцов посадкой в разогретую печь) и окончательный отпуск 550°C . Второй вариант обработки заключался не в закалке от высокой температуры, а в переохлаждении до 620°C с выдержкой 10 ч, достаточной для полного распада переохлажденного крупнозернистого аустенита в перлит. После испытаний на динамический изгиб грубый межкристаллический излом наблюдается не только в первом варианте обработки, но и во втором, для которого повторный нагрев не должен приводить к возникновению внутризеренной текстуры. Если образцы, обработанные по вариантам предварительной закалки и предварительного отжига с получением перлитной структуры, испытать без охрупчивающего отпуска, но в условиях хрупкого разрушения (при температуре жидкого азота), то вторичный нафталинистый излом обнаруживается лишь для варианта предварительной

закалки.

Отпускная хрупкость проявляется чаще всего возникновением межкристаллитного разрушения по отношению к зернам аустенита, существовавшим перед закалкой. В случае камневидного излома второго рода также имеет место межкристаллическое разрушение, но по отношению к границам зерен аустенита, существовавшим перед предварительной закалкой. Было предположено, что старые границы сохраняются в мелкозернистой структуре, образующейся при нагреве под окончательную закалку, и будучи ослаблены развитием на них тех процессов, которые ответственны за отпускную хрупкость, приводят к появлению камневидного излома. Сохранение старых границ легко просматривается металлографически как при нагреве стали с исходной мартенситной структурой, так и для исходной перлитной структуры, хотя и несколько менее отчетливо. Причина этого заключается, по-видимому, в том, что аустенит при нагреве стали раньше всего появляется у границ зерен исходной структуры и старые границы "сохраняются" прежде всего в том смысле, что именно они формируют поверхность, разделяющую комплекс мелких зерен в одном исходном зерне от таких же зерен в соседнем. С повышением температуры повторного нагрева, когда начинается рост зерен, эти старые границы постепенно исчезают вследствие взаимного прорастания зерен, расположенных первоначально по обе стороны от старой границы. Это приводит к исправлению излома и восстановлению нормальной корреляции между видом излома и микроструктурой.

Более подробно вопрос о сохранении и исчезновении старых границ был рассмотрен на стали 18Х2Н4МА-Ш.

Как отмечено выше, при металлографическом анализе образцов повторно закаленной стали нередко обращает внимание наличие двойной сетки границ: мелких зерен, соответствующих новому нагреву, и исходных крупных зерен. Изучение условий нагрева и режимов охлаждения в аустенитной области, которые могут воздействовать на устойчивость следов предварительного нагрева в структуре стали, показало, что границы исходных зерен аустенита после нового нагрева хорошо различимы, когда температура предварительного нагрева достигает 1100°C . Причем в варианте медленного охлаждения от высокой температуры старых границ наблюдается больше. Повышение температуры исходного нагрева приводит к увеличению количества и протяженности участков гра-

ниц крупных зерен.

Определено, что температура, при которой происходит исчезновение старых границ, зависит от режима аустенитизации и охлаждения. При повторном медленном нагреве рост нового зерна происходит при 1050°C путем миграции границ по типу субзернистой рекристаллизации, в результате чего старые границы устраняются. В мелкозернистой структуре, возникающей после ускоренного нагрева, огрубление зерна происходит в результате вторичной рекристаллизации с образованием отдельных крупных зерен. Полная замена структуры, сопровождающейся исчезновением следов предварительной обработки, завершается при нагреве до 1050°C . Однако медленное охлаждение в аустенитной области на предварительной стадии обработки примерно на 100° снижает температуру огрубления зерна аустенита при повторном ускоренном нагреве. Вероятно, на рост зерна аустенита оказывают большее влияние частицы второй фазы, которые выделяются при новом нагреве по границам зерен, а не те, которые уже выделились на предварительной стадии в аустенитном состоянии.

Сохранение в структуре стали, подвергнутых двойной закалке, границ исходных крупных зерен определяется особенностями протекания фазового превращения при нагреве, но устойчивость этих границ до высоких температур связана с присутствием в стали примесных элементов, образующих ингибиторную фазу. Можно предположить, что ингибиторной фазой в этом случае являются дисперсные сульфидные частицы, что, однако, не исключает возможного влияния других фаз. В качестве подтверждения этого положения можно отметить, что в высокочистой стали, содержащей 0,0007% серы, эффект сохранения старых границ не наблюдается, тогда как повышение содержания серы до 0,0018% уже приводит к появлению протяженных старых границ, которые сохраняются до 1050°C . Было показано, что существует корреляция между появлением грубого межзеренного излома и наличием в структуре старых границ. Это относится как к возникновению устойчивого камне-видного излома (или камневидного излома первого рода), так и появлению камневидного излома второго рода.

