

Восточно-Казахстанский государственный технический
университет им Д.Серикбаева

УДК 669.1.017:620.18

На правах рукописи

УАЗЫРХАНОВА ГУЛЖАЗ КЕНЕСХАНКЫЗЫ

**Эволюция субструктуры стали 30ХГСА в результате деформации
и термической обработки**

6D072300- Техническая физика

Диссертация на соискание ученой степени
доктора философии (Ph.D)

Научные консультанты
доктор физико-математических
наук, профессор Скаков М.К

dr.rer.nat., профессор M.Scheffler

Республика Казахстан
Усть-Каменогорск, 2013

СОДЕРЖАНИЕ

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ	4
ВВЕДЕНИЕ	6
1 СОВРЕМЕННЫЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ О ФАЗОВОМ СОСТАВЕ И СУБСТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ В СТАЛЯХ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ И ДЕФОРМАЦИИ	13
1.1 Структура и фазовый состав мартенситных сталей в результате термической обработки.....	13
1.2 Эволюция субструктурных превращений в сталях при деформации и иерархия структурных уровней деформации	19
1.3 Карбидные превращения и состояния атомов углерода при деформации.....	28
1.4 Постановка задач.....	32
2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	33
2.1 Материал исследования.....	33
2.2 Просвечивающая электронная микроскопия.....	35
2.3 Рентгеноструктурный анализ.....	35
2.4 Оптическая металлография.....	36
2.5 Методика количественной обработки результатов исследования.....	36
3 СТРУКТУРА ИСХОДНОГО СОСТОЯНИЯ СТАЛИ 30ХГСА	44
3.1 Морфология α -фазы.....	44
3.2 Морфология γ -твердого раствора.....	48
3.3 Карбидная фаза в структуре α -фазы.....	51
3.4 Источники полей напряжений и кривизна-кручение кристаллической решетки α -фазы.....	53
3.5 Распределение углерода в стали.....	56
3.6 Выводы.....	57
4 ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ СТАЛИ В РЕЗУЛЬТАТЕ ДЕФОРМАЦИИ ПРОКАТОМ	58
4.1 Дислокационная субструктура и фрагментация.....	58
4.2 Структура и фазовый состав стали на расстоянии 2 мм от поверхности прокатного валка.....	65
4.3 Первичные карбиды, дальнедействующие поля напряжений и зарождение микротрещин в материале валка.....	70
4.4 Размер фрагментов, дифракционная картина и степень деформации валка.....	75
4.5 Структура и фазовый состав стали на расстоянии 0.5 мм от поверхности валка.....	81
4.6 Структура и фазовый состав стали на поверхности валка.....	85
4.7 Выводы.....	92

5 КОЛИЧЕСТВЕННЫЕ ПАРАМЕТРЫ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ДЕФОРМИРОВАННОЙ ПРОКАТОМ СТАЛИ.....	94
5.1 Количественные параметры дислокационной структуры.....	94
5.2 Источники и внутренние поля напряжений.....	97
5.3 Оценка степени пластической деформации валка.....	99
5.4 Карбидные превращения.....	101
5.5 Перераспределение углерода на поверхностных слоях деформированного валка.....	103
5.6 Выводы.....	108
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	110
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	113

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ОЦК - объемноцентрированная кубическая решетка

ГЦК - гранецентрированная кубическая решетка

ГПУ - гексагональная плотноупакованная решетка

ПР - пакеты реечного мартенсита

П_В – пластины высокотемпературного мартенсита

П_Н - пластины низкотемпературного мартенсита

ПЭМ - просвечивающая электронная микроскопия

θ_{hkl} – угол дифракции

λ - длина волны излучения

a – параметр кристаллической решетки

(hkl) – индексы отражения

(D) - средний размер зерен, измеренных по отдельным изображениям микрошлифа

\bar{d} - средний размер зерна, определенный по отдельному изображению участка микрошлифа

δ_D - среднеквадратичное отклонение

P_V - доля площади, занятая соответствующей структурной составляющей

P_S - доля объема, занятая соответствующей структурной составляющей

ρ - скалярная плотность дислокаций

M - увеличение микрофотографии

t - толщина фольги

n_1 и n_2 – число пересечений дислокациями горизонтальных линий

l_1 и l_2 – число пересечений дислокациями вертикальных линий

ρ_{\pm} - избыточная плотность дислокаций

ρ_+ - плотность положительно заряженных дислокаций

ρ_- - плотность отрицательно заряженных дислокаций

χ - амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки

Δl - смещение экстинкционного контура

$\Delta\varphi$ - угол наклона фольги

\vec{g} - вектор действующего отражения

b – вектор Бюргерса

τ_D - величина дальнодействующих полей напряжения

G - модуль сдвига

α – коэффициент, меняется в пределах 0.05–1.0 в зависимости от типа дислокационного ансамбля

