

ИЗОТЕРМИЧЕСКИЕ ДИАГРАММЫ РАСПАДА ОСТАТОЧНОГО АУСТЕНИТА ОТЖИГА И ЗАКАЛКИ В МАРТЕНСИТНО-СТАРЕЮЩЕЙ СТАЛИ

МАХНЕВА Т. М., СУХИХ А. А.

Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН,
426067, г. Ижевск, ул. Т. Барамзиной, 34

АННОТАЦИЯ. На основе кинетических кривых электросопротивления $R = f(\tau)$ построены диаграммы изотермического распада остаточного аустенита при переохлаждении легированной низкоуглеродистой стали в интервал минусовых температур до -100°C . Показано, что предварительный отжиг в двухфазной $(\alpha+\gamma)$ -области на устойчивость остаточного аустенита закалки к переохлаждению и изотермическому распаду не влияет.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: мартенситно-стареющая сталь, закалка, отжиг, остаточный аустенит, фазовые превращения, кинетика, изотермические диаграммы распада переохлажденного аустенита, минусовые температуры, электросопротивление.

ВВЕДЕНИЕ

Основным критерием выбора термической обработки широкого класса углеродистых сталей и сплавов являются диаграммы изотермического распада переохлажденного остаточного аустенита ($\gamma_{\text{ост}}$) ДИПА [1, 2]. Характер и кинетика $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в углеродистых сталях зависят от многих факторов, основные из них сформулированы в работе [3].

Исследованиям, посвященным созданию ДИПА в мартенситно-стареющих сталях, в открытой литературе уделено незначительное внимание [4 – 8]. Имеющиеся ДИПА не учитывают влияние режимов предварительной обработки на кинетику протекания $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения при минусовых температурах.

Предварительные режимы перед упрочняющей обработкой рекомендуются при разработке производственных технологий с целью воздействия на внутреннюю структуру материала. В зависимости от вида воздействия достигаются необходимые структурные состояния, позволяющие обеспечивать востребованный промышленностью уровень физических и механических свойств в изделиях.

В качестве предварительной обработки перед закалкой мартенситно-стареющих сталей для обеспечения однородности структуры [9], для улучшения пластичности при изготовлении тонкого листа [10], для повышения надежности и долговечности при работе в условиях Севера [11, 12] используют отжиги.

Особо следует отметить отжиги в $(\alpha+\gamma)$ -области. При нагреве в двухфазную область происходит образование аустенита в результате обратного мартенситного $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения [13, 14], перераспределение легирующих элементов между фазами γ и α в зависимости от температуры и времени выдержки [15], выделение углерода и азота из твердого раствора в виде карбидов, нитридов, карбонитридов [5], а при продолжительных выдержках – частичное удаление диффузионно-подвижного водорода. Образующийся дисперсный аустенит неоднороден по никелю [16]. При охлаждении до комнатной температуры обогащенная его часть с M_n ниже 0°C сохраняется, поэтому исследование остаточного аустенита отжига и его влияние на свойства остаточного аустенита после закалки актуально.

Целью работы было построение изотермических диаграмм распада переохлажденного аустенита отжига, полученного в двухфазной области, и переохлажденного аустенита закалки, сформированного после закалки с предварительным отжигом; оценка температурных интервалов реализации $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращений и характеристик устойчивости остаточного аустенита в холоднокатаной мартенситно-старееющей стали при минусовых температурах.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследование проводили на материале промышленной мартенситно-старееющей стали 08X15H5Д2Т. Исследуемые образцы размером $5 \times 35 \times 0.6$ мм были вырезаны из холоднокатаного листа. Образцы подвергали термической обработке по 3 режимам.

Режим 1: отжиг в двухфазной ($\alpha + \gamma$)-области при 500°C , 50 ч ($\gamma_{\text{ост}} = 12\%$).

Режим 2: отжиг при 500°C , 50 ч + закалка 1050°C , 1 ч ($\gamma_{\text{ост}} = 6\%$).

