

УДК 669.15-194.2:621.785.6

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДЛИТЕЛЬНОСТИ НАГРЕВА ПОД ЗАКАЛКУ И СКОРОСТИ ОХЛАЖДЕНИЯ НА СТРУКТУРУ И ТВЕРДОСТЬ СТАЛЕЙ Fe-13%Cr, ЛЕГИРОВАННЫХ АЗОТОМ¹

©2024 г. М.В. Костина^{1*,2*}, А.Э. Кудряшов^{1*}, И.В. Спицина^{1*},
Р.С. Федорцов^{1*}, В.С. Костина^{1*}

^{1*}ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
(ИМЕТ РАН), Москва

E-mail: mvk@imet.ac.ru

^{2*}ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ), Москва

Поступила в редакцию 14 декабря 2023 г.

После доработки 27 февраля 2024 г. принята к публикации 5 марта 2024 г.

Исследованы микроструктура, фазовый состав и твердость трех модельных азотсодержащих сталей 13Cr-(0,02—0,2)C-(0,09—0,14)N с разными содержаниями углерода и азота, в том числе микролегированных ванадием и ниобием, в состоянии после горячей пластической деформации прокаткой с последующей закалкой от разных температур. Проанализировано влияние скорости охлаждения при закалке (в воду, в масло, на воздухе) и влияние длительности выдержки при нагреве под закалку в интервале температур 900—1150 °C на структурно-фазовое состояние и твердость сталей. Результаты сопоставлены между собой (оценка влияния содержания C, N, V, Nb) и с литературными данными исследований сталей системы 13Cr-(0,14—0,5)C-(0—0,08)N после закалки по нескольким режимам. Выявлены особенности влияния содержания элементов карбидо- и нитридообразователей и вариаций режимов закалки на рост размера зерна при нагреве и образование остаточного аустенита, прирост и снижение твердости. Подтвержден ранее наблюдавшийся на сталях системы 13Cr-(0,14—0,5)C эффект влияния скорости охлаждения при закалке на положение максимума твердости на температурной шкале у двух изученных мартенситных сталей и показано, что ферритно-мартенситная сталь с содержанием ~40% феррита нечувствительна к скорости охлаждения. Предложены (по критериям размера зерна, твердости, отсутствия цепочек частиц избыточных фаз по границам зерен, отсутствию трещин при закалке) режимы закалки (температура, длительность выдержки, среда охлаждения) для трех азотсодержащих сталей (мартенситно-ферритная Cr-C-N-V и две мартенситные стали Cr-C-N-V/(V+Nb)).

Ключевые слова: коррозионно-стойкая сталь; азот; мартенсит; феррит; нагрев; закалка; скорость охлаждения; твердость.

Легирование азотом повышает у коррозионно-стойких сталей прочностные свойства, стабилизирует аустенит, подавляя образование феррита и σ -фазы, позволяет заменить карбиды $Me_{23}C_6$ нитридами MeX , повышает стойкость к коррозии и износу [1—7]. Его введение в полностью ферритные стали невозможно, ограничено возможно в мартенситные стали, а лучший эффект достигается для сталей аустенитного класса. Это обусловлено типом их кристаллических решеток (ОЦК, ОЦТ и ГЦК). Усвоение азота тверды-

ми растворами на основе железа повышается в случае легирования их хромом, марганцем, молибденом, ванадием, ниобием, тогда как углерод, кремний, никель снижают его [8]. Как отмечал М. Speidel [4], за частую единственная цель легирования коррозионно-стойких сталей дорогостоящим никелем — стабилизация в них аустенита. К наиболее недорогим из коррозионно-стойких относятся мартенситные стали² системы 13%Cr-C, прочностные свойства которых определяются процессами выделения и растворения кар-

¹Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №22-23-01036.

²Здесь и далее в статье содержание элементов в стали в мас. %.

бидов при термической обработке. Растворимость азота в них невелика [9—11]. Поэтому, если для легированных марганцем аустенитных сталей возможна высокая степень замещения углерода азотом при сохранении аустенитной структуры, что благотворно влияет на их коррозионную стойкость и прочностные характеристики [12—14], то вопрос о возможности эффективного легирования азотом сталей 13% Cr-C,N для обеспечения у них хорошего комплекса свойств остается открытым. Повышение в них содержания азота при выплавке и кристаллизации под высоким давлением азота возможно [15], однако структура такой стали со сверхравновесной концентрацией азота из-за «перенапряженной» азотом кристаллической решетки мартенсита не реализует высокопрочное состояние, ее разрушение при растяжении происходит сразу на выходе из упругой области деформации.

Данная публикация — продолжение работ по материалам выполненных нами ранее исследований структуры и твердости трех модельных сталей на основе 13% Cr с разными содержаниями углерода и азота, в том числе микролегированных ванадием и ниобием (13% Cr-C,N-V,Nb), выплавленных при атмосферном давлении азота [16, 17]. При этом в исследовании [16] получены сведения о расчетном фазовом составе, температурах A_{c1} и A_{c3} , предварительно оценены температуры растворения при нагреве избыточных фаз в аустените. Традиционные стали 13% Cr-C закалывают на мартенсит из аустенитной области и подвергают последующему низкому, либо высокому отпуску [18]. Соответственно в работе [17] исследовали влияние температуры нагрева под закалку в масло металла этих же плавок на их структурно-фазовое состояние и твердость. Было показано, что обусловленный растворением

в аустените частиц избыточных фаз прирост твердости сталей 13% Cr-C,N-V,Nb существенно выше, чем у традиционных мартенситных сталей 13% Cr-C; максимум твердости достигается после более низких температур нагрева под закалку. Высокий уровень твердости в сочетании со структурой, в которой отсутствуют цепочки карбидов или (карбо)нитридов по границам бывших аустенитных зерен, у них обеспечивается после закалки в масло с температур от 1000 до 1100 °С. При этом появление трещин после ряда закалок выявило необходимость оптимизации режимов данной термической обработки. С учетом изложенного данная работа выполнялась с целью оценки влияния параметров «длительность выдержки при нагреве под закалку» и «скорость охлаждения при закалке» на структурно-фазовое состояние сталей 13% Cr-C,N-V,Nb.

Материал и методика исследования.

Материал. Плавки экспериментальных сталей Fe-13% Cr-C,N (табл. 1) проведены в лабораторной открытой индукционной печи. Слитки стали после отрезания донной и избыточной частей подвергали отжигу при ~1200 °С (охлаждение с печью). Их деформировали ковкой при 1175—1000 °С (охлаждение на воздухе). Далее после нагрева до 1150 °С поковки прокатывали на полосы толщиной 14—15 и шириной 80—90 мм.

Из горячекатаного металла вырезали образцы для экспериментов по изучению влияния разных скоростей закалки и длительностей нагрева под закалку. Поскольку данные [16, 17] показали, что структура сталей плавок 1, 2 и 4 представляет собой мартенсит отпуска (полный распад на феррит и фазы карбидов, нитридов, карбонитридов), нагревы проводили в интервале температур от 900 до 1150 °С с шагом в 50 °С. В данной работе проведено сравнение вариантов закал-

Таблица 1

Химический состав исследованных сталей (Fe — основа)

Плавка*	Содержание элемента, %											
	C	N	Cr	Mn	Si	Mo	V	Nb	S	P	O	C + N
1	0,025	0,104	13,29	1,71	0,40	0,02	0,26	0,01	0,0060	0,004	0,0106	0,129
2	0,165	0,099	13,39	1,60	0,43	0,03	0,27	0,01	0,0069	0,004	0,0156	0,264
4	0,219	0,103	13,34	1,71	0,46	0,52	0,26	0,09	0,0055	0,005	0,0055	0,322

*Нумерация плавок та же, что в первой статье на данную тему (см. [16]).

