ВИАМ/2005-204294



Влияние термической обработки на структуру и механические свойства особо высокопрочной коррозионностойкой мартенситно-аустенитной стали

О.А. Банных

В.М. Блинов

А.Б. Шалькевич

М.В. Костина

Н.М. Воскресенская

М.С. Ходыев

Март 2005

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научноисследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационнокосмической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

Статья подготовлена для опубликования в журнале <u>«Металлы»,</u> № 3, 2005 г.

Электронная версия доступна по адресу: <u>www.viam.ru/public</u>

Влияние термической обработки на структуру и механические свойства особо высокопрочной коррозионностойкой мартенситно-аустенитной стали

О.А. Банных¹, В.М. Блинов¹, А.Б. Шалькевич², М.В. Костина¹, Н.М. Воскресенская², М.С. Ходыев³

¹ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, г. Москва ² ФГУП Всероссийский институт авиационных материалов, г. Москва

³ Уральский государственный университет – УПИ, г. Екатеринбург

Исследованы структура фазовый коррозионностойкой U состав легированной азотом мартенситной стали типа Х16АН4М четырех плавок, различающихся малыми добавками легирующих элементов. После закалки от 1090°С, обработки холодом при -70°С и отпуска при 200 и 450°С структура исследованных сталей состоит из пакетного мартенсита и остаточного двух разновидностей: тонких прослоек внутри аустенита пакетов мартенсита и трехмерных фрагментов, а также некоторого количества ультрадисперсных частиц карбонитридов (в основном типа V(C,N)). Температура отпуска в пределах 200–450°С слабо влияет на структурное состояние и механические свойства стали. Наиболее высокая прочность в сочетании с хорошей пластичностью получена после указанной выше термической обработки с отпуском при 450°С ($\sigma_{\rm B}$ =1724, $\sigma_{0.2}$ =1436 МПа, $\delta = 19$ и $\psi = 59\%$). Возможности дальнейшего повышения прочности стали имеются.

Для изготовления высоконагруженных деталей, в том числе деталей техники, требующих высоких авиационной сочетания прочности И перспективны азотсодержащие коррозионностойкие пластичности, хромоникелевые мартенситно-аустенитного класса. Один стали ИЗ недостатков применяющихся в настоящее время сталей мартенситного прочности (о_в<1500 относительно низкий уровень MΠa). _ класса Основными факторами, влияющими на долговечность и надежность деталей указанного назначения, являются содержание и соотношение долей мартенсита и остаточного аустенита в структуре, а также тип, объемная доля и характер распределения избыточных фаз преимущественно в мартенситной матрице. Термическая обработка является инструментом, позволяющим эффективно воздействовать на структуру мартенситных сталей.

Варьируя температурой нагрева под закалку стали 16Х16Н2 от 950 до 1200°С, можно изменять содержание структурных составляющих в широких пределах: мартенсита 85–50%, остаточного аустенита 0–15% и δ-феррита 10–35% [1], а также можно изменять температуру начала мартенситного превращения.

Как показано в работе [2], аналогичное влияние температуры нагрева под закалку на фазовый состав установлено и для азотсодержащей стали 1Х15АН5М3 (ВНС-5). Зависимость температуры мартенситного превращения стали ВНС-5 от температуры аустенитизации согласуется с положением кривых на диаграмме фазового состава. Для высокопрочных сталей типа Х16Н6 установлена зависимость относительного удлинения от температуры начала мартенситного превращения [3]. По данным [3], для обеспечения повышенной пластичности стали (δ≥15%) температура начала мартенситного превращения 60°С.

Для мартенситных высокопрочных сталей необходимо проведение отпуска после закалки. В процессе отпуска происходит не только распад мартенсита с образованием в мартенсите отпуска карбидных или нитридных фаз, но и обратное мартенситное превращение с образованием обедненного элементами внедрения аустенита. Чем выше температура отпуска, тем стабильнее мартенсит отпуска [4], однако с повышением температуры отпуска содержание аустенита увеличивается и при последующем охлаждении большая его доля превращается в мартенсит, приводя к снижению структурной стабильности стали [4].

Высокопрочные коррозионностойкие мартенситные стали типа X16H4Б после ускоренного охлаждения от температуры аустенитизации обладают

повышенной пластичностью, обусловленной значительным содержанием остаточного аустенита в их структуре [4]. Однако для таких сталей, содержащих 0,08–0,12 мас. % С, при замедленном охлаждении от температуры аустенитизации и в процессе отпуска пластичность и коррозионная стойкость снижаются в результате выделения карбидов хрома типа $Cr_{23}C_6$ преимущественно по границам зерен [5].