Режим 3: закалка 1050°C , 1 ч ($\gamma_{\text{ост}} = 5\%$).

Образцы (по одному) помещали в криостат при комнатной температуре, охлаждали азотом до исследуемой температуры T_n (от 0 до -100°C), выдерживали при этой температуре определенное время (τ). Во время выдержки замеряли электросопротивление (R). За начало замера принимали время достижения образцом заданной температуры переохлаждения.

Изотермические диаграммы распада остаточного аустенита строили по кинетическим кривым $R = f(\tau)$ согласно методике [1, 17]. За начало $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения (M_n) принимали время, которому соответствовал момент падения электросопротивления, а за конец $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения (M_k) – момент установления постоянного его значения [17]. Характеристики устойчивости аустенита: температуру переохлаждения (T_n), время инкубационного периода ($\tau_{\text{инк}}$) и период распада ($\tau_{\text{расп}}$) оценивали по положению "носа" С-кривых диаграмм изотермического распада (далее: диаграммы распада).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунке приведены диаграммы распада остаточного аустенита отжига в двухфазной ($\alpha + \gamma$)-области (кривые 1_n-1_k), остаточного аустенита закалки с предварительным отжигом в двухфазной ($\alpha + \gamma$)-области (кривые 2_n-2_k).

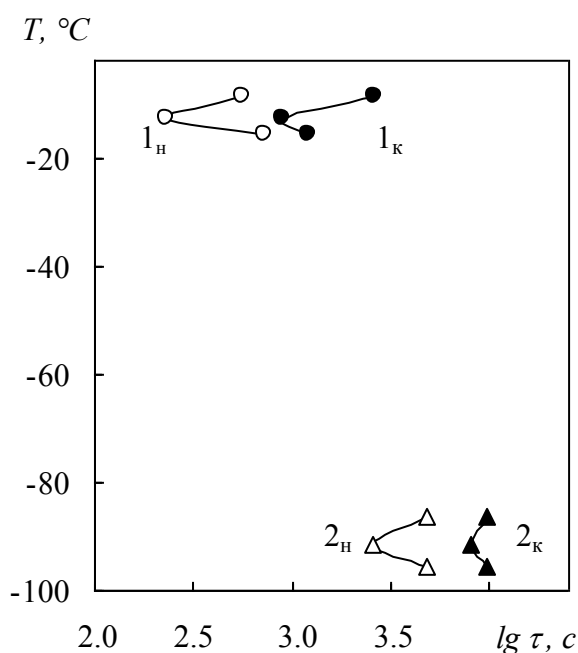


Рис. Изотермические диаграммы распада остаточного аустенита в стали 08X15H5Д2Т при минусовых температурах.
 (1_n-1_k) – режим 1; (2_n-2_k) – режим 2 и 3.
 Кривые 1_n-2_n и 1_k-2_k соответственно начало (M_n) и конец (M_k) $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения

Сравнение С-кривых распада остаточного аустенита отжига и остаточного аустенита после последующей закалки показывает, что характер их почти одинаков с той лишь разницей, что $\gamma_{\text{ост}}$ закалки претерпевает $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение в температурном интервале на ~ 80 градусов ниже, чем $\gamma_{\text{ост}}$ отжига (см. рисунок).

Мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение остаточного аустенита отжига при температуре $500\text{ }^\circ\text{C}$, близкой к критической A_n (режим 1), происходит в интервале температур $(-8 \div -16)\text{ }^\circ\text{C}$ с температурой минимальной устойчивости ("носа" С-кривой) минус $12\text{ }^\circ\text{C}$, при которой продолжительность инкубационного периода составляет 4 мин, а периода распада – 11 мин (рисунок).

Мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение остаточного аустенита закалки с предварительным отжигом реализуется в температурном интервале $(-86 \div -96)\text{ }^\circ\text{C}$. При этом инкубационный период увеличивается более чем в 10 раз, а период распада – более чем в 8 раз (рисунок). Диаграмма распада остаточного аустенита закалки без предварительного отжига в двухфазной $(\alpha+\gamma)$ -области (режим 3) практически полностью повторяет диаграмму распада $\gamma_{\text{ост}}$ закалки с предварительным отжигом в двухфазной $(\alpha+\gamma)$ -области (режим 2), см. рисунок, кривые 2_n-2_k .