При изучении влияния длительности промежуточного высокого отпуска на перекристаллизацию предварительно перегретой стали с бейнитной структурой было неожиданно обнаружено, что при увеличении длительности отпуска в изломе повторно закаленной

стали выявляется (с определенного момента) крупнокристаллический межзеренный излом, по внешнему виду напоминающий камневидный излом сульфидного происхождения. Вместе с тем в стали, предварительно закаленной на мартенсит, вид излома после повторной закалки не зависит от продолжительности промежуточного смягчающего отпуска. Анализ термических условий возникновения межзеренного разрушения показал, что наблюдаемый эффект специфичен для бейнитной структуры и ослабление межзеренного сцепления крупнозернистой стали происходит не в аустенитном состоянии, а связан со структурными изменениями, происходящими в процессе высокого отпуска. Эти наблюдения послужили основой для проведения сравнительных исследований стали 38ХН3МФА со структурой мартенсита или бейнита при длительном высоком отпуске.

Структура закаленной стали представляет собой пакетный мартенсит с равномерно распределенным остаточным аустенитом в виде тонких прослоек. Бейнитная структура получена при непрерывном медленном охлаждении, которое охватывает весь интервал промежуточного превращения, что и определяет большое разнообразие морфологических типов ферритных кристаллов. Остаточный аустенит находится как в виде крупных участков глобулярной формы, так и тонкодисперсных межреечных прослоек. Количество остаточного аустенита в структуре стали после аустенитизации при 900°C и закалки составляет 6...7%, а при охлаждении со скоростью 1 К/мин - 12...14%. Содержание углерода в остаточном аустените бейнитной структуры для данного варианта обработки составляет 1,4%.

После кратковременного высокого отпуска закаленной стали мартенситные рейки разбиваются на субзерна, а по границам бывших мартенситных реек видны выделения цементита. При увеличении длительности отпуска до 70 ч реечный характер альфа-фазы утрачивается, дислокации перестраиваются в стабильные конфигурации, формируя различные сетки, которые являются границами субзерен. Карбидные выделения проявляют тенденцию к коагуляции и сфероидизации.

В бейнитной структуре в результате высокого отпуска неоднородность структуры не только не устраняется, но сохраняется и даже усиливается. Появляются участки почти свободные от дислокаций с высокоугловыми субграницами, что свидетельствует о начальных стадиях процессов полигонизации. Неоднородность

распределения цементитных частиц после кратковременного отпуска связана, вероятно, с распадом остаточного аустенита.

Увеличение длительности отпуска до 20 ч приводит к появлению в структуре крупных карбидных частиц, отдельные из которых достигают 1...2 мкм. Наряду с полигонизацией начинаются процессы рекристаллизации альфа-фазы. При отпуске в течение 70 ч рекристаллизованные участки увеличиваются в размерах до 10 мкм и занятая ими площадь составляет около 10% рассматриваемой фольги. Крупные карбиды (3...4 мкм) имеют сложную произвольную форму и характеризуются наличием дефектов упаковки.

Распределение карбидов по объему можно наблюдать на металлографических шлифах после травления раствором никриновой кислоты, выявляющей карбиды. Применение сканирующей электронной микроскопии позволяет определить размеры, форму и расположение карбидов. В структуре высокоотпущеного мартенсита карбиды равномерно распределены по поверхности шлифа и имеют приблизительно одинаковые размеры. В образцах с бейнитной структурой очень крупные карбиды расположены преимущественно по границам бывших аустенитных зерен, в теле зерна карбиды существенно более мелкие. Около крупных карбидов мелкие отсутствуют, то есть крупные частицы формируются за счет растворения близлежащих мелких карбидов. Вероятно, вблизи границ аустенитных зерен создаются благоприятные условия для интенсивной коагуляции и роста карбидных частиц за счет ускоренной диффузии углерода и легирующих элементов. Электронно-микроскопический и микролюминесцентный анализ показали, что крупные карбидные частицы обогащены хромом и молибденом и являются специальными карбидами типа $(\text{Fe}, \text{Cr}, \text{Mo})_{23}\text{C}_6$.

