

Нейтроннографическое исследование кинетики низкотемпературного распада мартенсита среднеуглеродистой стали

А. А. Алексеев, С. С. Гончаров

Установлено, что низкотемпературный распад мартенсита в закаленной среднеуглеродистой стали происходит в два этапа, при этом на первом этапе интенсивность распада выше, чем на последующем. Использование метода нейтронной дифракции позволило наглядно выявить две стадии превращения на первом этапе распада мартенсита. Показано, что первая стадия связана преимущественно с сегрегацией углерода на дислокациях, а вторая — с уходом углерода из пересыщенного твердого раствора с образованием дисперсных частиц метастабильных карбидов. Изменение степени тетрагональности решетки мартенсита в процессе вылеживания и низкого отпуска происходит до определенного предела, не зависящего от скорости охлаждения при закалке и температуры отпуска, что связано с установлением относительного равновесия между пересыщенным твердым раствором и мелкодисперсными частицами метастабильного карбида железа. Установлено, что определяющим процессом, приводящим к изменению микротвердости при низкотемпературном распаде мартенсита, является уход углерода из пересыщенного твердого раствора.

Ключевые слова: нейтронная дифракция, скорость охлаждения, низкотемпературный распад мартенсита, вылеживание, микротвердость, содержание углерода.

DOI: 10.30791/1028-978X-2021-6-83-87

Введение

В свежесформованном мартенсите углеродистых сталей заметное развитие получают процессы перераспределения атомов углерода, а также распад пересыщенного твердого раствора. При комнатной температуре перераспределение атомов углерода по междоузлиям заканчивается практически за несколько минут [1, 2]. Наряду с процессами упорядочения происходит диффузия атомов углерода к дислокациям и другим дефектам кристаллического строения. При достаточно длительных выдержках при комнатной температуре распад мартенсита сопровождается образованием высокодисперсных карбидов [1, 3].

В работе [3] было показано, что распад мартенсита при вылеживании или низкотемпературном отпуске разделяется на два этапа со значительно отличающейся интенсивностью снижения микротвердости: на первом этапе распад происходит с

высокой скоростью, которая тем выше, чем больше скорость охлаждения при закалке, на втором этапе — распад резко замедляется. Учитывая, что интервал от момента завершения закалочного охлаждения до начала измерений микротвердости составляет около 1 ч, изменение микротвердости должно быть обусловлено уходом углерода из пересыщенного твердого раствора с сегрегацией его на структурных дефектах и образованием дисперсных частиц метастабильных карбидов.

Цель настоящей работы — нейтроннографический анализ изменения параметров кристаллической решетки мартенсита закаленной среднеуглеродистой стали в ходе вылеживания при комнатной температуре и низкотемпературном отпуске.

Материалы и методики исследования

Объект экспериментального исследования — конструкционная сталь 40X, химический состав

Таблица 1

Химический состав стали

Table

Chemical composition of steel

Содержание элементов, масс. %							
C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	S	P
0,40	0,25	0,64	0,92	0,30	0,30	0,035	0,035

которой представлен в табл. 1. Термическую обработку проводили по режимам, включающим закалку в минеральное масло и 10 %-й водный раствор NaCl (далее масло и соль) и последующее вылеживание при комнатной температуре или отпуск при 90 °С. Температура нагрева под закалку составляла 860 °С, продолжительность изотермической выдержки — 30 мин. Использовали образцы цилиндрической формы диаметром 7 мм и высотой 25 мм, что надежно обеспечивало сквозную прокаливаемость на мартенсит. Для предотвращения образования обезуглероженного слоя во время закаливания проводили химическое меднение образцов. Нагрев под закалку и отпуск осуществляли в лабораторной камерной электропечи СНОЛ-12/12 с программируемым терморегулятором.