При низком (менее 0,08%) содержании углерода структура стали на основе X16H4Б после закалки от 1000–1100°С состоит из мартенсита, остаточного аустенита, не растворившихся при нагреве под закалку карбидов ниобия NbC и δ-феррита, который способствует снижению вязкости стали [6, 7]. Образование в низкоуглеродистой стали X16H4Б δ-феррита при его содержании более 15% приводит к анизотропии свойств листов, сортового проката и труб, а также способствует развитию теплового охрупчивания стали при технологических и эксплуатационных нагревах [8].

Введение в такую сталь взамен углерода 0,13% азота позволяет избежать образования δ -феррита и карбидов хрома типа Cr₂₃C₆ и тем самым улучшить комплекс ее механических свойств¹ [9, 10]. Особенностью такой стали (марки 0X16АН4Б) после закалки от 1000°С и отпуска при 400°С в течение 2 ч является незначительность влияния скорости охлаждения из аустенитной области на уровень механических свойств. Так, предел прочности этой стали, предварительно закаленной от 1000°С на воздухе, в воде и в масле, после отпуска при 400°С составляет соответственно 1550, 1590 и 1570 МПа, предел текучести – 1360, 1410 и 1360 МПа, а относительное удлинение – 21, 19 и 20%. Таким образом, сталь 0X16АН4Б обладает хорошим сочетанием высокой прочности и повышенной пластичности после термической обработки по указанным режимам.

Примерно такой же уровень механических свойств достигается для стали 1Х15АН4М3, содержащей 2,5% Мо, после закалки от 1070°С с выдержкой

¹ Нержавеющая сталь: Пат. 2052532 РФ.

40 мин и обработки холодом при -70°С в течение 2 ч с последующим отпуском при 200°С [11].

Анализ приведенных данных показывает, что за основу разработки мартенситно-аустенитной особо высокопрочной стали можно взять сталь типа Х16Н4Б, в которой основное количество углерода заменено азотом, и термическую обработку, состоящую из закалки от 1000°С и отпуска при -400°С.

В настоящей работе ставилось целью обосновать выбор такой стали и исследовать ее структуру и механические свойства после разных режимов термической обработки.

Обоснование выбора состава стали для исследований

Введение в сталь типа X16H4Б не менее 14,0% Сг обусловлено требуемой обеспечением коррозионной стойкости И повышенной растворимости азота. При содержании хрома более 16% и никеля менее 2,5% сталь будет иметь пониженную вязкость при отрицательных температурах изза образования б-феррита и повышения температуры вязкохрупкого перехода. Содержание хрома 16% в сталях с 0,03–0,04% С позволяет получать равновесные содержания азота до 0,15% даже при 4-5% Ni, снижающего растворимость азота. Повышение содержания никеля от 5,5 до ~8% в сталях типа Х16Н6 приводит к увеличению количества остаточного аустенита и тем самым способствует резкому снижению предела текучести (от 950 до 235 МПа). Величина предела прочности также чувствительна к изменению содержания никеля: при повышении содержания никеля от 5,5 до 8% предел прочности снижается с 1350 до 950 МПа. При содержании никеля в такой стали менее 5,5% можно достичь равновесной концентрации азота 0,20%. Получение в стали типа X16H2 такой концентрации азота при сохранении содержания углерода до 0,12% может обеспечить высокую прочность. Если содержание углерода и азота превышает 0,12 и 0,20% соответственно, то удовлетворительные показатели пластичности и ударной вязкости для стали получить трудно из-за образования при тепловых выдержках в большом количестве карбидов хрома типа $Me_{23}C_6$ и нитридов хрома типа Me_2N . Кроме того, в этом случае затруднительно получить беспористый металл из-за ограниченной растворимости азота в стали при кристаллизации.

Марганец при его содержании в стали до 1% полезен для повышения растворимости азота и улучшения ее раскисления. При более высокой концентрации марганца и заданном содержании остальных легирующих элементов доля остаточного аустенита в стали может быть больше 30% и, как следствие, снизится доля мартенсита, упрочняющего сталь.