ки в трех традиционных средах (вода, масло, воздух)³ с выдержкой при нагреве 20 мин. Металл образцов плавки 1, содержащий кроме мартенсита пластичный феррит [17], был закален в масло и в воду; металл мартенситных сталей [17] плавки 2 и 4 закаливали на воздухе (нормализация) и в масло. Для оценки влияния длительности нагрева под закалку были выбраны выдержки в течение 20, 40 и 60 мин.

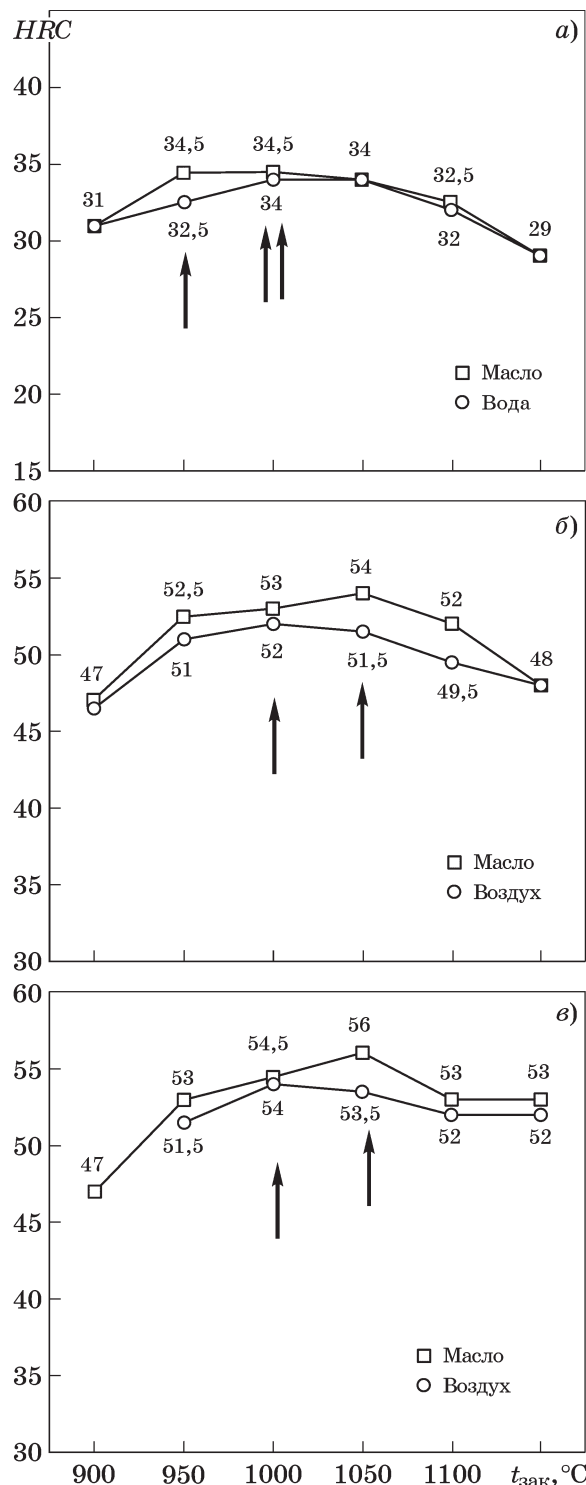
Методы исследования. Шлифы приготавливали полировкой на шлифовальной бумаге (автоматическая шлифовальная машина Saphir 250) и на сукне с алмазной эмульсией. Микроструктуру шлифов выявляли химическим травлением (раствор: 3 ч. HCl + 1 ч. HNO₃ + 1 ч. глицерина) и исследовали на световом микроскопе Olympus GX51.

Твердость измеряли по Роквеллу согласно ГОСТ ИСО 6508—86 под нагрузкой 1,5 кН (150 кгс). Число отпечатков составляло не менее 10 на образец.

При проведении рентгеновского фазового анализа⁴ съемку дифрактограмм осуществляли на образцах размером 10×10×8 мм, предварительно подвергнутых шлифовке и последующей электрополировке. Для съемки в атмосферной среде использовали 2θ-горизонтальный рентгеновский дифрактометр HZG 4 и β-фильтрованное кобальтовое излучение. Спектры обрабатывали с помощью стандартного программного обеспечения дифрактометра. Идентификацию кристаллических фаз проводили по базе данных порошковых дифрактограмм ICDD 2004 г. Параметры съемки были следующие: радиус гониометра 185 мм, скорость съемки 2°/мин, шаг 0,02°; спектры записывались в режиме непрерывного сканирования с ускоряющим напряжением 35 кВ и силой тока накала 20 мА.

Результаты исследований. Оценка влияния скорости заковки на структуру и твердость сталей. Для мартенситных сталей очень важен выбор скорости охлаждения из аустенитной области высокотемпера-

турного нагрева. Чем выше скорость охлаждения, тем лучше фиксируется состояние твердого раствора, насыщенного атомами элементов внедрения. При низкой скорости ох-



Фиг. 1. Влияние скорости охлаждения в разных средах от температуры в интервале 900—1150 °C (выдержка при температуре нагрева 20 мин) на твердость сталей плавки 1 (а), 2 (б) и 4 (в). Стрелками отмечены пики твердости при разных скоростях охлаждения

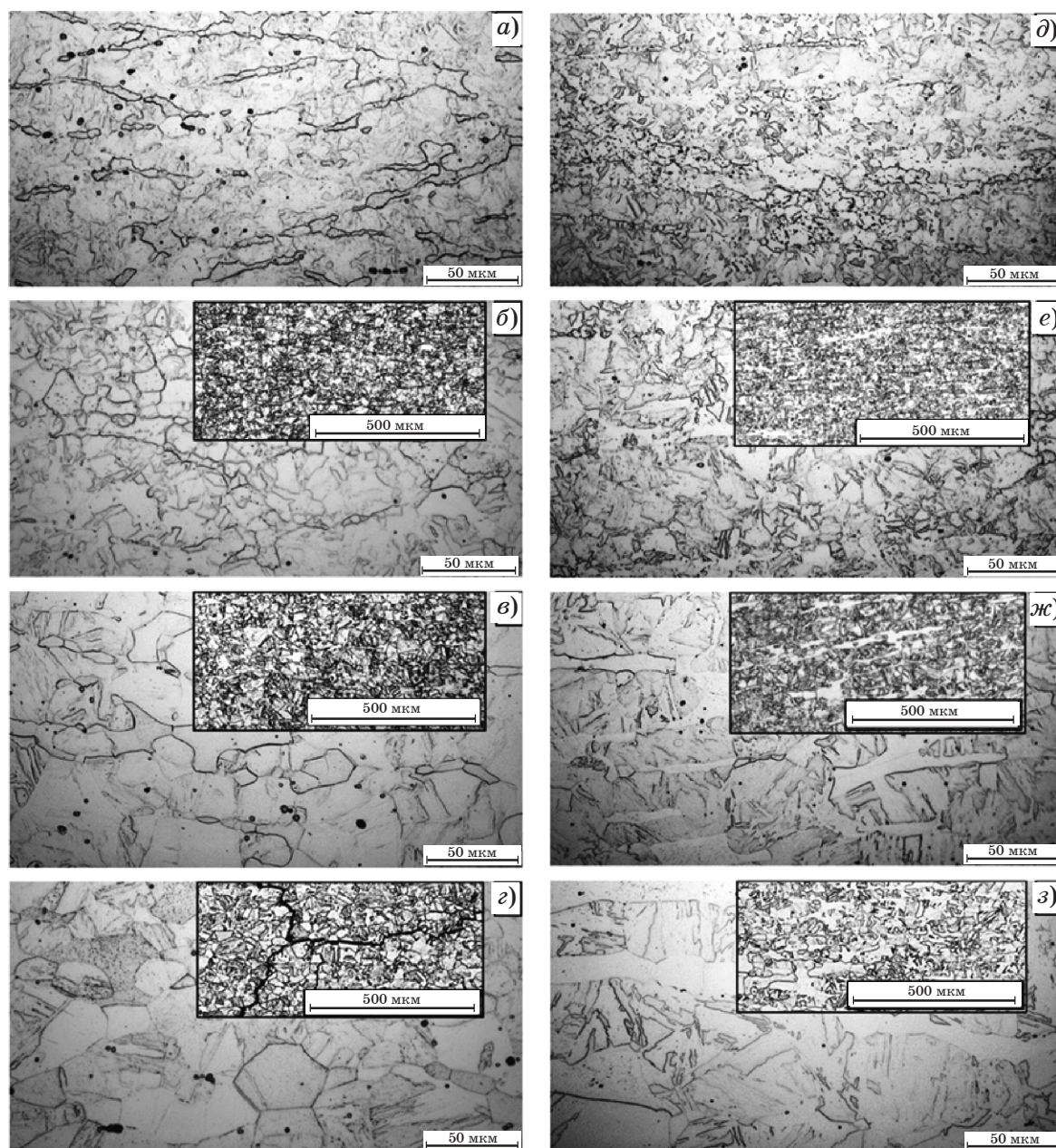
³Результаты эксперимента по закалке в масло получены ранее [17], поэтому в данной работе они использованы для сравнения.