Интенсивный рост карбидных частиц может быть вызван следующими отличительными свойствами бейнита: неоднородным распределением углерода в исходной структуре и присутствием карбидов, выделившихся при фазовом превращении в промежуточной ступени. Однако локализация остаточного аустенита, обогащенного углеродом, по границам исходных аустенитных зерен при электронно-микроскопическом рассмотрении не установлена. Кроме того, если разложить весь остаточный аустенит, находящийся в бейнитной структуре, отпуском при 300°C в течение 10 ч, а затем подвергнуть длительному высокому отпуску, то в структуре наблюдается такая же последовательность превращений (образова-

ние карбидов и рекристаллизация феррита), как и без промежуточного низкотемпературного отпуска.

При рассмотрении причин огрубления карбидов по границам зерен при отпуске бейнита следует учитывать, что в хромоникель-молибденовых сталях карбидное превращение может протекать без образования промежуточной фазы тригонального карбида $\text{M}_{\text{e}}_7\text{C}_3$. Следовательно, появление в структуре бейнита крупных карбидов после высокого отпуска связано не только с процессом коагуляции карбидных частиц, но, по-видимому, и с карбидным превращением, интенсивно протекающим на границах зерен аустенита.

Структурные изменения, происходящие при длительном высоком отпуске стали со структурой мартенсита и бейнита, по разному отражаются на механических свойствах и характере разрушения. Снижение твердости закаленной стали сопровождается незначительным повышением ударной вязкости и понижением порога хладноломкости. Увеличение времени выдержки для стали с бейнитной структурой приводит к постепенному снижению ударной вязкости от $1,4 \text{ МДж}/\text{м}^2$ при 4-часовой выдержке до $0,8 \text{ МДж}/\text{м}^2$ при отпуске в течение 60 ч, при этом доля хрупкого транскристаллитного разрушения повышается до 80%. Порог хладноломкости после продолжительного отпуска повышается примерно на 60° по сравнению с кратковременным отпуском. Наиболее заметно падение ударной вязкости происходит после выдержки в течение 40 ч, что соответствует появлению в структуре участков рекристаллизованного феррита и формированию аномально крупных карбидов. Испытания выше температуры перехода в хрупкое состояние обнаруживают вязкое межзеренное разрушение, и на поверхности излома хорошо различимы крупные карбиды.

Присутствие в структуре крупных карбидов может оказывать влияние на свойства стали и характер разрушения не только при окончательном отпуске, но и в том случае, когда длительный отпуск проводится как промежуточный этап. После повторной закалки в предварительно закаленной стали проведение длительного отпуска не отразилось ни на уровне свойств, ни на виде излома. Для образцов с бейнитной структурой увеличение продолжительности высокого отпуска приводит к снижению ударной вязкости от $1,3$ до $0,95 \text{ МДж}/\text{м}^2$ при времени выдержки 4 и 60 ч, соответственно. Главное, что в изломе выявляется зерно аустенита, сформировавшееся при первой аустенитизации, несмотря на перекристал-

таллизацию стали при новом нагреве под закалку. Металлографический анализ показал, что крупные карбиды при нагреве на 860°C не растворились и хорошо различимы в структуре.

Повышение температуры исходного нагрева до 1250°C позволяет более наглядно увидеть сохранение в изломе следов предварительного нагрева. Подобное несоответствие между крупнокристаллическим изломом и мелкозернистой аустенитной структурой может классифицироваться как камневидный излом. По известным признакам он может быть отнесен к камневидному излому второго рода в том смысле, что причины сохранения крупнокристаллического излома имеют структурный характер, но по механизму вязко-го межзеренного разрушения с участием частиц второй фазы его можно определить как камневидный излом первого рода.

Исправление ненормально крупнозернистого излома происходит при устранении причин его возникновения, в данном случае — при растворении крупных карбидов. При нагреве на 900°C карбиды растворяются в течение 1 ч или за 30 мин при 950°C , и соответственно этому происходит исправление излома.