Добавки 0,1–0,3% ванадия или ниобия обеспечивают получение мелкозернистой структуры, а увеличение их содержания более 0,3% приводит к снижению прочности из-за обеднения твердого раствора азотом в результате образования карбонитридов ванадия.

Введение в сталь 1,0–2,0% Мо позволяет достичь более равномерного распределения частиц карбонитридной фазы, способствующей сдерживанию роста зерна при тепловых выдержках, повышает растворимость азота и стойкость металла сварного шва против образования горячих трещин, коррозионную стойкость.

Базовый состав в отсутствие ванадия и молибдена при минимальном содержании углерода 0,03–0,05% и содержании азота ~0,13% соответствует стали типа 0Х16АН4Б². Этот состав обеспечивает в стали после закалки мартенситную не содержащую δ-феррита структуру с небольшим содержанием (10–15%) остаточного аустенита [12]. Сталь такого состава можно рекомендовать для изделий и конструкций, материал которых должен обладать пределом прочности ~1500–1600 и пределом текучести 1300–1400 МПа.

Сталь, предназначенная для более высоконагруженных конструкций с пределом прочности выше 1700 и пределом текучести выше 1400 МПа, должна содержать повышенное по сравнению с базовым составом количество углерода и азота (и соответственно сниженное количество никеля) и такие карбидо- и нитридообразующие элементы, как ванадий, молибден (обоснование этого приведено ранее).

² См. сноску 1.

При расчетах фазового состава сталей целесообразно использовать полуколичественную структурную диаграмму Я.М. Потака и Е.А. Сагалевич для малоуглеродистых коррозионностойких сталей [13], в которой учтено влияние азота и всех перечисленных элементов на содержание аустенита, мартенсита и феррита в структуре.

Чтобы изменить массовое соотношение фаз остаточного аустенита и мартенсита (в пределах 70–95% М(α) и 30–5% γ_{ост}) и получить сочетание высокой прочности и удовлетворительной пластичности в рамках принятых для диаграммы Потака–Сагалевич ограничений, необходимо иметь следующее:

– величину хромового эквивалента мартенситообразования $Cr_{3\kappa B}^{M}=20$ – [%Cr + 1,5(%Ni) + 0,7(%Si) + 0,75(%Mn) + K_{M} (%C + %N) + 0,6(%Mo) + 1,5(%V) + 0,2(%Cu)] в пределах от -4 до -9,5 (соответственно 5–30% γ_{oct});

– величину хромового эквивалента ферритообразования $Cr_{3KB}^{\Phi} = \%Cr - 1,5(\%Ni) + 2(\%Si) - 0,75(\%Mn) - K_{\Phi}(\%C + \%N) + \%Mo + 1,5(\%V) + 0,9(\%Nb) - 0,5(\%Cu)$ ниже 6 (в структуре в этом случае будет отсутствовать феррит), здесь $K_{M} = 30-35$, $K_{\Phi} = 28-31$ при %C + %N=0,17-0,30.

Расчет по диаграмме Потака–Сагалевич показывает, что для стали 0X16АН4Б с 0,13% N $Cr_{_{3KB}}^{M} \approx -7,8$. При такой величине хромового эквивалента мартенситообразования сталь после закалки должна иметь в структуре помимо мартенсита около 10–14% остаточного аустенита, что хорошо согласуется с экспериментальными данными. Хромовый эквивалент ферритообразования $Cr_{_{3KB}}^{\Phi} \approx 4,1$, т.е. меньше 6, как и требуется по условию. При такой величине $Cr_{_{3KB}}^{\Phi}$ в этой стали в процессе нагрева до температуры аустенитизаци δ -феррит не должен образовываться.

Предел растворимости азота в данной стали можно рассчитать с использованием параметров взаимодействия, полученных Фойхтингером: $lg[N]=-lg[N]_{Fe}-e_N^{Cr}[Cr]-e_N^C[C]-e_N^{Mo}[Mo]-e_N^V[V]-e_N^{Si}[Si]-e_N^{Ni}[Ni]-e_N^{Mn}[Mn]$, где $e_N^{Cr}=-0,048$; $e_N^{Si}=+0,043$; $e_N^C=+0,118$; $e_N^{Mn}=-0,024$; $e_N^{Mo}=-0,013$; $e_N^V=-0,098$; $e_N^{Ni}=+0,011$. Расчет показал, что растворимость азота при максимальном содержании элементов, повышающих и понижающих ее, равна 0,26 и 0,21% соответственно [14].