Характеристики устойчивости остаточного аустенита после исследованных режимов термической обработки сведены в таблицу. Сравнивая данные таблицы, можно с уверенностью утверждать, что исследуемый режим предварительного отжига перед закалкой не изменяет характеристики устойчивости остаточного аустенита закалки.

Таблица

Влияние режима термической обработки на параметры ДИПА в холоднокатаной мартенситно-старееющей стали 08X15H5Д2Т

№ режима	Режим термической обработки	$T_n, \text{ }^\circ\text{C}$	$\tau_{\text{инк}}, \text{ мин}$	$\tau_{\text{расп}}, \text{ мин}$
1	отжиг $500\text{ }^\circ\text{C}$, 50 ч	-12	4	11
2	отжиг $500\text{ }^\circ\text{C}$, 50 ч + закалка $1050\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч	-92	42	90
3	закалка $1050\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч	-92	42	90

Ранее предполагалось, что обогащенный по никелю остаточный аустенит отжига с M_n ниже $0\text{ }^\circ\text{C}$ при нагреве под закалку практически может создавать области с повышенным содержанием никеля (элемента стабилизирующего аустенит), которые могли бы увеличить устойчивость $\gamma_{\text{ост}}$ закалки. Однако этого не происходит. Следовательно, выдержка в 1 час при температуре $1050\text{ }^\circ\text{C}$ достаточна, чтобы гамма-фаза перед охлаждением при закалке была однородной.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В холоднокатаной мартенситно-старееющей стали 08X15H5Д2Т на основе кинетических кривых электросопротивления построены диаграммы изотермического распада остаточного аустенита отжига в двухфазной $(\alpha+\gamma)$ -области и аналогичные диаграммы распада остаточного аустенита закалки с предварительным отжигом и без него. Определены критические температуры начала M_n и окончания M_k $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в интервале температур $(-0 \div -100)\text{ }^\circ\text{C}$.

Выполнена оценка устойчивости остаточного аустенита к переохлаждению и изотермическому распаду трех режимов: 1) отжиг в двухфазной области (500 °С, 50 ч); 2) отжиг в двухфазной области (500 °С, 50 ч) + закалка (1050 °С, 1 ч); 3) закалка (1050 °С, 1 ч). Установлено, что характеристики устойчивости остаточного аустенита к изотермическому распаду: время инкубационного периода и период распада – режима 2 превышают такие же характеристики режима 1 соответственно в 10 и 8 раз и совпадают с характеристиками режима 3. При этом температура переохлаждения T_n снижается на 80 градусов.