Измерения методом нейтронной дифракции по времени пролета выполняли на 6 канале импульсного реактора ИБР-2 в ОИЯИ (г. Дубна). Для определения параметров кристаллической решетки использовали многофункциональный нейтронный спектрометр ДН-2, который является типичным времяпролетным дифрактометром со средним

разрешением по межплоскостному расстоянию. Дифракция имела место по всему объему образца. Свежезакаленные образцы помещали в пучок и вели регистрацию спектров в течение получаса с интервалом в пять минут, затем в течение 4 ч с интервалом в 30 мин, затем каждые сутки. Измерения на образцах, подвергаемых отпуску, проводили через каждый час. Параметры кристаллической решетки мартенсита исследованной стали после закалки определяли по результатам спектрального анализа методом Ритвельда [4] в программе V MRJA, разработанной в лаборатории ЛНФ ОИЯИ. Погрешность расчетного определения параметров решетки мартенсита составила ~ 1 %.

Результаты и обсуждение

Результаты измерений в ходе вылеживания стали после закалки как в соли, так и в масле при комнатной температуре показали, что параметр a кристаллической решетки практически не изменяется ($a = 2,856 \text{ \AA}$), уменьшение степени тетрагональности мартенсита обусловлено только изменением параметра c (от 2,909 \AA через 5 мин после окончания закалочного охлаждения в соли, до 2,886 \AA через 120 ч выдержки). Аналогичный характер изменения степени тетрагональности мартенсита в закаленных углеродистых сталях с содержанием углерода от 0,07 до 0,42 масс. % был установлен в работе [5] рентгенографическим методом.

На рис. 1а, 1б представлена зависимость степени тетрагональности кристаллической решетки мартенсита от времени вылеживания стали 40Х

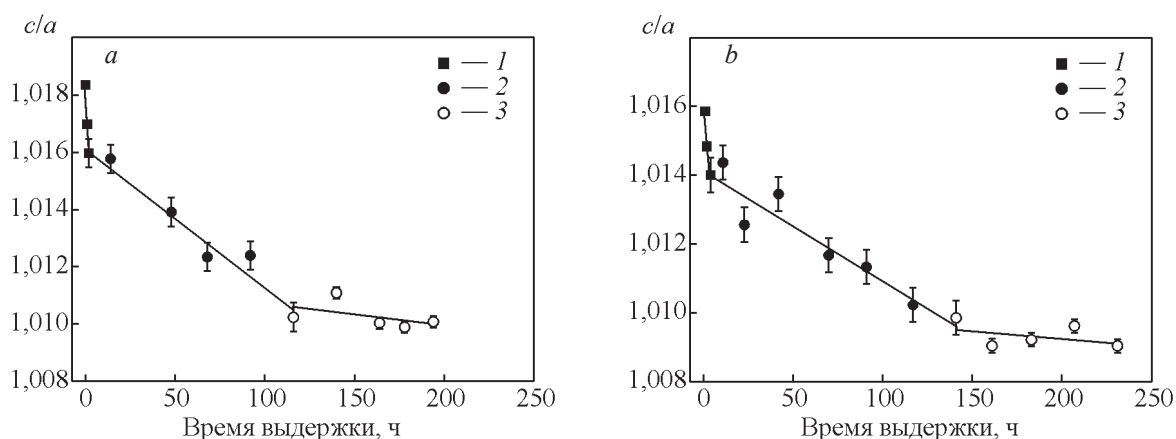


Рис. 1. Зависимость степени тетрагональности от времени выдержки стали 40Х после закалки: а — в соли; б — в масле. 1 — первая стадия распада; 2 — вторая стадия распада; 3 — второй этап распада.

Fig. 1. Dependence of the degree of tetragonality of crystal lattice on the storage time of 40Kh steel after: а — salt-quenching, б — oil-quenching. 1 — the first stage of decomposition; 2 — the second stage of decomposition; 3 — the second step of decomposition.