Таким образом, для коррозионностойкой экономнолегированной стали, способной обеспечить предел прочности более 1700 и предел текучести более 1400 МПа, можно рекомендовать следующий химический состав, мас. %: С 0,08–0,14; N 0,14–0,20; Cr 13,5–16,0; Ni 3–4,5; Mo 1–2,5; V 0,03–0,5; Mn 0,5–1,5; Cu 0,03–0,8; Nb 0,03–0,05; Si 0,1–0,3; Fe и примеси – остальное.

Расчеты с использованием приведенной выше диаграммы показали, что такая сталь не будет иметь в своем составе б-феррита при тепловых выдержках до 1250°С, а содержание остаточного аустенита не будет превышать 20–25%.

С учетом выполненного обоснования выплавили стали трех составов (табл. 1). Из этих сталей были изготовлены образцы для исследования влияния на их структуру и механические свойства следующих режимов термической обработки: закалки в масле после нагрева в течение 1 ч при температурах в интервале 1000–1090°С, обработки холодом 2 ч при -70°С и последующего отпуска продолжительностью 2 ч в интервале температур 200–450°С.

Таблица 1.

Химический состав исследованных сталей

Плавка	Марка стали	Содержание элемента*, мас. %								
		С	N	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	Cu	V
1	09Х16АН3МФ	0,092	0,190	16,30	2,80	0,49	0,18	0,70	—	0,17
2	14Х15АН4МФ	0,140	0,150	14,60	3,80	1,37	0,28	1,00	_	0,50
3	13Х15АН4МФД	0,134	0,145	14,60	3,90	0,45	0,30	1,00	0,5	0,50

* Кроме того, в стали содержится 0,008% S, 0,018% Р и 0,002% Са.

Результаты экспериментов

Исследование микроструктуры сталей после закалки от 1090°С, обработки холодом и последующего отпуска при температурах 200–450°С показало, что их основной структурной составляющей является пакетный мартенсит с остаточным аустенитом в виде островков и тонких прослоек. Следует отметить относительную однородность пакетов мартенсита по величине и распределению, характерную для металла всех изученных плавок.

Оценка среднего размера зерна d_{cp} исходного аустенита сталей пл. 1–3 после закалки от 1030 и 1090°С показала, что он составлял соответственно: пл. $1 - d_{cp}=30$ и 62, пл. $2 - d_{cp}=34$ и 65, пл. $3 - d_{cp}=37$ и 73 мкм. После закалки от 1030 и 1090°С в структуре стали практически отсутствовали крупные частицы карбонитридов. Это является указанием на полное растворение избыточных фаз в результате закалки по принятому режиму. Отпуск при температурах до 450°С не приводит к развитию процесса коагуляции частиц карбонитридов.

Методом сканирующей электронной микроскопии подтверждены результаты световой микроскопии. Локальный рентгеноспектральный анализ, выполненный на разных участках сечения образцов, не показал отличия химического состава микрообъемов от среднего состава сталей по содержанию никеля, молибдена, хрома и ванадия.

Подтверждается наличие в анализируемом объеме дисперсных участков мартенсита и остаточного аустенита в виде тонких (толщиной меньше одного микрометра) прослоек. При анализе практически неизбежен захват пучком электронов (его диаметр составляет ~1 мкм) обеих указанных фаз. Методом сканирующей электронной микроскопии не удалось выявить в образцах, закаленных от 1090°C, наличия дисперсных частиц карбонитридов. В структуре всех закаленных от 1000°C сталей отмечено заметное содержание не растворившихся при нагреве под закалку крупных (~1 мкм) частиц. По данным микрорентгеноспектрального анализа, химический состав данных частиц примерно одинаков: они обогащены хромом, никелем, марганцем, железом и ванадием (табл. 2). По-видимому, такими частицами являются карбонитриды типа (Cr,Mn,Fe,V) $_{23}$ (C,N) $_6$.

Таблица 2.