⁴Авторы выражают благодарность канд. техн. наук А.А. Ашмарину за проведение рентгеноструктурного микроанализа.

лаждения крупногабаритных заготовок возможна реализация в некоторой степени процессов выделения частиц с участием углерода и азота. В то же время при очень высокой скорости закалки возможно растрескивание материала со структурой высокопрочного мартенсита из-за высоких внутренних напряжений. Наиболее скоростной из традиционных термических обработок является закалка в воду ($600\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$), более медленное охлаждение происходит при закалке в масло ($\sim 150\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$) и самой медленной является закалка на воздухе ($\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{с}$). Охлаждение

с печью не может быть закалкой, так как при этом металл достаточно долго находится в интервале температур распада твердого раствора. Существуют также варианты охлаждения в водно-воздушной смеси, в соляном расплаве, в жидком азоте.

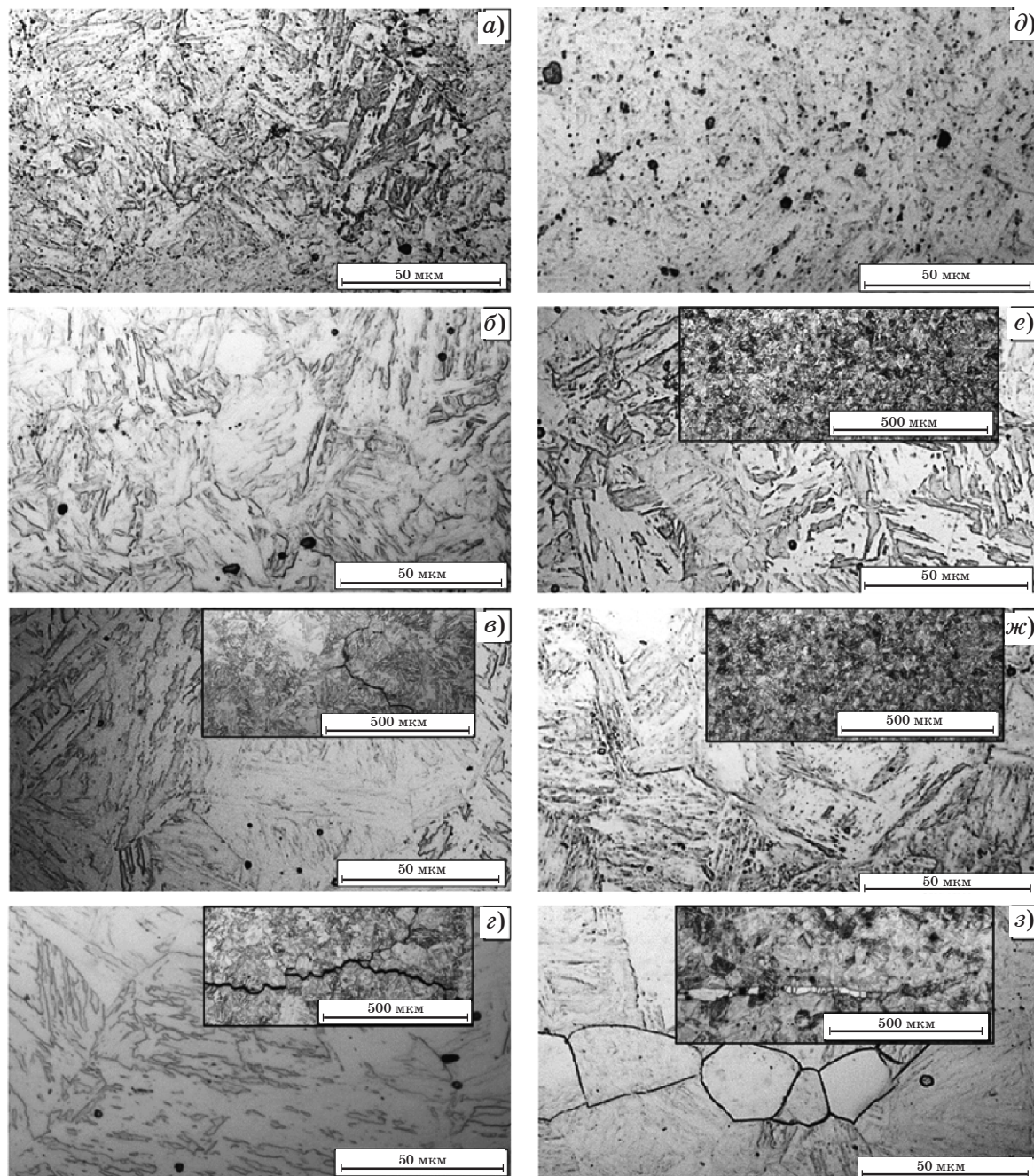
Результаты измерений твердости после закалки с разной скоростью сталей плавки 1, 2 и 4 представлены на фиг. 1. Ферритно-мартенситная сталь плавки 1 проявила низкую чувствительность к скорости охлаждения (фиг. 1, а). У мартенситных сталей плавки 2 и 4 в интервале температур нагрева



Фиг. 2. Ферритно-мартенситные микроструктуры образцов стали плавки 1, закаленных в воду (левая колонка, а—г) и в масло (правая колонка, д—з) после выдержки 20 мин при температуре нагрева, $^{\circ}\text{C}$: а, д — 950; б, е — 1000; в, ж — 1050; г, з — 1150

под закалку 950—1100 °С более высокой твердостью характеризуются образцы, закаленные с более высокой скоростью, т.е. в масло (фиг. 1, б, в). Пик твердости при закалке в масло достигается у них после нагрева при 1050 °С. Примечательно, что при снижении скорости охлаждения на воздухе максимум твердости стали не только ниже по абсолютной величине, но и достигается после более низкой температуры нагрева (1000 °С).

