

УДК 621.78

Получение мелкозернистой структуры термообработкой в низкоуглеродистых мартенситных сталях

Колебина Н. В.^{1,*}, Данилов В. Л.¹,
Фрешинет С.²

*kolebina.nv@mail.ru

¹МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия

²Alstom Hydro France, France

В последнее время в различных отраслях промышленности широкое применение получили низкоуглеродистые легированные стали благодаря их высокой коррозионной стойкости, а также хорошим технологическим свойствам. Существенное влияние на свойства пластичности стали оказывает размер зерна. Размер зерна стали зависит от химического состава, процесса кристаллизации, термической и механической обработки стали. В данной работе экспериментально исследовано влияние термической обработки на микроструктуру стали. Рассмотрен метод получения мелкозернистой структуры в данной стали. Определен оптимальный режим термической обработки.

Ключевые слова: микроструктура, низкоуглеродистый мартенсит, термическая обработка, мелкозернистость

Введение

Перспективными материалами для производства деталей гидравлических турбин являются низкоуглеродистые мартенситные стали. Преимуществом этих сталей является наличие хорошей пластичности и свариваемости наряду с высокой прочностью и коррозионной стойкостью[1]. Существенное влияние на свойства пластичности стали оказывает размер зерна. Размер зерна стали зависит от химического состава, процесса кристаллизации, термической и механической обработки стали. Поэтому исследование влияния термической обработки на структуру и размер зерна, а также возможности получения мелкозернистой структуры с помощью термообработки с целью повышения вязко – пластических свойств стали представляет научный и практический интерес.

В настоящей работе приведены результаты исследования микроструктуры низкоуглеродистой мартенситной стали 01X13N4, которая широко применяется при изготовлении деталей гидротурбин.

Низкоуглеродистые мартенситные стали были созданы в 80-е годы XX века [1]. В работах Л.М. Клейнера, А.А. Шацова, Н.П. Мельникова и многих других [1,2] подробно рассмотрены формирование и особенности структуры, а также свойства низкоуглеродистых сталей. Исследование влияния размера зерна и фазовых превращений на пластичность этих сталей приведены в работах И.В. Ряпосова и И.Н. Богачева [3,4]. В данной работе рассмотрена принципиально новая сталь этого класса с предельно низким содержанием углерода, а также определен режим термообработки, который приводит к эффективному уменьшению размера зерна (с $d=35-50\text{мкм}$ в начальном состоянии до $d=5-10\text{мкм}$).

Исследование кратковременной ползучести

Данная сталь относится к мартенситному классу, т.е. при комнатной температуре имеет структуру мартенсита, рисунок 1, и при определенной температуре претерпевает мартенситно – аустенитное превращение[5].

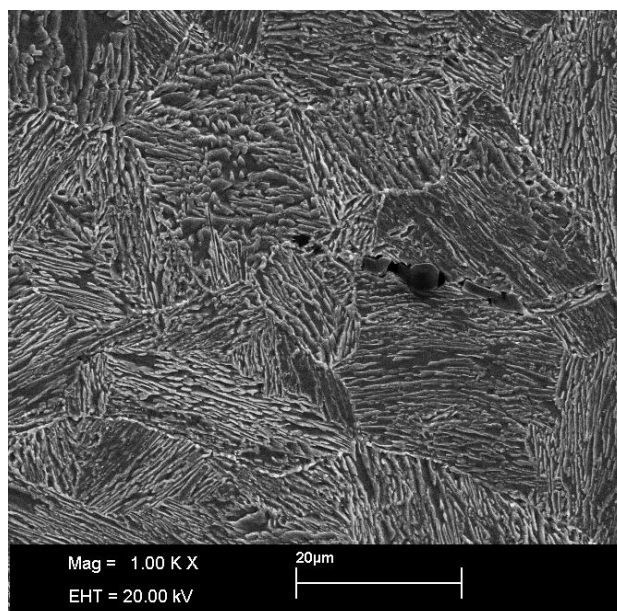


Рис 1. Микроструктура стали 01X13N4

Как видно из рисунка 1, в исходном состоянии сталь 01X13N4 имеет структуру низкоуглеродистого мартенсита с размером зерна 50-80мкм. Такой размер зерна является относительно крупным, поэтому для улучшения пластических свойств стали необходимо измельчение микроструктуры.