Влияние закалки от 100°С на содержание легирующих элементов, мас. %, в крупных частицах карбонитридов

Плавка	Si	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo
1	0,23	3,35	55,58	30,61	9,47	0,44	0,31

2	0,26	3,24	58,11	32,01	5,91	0,34	0,15
3	0,15	2,98	55,31	30,34	10,51	0,39	0,32

Результаты ренттеноструктурного исследования металла пл. 1–3 (табл. 3) показали, что повышение содержания хрома в металле пл. 2 по сравнению с металлом пл. 1 и никеля в пл. 3 по сравнению с металлом пл. 2 приводит к увеличению примерно в 2 раза содержания остаточного аустенита и к соответствующему уменьшению содержания мартенсита. Для изученных сталей характерно уменьшение доли остаточного аустенита с повышением температуры отпуска, что иллюстрируется данными для металла пл. 3. Такое изменение содержания аустенита в структуре связано с процессом распада пересыщенного азотом и углеродом γ-твердого раствора.

Таблица 3.

Влияние режима термической обработки (ТС))
на фазовый состав исследованных стале	й

Π_{Tables} Π_{Tables						
Плавка	Температуры, °С, операции ТО			Содержание, %, фазы		
	t _{зак}	t _{охл}	t _{otπ}	α	γ	
1	1000	_	_	76	23	
	1090	-70	400	92	8	
	1090	-70	450	91	9	
2	1000	_	_	78	21	
	1090	-70	400	87	13	
	1090	-70	450	85	15	
3	1000	—	—	54	45	
	1030	-70	400	75	25	
	1090	-70	200	65	35	
	1090	-70	380	68	32	
	1090	-70	400	70	30	
	1090	-70	450	77	23	

Методом просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг была исследована микроструктура сталей пл. *1* и *3* после закалки от 1090°С, обработки холодом и последующего отпуска при 200 и 450°С. Обработка холодом при -70°С и последующий отпуск при 200 и особенно при 450°С приводят к значительным изменениям в субструктуре исследуемых сталей.

Кольцевая электронограмма, снятая в режиме электронографа на просвет с относительно большой площади (диаметром ~1 мм) исследуемых образцов,

дает качественное представление о фазовом составе стали, свидетельствуя о наличии в структуре двух фаз. Сплошные более интенсивные линии соответствуют основной фазе – ОЦК α -мартенситу, а прерывистые, более слабые, рефлексы между линиями мартенсита – остаточному аустениту (γ_{oct}). Каких-либо других линий или отдельных рефлексов других фаз на кольцевой электронограмме не обнаружено. По чисто визуальной оценке интенсивности линий γ_{oct} в процессе просмотра фольг было отмечено, что доля остаточного аустенита в структуре стали пл. *3* несколько больше, чем для пл. *1*. Это предположение подтвердилось в ходе просмотра структуры сталей.

Электронно-микроскопическое исследование показало, что α -артенситная структура в сталях пл. *1* и *3* совершенно идентична и соответствует в основном пакетному α -мартенситу с габитусом ~{111}_{γ} (рис. 1, *a*). Для внутренней структуры α -кристаллов в пакете характерны очень высокая плотность дислокаций, фрагментарное и блочное строение, для разрешения которых требуются относительно большие увеличения, что видно из сравнения рис. 1, *a* и *б*. Не наблюдается также каких-либо выделений на бывших границах аустенитных зерен (см. рис. 1, *a*). Внутри пакетов отмечено высокое содержание α -двойников системы {211}<111> α разных размеров, форм и протяженности (рис. 1, *б*). Часть α -кристаллов не имеет пакетной морфологии, как на рис. 2, *a*, 3, *a*). Эти α -кристаллы «наследуют» дефектность остаточного аустенита (рис. 2, *б*).



Рисунок 1. Структура стали пл. *3* (*a*, около границ бывших аустенитных зерен) и *1* (*б*, двойники {211}<111>_α в пакете α-кристаллов) после закалки от 1090°С, обработки холодом и отпуска при 450°С



Рисунок 2. Структура пакетов α-кристаллов в стали пл. 3 после закалки от 1090°С, обработки холодом и отпуска при 200 (*a*, *b*, *c*) и 450°С (*б*): *a*, *b*, *c* – остаточный аустенит внутри пакетов α-кристаллов; *б* – дефекты аустенита, унаследованные α-мартенситом; *c* – темнопольное изображение участка *b* в рефлексе (200)_γ



Рисунок 3. Остаточный аустенит в стали пл. 3 после закалки от 1090°С, обработки холодом и отпуска при 450 (*a*) и 200°С (δ , *в*): *a* – дислокации и плоские дефекты по {111}_γ в массивных участках остаточного аустенита;

 δ – остаточный аустенит в виде широких прослоек внутри пакета α -кристаллов; e – темнопольное изображение в рефлексе (200)_{γ} Остаточный аустенит в исследованных образцах обнаруживается в виде:

– очень тонких прослоек между α -кристаллами внутри пакета (рис. 2, *в*, *г*);

– достаточно широких прослоек произвольной формы внутри пакета α-кристаллов (рис. 3, *б*, *в*);

– фрагментов, имеющих относительно большие размеры во всех трех измерениях (рис. 2, *a*, 3, *a*).