Следовательно, межзеренный вязкий крупнозернистый излом, наблюдаемый в термообработанной по обычным режимам стали, по общим признакам похож на камневидный, но причины его появления необычны: образование карбидной сетки по границам зерен в стали дозвтектоидного состава.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено систематическое исследование закономерностей влияния высокотемпературного нагрева на структуру, свойства и особенности разрушения сталей повышенной чистоты. Основные результаты работы можно сформулировать следующим образом:

1. Впервые обнаружено явление транскристаллитного охрупчивания стали с низким содержанием серы, которое возникает в результате перегрева, подстуживания в аустенитной области и закалки. Крупность, связанная с ослаблением тела зерна, сохраняется как при повышении температуры отпуска до 550°C , так и при повышении температуры испытания до 500°C . Причиной резкого охрупчивания стали является выделение пленок сульфидной фазы параллельно плоскостям (111) решетки аустенита. Определены фрактографические особенности проявления "сульфидной" крупкос-

ти, которые в справочной литературе не отмечались.

2. Установлено, что в зависимости от температуры перегрева, скорости охлаждения или температуры и длительности изотермической выдержки в аустенитном интервале на предварительной стадии обработки в повторно закаленной стали сульфидные включения выделяются в йолчайтой форме с соблюдением ориентационной связи с аустенитной матрицей, либо в глобулярий как по границам, так и в объеме зерна по определенным плоскостям. Внутризеренное выделение сульфидов вызывает транскристаллитное (по отношению к исходному зерну аустенита) вязкое разрушение, сопровождающееся значительным понижением ударной вязкости, тогда как вязкое межзеренное разрушение оказывает меньшее влияние на снижение ударной вязкости.

3. Появление камневидности в изломе перегретой и термообработанной стали является результатом выделения сульфидов по границам зерен при условии подавления их выделения в объеме зерна. Температура исправления дефектного излома зависит от режима охлаждения в аустенитной области, определяющего размеры выделившихся включений. Повышенная чувствительность сталей электрошлакового переплава к остаточному перегреву связана не только с низким содержанием серы, но и с общей чистотой стали по неметаллическим включениям другой природы. Проведение горячей пластической деформации усиливает склонность стали к межзеренному разрушению, если она осуществлялась до начала выделения сульфидов, и не оказывает влияния на характер излома стали, в которой выделение сульфидов уже произошло.

4. Установлено, что причиной возникновения камневидного излома второго рода является сохранение в структуре повторно закаленной стали "старых" границ исходных крупных зерен, а не наличие внутризеренной текстуры, как это предполагалось ранее. На основе анализа термических условий появления и исчезновения границ бывших аустенитных зерен, а также фрактографических исследований, сделано предположение, что сохранение в микроструктуре следов перегрева до высоких температур повторного нагрева связано с присутствием на границах исходных зерен дисперсных выделений сульфидной фазы.

5. Обнаружено, что камневидность в изломе термообработанной стали, по внешнему виду подобная остаточному перегреву, может возникать в процессе промежуточного длительного высокого

отпуска стали с бейнитной структурой. Причиной межзеренного разрушения в этом случае является образование по границам зерен аустенита аномально крупных легированных карбидов, которые сохраняются при новом нагреве под окончательную закалку. Исправление излома происходит при повышении температуры аустенизации, достаточном для растворения карбидов.

6. На основании проведенного исследования разработаны рекомендации по оценке вида изломов, проведению термической обработки для устранения камневидности в изломе и состава сталей, не чувствительных к остаточному перегреву, которые прошли промышленное опробование на Барнаульском заводе "Трансмаш" и П/я Р-6762.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих статьях:

1. Кутын А.Б., Смирнов Л.В. Некоторые особенности образования аустенитной структуры в высокочистой стали / ФММ - 1975. - Т.40. - Вып.2. - С.367-371.

2. Кутын А.Б., Смирнов Л.В. Рост зерна и кинетика распада переохлажденного аустенита в высокочистой стали / ФММ - 1976 - Т.41. - Вып.2. - С.447-448.

3. О камневидном изломе в конструкционных стаях / Кутын А.Б., Умова В.М., Садовский В.Д. и др. // ФММ - 1976. - Т.42. - Вып. 4. - С.819-824.

4. О причинах межкристаллитного вязкого разрушения стали 50Л / Кутын А.Б., Шабанова И.Р., Зинченко С.А. и др. // ФММ - 1981. - Т.52 - Вып.1. - С.1117-1118.

5. Межзеренная хрупкость стали в закаленном состоянии / А.Б.Кутын, Н.М.Гербих, Л.В.Смирнов // ФММ - 1985. - Т.60 - Вып.6. - С.1191-1196.