Сравнение микроструктур закаленных в воду и в масло образцов ферритно-мартенситной стали плавки 1 (фиг. 2) показывает, что образцы, закаленные в воду от температур 1000 и 1050 °С, находились в стадии рекристаллизации, а после закалки от 1150 °С получена равноосная рекристаллизованная структура, в которой не прослеживается текстура прокатки (фиг. 2, б—г). Однако в металле после закалки в воду от 1150 °С из-за возникших внутренних напряжений появи-

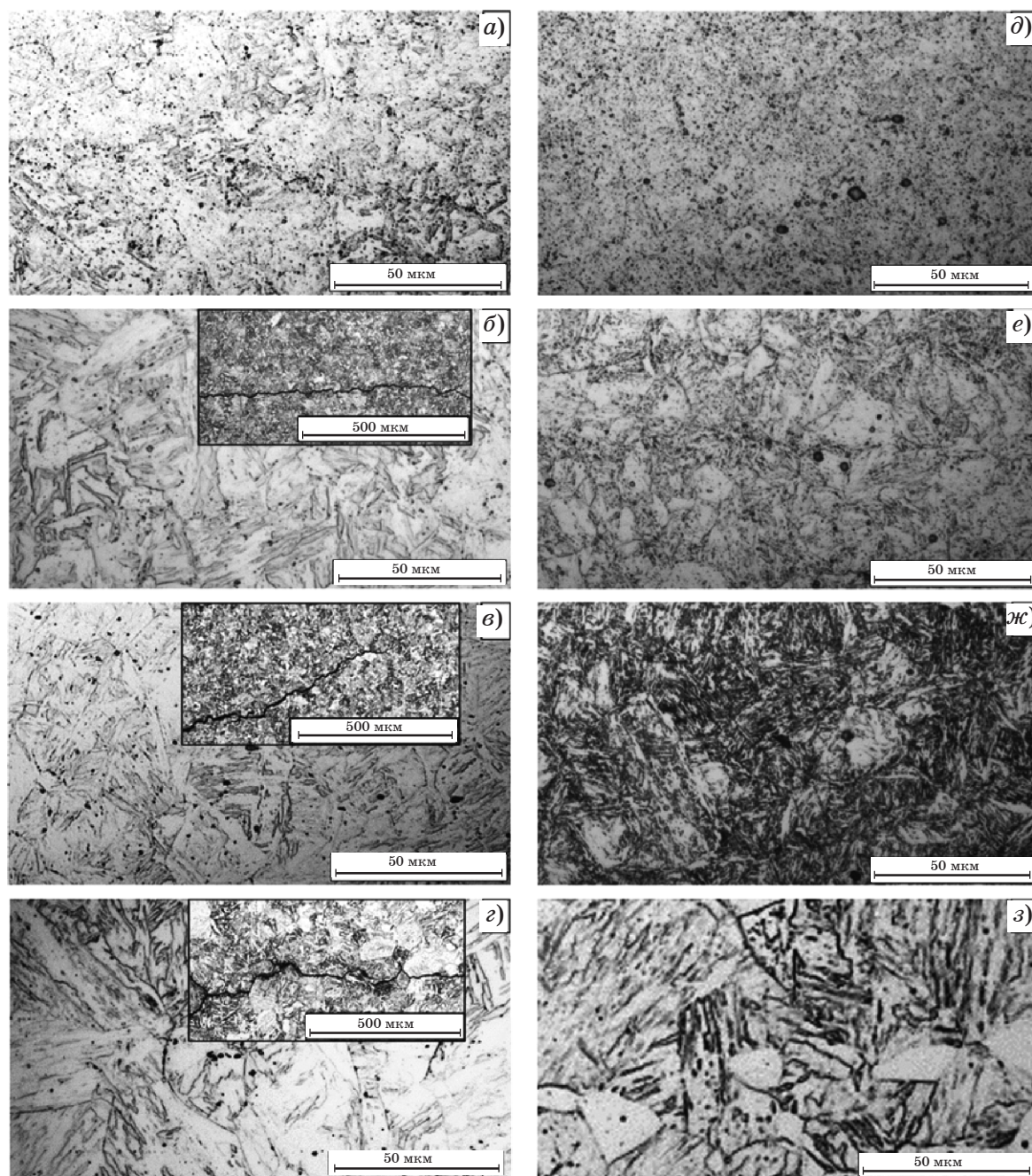


Фиг. 3. Мартенситные микроструктуры образцов стали плавки 2, закаленных в масло (левая колонка, а—г) и на воздухе (правая колонка, д—з) после выдержки 20 мин при температуре нагрева, °С: а, д — 950; б, е — 1000; в, ж — 1100; г, з — 1150

лись трещины (см. врезку на фиг. 2, *з*). В структуре стали плавки 1, закаленной в масло, признаки текстуры деформации сохраняются после нагрева как при 1050, так и при 1150 °С (фиг. 2, *е—з*). Результаты этого эксперимента показали, что сталь плавки 1 может закаливаться в воду от температур ниже 1150 °С без образования трещин. В отношении аустенитизации при разных температурах, проводимой в течение 20 мин перед закалками в воду и в масло, можно заметить,

что по виду микроструктуры и по значениям твердости для этой стали более предпочтительна закалка в масло от 950 °С. Металл после этой обработки по сравнению с закалкой в воду от этой же температуры имеет более дисперсную структуру (см. фиг. 2) и несколько более высокую твердость (*HRC* 34,5 против 32,5, фиг. 1, *а*).

Исследование структур стали плавки 2, закаленной в масло и на воздухе, позволило выявить некоторые закономерности:



Фиг. 4. Мартенситные микроструктуры образцов стали плавки 4, закаленных в масло (левая колонка, *а—з*) и на воздухе (правая колонка, *д—з*) после выдержки 20 мин при температуре нагрева, °С: *а, д* — 950; *б, е* — 1000; *в, ж* — 1050; *з, з* — 1150

• после закалки с температуры нагрева 950 °С в масло металл имеет типично мартенситную структуру (фиг. 3, а), а при охлаждении на воздухе формируется структура, похожая на мартенсит отпуска (фиг. 3, д), хотя его твердость отвечает твердости мартенсита (см. фиг. 1, б). В обоих случаях металл характеризуется наличием заметного количества частиц избыточных фаз по границам бывших аустенитных зерен;

• структуры образцов металла, закаленных в масло и на воздухе от 1000 °С, различаются мало, характеризуются крупнопластинчатым мартенситом с размером зерен от 15 до 60 мкм (фиг. 3, б, е). Выделений частиц избыточных фаз не наблюдается, микротрещины и трещины отсутствуют. В стали, закаленной в масло, в некоторых участках сохраняются признаки текстуры деформации (см. врезку на фиг. 3, б);

• после закалки в масло от 1050 °С и тем более после закалки от более высоких температур в стали наблюдаются трещины (фиг. 3, в, з). При охлаждении на воздухе сохраняется структура без трещин (фиг. 3, ж, з). В случае более высокотемпературных нагревов (1100 и особенно 1150 °С) перед закалками обоих видов формируются крупнозернистые структуры. В том числе после охлаждения на воздухе от 1100 °С размер зерна мартенсита составил до 130 мкм и появился остаточный мелкозернистый аустенит (5—15 мкм). Особенно неблагоприятна структура стали после закалки от 1150 °С при охлаждении на воздухе: в ней на месте полос сдвига сформировались полосы крупного рекристаллизованного аустенита (фиг. 3, з), окруженные еще более крупными зернами мартенсита.