Существует множество методов получения мелкозернистой структуры, наибольшее распространение получили методы интенсивной пластической деформации. Однако, учитывая большой размер заготовок для деталей гидравлических турбин, перспективным и технологичным остается применение термоциклической обработки (ТЦО) без использования высокоэнергетического воздействия. ТЦО представляет собой многократную структурную рекристаллизацию за счет $\alpha \leftrightarrow \gamma$ превращений при нагреве и

охлаждении [3,6,7]. Наибольшее влияние на изменение структуры и механических свойств стали оказывает число циклов и скорость нагрева.

Так как ТЦО основана на фазовых превращениях, для определения оптимальных температур необходимо знать температуры и кинетику этих превращений. Одним из методов определения фазового состава стали и температур фазовых переходов является математическое моделирование с помощью специальных программных комплексов, например Thermo – Calc [8]. В основе программы Thermo-Calc заложена модель классической термодинамики, которая имеет дело с системами, находящимися в состоянии равновесия. Исходными данными для расчета является химический состав изучаемой стали и предполагаемый фазовый состав.

На основе химического состава и предполагаемого фазового состава (таблица 1) был проведен расчет. Результат расчета равновесного фазового состава стали и температур фазовых превращений в программном комплексе Thermo - Calc приведены на рис.2.

Таблица 1. Исходные данные для расчета в программном комплексе Thermo-Calc

Элементы	Предполагаемый фазовый состав
Fe, C , Ni, Cr, Mn, Mo	Основные фазы: Liq, δ - Fe (bcc), γ -Fe (fcc) and α - Fe (bcc) Вторичные фазы: Fe ₃ C, sigma

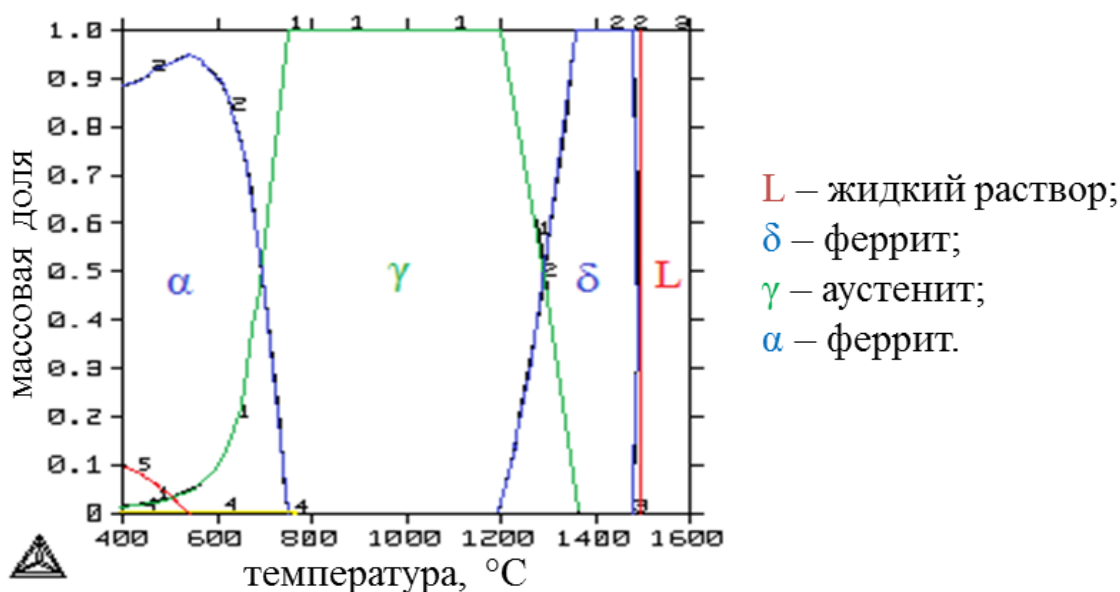


Рис 2. Равновесный фазовый состав стали при заданной температуре

Линии диаграммы определяют ход превращений в структуре, происходящих при охлаждении.