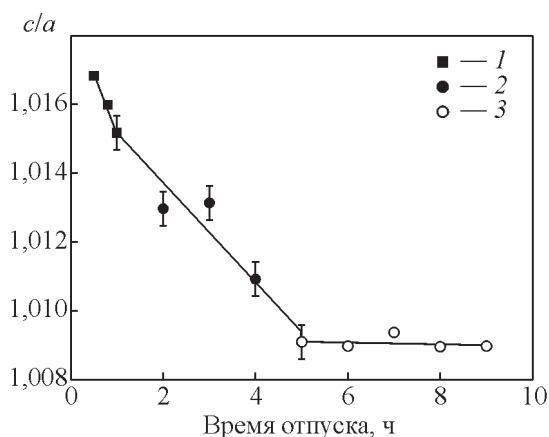


Рис. 2. Зависимость степени тетрагональности от времени отпуска при 90 °С для стали 40Х после закалки в соли. 1 — первая стадия распада; 2 — вторая стадия распада; 3 — второй этап распада.

Fig. 2. Dependence of the degree of tetragonality of crystal lattice of steel on tempering time at 90 °C of 40Kh steel after salt-quenching. 1 — the first stage of decomposition; 2 — the second stage of decomposition; 3 — the second step of decomposition.

при комнатной температуре после закалки в соли и в масле. Видно, что характер изменения степени тетрагональности с течением времени выдержки такой же, как и изменения микротвердости стали [2]. Сокращение времени до первого измерения после окончания закалочного охлаждения с 1 ч (для микротвердости) до 5 мин (для нейтронной дифракции) позволило выделить две стадии превращения на первом этапе распада мартенсита. Первая стадия связана преимущественно с сегрегацией углерода на дислокациях, что хорошо согласуется с данными [6]. После закалки в соли продолжительность первой стадии составила около 2 ч, а в масле — ~ 4 ч, что обусловлено меньшим пересыщением твердого раствора углеродом и меньшей плотностью дислокаций в свежезакаленной стали вследствие более низкой скорости охлаждения при закалке.

Вторая стадия интенсивного снижения степени тетрагональности обусловлена уходом углерода из решетки мартенсита с образованием предвыделений и далее дисперсных выделений промежуточного карбида. Завершение первого этапа распада определяется наступлением относительного равновесия между дисперсными частицами промежуточного карбида и окружающим их пересыщенным твердым раствором [1].

С повышением температуры низкого отпуска до 90 °С увеличивается диффузионная подвиж-

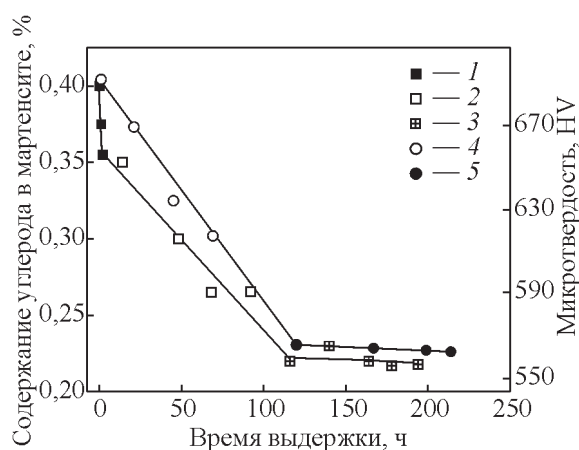


Рис. 3. Зависимости содержания углерода в мартенсита (1 – 3) и микротвердости (4, 5) от времени выдержки для стали 40Х после закалки в соли. 1 — первая стадия распада; 2, 4 — вторая стадия распада; 3, 5 — второй этап распада.

Fig. 3. Dependences of carbon content in martensite (1 – 3) and microhardness (4, 5) on the storage time of 40Kh steel after salt-quenching. 1 — the first stage of decomposition; 2 — the second stage of decomposition; 3 — the second step of decomposition.

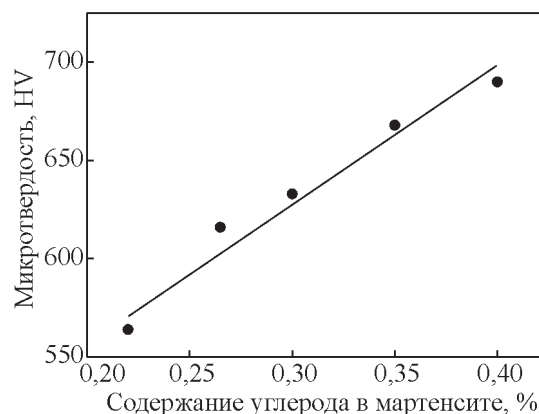


Рис. 4. Зависимость микротвердости от содержания углерода в мартенсита.