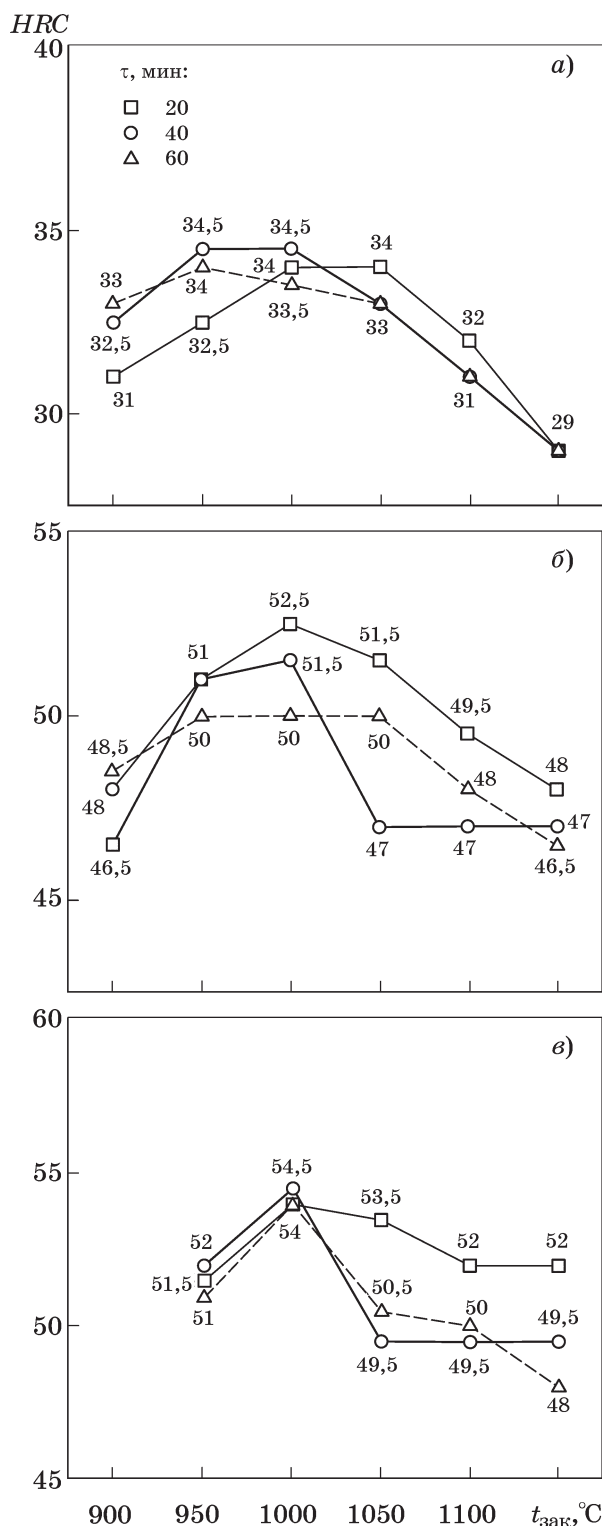
Для стали плавки 4 наблюдаются схожие со сталью плавки 2 закономерности структуро- и фазообразования при тех же двух вариантах скоростей охлаждения в интервале температур от 950 до 1150 °С (фиг. 4, а—з). Отличия от стали плавки 2 (после обоих режимов закалки) состоят в большем количестве частиц избыточных фаз и сохранении соответственно более мелкого зерна до более высоких температур нагрева под закалку. При этом после выдержки при 1000 °С и охлаждения на воздухе у стали плавки 4 все еще сохраняется структура, похожая на мартенсит отпуска (феррит + карбиды), при наличии в этом состоянии максимума твердо-

сти HRC 54 (см. фиг. 4, д, е и фиг. 1, в), тогда как после выдержки при 1050 °С у нормализованной стали имеется характерная крупнопластинчатая равноосная мартенситная структура. После высокотемпературного отжига и закалки по двум режимам в обоих случаях наблюдаются крупные равноосные зерна мартенсита. Важное отличие нормализации от закалки в масло для стали плавки 4 состоит в том, что после всех температур нагрева под закалку нормализованные образцы не растрескивались, тогда как в образцах, закаленных в масло, трещины появлялись после выдержки перед закалкой при 1000 °С и при остальных более высоких температурах (см. врезки на фиг. 4, б—з). После выдержек при температурах от 1050 °С и выше и охлаждения в обеих средах в структуре стали плавки 4 присутствует остаточный аустенит (фиг. 4, в—з).

Оценка влияния длительности выдержки при высокотемпературном нагреве на структуру и твердость стали плавки 1, 2 и 4. Известно, что упрочнение при закалке сталей на мартенсит обусловлено действием нескольких факторов, и прежде всего высокой плотностью дислокаций и присутствием углерода в твердом растворе. С увеличением длительности высокотемпературного нагрева возрастает степень диссоциации частиц избыточных фаз (карбидов, нитридов).

На фиг. 5, а—в приведены значения твердости стали соответственно плавки 1, 2 и 4 после выдержек при температурах 900—1150 °С в течение 20, 40 и 60 мин. Для стали плавки 1 использована водная среда охлаждения (технологически наиболее простая), а для стали плавки 2 и 4 — воздух (во избежание трещинообразования при обработке в масле после аустенитизации при повышенной температуре).

Максимальная твердость стали плавки 1 после кратковременной выдержки достигалась в результате нагрева при 1000—1050 °С (фиг. 5, а). Повышенную твердость в случае нагрева при более низкой температуре 950 °С можно обеспечить при увеличении длительности выдержки до 40—60 мин. Поскольку у стали плавки 1, охлажденной в воде, высокие значения твердости обеспечиваются после разных вариантов температуры нагрева под закалку (950 и 1000 °С) и длительности нагрева (20, 40, 60 мин в этом диапазоне), для уточнения выбора термической обработки



Фиг. 5. Влияние длительности выдержки ($\tau = 20, 40$ и 60 мин) при аустенитизации на твердость HRC образцов стали плавки 1 (а, среда охлаждения — вода) и плавки 2, 4 (б, в, среда охлаждения — воздух)

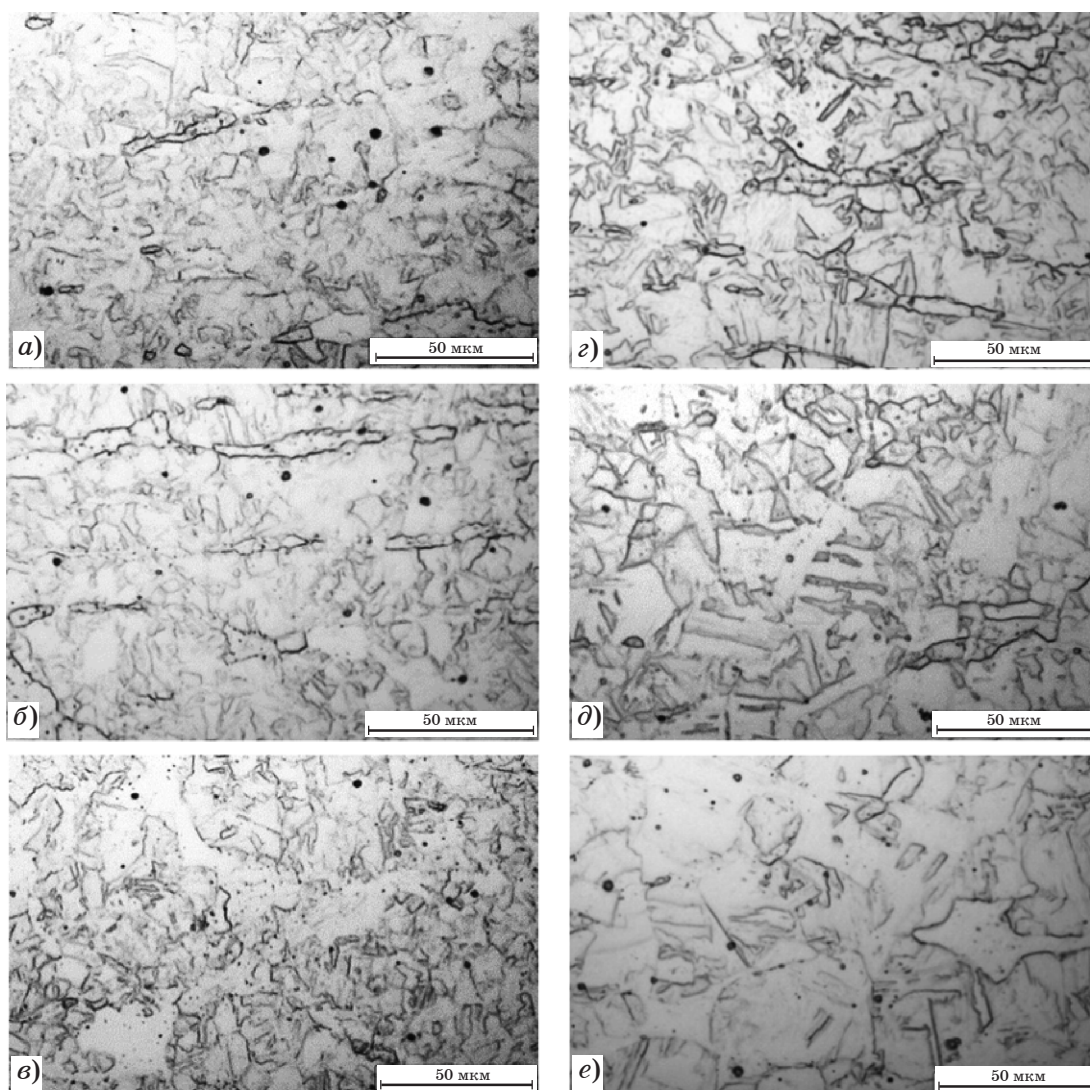
проведено сравнение микроструктур, сформированных после этих термических обработок (фиг. 6). Как видно из фиг. 6, а—в, нагрев при 950°C приводит к рекристаллизации и