Таким образом, предварительный отжиг в двухфазной ($\alpha+\gamma$)-области не изменяет характер кинетики мартенситного $\gamma\rightarrow\alpha$ -превращения и не влияет на устойчивость остаточного аустенита закалки к изотермическому распаду. Смещение диаграмм распада в интервал более низких температур обусловлено лишь процессами, происходящими при нагреве под закалку, на которые предварительный отжиг по данным резистометрии влияние не оказывает.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Попова Л. Е., Попов А. А. Диаграммы превращения аустенита в сталях и бета-раствора в сплавах титана. М.: Металлургия, 1991. 503 с.
2. Анастасиади Г. П., Кондратьев С. Ю., Малышевский В. А., Сильников М. В. Значение термокинетических диаграмм превращения переохлажденного аустенита для разработки режимов термической обработки ответственных стальных деталей // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2016. № 11(737). С. 16-22.
3. Нуждина Т. В., Чеэрова М. Н., Комарова Т. В. Анализ диаграммы изотермического распада переохлажденного аустенита. Методические указания. Н.Новгород: НГТУ, 2014, 34 с.
4. Махнев Е. С., Гапека Т. М. Кинетика мартенситного превращения в стали 1X15H5AM3 // *Технология легких сплавов*. 1973. № 8. С. 97-98.
5. Махнев Е. С., Гапека Т. М. Исследование кинетики образования карбидов при охлаждении стали ВНС-2УШ // *Технология легких сплавов*. 1972. № 4. С. 114-115.
6. Махнева Т. М., Савченкова С. Ф., Махнев Е. С., Савченкова М. В. Влияние предварительной термической обработки на устойчивость аустенита в стали 08X15H5Д2Т // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2005. № 6(600). С. 17-19.
7. Makhneva T., Dement'yev V., Makarov S. The Influence of Tensile Stresses on the Properties of Reverted Austenite in Nanostructured Steel at Overcooling // *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 11, part 1, pp. 42-45.
8. Makhneva T. M., Dementyev V. B., Makarov S. S. About Impact Strength and Thermal Properties of Steel Melts // *Solid State Phenomena*, 2020, vol. 299, pp. 430-435.
9. Махнев Е. С. Способ термической обработки нержавеющей мартенситно-старееющей стали // А.с. 333204 СССР, 1972.
10. Махнева Т. М. Природа нестабильности уровня ударной вязкости и низкой технологической пластичности при производстве крупногабаритных полуфабрикатов из коррозионно-стойких мартенситно-старееющих сталей, совершенствование технологии их обработки: дисс.... д-ра техн. наук, Ижевск, 2014. 397 с.
11. Сухих Ар. А., Дементьев В. Б., Сухих Ан. А. О причинах высокой прочности остаточного и ревертированного аустенита мартенситно-старееющей стали Н18К9М5Т // *Химическая физика и мезоскопия*. 2008. Т. 10, № 2. С. 200-206.
12. Сухих А. А., Махнева Т. М., Дементьев В. Б. Аустенит в наноструктурированной мартенситно-старееющей стали // *Материаловедение*. 2019. № 1. С. 36-43. <https://doi.org/10.31044/1684-579X-2019-0-1-36-43>
13. Махнев Е. С., Махнева Т. М. Обратное мартенситное превращение в стали ВНС-2УШ // *Мартенситные превращения в металлах и сплавах: сборник докл. межд. конф.* Киев: Наукова Думка, 1979. С. 180-184.
14. Махнева Т. М., Сухих А. А., Дементьев В. Б. Обратное мартенситное $\alpha\rightarrow\gamma$ -превращение в наноструктурированных мартенситно-старееющих сталях // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2017. № 8(746). С. 3-8.

15. Михеев М. Н., Беленкова М. М., Виткалова Р. Н., Махнев Е. С., Гапека Т. М. Изучение $\alpha \leftrightarrow \gamma$ превращений в сталях ВКС-210 и ВНС-2УШ методами термомагнитного структурного анализа // Физика металлов и металловедение. 1979. Т. 47, № 6. С. 1234-1238.

16. Кардонский В. М. Стабилизация аустенита при обратном $\alpha \rightarrow \gamma$ превращении // Физика металлов и металловедение. 1975. Т. 40, № 5. С. 1008-1012.

17. Махнева Т. М., Савченкова С. Ф., Махнев Е. С., Савченкова М. В. Построение диаграмм распада остаточного аустенита в стали мартенситно-аустенитного класса методом резистометрии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2002. Т. 68, вып. 11. С. 33-36.

Isothermal Transformation Diagrams of Retained Austenite Formed after Annealing and Quenching in Maraging Steel

Makhneva T. M., Sukhikh A. A.