α_c - коэффициент Струнина

V_k - объемная доля карбидных частиц

S_{K1} - средняя площадь округлых карбидных частиц

S_{K2} - средняя площадь пластинчатых карбидных частиц

$C_{(c)}^\alpha$ - количество углерода в твердом растворе на основе α -железа

$C_{(c)}^\gamma$ - количество углерода в твердом растворе на основе γ -железа

ΔV_α - объемная доля α -фазы

ΔV_γ - объемная доля γ -фазы

a_α, a_γ - текущий параметр решетки

a_α^0 - параметр решетки чистого α -Fe

a_γ^0 - параметр решетки чистого γ -Fe

K_i - коэффициент пропорциональности

E - степень пластической деформации

n - число точечных рефлексов на кольце микродифракционной картины

ВВЕДЕНИЕ

Как известно, материаловедение сталей интенсивно начало развиваться с XIX века и в настоящее время непрерывно обогащается за счет разработки новых сталей и сплавов, в свою очередь стимулирующих прогресс во всех областях науки и техники. Способность металлов и сплавов в результате различных обработок принимать любую форму, быть свариваемыми и сплавляемыми, и самое главное – упрочняться, являет собой совокупность их уникальных свойств, которыми не обладают никакие другие материалы. Одним из способов существенной экономии металла является применение высокопрочных конструкционных сталей. Более того, при разработке современных конструкционных сталей, в технологиях их производства, обработки и упрочнения используются все более тонкие сочетания физических, химических и механических свойств. Проблема достижения высокопрочного состояния, как показывают многочисленные исследования последних десятилетий, не может быть решена с помощью одних лишь традиционных способов воздействия на структуру и свойства металла (легирование, термическая обработка). Существует тенденция к увеличению роли пластической деформации в технологиях создания и обработки материалов. В результате обработки материалов прокатом, ковкой, волочением, штамповкой и т.д. в материале образуются неоднородные структуры. При этом структура стали будет носить градиентный характер. По мере удаления от поверхности будут изменяться эксплуатационные и технологические характеристики, такие как прочность, пластичность, внутренние поля напряжения и пр. Вместе с тем, ряд важных вопросов в физическом материаловедении сталей не получил до сих пор надлежащего развития. В этой связи необходимо отметить, что, несмотря на интенсивное изучение градиентных структур, представления о процессах их формирования и эволюция описаны в известной нам литературе недостаточно, а соответствующее научное направление находится на стадии интенсивного накопления и осмысления фактического (экспериментального) и теоретического материала. Явно недостаточное внимание уделено к фрагментированной субструктуре и дислокационной субструктуре сталей и ее эволюции в ходе деформации прокатом по мере удаления от поверхности вглубь материала. Особенно это касается количественных параметров фрагментированной субструктуры, дислокационной субструктуры, внутренних полей напряжений, карбидных превращений и перераспределения атомов углерода в ходе деформации и термической обработки. Знания о морфологии структуры позволяют оптимизировать технологические процессы получения материала, дать объективное представление о рациональности его использования для изготовления изделия.

Вышеперечисленный перечень проблем лег в основу при планировании настоящей работы. Основным методом для решения поставленных задач было решено выбрать количественную дифракционную электронную микроскопию на тонких фольгах.

Диссертация состоит из пяти глав, введения и заключения. Первая глава - обзорная, вторая посвящена материалу и методике эксперимента и характеристике исследуемой стали. В третьей главе рассматривается структура отпущенного (исходного) состояния конструкционной стали 30ХГСА. Изменения структурно-фазового состояния деформированной прокатом стали 30ХГСА рассмотрены в четвертой главе. В пятой главе описаны количественные параметры структурно-фазового состояния деформированной прокатом стали 30ХГСА. Основные выводы приведены в заключительной части диссертации.