устранению текстуры деформации с вытянутыми вдоль направления прокатки зернами феррита только после выдержки в течение 60 мин. О структуре стали плавки 1 при повышении температуры нагрева ($1000^\circ\text{C}/40$ мин/вода) можно заключить, что она уже более крупнозернистая, чем после обработки при $950^\circ\text{C}/60$ мин/вода, хотя процесс рекристаллизации до конца еще не завершен. При увеличении длительности нагрева при 1000°C до 60 мин формируется рекристаллизованная крупнозернистая структура (фиг. 6, г—е). Наиболее высокие значения твердости, которые обеспечиваются структурами стали плавки 1, следующие: $HRC 34,5$ при режимах 950 и $1000^\circ\text{C}/40$ мин/вода; $HRC 34$ при режиме $950^\circ\text{C}/60$ мин/вода.

В табл. 2 отражены ключевые изменения в структуре и фазовом составе стали плавки 2 и 4, происходящие по мере увеличения длительности выдержек от 20 до 60 мин при нагревах под закалку на воздухе. В работе [17] нами показано, что после выдержки при 800°C стали плавки 2 и 4 имеют структуру отпущенного мартенсита, подвергнутого распаду на феррит и карбиды (нитриды и карбонитриды) с низкой твердостью (соответственно для сталей 2 и 4 $HRC \sim 26$ и $27,5$). Нагрев под закалку при температурах в интервале $850\text{—}900^\circ\text{C}$ приводит к линейному росту твердости обеих сталей до уровня твердости мартенсита [17] и, как видно из фиг. 5, после закалки от 900 и 950°C образцы стали плавки 2 и 4 имеют твердость, характерную для мартенсита. При этом их микроструктура после всех опробованных выдержек при этих температурах и закалки на воздухе сохраняет вид, характерный для мартенсита отпуска (см. в табл. 2: I. Мартенсит отпуска ($\Phi + K, H$)).

Увеличение длительности выдержки от 20 до 60 мин при 900 и 950°C для сталей плавки 2 и 4 соответственно не вызывает принципиальных изменений в структуре. После обработок по режимам $950^\circ\text{C}/60$ мин (сталь плавки 2) и $1050^\circ\text{C}/20$ мин (сталь плавки 4) структура приобретает вид обычного пластинчатого мартенсита с частицами избыточных фаз (см. II. $M_\alpha + K, H$ в табл. 2).

Мелкий размер зерна мартенсита (бывшего аустенита) $d_M \leq 25$ мкм сохраняется вплоть до обработок по режимам $1000^\circ\text{C}/20$ мин (сталь плавки 2) и $1050^\circ\text{C}/60$ мин (сталь плавки 4).



Фиг. 6. Влияние длительности выдержки при температурах нагрева стали плавки 1 950 и 1000 °С на ее микроструктуру после закалки в воду: а–в — 950 °С/20, 40, 60 мин; г–е — 1000 °С/20, 40, 60 мин

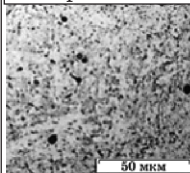
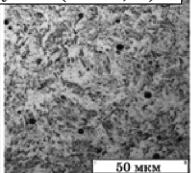
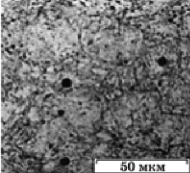
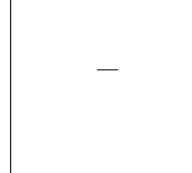
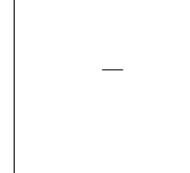
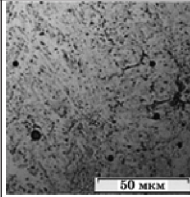
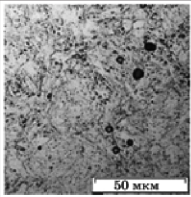
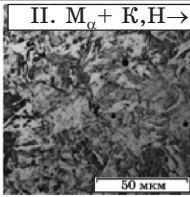
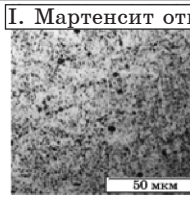
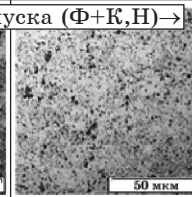
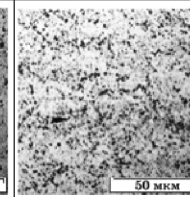
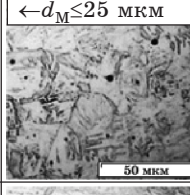
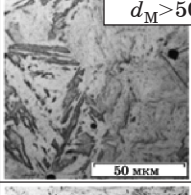
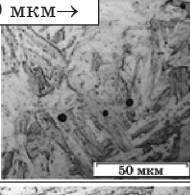
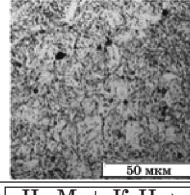
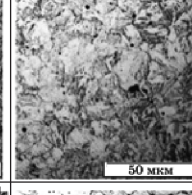
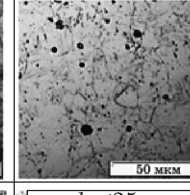
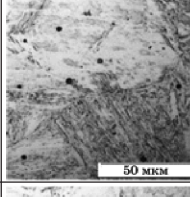
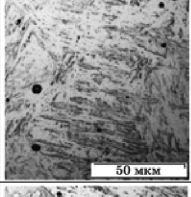
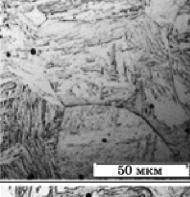
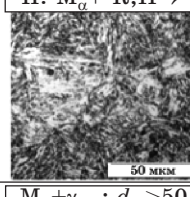
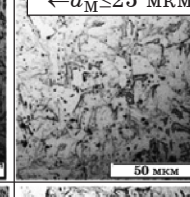
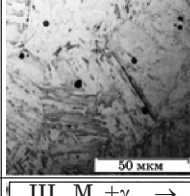
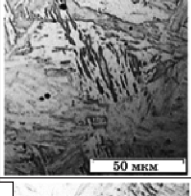
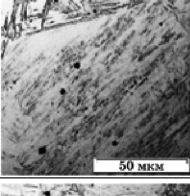
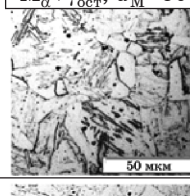
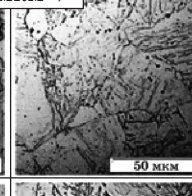
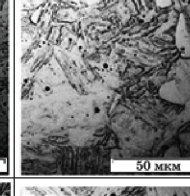
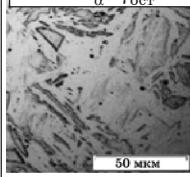
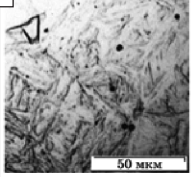
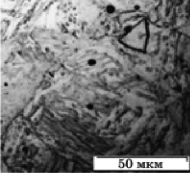
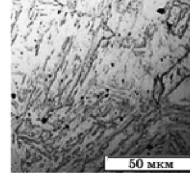
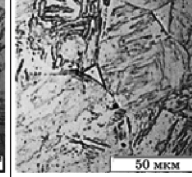
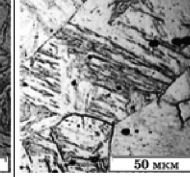
Начиная от режима 1000 °С/40 мин и заканчивая режимом нагрева 1150 °С/60 мин в стали плавки 2 происходит рост зерна исходного аустенита, при этом после всех опробованных выдержек при 1150 °С в структуре стали плавки 2 фиксируется небольшое количество остаточного аустенита (см. III. $M_{\alpha} + \gamma_{\text{ост}}$ в табл. 2). В стали плавки 4 рост зерна исходного аустенита начинается с режима 1100 °С/20 мин; после всех выдержек при этой температуре и всех выдержек при 1150 °С в стали плавки 4 отмечается присутствие остаточного аустенита (см. III. $M_{\alpha} + \gamma_{\text{ост}}$; $d_M > 50$ мкм в табл. 2). Его количество (при наблюдениях в световом микроскопе) с увеличением длительности выдержки возрастает. (Наличие остаточного аустенита при использованном в работе способе съемки и об-

работки данных при рентгеновском фазовом анализе не выявлено.)