Программа Thermo-Calc определяет равновесные температуры фазовых переходов, которые, как правило, отличаются от реальных температур, поэтому на практике часто используют экспериментальные dilatometric methods.

Дилатометрический анализ основан на измерении изменения длины образцов при нагреве, охлаждении или/и изотермической выдержке. Изменение длины образца, как правило, характеризует объемные изменения сплава. Если происходит фазовое превращение, то длина растет скачкообразно. Например, переход α -железа (мартенсит) в γ -железо (аустенит) сопровождается заметным сокращением объема и, соответственно, длины образца, так как аустенит обладает наименьшим удельным объемом [9].

Результаты проведенного дилатометрического анализа стали 01X13N4 показаны на рисунке 3.

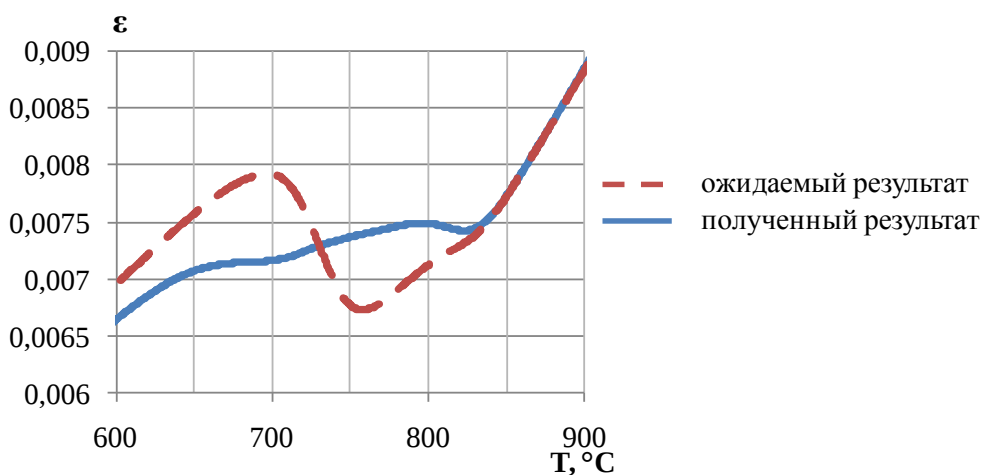


Рис 3. Кривые свободных термических деформаций в интервале мартенситно – аустенитной трансформации (дилатометрия, скорость нагрева 10°С/мин)

После изучения полученных результатов и сравнения их с более ранними исследованиями [10-12], было выяснено, что в исходном образце стали существуют химическая неоднородность [13,14] и остаточные напряжения. Следовательно, для точного определения температур фазовых переходов необходима предварительная термическая обработка для снятия остаточных напряжений. После проведения выбранной термической обработки результат дилатометрического анализа совпадает с ожидаемым, рисунок 3.

Температуры фазовых переходов стали 01X13N4, определенные теоретическим и экспериментальным методами, показаны в таблице 2.

Таблица 2. Температуры фазовых переходов стали 01X13N4

	A_{c1}	A_{c3}	M_n	M_k
Thermo-Calc	600°С	775°С	190°С	40°С
Дилатометрия	680°С	810°С	250°С	110°С

После определений температур фазовых превращений было изучено влияние термической обработки на размер зерна. Установлено, что после закалки с температуры 840°С (выше критической точки A_{c3}) формируется мелкозернистая структура, но при этом наблюдается существенная неоднородность размеров зерен. При нагреве до

температуры 940°C размеры зерен выравниваются, структура становится более гомогенной. При увеличении температуры нагрева свыше 950°C был отмечен интенсивный рост зерна. Исходя из полученных результатов, для формирования мелкозернистой гомогенной структуры в стали 03X13H4 был выбран режим ТЦО: асимметричный цикл аустенизации с нагревом до 940°C, выдержкой 5 ± 2 с, охлаждением до 20°C, и повторным нагревом до 840°C, скорость нагрева 20°C/мин.