Актуальность темы исследования. Высокий уровень физико-механических свойств конструкционных сталей, широко применяемых в промышленности, обусловлен формирующейся в них мартенситной структурой. Усилиями школ академиков Г.В. Курдюмова и В.Д. Садовского в первой половине XX века было положено начало развитию физического материаловедения стали. Большую роль в этом сыграло широкое применение стремительно развивающихся методов рентгеноструктурного анализа, методов сканирующей и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии. В работах целого ряда исследователей и руководимых ими коллективов: ученых ближнего и дальнего зарубежья - В.Г. Курдюмова, В.Д. Садовского, Л.М. Утевского, В.М. Счастливецца, М.Е. Блантера, М.А. Штремеля, В.В. Рыбина, В.И. Изотова, Л.И. Тушинского, М.Н. Спасского, А.А. Батаева, В.Н. Гриднева, М.В. Белоуса, Ю.Я. Мешкова, В.Г. Гаврилюка и др. ученых дальнего зарубежья - G. Thomas, G. Krauss, A.R. Marder, S.A. Apple, K. Wakasa, G.M. Wayman, T. Maki, J. Speer, S. Morito, Y. Adachi и др. проведено детальное изучение кристаллогеометрии, морфологии и дефектности структуры пакетного мартенсита и пластинчатого низкотемпературного мартенсита в закаленном и отпущенном состояниях. Выявлены факторы, приводящие к образованию в стали того или иного типа мартенсита, рассмотрены вопросы о влиянии термической обработки на параметры структуры мартенситной фазы.

Вместе тем, механические свойства стали определяются состоянием ее субструктуры и фазовым составом. Общеизвестно, что основными факторами, определяющими механические свойства материала, являются структура твердого раствора, наноразмерные частицы вторых фаз (карбиды, нитриды, карбонитриды и т.д.), дислокационная субструктура, типы и расположение различного рода границ, внутренние поля напряжений. Необходимость тщательного и всестороннего анализа структурно-фазовых состояний, формирующихся при термической обработке стали, их эволюция при последующем деформационном упрочнении обусловлена научным и прикладным характером решаемых задач. Закономерности и механизмы изменения фазового состава и состояния дефектной субструктуры отпущенной и деформированной стали анализировались до сих пор, в основном, на качественном уровне. В связи с этим весьма актуальным является выявление количественных закономерностей эволюции субструктуры отпущенной и деформированной прокатом стали.

Целью работы является определение основных структурно-морфологических особенностей тонкой структуры, закономерностей субструктурных и фазовых превращений стали 30ХГСА в результате деформации и термической обработки.

Для достижения поставленной цели в работе решали следующие **задачи**:

- 1) установить количественные закономерности, характеризующие эволюцию субструктуры отпущенной и деформированной стали 30ХГСА;
- 2) изучить классификацию и определить объемные доли структурно-морфологических составляющих, количественно определить скалярные и избыточные плотности дислокаций, размер фрагментов микроструктуры стали 30ХГСА в отпущенном и горячепрокатанном состояниях;
- 3) выявить источники внутренних полей напряжений и определить амплитуды кривизны- кручения кристаллической решетки;
- 4) определить размеры, объемные доли карбидных фаз внутри и на границах различных типов субструктур, места их локализации, а также изучить перераспределение углерода в стали 30ХГСА в исходном и горячепрокатанном состояниях;

На наш взгляд, в результате решения поставленных задач, удастся сделать важный вклад в физику деформационных явлений сталей и сплавов, по крайней мере, в понимании основных закономерностей эволюции субструктуры стали в ходе деформации и термической обработки.

Предмет исследования – фазовый состав и эволюция субструктуры стали 30ХГСА в результате деформации и термической обработки.

Объект исследования - сталь 30ХГСА в отпущенном и горячедеформированном состояниях. Образцы для исследований вырезались параллельно боковой поверхности горячедеформированного валка прокатного стана. Рабочие валки являются несущими валками горячего листового проката.

Методы исследования. Классические методы исследования: оптическая и электронная просвечивающая микроскопия, рентгеноструктурный анализ. По сравнению с предыдущими исследованиями применение “прямых” методов исследования позволило получить новую информацию об основных параметрах фазового состава и дислокационной субструктуры.

Научная новизна

Впервые исследованы и описаны на количественном уровне дислокационная субструктура, фрагментированная субструктура и фазовый состав отпущенной и горячедеформированной конструкционной стали 30ХГСА.