Наблюдается большое разнообразие форм, размеров и мест расположения таких трехмерных аустенитных фрагментов относительно границ бывших аустенитных зерен и мартенситных пакетов. Так, на рис. 3, *а* участки остаточного аустенита сохранились на стыке пакетов мартенситных кристаллов, на рис. 2, *а* и 3, *б*, *в* видны аустенитные фрагменты разных форм и размеров внутри пакетов α -кристаллов, а на рис. 1, *а* – около границы бывшего аустенитного зерна.

Для субструктуры «трехмерных» аустенитных фрагментов характерно наличие дислокаций и плоских дефектов (дефекты упаковки, γ -двойники) по одной или нескольким плоскостям {111}_{γ}. Иногда на пересечении этих дефектов могут образоваться дисперсные α -кристаллы, что характерно для сталей с низкой энергией дефектов упаковки (см. рис. 3, *a*). В остаточном аустените отсутствуют какие-либо дисперсные выделения фаз.

В α-мартенсите обнаружены выделения нескольких морфологических типов:

1-й тип – относительно крупные выделения иглообразной формы одной или нескольких ориентировок (рис. 4, *в*, *г*). Их длина достигает ~1500 при толщине ~50 нм. Эти выделения распределены в структуре крайне неравномерно, и содержание их невелико;

2-й тип – менее крупные пластинчатые выделения длиной ~300 и шириной ~100 нм. Эти выделения строго ориентированы по определенным кристаллографическим направлениям в мартенсите (рис. 4, *a*, *б*). Распределение их в структуре неравномерное, но их доля в структуре больше, чем выделений первого типа;

3-й тип – очень дисперсные иглообразные выделения (длиной ≤60 и шириной ≤5 нм; рис. 4, *г*). Они распределены в структуре также неравномерно, но выделяются строго по определенным кристаллографическим плоскостям. На рис. 4 их можно видеть на фоне крупных выделений первого типа;

4-й тип – ультрадисперсные (\leq 4 нм) округлые выделения в α -мартенсите. Их удается обнаружить только при больших увеличениях в режиме темнопольного изображения в свете матричного рефлекса (011)_{α}, на который практически накладывается рефлекс (200) выделения. На светлопольных изображениях дислокационной структуры даже при больших увеличениях (рис. 5, *a*) дисперсных выделений не видно, хотя известно, что они зарождаются именно на дефектах кристаллической решетки.



Рисунок 4. Дисперсные выделения в сталях пл. 1 (*а*–*в*) и 3 (*г*) после закалки от 1090°С, обработки холодом и отпуска при 450°С: *а*, *в*, *г* – светлопольные изображения выделений; *б* – темнопольное изображение в рефлексе выделения с участка *а*



Рисунок 5. Микрофотографии кристаллов α-фазы в стали пл. *3* после закалки от 1090°С, обработки холодом и отпуска при 300°С (*a*, дислокационная структура) и 450°С (*б*, в рефлексе (011)_α), темнопольное изображение ультрадисперсных выделений в мартенсите) и микродифракция *c* участка *б* и схема ее расшифровки (*в*)

Слабый дифракционный контраст от ультрадисперсных выделений на светлопольном изображении удается получить только при благоприятной ориентировке фольги, когда контраста от дислокаций практически не видно. При этом на темнопольных изображениях в свете матричного рефлекса типа $(011)_{\alpha}$, который располагается на диффузной линии (200) выделений, хорошо видны эти ультрадисперсные выделения размером не более 40 Å (рис. 5, δ). Плотность их распределения высока и однородна, расстояние между частицами коррелирует с размерами самих частиц (~40 Å). Расшифровка микродифракционной картины на рис. 5, ε и анализ интенсивностей диффузных линий от ультрадисперсных выделений дают основание предположить, что эта фаза является карбонитридом ванадия V(C,N). В остаточном аустените выделений не обнаружено.