Fig. 4. Dependence of the microhardness on the carbon content in martensite.

ность углерода, что приводит к росту интенсивности распада мартенсита (рис. 2) и сокращению вследствие этого продолжительности первого этапа распада. Степень тетрагональности в конце первого этапа одинакова независимо от скорости охлаждения при закалке и температуры отпуска.

Рассчитано содержание углерода в мартенсита [7]

$$\frac{c}{a} = 1 + 0,0467 p,$$

где c/a — степень тетрагональности решетки, p — содержание углерода в мартенсите, %. Построена зависимость содержания углерода в мартенсите от времени выдержки (рис. 3). Сопоставление изменения содержания углерода в решетке мартенсита и микротвердости от времени выдержки показывает, что определяющим процессом, приводящим к изменению микротвердости, является уход углерода из пересыщенного твердого раствора.

Уменьшение содержания углерода в решетке мартенсита за время первого этапа, определенное по данным изменения степени тетрагональности, после закалки, как в соли, так и в масле составило около 0,2 % (на первую стадию распада приходится ~ 0,05 %, а на вторую — ~ 0,15 % С).

По результатам измерений построена зависимость микротвердости от содержания углерода в мартенсите (рис. 4).

Видно, что с увеличением содержания углерода в мартенсите микротвердость стали повышается. Эта зависимость достаточно хорошо аппроксимируется линейной функцией.

Выводы

1. Низкотемпературный распад мартенсита в закаленной среднеуглеродистой стали происходит в два этапа, при этом на первом этапе интенсивность распада значительно выше, чем на последующем. Сокращение времени до первого измерения при использовании метода нейтронной дифракции после окончания закалочного охлаждения до 5 мин (по сравнению с методом микротвердости) позволило наглядно выявить две стадии превращения на первом этапе распада мартенсита. Первая стадия (после закалки в соли продолжается около 2 ч, а в масле — около 4 ч), очевидно, связана преимущественно с сегрегацией углерода на дислокациях, а вторая — с уходом углерода из пересыщенного твердого раствора с образованием дисперсных частиц метастабильных карбидов.

Увеличение скорости охлаждения при закалке способствует повышению интенсивности и уменьшению продолжительности стадии низкотемпературного распада мартенсита, связанной с сегрегацией углерода на дислокациях, вследствие большей степени пересыщения твердого раствора углеродом и более высокой плотностью дислокаций в структуре свежезакаленной стали.

3. Первый этап распада заканчивается при одинаковых значениях степени тетрагональности решетки мартенсита и микротвердости стали независимо от скорости охлаждения при закалке и

температуры последующего отпуска. При этом лимитирующим звеном процессов, приводящих к изменению микротвердости при низкотемпературном распаде мартенсита среднеуглеродистой стали, является диффузионный уход углерода из пересыщенного твердого раствора.

Литература

1. Смирнов М.А., Счастливцев В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. Екатеринбург: УрО РАН, 1999, 488 с.
2. Лысак Л.И., Николин Б.И. Физические основы термической обработки стали. Харьков: Техника, 1975, 304 с.
3. Бернштейн М.Л., Капуткина Л.М., Прокошкин С.Д. Отпуск стали. М.: МИСИС, 1997, 336 с.
4. Алексеев А.А., Гринберг Е.М. Влияние скорости охлаждения при закалке на кинетику низкотемпературного распада мартенсита среднеуглеродистой стали. ФММ, 2014, т. 115, № 10, с. 1086 – 1089.
5. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. Journal of applied crystallography, 1969, v. 2, pp. 65 – 71.
6. Брусиловский Б.А. Структурное состояние мартенсита в закаленных малоуглеродистых сталях. ФММ, 2000, т. 89, вып. 4, с. 64 – 89.
7. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. М.: Наука, 1977, 236 с.
8. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС, 2002, 360 с.