Определены закономерности карбидных превращений по мере приближения к поверхности горячедеформированного валка. Установлено, что деформация прокатом приводит, во-первых, к распаду остаточного аустенита согласно схеме: « $\gamma \rightarrow \alpha + \text{карбиды}$ », во-вторых, к превращению карбидной фазы согласно схеме: «цементит \rightarrow специальные карбиды» и, в-третьих, к проявлению различных закономерностей выделения карбидной фазы внутри, на границах и в стыках фрагментов согласно схеме: «карбиды внутри \rightarrow карбиды на границах и в стыках».

Исследованы качественные и количественные параметры субструктуры, среди которых основное внимание уделено скалярной плотности дислокаций, внутренним полям напряжений, их источникам, кривизне-кручению кристаллической решетки стали 30ХГСА при деформации прокатом.

Впервые изучено и детализировано перераспределение атомов углерода в стали 30ХГСА при деформации прокатом. Определено, что атомы углерода находятся в двух различных состояниях: на дефектах кристаллической решетки и в карбидных частицах.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Результаты, характеризующие структурно-морфологические особенности, количественные параметры фазово-структурных составляющих стали 30ХГСА при отпуске;

2. Основные закономерности эволюции субструктуры стали 30ХГСА при горячей деформации;

3. Результаты, определяющие дефектную субструктуру и источников внутренних полей напряжения горячедеформированной стали 30ХГСА

Научная и практическая значимость работы. Закономерности эволюции субструктуры и состояний дефектной субструктуры, выявленные в настоящей работе, могут быть использованы исследователями при анализе деформационного поведения конструкционных сталей.

Установлено, что в ходе эксплуатации вала, в материале образуется неоднородная структура, называемая градиентными, и она тесно связана с упрочнением и разрушением материала, и поэтому сведения о них важны для повышения рабочего ресурса работы изделия и его восстановления.

Методы, использованные для исследования тонкой структуры и свойств горячедеформированной стали 30ХГСА, параметры субструктуры, выявленные в настоящей работе, оказывающие определяющее влияние на деформационное упрочнение стали, могут быть учтены при исследованиях других материалов.

Наряду с этим, разработанный нами инновационный патент на изобретение «Способ электролитно-плазменного упрочнения деталей и устройство для его осуществления» (Заключение о выдаче инновационного патента на изобретение №4160 от.21.02.2013), где рассматривается структура стали 30ХГСА, может быть полезным практикам-материаловедам при формировании фазово-структурных превращений конструкционных сталей.

Личный вклад автора. Личный вклад автора состоит в постановке задач исследования, анализе литературных данных, участии в проведении электронно-микроскопических, металлографических и рентгеноструктурных исследований стали 30ХГСА, статистической обработке. Анализ полученных результатов и формулировка основных выводов проведены совместно с научными консультантами. Экспериментальные результаты диссертации получены лично автором в соавторстве с сотрудниками Томского государственного архитектурно-строительного университета (г. Томск, Россия) и Института материаловедения и соединительных технологии Университета Отто-фон-Гуерике (г.Магдебург, Германия) на основе договоров о сотрудничестве. Полное решение поставленных задач были бы невозможными

без привлечения высококвалифицированных специалистов ПЭМ - анализа ТГАСУ.

Связь темы с планами научно-исследовательских программ

Основная работа по содержанию настоящей диссертации началась с участием автора в разработке гос. бюджетной темы «Инновационная технология электролитно-плазменной обработки материала подшипникового узла бурового инструмента», финансируемой АО «Национальное агентства по технологическому развитию» по договору №475/189-209-11 в 2010-2013 гг. Ранее, в 2007-2011 гг, автор участвовал в реализации заданий договоров о сотрудничестве с Юргинским технологическим институтом Национального исследовательского Томского политехнического университета и с Томским государственным архитектурно-строительным университетом по теме «Разработка и внедрение технологии получения сварных соединений трубопроводов из высокопрочных конструкционных сталей для высокоэффективных тепловых энергоустановок». В 2010-2012 гг автор также принимал участие в разработке темы «Разработка и внедрение инновационной технологии электролитно-плазменного упрочнения материала бурового инструмента» по договору №6/186-209-10, финансируемой АО «Фонд науки» КН МОН РК. В ходе выполнения работ по заданиям госбюджетных тем и договоров выяснилось, что для объяснения физической природы упрочнения поверхностных слоев сталей, необходимо изучить фазово-структурные превращения, в том числе образование упрочняющих наноразмерных частиц вторых фаз, дислокационную субструктуру, типы и расположение различного рода границ, внутренние поля напряжений. Анализ известной нам литературы и патентный поиск показал, что практически отсутствуют работы по количественному исследованию тонкой структуры сталей с помощью прямых экспериментальных методов исследования, например, ПЭМ-анализа. К настоящему времени, мало обнаружены работы, посвященные выявлению источников полей внутренних напряжений в сталях.