Присутствие остаточного аустенита в стали плавки 2 и особенно в стали плавки 4 делает оценку среднего зерна металла при повышенных температурах некорректной, так как зерно исходного аустенита закономерно растет по мере повышения температуры нагрева и увеличения длительности тепловых выдержек, тогда как зерна остаточного аустенита имеют небольшой размер и их количество при этом увеличивается.

Обсуждение результатов исследования.
Скорость охлаждения при закалке. Комментируя влияние на твердость и структурно-фазовое состояние изученных сталей скорости охлаждения с разных температур аус-

Влияние длительности выдержек 20, 40, 60 мин при разных температурах нагрева под закалку на воздухе на структуру* образцов сталей плавки 2 и 4 ($\times 500$)

	Сталь плавки 2			Сталь плавки 4		
$t, ^\circ\text{C}$	Длительность выдержки при нагреве под закалку, мин					
	20	40	60	20	40	60
900	I. Мартенсит отпуска ($\Phi + K, H$) $\rightarrow$					
						
950			II. $M_\alpha + K, H \rightarrow$ 	I. Мартенсит отпуска ($\Phi + K, H$) $\rightarrow$ 		
	$\leftarrow d_M \leq 25 \text{ мкм}$			$d_M > 50 \text{ мкм} \rightarrow$		
1000						
				II. $M_\alpha + K, H \rightarrow$		$\leftarrow d_M \leq 25 \text{ мкм}$
1050						
				$M_\alpha + \gamma_{\text{ост}}; d_M > 50 \text{ мкм} \rightarrow$		
1100						
	III. $M_\alpha + \gamma_{\text{ост}} \rightarrow$					
1150						

*На фото отмечены изменения в структурах по достижении определенных соотношений температура/длительность выдержки при температуре. Структурные составляющие: Ф — феррит; К, Н — частицы избыточных фаз (карбиды, нитриды, карбонитриды); M_α — пластинчатый мартенсит; d_M — средний размер зерна мартенсита (бывшего аустенита); $\gamma_{\text{ост}}$ — остаточный аустенит (светлые зерна).

тенизации мартенситно-ферритной стали плавки 1 и мартенситных сталей плавки 2 и 4, можно отметить ряд моментов:

- сталь плавки 1 практически нечувствительна к скорости охлаждения при закалке (в масло, в воду) в интервале температур до 1150°C . Очевидно, отсутствие растрескивания при закалке в воду (по сравнению со

сталью плавки 4, например) связано с более низкой концентрацией элементов внедрения в этой стали, создающих напряжение в кристаллической решетке, и с наличием в структуре этой стали $\sim 40\%$ пластичного феррита, в котором происходит релаксация макронапряжений, возникающих при повышенной скорости закалки.

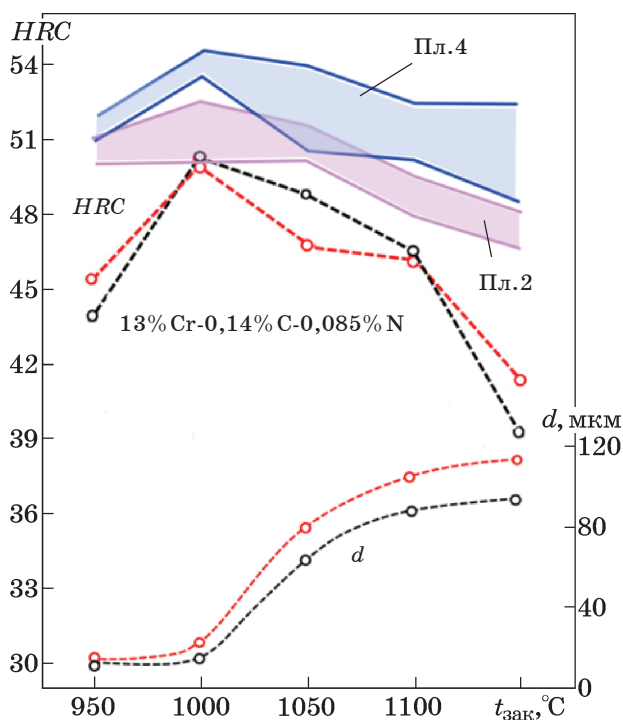
• скорость охлаждения не сказывается на уровне твердости всех трех сталей после закалки от температур аустенитизации 900 и 1150 °С. После этих нагревов он одинаков как после закалки в масло и воду стали плавки 1, так и после закалки в масло и на воздухе сталей плавков 2 и 4. При этом у последних сталей охлаждение от температур в интервале 950—1100 °С с большей скоростью (воздух → масло) смещает максимум твердости в сторону более высокой температуры аустенитизации.

Эти результаты согласуются с литературными данными [19, 20]. В работе [19] приведена зависимость твердости стали X46Cr13 (российский аналог — сталь 40X13) после закалки от 850—1200 °С в воду и на воздухе, подтверждающая наличие этого эффекта смещения максимума твердости. В том числе у образцов после охлаждения на воздухе максимум твердости был отмечен для температуры нагрева под закалку 1050 °С, после выдержки при 1100 °С перед нормализацией значение твердости уже снижалось; у закаленных в воду образцов максимум твердости сместился к температуре 1100 °С. Механизм этого явления исследовался в работе [20]: сравнивалось влияние на твердость сталей 20X13, 30X13 и 40X13 закалок в масло и в соль. Отмечалось, что уменьшение скорости охлаждения приводит к увеличению временного промежутка существования переохлажденного аустенита. Тем самым обеспечиваются условия для самоотпуска образующегося мартенсита. Это благоприятствует лучшему перераспределению углерода как в образующемся мартенсите, так и в сосуществующем с ним переохлажденном аустените.

В отношении трещинообразования отметим, что по данным [19] в образцах стали X46Cr13 после закалки в воду от высоких температур оно не наблюдалось. В нашем исследовании лабораторный металл помимо эндогенных включений содержал и экзогенные, связанные с технологией лабораторной выплавки. Как видно из фиг. 4, з, это, несомненно, способствовало повышению чувствительности металла наших образцов к напряжениям после ряда обработок, что подтвердили и эксперименты с использованием нескольких образцов, вырезанных из разных участков металла.

Длительность выдержек при нагреве под закалку. Полученные для мартенситных сталей плавков 2 и 4 результаты согласуются с данными экспериментов по аустенитизации мартенситной стали 13%Cr-0,14%С-0,085%N при 950—1200 °С в течение 30 и 60 мин с последующим охлаждением на воздухе [21] (фиг. 7).