В табл. 4 представлены результаты испытаний на растяжение после закалки с захолаживанием и последующего отпуска образцов сталей 1-3. Видно, что наиболее высокие прочностные характеристики (до $\sigma_{\rm B}$ =1724–1753, $\sigma_{0,2}$ =1353–1411 МПа) достигаются у образцов после отпуска при 200°С. Им несколько уступают по пределу прочности (в случае пл. 2 и 3), но превосходят по величине предела текучести и относительного сужения поперечного сечения образцы после отпуска при 450°С.

Таблица 4.

Плавка	<i>t</i> _{отп} , °С	σ	$\sigma_{0,2}$	δ	Ψ
		МПа		%	
1	200	1724	1372	15	42
	380	1656	1339	15	58
	400	1650	1318	15	56
	450	1724	1407	15	54
2	200	1753	1411	14	39
	380	1607	1346	16	56
	400	1604	1346	16	55
	450	1667	1431	16	57
3	200	1750	1353	19	49
	380	1543	1340	16	59
	400	1601	1346	17	58
	450	1647	1436	19	59

Механические свойства исследованных сталей после закалки от 1090°С, охлаждения и отпуска при разных температурах

Обсуждение результатов

Структуры сталей исследованных плавок в максимально упрочненном состоянии качественно сходны. Эти структуры состоят в основном из однотипного пакетного α-мартенсита и остаточного аустенита двух разновидностей: тонких прослоек и трехмерных фрагментов. Содержание остаточного аустенита в структуре стали пл. 3 с повышенным содержанием никеля примерно в 2 раза больше, чем для пл. 1 и 2. В структуре стали пл. 1–3 после закалки от 1000°С присутствуют крупные (1–2 мкм) не растворившиеся при нагреве под закалку частицы, обогащенные хромом, марганцем и ванадием. Эти частицы, по-видимому, являются карбонитридами типа $Me_{23}(C,N)_6$. Они практически полностью растворяются при нагреве до 1030°С. В связи с их растворением повышение температуры нагрева под закалку до 1090°С приводит к значительному росту зерна (до 70 мкм). Обработка холодом образцов сталей изученных плавок, закаленных от 1090°C, способствует дальнейшему распаду остаточного аустенита, образованию новых, более дисперсных α-кристаллов иной морфологии и увеличению плотности дислокаций в остаточном аустените. Отпуск стали при 200°С приводит к началу распада мартенсита, процессам возврата и выделению дисперсных фаз разной морфологии. Идентификация этих фаз требует проведения специальных экспериментов. Основной упрочняющей фазой исследованных сталей является ультрадисперсный карбонитрид ванадия, который выделяется на дислокациях, закрепляет их и стабилизирует субструктуру мартенсита. Отпуск стали при 450°С не приводит к заметному увеличению размеров частиц карбонитридов ванадия и снижению плотности дислокаций. Высокая плотность дислокаций и отсутствие в кристаллах мартенсита субзеренной структуры свидетельствуют о незначительном развитии процессов возврата и полигонизации при таком отпуске и стабильности субструктуры α-мартенсита при температурах до 450°С.

Режим термической обработки, состоящий из закалки от 1090°С, обработки холодом при -70°C и последующего отпуска при 450°C, следует признать оптимальным, как видно из данных табл. 4. После обработки по этому режиму стали исследованных плавок имеют минимальное количество остаточного аустенита И проявляют лучшее сочетание показателей прочности и пластичности, имея вязкий характер разрушения. Следует отметить, что температура отпуска (в изученном температурном интервале) не оказывает заметного влияния на относительное удлинение стали. Выбранный химический состав пл. 1 обеспечивает требуемый уровень прочностных характеристик (предел прочности более 1700, предел текучести более 1400 МПа) после указанной выше обработки. Такое сочетание свойств достигается в результате формирования структуры, представляющей собой мартенсит (75–90%) с высокой плотностью пакетный дислокаций, остаточный аустенит (25–10%) в виде тонких прослоек (толщиной ~0,1 мкм) и трехмерных фрагментов, а также ультрадисперсных (диаметром ~40 Å) частиц V(C,N) округлой формы.

Выводы

Проанализированы особенности влияния легирующих элементов (N, C, Cr, Ni, Mn, Mo, Nb, V) на фазовый состав и структуру коррозионностойких

азотсодержащих мартенситных сталей и определены комплексы и концентрации легирующих элементов, обеспечивающие после закалки и старения заданное соотношение в структуре долей мартенсита и остаточного аустенита (20–25%).