6. Влияние скорости охлаждения в аустенитном состоянии на характер разрушения стали высокой чистоты / А.Б.Кутын, В.Д.Садовский, А.М.Полякова и др. // ФММ - 1986. - Т.60 - Вып.5. - С.619-624.

7. Длительный высокий отпуск конструкционной стали с бейнитной структурой. 1. Карбидообразование и структурные превращения / А.Ю.Калютин, А.Б.Кутын, В.Д.Садовский и др. // ФММ - 1986. - Т.61 - Вып.5. - С.916-921.

8. Длительный высокий отпуск конструкционной стали с бейнитной структурой. 2. Ударная вязкость и характер разрушения /

А.Б.Кутынин, А.Д.Калетин, В.Д.Садовский и др. // ФММ - 1986. - Т.62 - Вып.1. С.120-125.

9. Влияние скорости охлаждения в austenитном интервале на характер разрушения стали / Н.М.Гербих, А.Б.Кутынин, А.М.Полякова и др. // ФММ - 1986. - Т.61 - Вып.5. - С.1029-1031.

10. Формирование камнеобразного излома при отпуске стали с бейнитной структурой / А.Б.Кутынин, В.Д.Садовский, А.Д.Калетин и др. // Интеркристаллитная хрупкость сталей и сплавов: Сб. трудов конференции - Свердловск. - 1987. - С.25-32.

11. Межзеренное разрушение конструкционной стали высокой чистоты / А.Б.Кутынин, В.Д.Садовский, Л.В.Смирнов и др. // Там же. - С.33-41.

12. Изменение морфологии сульфидов при термообработке стали с низким содержанием серы / А.Б.Кутынин, В.Д.Садовский, А.М.Полякова и др. // ФММ - 1987. - Т.64 - Вып.2. - С.368-377.

13. Влияние сульфидной фазы на свойства стали после термической обработки / В.Д.Садовский, А.Б.Кутынин, Н.М.Гербих // МИТОМ - 1987. - N 11. - С.15-19.

14. Особенности образования камнеобразного излома в стали с низким содержанием серы / А.Б.Кутынин, В.Д.Садовский, Н.М.Гербих // Сталь - 1988. - N 7. - С.80-83.

15. Сохранение "старых" границ в структуре повторно закаленной стали / А.Б.Кутынин, Н.М.Гербих, А.М.Полякова // МИТОМ - 1989. - N 8. - С.51-53.

16. Гранскристаллитное охрупчивание закаленной стали при задержке охлаждения в austenитной области / В.Д.Садовский, А.Б.Кутынин, Н.М.Гербих // ДАН СССР - 1989. - Т.305, N 3. - С.611-613.

17. Образование сульфидных пленочных выделений в объеме зерна austenита / А.Б.Кутынин, В.Д.Садовский, Н.М.Гербих, О.З.Маевская // ФММ - 1990. - Вып.10. - С.175-184.

18. Der Einfluss der Wärmebehandlung im Austenitgebiet auf die mechanischen Eigenschaften eines elektroschlackeumgeschmolzenen Stahles / V.D. Sadovski, A.B. Kutjin, N.M. Gerbich // 3. Wärmebehandlungstagung. Grundlagen und Anwendung moderner Wärmebehandlungstechnologien für Eisenwerkstoffe. - 1988. - N 13. - S. 9-17.

19. Kutjin A.B. Versprödung von Stahl nach Erwärmen auf 1200-1250°C durch Halten im Temperaturbereich von 950-750°C //

• Mitt. 45. Härterei-Kolloquium (4-6 Okt. 1989, Wiesbaden).

20. Kutjin A.B. Occurrence of "sulphide" brittleness with step cooling in austenitic region // Proc. 7th Int. Congress on Heat Treatment of Materials (11-14 Dec. 1990, Moscow) - 1990. - Vol.2. - P. 202-209.

• 21. Kutjin A.B. Transkristalline Versprödung von gehärteten Stahl bei verzögter Abkühlung im Austenitgebiet // Härterei-Technische Mitteilungen - 1991. - B.46, N 1. - S. 5-14

Б.Кутин

Подписано к печати 15.04.91. Формат 60X90 I/16. Печ. л. 2.
Уч.-изд. л. 2. Тираж 130 экз. Заказ 87/223.

УОП ЧГТУ. 454080. Челябинск, пр. им. В.И.Ленина, 76.