Udmurt Federal Research Center, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Izhevsk, Russia

SUMMARY. In the paper, the $\gamma \rightarrow \alpha$ -transformation kinetics in the cold-rolled maraging steel is studied in the temperature range of $(0 \div -100)$ °C. Based on the electrical resistivity kinetic curves $R = f(\tau)$, critical temperatures M_{begin} and M_{end} have been determined, and isothermal transformation diagrams have been constructed for overcooled retained austenite formed during annealing and quenching with preliminary annealing. It is shown that the martensitic $\gamma \rightarrow \alpha$ -transformation of retained austenite formed during annealing in the two-phase ($\alpha + \gamma$)-region at the temperature of 500 °C during 50 h, which is close to the critical temperature A_{begin} , takes place in the temperature range of $(-8 \div -16)$ °C; the temperature of the minimal stability (the “nose” of the C-curve) is -12 °C, at which the incubation period is 4 min and the transformation period is 11 min. The martensitic $\gamma \rightarrow \alpha$ -transformation of retained austenite formed during quenching with preliminary annealing takes place in the temperature range of $(-86 \div -96)$ °C. In this case, the incubation period increases by more than a factor of 10 and the transformation period increases by more than a factor of 8. The maximal shift of the diagrams to the side of low temperatures is ~80 degrees and is not associated with the preliminary annealing influence since the stability characteristics of retained austenite of quenching with preliminary annealing and without it are similar. The shift of the diagrams to the side of low temperatures is due to the processes occurring at heating for quenching, and according to the resistometry results, preliminary annealing does not influence the above processes.

KEYWORDS: maraging steel, quenching, annealing, retained austenite, phase transformations, kinetics, isothermal transformation diagrams of overcooled austenite, sub-zero temperatures, electrical resistivity.

REFERENCES

1. Popova L. E., Popov A. A. *Diagrammy prevrashcheniya austenita v stalyakh i beta-rastvora v splavakh titana*. [Diagrams of the transformation of austenite in steels and beta-solution in titanium alloys]. Moscow: Metallurgiya Publ., 1991. 503 p.

2. Anastasiadi G. P., Kondrat'ev S. Y., Malyshevskii V. A., Sil'nikov M. V. Importance of Thermokinetic Diagrams of Transformation of Supercooled Austenite for Development of Heat Treatment Modes for Critical Steel Parts. *Metal Science and Heat Treatment*, 2017, vol. 58, pp. 656-661. (In Russian). <https://doi.org/10.1007/s11041-017-0074-4>

3. Nuzhdina T. V., Cheerova M. N., Komarova T. V. *Analiz diagrammy izotermicheskogo raspada pereokhlazhdennogo austenita* [Analysis of the diagram of isothermal decomposition of supercooled austenite]. Metodicheskie ukazaniya. N.Novgorod: NSTU Publ., 2014, 34 p.

4. Makhnev E. S., Gapeka T. M. Kinetika martensitnogo prevrashcheniya v stali 1KH15N5AM3 [Kinetics of martensitic transformation in steel 1KH15N5AM3]. *Tekhnologiya legkikh splavov* [Light Alloy Technology], 1973, no. 8, pp. 97-98. (In Russian).

5. Makhnev E. S., Gapeka T. M. Issledovaniye kinetiki obrazovaniya karbidov pri okhlazhdenii stali VNS-2USH [Investigation of the kinetics of carbide formation during cooling of VNS-2USH steel]. *Tekhnologiya legkikh splavov* [Light Alloy Technology], 1972, no. 4, pp. 114-115. (In Russian).