Для определения оптимального числа термо-циклов были проведены эксперименты с различным числом циклов и последующим изучением полученной микроструктуры. В результате исследования было обнаружено, что уже после двух циклов размер зерна уменьшается до 5-10мкм (рисунок 4). Последующее увеличение числа циклов не приводит к дальнейшему уменьшению зерна, что связано с процессом собирательной рекристаллизации [15].

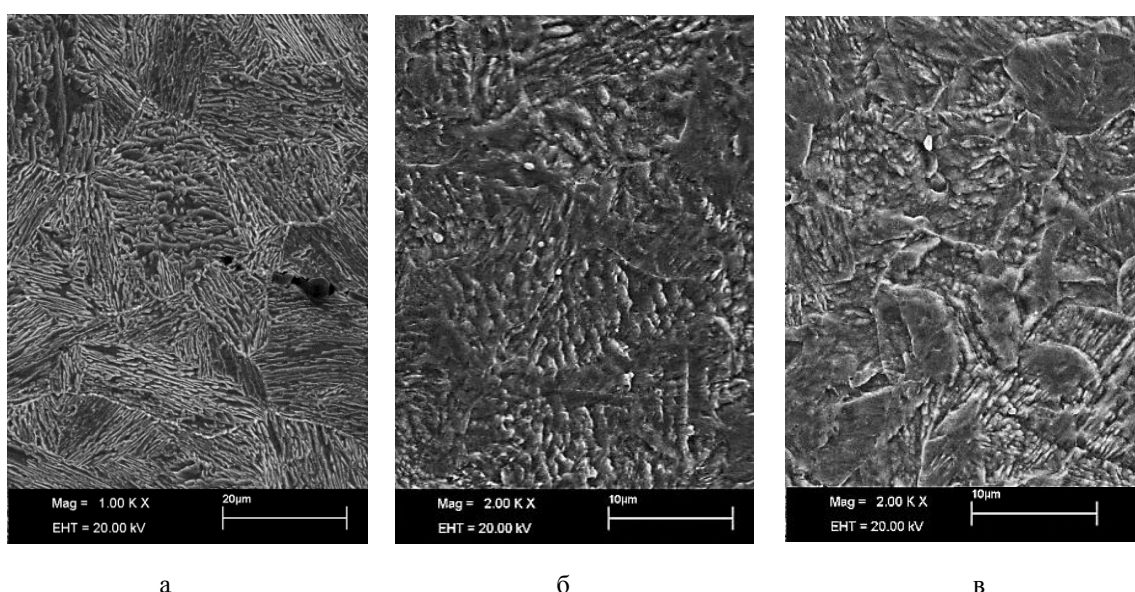


Рис 4. Микроструктура образцов: а) исходное состояние; б) после одного термо-цикла; в) после двух термо-циклов.

Результаты измерений размеров зерна и микротвердости стали после ТЦО приведены в таблице 3.

Таблица 3. Средний размер зерна и микротвердость, в зависимости от числа циклов

Режим термической обработки		Средний размер зерна, мкм	Микротвердость, HRC
№ цикла	Температура нагрева, °C		
1	940	25	33,3
	840	8	32
2	940	12	32
	840	6	34
3	840	10	34

Заключение

Таким образом, исследование микроструктуры показало, что низкоуглеродистая мартенситная сталь 01X13H4 в исходном состоянии имеет структуру низкоуглеродистого мартенсита с размером зерна $35\pm 11\text{ мкм}$. Также в данной стали существуют некоторые остаточные напряжения. Исследование влияния термической обработки на микроструктуру позволило найти режим ТЦО, который обеспечивает уменьшение размера зерна до $6\pm 2\text{ мкм}$