Проведено электронно-микроскопическое исследование сталей трех составов на основе X16AH4M, различающихся наличием дополнительных легирующих элементов (V, Cu). После закалки от 1090°C, обработки холодом при -70°C и отпуска при 200 и 450°C структура этих сталей состоит из пакетного мартенсита и остаточного аустенита двух разновидностей: тонких прослоек внутри пакетов мартенсита и трехмерных фрагментов, а также некоторого количества ультрадисперсных частиц карбонитридов (в основном типа V(C,N)).

Определено, что изменение температуры отпуска в пределах 200–450°С после закалки от 1090°С незначительно влияет на прочность и пластичность стали исследованных составов.

Установлено, что лучшее сочетание прочности и пластичности у исследованных сталей ($\sigma_{\rm B}$ =1724, $\sigma_{0,2}$ =1436 МПа, δ =19, ψ =59%) достигается в результате закалки от 1090°C, обработки холодом при -70°C и отпуска при 450°C.

Полученные результаты позволяют предполагать возможность дальнейшего повышения прочности стали в результате некоторого снижения температуры нагрева под закалку, приводящего к измельчению зерна (после нагрева до 1030°С зерно аустенита имеет размеры в 2 раза меньшие, чем после закалки от 1090°С). Для упрочнения стали также должна быть эффективной холодная пластическая деформация после закалки (например, прокаткой с небольшими суммарными степенями обжатия).

Список литературы:

 Liu Ning, Deng Zhonggang, Huang Menggen. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of martensitic-ferritic stainless steel containing 17%Cr and 2%Ni // Mater. Sci. Technol. 1991. V. 7. Nov. P. 1057–1062.

- Мадянов С.А., Вороненко Б.И., Махнев Е.С., Хаметшин Ш.Х. Некоторые особенности фазовых превращений в высокопрочных нержавеющих сталях 1Х15АН5М3 и 1Х16АН4Б // МиТОМ. 1978. № 12. С. 41–43.
- 3. Потак Я.М., Сачков В.В., Попова Л.С. и др. Нержавеющая сталь X16H6 (CH-2A, ЭП 288) переходного класса с высокой вязкостью // МиТОМ. 1968. № 11. С. 4–7.
- Азбукин В.Г, Башаева Е.Н, Мещерякова Т.Н. и др. Повышение структурной стабильности мартенситной стали с регулируемым α→γ превращением при отпуске // МиТОМ. 1982. № 9. С. 10–13.
- 5. Сабинина Т.Б., Окенко А.П. Исследование условий образования трещин в стали 10Х16НЧБ // МиТОМ. 1967. № 7. С. 33–35.
- 6. Галуненко И.П., Синявина РА., Лобжанидзе Р.Б. и др. Снижение содержания дельтаферрита в стали 1Х16Н4БЮ // МиТОМ. 1972. № 11. С. 73.
- 7. Черняковская С.Г., Красникова С.И., Сулименко А.В. Изменение дельта-феррита в стали 1Х16НЧБ при гомогенизации // МиТОМ. 1972. № 9. С. 66, 67.
- Кольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. М.: МИСиС, 1999. 408 с.
- 9. Костина М.В., Банных О.А., Блинов В.М. Особенности сталей, легированных азотом // МиТОМ. 2000. № 12. С. 3–6.
- Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В. и др. Структура и механические свойства нержавеющей азотсодержащей мартенситной стали типа 0Х16Н4АБ // Металлы. 2000. № 3. С. 64–71.
- 11. Вознесенская Н.М., Изотов В.И., Ульянова Н.В. и др. Структура и свойства высокопрочной нержавеющей стали 1Х15Н4АМ3 // МиТОМ. 1971. № 1. С. 32–35.
- Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В. и др. Структура и механические свойства нержавеющей азотсодержащей мартенситной стали типа 0Х16Н4АБ // Металлы. 2000.
 № 2. С. 64–71.
- 13. Потак Я.М., Сагалевич Е.А. Структурная диаграмма деформируемых нержавеющих сталей // МиТОМ. 1971. № 9. С. 12–16.
- 14. Блинов В.М., Банных О.А., Костина М.В. и др. О влиянии легирования на предельную растворимость азота в коррозионностойких низкоуглеродистых сплавах Fe–Cr–Mn–Ni–Mo // Металлы. 2004. № 4. С. 42–49.