6. Makhneva T. M., Savchenkova S. F., Makhnev E. S., Savchenkova M. V. Effect of preliminary heat treatment on the stability of austenite in steel 08KH15N5D2T. *Metal Science and Heat Treatment*, 2005, vol. 47, no. 5-6, pp. 232-234. (In Russian). <https://doi.org/10.1007/s11041-005-0057-8>
7. Makhneva T., Dement'yev V., Makarov S. The Influence of Tensile Stresses on the Properties of Reverted Austenite in Nanostructured Steel at Overcooling. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 11, part 1, pp. 42-45. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.12.104>
8. Makhneva T. M., Dement'yev V. B., Makarov S. S. About Impact Strength and Thermal Properties of Steel Melts. *Solid State Phenomena*, 2020, vol. 299, pp. 430-435. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.299.430>
9. Makhnev E. S. Sposob termicheskoy obrabotki nerzhavayushchey martensitno-stareyushchey stali [Method of heat treatment of stainless maraging steel]. USSR author's certificate 333204, 1972.
10. Makhneva T. M. Priroda nestabil'nosti urovnya udarnoy vyazkosti i nizkoy tekhnologicheskoy plastichnosti pri proizvodstve krupnogabaritnykh polufabrikatov iz korrozionno-stoykikh martensitno-stareyushchikh staley, sovershenstvovaniye tekhnologii ikh obrabotki [The nature of instability of the impact toughness level and low technological plasticity in the production of large-sized semi-finished products from corrosion-resistant maraging steels, improvement of their processing technology]. Doktor's thesis. Izhevsk, 2014, 397 p. (in Russian).
11. Sukhikh Ar. A., Dement'ev V. B., Sukhikh An. A. O prichinakh vysokoy prochnosti ostatochnogo i revertirovannogo austenita martensitno-stareyushchey stali N18K9M5T [On the reasons of the high strength of residual and reversed austenite of maraging steel N18K9M5T]. *Khimicheskaya fizika i mezoskopiya* [Chemical Physics and Mesoscopy], 2008, vol. 10, no. 2, pp. 200-206. (In Russian).
12. Sukhikh A. A., Makhneva T. M., Dement'ev V. B. Austenite in nanostructured maraging steel. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2019, vol. 10, no. 4, pp. 966-973. (In Russian). <https://doi.org/10.1134/S2075113319040415>
13. Makhnev E. S., Makhneva T. M. Obratnoye martensitnoye prevrashcheniye v stali VNS-2USH [Reverse martensitic transformation in steel VNS-2USH]. *Martensitnyye prevrashcheniya v metallakh i splavakh: sbornik dokl. mezhd. konf.* [Martensitic transformations in metals and alloys: collection of reports. int. conf.]. Kiev: Naukova Dumka Publ., 1979, pp. 180-184.
14. Makhneva T. M., Sukhikh A. A., Dement'ev V. B. Inverse martensitic $\alpha \rightarrow \gamma$ -transformation in nanostructured maraging steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2017, vol. 59, no. 7-8, pp. 473-478. (In Russian). <https://doi.org/10.1007/s11041-017-0174-1>
15. Mikheev M. N., Belenkova M. M., Vitkalova R. N., Makhnev E. S., Gapeka T. M. Izucheniye $\alpha \leftrightarrow \gamma$ prevrashcheniy v stalyakh VKS-210 i VNS-2USH metodami termomagnitnogo strukturnogo analiza [Study of $\alpha \leftrightarrow \gamma$ transformations in steels VKS-210 and VNS-2USH by methods of thermomagnetic structural analysis]. *Fizika metallov i metallovedeniye* [Physica of Metals and Metallography], 1979, vol. 47, no. 6, pp. 1234-1238. (In Russian).
16. Kardonskiy V. M. Stabilizatsiya austenita pri obratnom $\alpha \rightarrow \gamma$ prevrashchenii [Stabilization of austenite in the reverse $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation]. *Fizika metallov i metallovedeniye* [Physica of Metals and Metallography], 1975, vol. 40, no. 5, pp. 1008-1012. (In Russian).
17. Makhneva T. M., Savchenkova S. F., Makhnev E. S., Savchenkova M. V. Postroyeniye diagramm raspada ostatochnogo austenita v stali martensitno-austenitnogo klassa metodom rezistometrii [Plotting a diagram of the decay of retained austenite in martensitic-austenite steel by resistometry]. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov* [Industrial Laboratory. Diagnostics of Materials], 2002, vol. 68, no. 11, pp. 33-36. (In Russian).

Махнева Татьяна Михайловна, доктор технических наук, доцент, главный научный сотрудник Института механики УдмФИЦ УрО РАН, тел. 8(3412) 20 34 66, e-mail: mah@udman.ru

Сухих Аркадий Анатольевич, научный сотрудник Института механики УдмФИЦ УрО РАН, тел. 8(3412) 20 29 25, e-mail: aasukhikh@mail.ru