Список литературы

1. Клейнер Л.М., Шацов А.А. Конструкционные высокопрочные низкоуглеродистые стали мартенситного класса. Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 2008. 303 с.
2. Мельников Н.П. Низкоуглеродистая мартенситная хромоникельмолибденовая сталь // Известия АН СССР. Металлы. 1983. № 2. С. 112-119.
3. Ряпосов И.В., Клейнер Л.М., Шацов А.А., Носкова Е.А. Формирование зеренной и реечной структуры в низкоуглеродистых мартенситных сталях термоциклированием // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. № 9. С. 33-39.
4. Богачев И.Н., Лепехина Л.И. Сверхпластичность мартенситных хромоникелевых сталей // Физика металлов и металловедение. 1977. Т. 44, № 6. С. 1282-1285.
5. Гуляев А.П. Металловедение. М.: Альянс, 2011. 643 с.
6. Alberto M.J.J., Guedes H.L., Balancin O. Ultra Grain Refinement During the Simulated Thermomechanical-processing of Low Carbon Steel // Journal of Materials Research and Technology. 2012. Vol. 1, no. 3. P. 141-147. DOI: [10.1016/S2238-7854\(12\)70025-X](https://doi.org/10.1016/S2238-7854(12)70025-X)
7. Wang P., Shanping L., Dianzhong L. Investigation on phase transformation of low carbon martensitic stainless steel Zg06Cr13Ni4Mo in tempering process with low heating rate // Acta Metallurgica Sinica. 2008. Vol. 44, no. 6. P. 681-685.
8. Thermo-Calc Software. Software System. Thermodynamic Framework and Data. Stockholm, Sweden, 2006.
9. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля: пер. с англ. М.: Техносфера, 2006. 377 с.
10. Carrouge D. Phase transformations in welded supermartensitic stainless steels: PhD Thesis. University of Cambridge, 2002.
11. Tong Wu. Experimental and numerical simulation of welding induced damage stainless steel 15-5PH: PhD Thesis. INSA-Lyon France, 2007.
12. Kapoor R., Kumar L., Batra I.S. A dilatometric study of the continuous heating transformations in 18wt.% Ni maraging steel of grade 350 // Materials Science and Engineering: A. 2003. Vol. 352, is. 1-2. P. 318-324. DOI: [10.1016/S0921-5093\(02\)00934-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00934-6)
13. Dessolin C. Transformation $\alpha' \rightarrow \gamma$ au cours du chauffage dans un acier inoxydable martensitique (APX4) // Conference Materiaux. 2014. Vol. 18. P. 661.

14. Wang P., Lu, Xiao N.M., Li D.Z., Li Y.Y. Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr–4Ni martensitic stainless steel // Materials Science & Engineering: A. 2010. Vol. 527, is. 13-14. P. 3210-3216. DOI: [10.1016/j.msea.2010.01.085](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.085)
15. Югай С.С., Клейнер Л.М., Шацов А.А., Митрохович Н.Н. Структурная наследственность в низкоуглеродистых мартенситных сталях // Металловедение и термическая обработка металлов. 2004. № 12. С. 24-29.

Grain Refinement of Low Carbon Martensitic Steel by Heat Treatment

N.V. Kolebina^{1,*}, V.L. Danilov¹, S. Frechinet²

[*kolebina.nv@mail.ru](mailto:kolebina.nv@mail.ru)

¹Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia

²Alstom Hydro France, France

Keywords: microstructure, low-carbon stainless steel, heat treatment, grain refinement

The low-carbon steels have good corrosion and technological properties. Hot deformation is the main operation in manufacturing the parts from these steels. So one of the important properties of the material is a property of plasticity. The grain size significantly influences on the ductility properties of steel. The grain size of steel depends on the chemical composition of the crystallization process, heat treatment, and steel machining. There are plenty methods to have grain refinement. However, taking into account the large size of the blanks for the hydro turbine parts, the thermal cycling is an advanced method of the grain refinement adaptable to streamlined production. This work experimentally studies the heat treatment influence on the microstructure of the low-carbon 01X13N04 alloy steel and proposes the optimal regime of the heat treatment to provide a significantly reduced grain size. L.M. Kleiner, N.P. Melnikov and I.N. Bogachyova's works focused both on the microstructure of these steels and on the influence of its parameters on the mechanical properties. The paper focuses mainly on defining an optimal regime of the heat treatment for grain refinement. The phase composition of steel and temperature of phase transformation were defined by the theoretical analysis. The dilatometric experiment was done to determine the precise temperature of the phase transformations. The analysis and comparison of the experimental data with theoretical data and earlier studies have shown that the initial sample has residual stress and chemical heterogeneity. The influence of the heat treatment on the grain size was studied in detail. It is found that at temperatures above 950 °C there is a high grain growth. It is determined that the optimal number of cycles is two. The post-increasing number of cycles does not cause further reducing grain size because of the accumulative recrystallization process. Based on the results obtained, the thermal cycling was chosen to obtain a homogeneous fine-grained structure. This heat treatment allows a grain size reduction from $35 \pm 11 \mu\text{m}$ to $6 \pm 2 \mu\text{m}$.