Степень обоснованности и достоверности результатов, полученных в работе, обеспечивается: изучением и сопоставлением с полученными ранее экспериментальными результатами известных ученых СНГ и дальнего зарубежья с применением ”прямых”, хорошо апробированных экспериментальных методов исследования, трактовкой результатов и расшифровкой дифракционных картин.

Источниками исследования являются основные экспериментальные и теоретические положения современной физики конденсированного состояния, физики металлов и сплавов, экспериментальные результаты оригинальных научных работ последних лет, приведенные в списке использованных источников.

Апробация результатов работы. Основные результаты диссертации докладывались и обсуждались на: II –Международной научно-практической конференции с элементами научной школы для молодых ученых «Инновационные технологии и экономика в машиностроении», Юргинский технологический институт (филиал) НИ ТПУ, г.Томск, 19-20 мая, 2011; 8-ой

Международной научной конференции «Ядерная и радиационная физика», ИЯФ НЯЦ РК, г Алматы, 20-23 сентября, 2011; Международной научно-практической конференции, посвященной 20-летию Независимости Республики Казахстан «20 лет Развития Казахстана – путь к инновационной экономике: достижения перспективы»: ВКГТУ им. Д. Серикбаева, г Усть-Каменогорск, 23-25 ноября, 2011; XII Республиканской научно-технической конференции студентов, магистрантов и молодых ученых «Творчество молодых инновационному развитию Казахстана», ВКГТУ им. Д. Серикбаева, г Усть-Каменогорск, 19-20 апреля, 2012; III –Международной научно-практической конференции с элементами научной школы для молодых ученых «Инновационные технологии и экономика в машиностроении», Юргинский технологический институт (филиал) НИ ТПУ, г.Томск, 24-25 мая, 2012; IFOST2012 «The 7th International forum on strategic technology 2012» National Research Tomsk Polytechnic university, September 17-21, 2012; IX Международной конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов», Астраханский государственный университет, г. Астрахань, 27-28 июня, 2012; International Conference on Materials Science and nanotechnology (ICMSN2012) Guangzhou, China, November 16-18, 2012; International Conference on Management, Manufacturing and Materials Engineering (ICMMM2012) Beijing, China, September 21-23, 2012; X Международной конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов», Казахский национальный университет имени аль-Фараби, г. Алматы, 5-7 июня, 2013; The 3rd International Conference on Advanced Design and Manufacturing Engineering (ADME 2013), Anshan, China, July 13-14, 2013; Международной школе - семинаре «Инновационные технологии и исследования, направленные на развитие зеленой энергетики и глубокую переработку продукции», ВКГУ им. С.Аманжолова, г.Усть-Каменогорск, 27-30 июня, 2013; 5th World Tribology Congress, Torino, Italy, 9-13 September, 2013; 9-ой Международной научной конференции «Ядерная и радиационная физика», ИЯФ НЯЦ РК, г Алматы, 24-27 сентября, 2013.

Кроме того, основные результаты докладывались и обсуждались на научных семинарах кафедры технической физики, объединенных научных семинарах факультета машиностроения и транспорта ВКГТУ им. Д.Серикбаева, на Научно-техническом совете ВКГТУ им. Д.Серикбаева, на 1-ом Казахско-Немецком научном семинаре докторантов Ph.D в Институте Материаловедения и Соединительных Технологий Университета имени Отто фон Гуерике (г. Магдебург, Германия), сентябрь 2012 г.

Публикации. Всего по теме диссертации опубликованы 17 печатных работ в соавторстве, 4 из которых изданы в журналах, рекомендованных Комитетом по контролю в сфере образования и науки МОН РК, 1 статья опубликована в зарубежном журнале с ненулевым импакт-фактором, входящем в базу данных Thomson Reuters, 2 статьи в зарубежных изданиях, входящих в базу данных Scopus, 6 статьи и 2 тезиса в сборниках материалов

международных конференций, 1 монография в соавторстве, 1 заключение о выдаче инновационного патента на изобретение

Структура и объем диссертации. Работа состоит из введения, пяти разделов, заключения и списка использованных источников. Она изложена на 125 страницах, содержит 51 рисунок, 3 таблицы и список использованных источников из 177 наименований.