References

1. Smirnov M.A., Schastlivtsev V.M., Zhuravlev L.G. *Osnovy termicheskoi obrabotki stali* [Fundamentals of heat treatment of steel]. Yekaterinburg, UrO RAN Publ., 1999, 488 p.
2. Lysak L.I., Nikolin B.I. *Fizicheskie osnovy termicheskoi obrabotki stali* [Physical fundamentals of heat treatment of steel]. Kharkiv, Tekhnika Publ., 1975, 304 p.
3. Bernshtein M.L., Kaputkina L.M., Prokoshkin S.D. *Otpusk stali* [Tempering of steel]. Moscow, MISIS Publ., 1997, 336 p.
4. Alekseev A.A., Grinberg E.M. Effect of cooling rate upon hardening on the kinetics of low-temperature decomposition of martensite in medium-carbon steel. The physics of metals and metallography, 2014, vol. 115, no. 10, pp. 1023 – 1026.
5. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. Journal of applied crystallography, 1969, vol. 2, pp. 65 – 71.
6. Brusilovskii B.A. *Strukturnoe sostoyanie martensita v zakalennykh malougle-rodistykh stalyakh* [Structural state of martensite in hardened low-carbon steels]. *Fizika metallov i metallovedeniye — The Physics*

- of *Metals and Metallography*, 2000, vol. 89, no. 4, pp. 64 – 89.
7. Kurdyumov G.V., Utevskii L.M., Entin R.I. *Prevrashcheniya v zheleze i stali* [Transformations in iron and steel]. Moscow, Nauka, 1977, 236 p.
8. Gorelik S.S., Rastorguev L.N., Skakov Yu.A. *Rentgenograficheskii i elektron-no-opticheskii analiz* [X-Ray and Electron-Optical Analysis]. Moscow, MISIS Publ., 2002, 360 p.

*Статья поступила в редакцию — 28.09.2020 г.
после доработки — 12.10.2020 г.
принята к публикации — 13.10.2020 г.*

Алексеев Антон Анатольевич — Тульский государственный университет (300012, Тула, Проспект Ленина, 92), аспирант, специалист в области физики процессов и структурных превращений в металлах и сплавах. E-mail: ant.suv-tula@mail.ru.

Гончаров Сергей Стефанович — Тульский государственный университет (300012, Тула, Проспект Ленина, 92), кандидат технических наук, доцент, специалист в области рентгенографических методов исследований материалов. E-mail: gss160153@yandex.ru.

Neutron diffraction study of the kinetics of low-temperature martensite decomposition in medium-carbon steel

A. A. Alekseev, S. S. Goncharov

It is found that the low-temperature decomposition of martensite in quenched medium-carbon steel occurs in two stages. In the first stage, the rate of decomposition is higher than that in the subsequent stage. Application of the neutron diffraction method allows the identification of two stages of transformation in the first stage of martensite decomposition. It is shown that the first stage is associated predominantly with carbon segregation at dislocations, and the second, with the outdiffusion of carbon from the supersaturated solid solution with the formation of dispersed particles of metastable carbides. It is shown that the change in the concentration of carbon and, accordingly, the degree of tetragonal lattice of martensite at aging and low tempering occurs to a certain limit, independent of the cooling rate during quenching and tempering temperature. This is due to the establishment of a relative equilibrium between a supersaturated solid solution and fine particles of metastable iron carbide. It is found that the determining process, which leads to a change in the microhardness the low-temperature decomposition, is the out diffusion of carbon from the supersaturated solid solution.

Keywords: neutron diffraction, cooling rate, low-temperature martensite decomposition, aging, microhardness, carbon content

Alekseev Anton — Tula State University (Tula, 300012, Russia, pr. Lenina 92), post graduate student, specialist in the field of physics of processes and structural transformations in metals and alloys. E-mail: ant.suv-tula@mail.ru.

Goncharov Sergey — Tula State University (Tula, 300012, Russia, pr. Lenina 92), PhD (Eng), associate professor, specialist in the field of X-ray methods of materials research. E-mail: gss160153@yandex.ru.