References

1. Kleyner L.M., Shatsov A.A. *Konstruksionnye vysokoprochnye nizkouglerodistye stali martensitnogo klassa* [Structural high-strength low-carbon steel of the martensitic class]. Perm, PSTU Publ., 2008. 303 p. (in Russian).
2. Mel'nikov N.P. Low carbon martensitic chromium-nickel-molybdenum steel. *Izvestiya AN SSSR. Metally*, 1983, no. 2, pp. 112-119. (in Russian).
3. Ryaposov I.V., Kleiner L.M., Shatsov A.A., Noskova E.A. Formation of grain and lath structure in low-carbon martensitic steels by heat cycling. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2008, no. 9, pp. 33-39. (English version of journal: *Metal Science and Heat Treatment*, 2008, vol. 50, no. 9-10, pp. 435-441. DOI: [10.1007/s11041-009-9081-4](https://doi.org/10.1007/s11041-009-9081-4))
4. Bogachev I.N., Lepekhina L.I. Superplasticity of chromium martensitic steels. *Fizika metallov i metallovedenie = Physics of Metals and Metallography*, 1977, vol. 44, no. 6, pp. 1282-1285. (in Russian).
5. Gulyaev A.P. *Metallovedenie* [Metallography]. Moscow, Al'yans Publ., 2011. 643 p. (in Russian).
6. Alberto M.J.J., Guedes H.L., Balancin O. Ultra Grain Refinement During the Simulated Thermomechanical-processing of Low Carbon Steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 2012, vol. 1, no. 3, pp. 141-147. DOI: [10.1016/S2238-7854\(12\)70025-X](https://doi.org/10.1016/S2238-7854(12)70025-X)
7. Wang P., Shanping L., Dianzhong L. Investigation on phase transformation of low carbon martensitic stainless steel Zg06Cr13Ni4Mo in tempering process with low heating rate. *Acta Metallurgica Sinica*, 2008, vol. 44, no. 6, pp. 681-685.
8. Thermo-Calc Software. Software System. Thermodynamic Framework and Data. Stockholm, Sweden, 2006.
9. Brandon D.G., Kaplan W.D. *Microstructural Characterization of Materials*. Wiley, 1999. 409 p. (Russ. ed.: Brandon D.G., Kaplan W.D. *Mikrostruktura materialov. Metody issledovaniya i kontrolya*. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2006. 377 p.).
10. Carrouge D. *Phase transformations in welded supermartensitic stainless steels*. PhD Thesis. University of Cambridge, 2002.
11. Tong Wu. *Experimental and numerical simulation of welding induced damage stainless steel 15-5PH*. PhD Thesis. INSA-Lyon France, 2007.
12. Kapoor R., Kumar L., Batra I.S. A dilatometric study of the continuous heating transformations in 18wt.% Ni maraging steel of grade 350. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, vol. 352, is. 1-2, pp. 318-324. DOI: [10.1016/S0921-5093\(02\)00934-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00934-6)
13. Dessolin C. Transformation $\alpha' \rightarrow \gamma$ au cours du chauffage dans un acier inoxydable martensitique (APX4). *Conference Materiaux*, 2014, vol. 18, pp. 661.
14. Wang P., Lu, Xiao N.M., Li D.Z., Li Y.Y. Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr-4Ni martensitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, is. 13-14, pp. 3210-3216. DOI: [10.1016/j.msea.2010.01.085](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.085)

15. Yugai S.S., Kleiner L.M., Shatsov A.A., Mitrokhovich N.N. Structural heredity in low-carbon martensitic steels. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2004, no. 12, pp. 24-29. (English version of journal: *Metal Science and Heat Treatment*, 2004, vol. 46, no. 11, pp. 539-544. DOI: [10.1007/s11041-005-0015-5](https://doi.org/10.1007/s11041-005-0015-5)).