Для всех трех вариантов стали в диапазоне изученных температур и длительностей нагрева максимум твердости наблюдался после закалки от температуры аустенитизации 1000 °С. При повышении температуры нагрева твердость стали 13%Cr-0,14%С-0,085%N резко снижается. В работе [21] проведены также нагревы длительностью 120 мин, и общим выводом было следующее: чем длительнее выдержка при каждой температуре в интервале 1050—1150 °С, тем выше содержание в стали остаточного аустенита, меньше частиц карбидной фазы, способствующих упрочнению, тем больше размер зерна, сильнее выражено огрубление пластинчатой мартенситной структуры и тем



Фиг. 7. Влияние температуры нагрева под закалку и длительности выдержки при ней 30 и 60 мин (соответственно черные и красные линии) стали 13%Cr-0,14%С-0,085%N на твердость HRC и размер зерна d по данным [21], а также длительности выдержки 20 и 60 мин (соответственно верхняя и нижняя линии) образцов стали плавков 2 и 4 на твердость

меньшая твердость достигалась при последующей закалке. Отмечено также большее влияние на растворение частиц карбидов температурного фактора, нежели длительности выдержки [21]. В нашем эксперименте выявлено действие тех же механизмов, но благодаря дополнительному легированию ванадием и в еще большей степени ниобием спад твердости, как видно на фиг. 7, с повышением температуры нагрева под закалку существенно ниже. Это можно объяснить тем, что в сталях плавов 2 и 4 сосуществуют несколько типов частиц избыточных фаз с участием легирующих элементов (Cr, V, Nb, C, N), характеризующихся разной температурой растворения. Благодаря этим дисперсным частицам в стали дольше сохраняется мелкое зерно. (В том числе возможно образование карбонитридов MX, нитридов MN, карбидов MC, $M_{23}C_6$ и M_7C_3 .)

Выводы. 1. Скорость охлаждения не сказывается на уровне твердости стали всех трех плавов после закалки от температур аустенитизации 900 и 1150 °С. Твердость ферритно-мартенситной стали плавки 1 не зависит от скорости охлаждения (масло, вода), у мартенситных сталей плавов 2 и 4 в интервале температур нагрева под закалку 950—1100 °С подтвержден ранее наблюдавшийся на сталях системы 13% Cr-C эффект влияния скорости охлаждения при закалке на положение максимума твердости на температурной шкале: более высокую твердость с пиком при 1050 °С обеспечивает закалка с более высокой скоростью (в масло); при снижении скорости охлаждения (на воздухе) максимум твердости ниже по абсолютной величине и достигается после более низкой температуры нагрева под закалку (1000 °С).

2. При увеличении длительности нагрева под закалку твердость изученных сталей снижается из-за уменьшения доли упорочняющих частиц, роста зерна исходного аустенита, огрубления мартенситной структуры и стабилизации остаточного аустенита. При этом влияние этого параметра меньше, чем влияние температурного фактора.

3. У стали плавки 1 наиболее высокие значения твердости HRC обеспечиваются структурами, формирующимися при закалке по режимам 950 °С/40 и 60 мин/вода и 1000 °С/40 мин/вода. У сталей плавов 2 и 4 лучшее сочетание мелкозернистой структуры с отсутствием цепочек карбидов дости-

гается после закалки в масло от температур соответственно 1000—1050 и 1050—1100 °С. Однако во избежание закалочных трещин рекомендуется охлаждение на воздухе в диапазоне температур 975—1050 °С. Микролегирование V и V+Nb эффективно повышает твердость сталей плавов 2 и 4. При этом они имеют достаточно широкие диапазоны температур нагрева и длительностей выдержек при нагреве под закалку, обеспечивающих высокую твердость.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Berns, H. Manufacture and application of high nitrogen steels / H. Berns // *ISI Int.* 1996. V.36 (7). P.909—904.
2. Simmons, J.W. Overview : high-nitrogen alloying of stainless steels / J.W. Simmons // *Mater. Sci. Eng. Ser. A.* 1996. V.207. P.159—169.
3. Foct, J. Future developments and applications of nitrogen-bearing steels and stainless steels / J. Foct // *Sadhana.* 2003. V.28. P.731—737. (Pt. 3, 4).
4. Speidel, M.O. Nitrogen Containing Austenitic Stainless Steels / M.O. Speidel // *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik.* 2006. Bd.37. №10. S.875—880.
5. Lo, K.H. Recent developments in stainless steels / K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L. Lai // *Mater. Sci. Eng.* 2009. V.65 (4—6). P.39—104.
6. Bernsetal, H. High interstitial stainless austenitic steels / H. Bernsetal // *Eng. Mater.* 2013. DOI : 10.1007/978-3-642-33701-7, Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
7. Костина, М.В. Легированные азотом хромистые коррозионно-стойкие стали нового поколения / М.В. Костина, О.А. Банных, В.М. Блинов, А.В. Дымов // *Материаловедение.* 2001. №2. С.35—44.
8. Pehlke, R.D. Solubility of nitrogen in liquid iron alloys. 1. Thermodynamics / R.D. Pehlke, J.F. Elliott // *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers.* 1960. V.218. P.1088—1101.
9. Окамото, М. Диаграмма фазового состояния системы Fe-Cr-N / М. Окамото, Т. Наито // *Тэцу то ханэн.* 1963. Т.49. №13. С.1915—1921 (57—63).
10. Костина, М.В. Расчетная оценка растворимости азота и фазового состава в стали на основе Fe-13%Cr при ее дополнительном легировании (Mn, Mo, V, Nb) / М.В. Костина, Л.Г. Ригина, В.С. Костина, А.Э. Кудряшов, Р.С. Федорцов // *Металлы.* 2023. №2. С.64—77. DOI : 10.31857/S086957332302009X. — (M.V. Kostina, L.G. Rigina, V.S. Kostina, A.E. Kudryashov, R.S. Fedortsov, «Estimated nitrogen solubility and phase composition in Fe-13% Cr steel after its additional alloying with (Mn, Mo, V, Nb)». *Russian Metallurgy (Metally).* 2023. №3. P.322—333.)
11. Valasamudram, V. Attainment of nitrogen solubility, characteristic study and its effects on martensitic stainless steel using conventional method of melting in as cast condition / V. Valasamudram, J. Anburaj // *Intern. J. Eng. Technol.* 2018. V.7 (2.24). P.588—591. DOI : <https://doi.org/10.14419/ijet.v7i2.24.12698>.
12. Speidel, M.O. High manganese, high nitrogen austenitic stainless steels : their strength and toughness ; *Proceedings high manganese high nitrogen aus-*

- tenitic steels / M.O. Speidel, P.J. Uggowitzer. — Cincinnati, Ohio, USA, 1987 ; Chicago, Illinois, USA, 1992.
13. *Rashev, Ts.* High nitrogen austenitic steels and stainless steels (manufacturing, properties and application) / Ts. Rashev // Intern. Monograph «High Nitrogen Steels» / eds. B. Raj, K. Mudali. — India : Intern. Sci. HNS Committee, 2004.
 14. *Харьков, О.А.* Оценка коррозионной стойкости азотсодержащей стали в условиях абразивного воздействия / О.А. Харьков, С.Ю. Мушникова, О.Н. Парменова // Вопросы материаловедения. 2020. №2(102) С.156—163. <https://doi.org/10.22349/1994-6716-2020-102-2-156-163>.
 15. *Григоренко, Г.М.* Свойства сталей типа X13, легированных азотом / Г.М. Григоренко, Ю.М. Помарин, В.В. Лакомский, В.Ю. Орловский, И.И. Алексеев // Современная электрометаллургия. 2010. №4. С.26—29.
 16. *Костина, М.В.* Фазовые превращения в азотсодержащих сталях на основе 13%Cr / М.В. Костина, Л.Г. Ригина, А.Э. Кудряшов, В.С. Костина, Р.С. Федорцов, Г.С. Севальнев, Б.Б. Бубненко, И.В. Спицина // Металлы. 2024. №2. С.52—63.
 17. *Костина, М.В.* Исследование влияния горячей прокатки и температуры нагрева под закалку на структуру и твердость сталей Fe-13%Cr, легированных азотом, ванадием, ниобием / М.В. Костина, А.Э. Кудряшов, И.В. Спицина, Р.С. Федорцов, В.С. Костина // Металлы. 2024. №3. С.21—31.
 18. *Костина, М.В.* Обзор исследований коррозионностойких сталей на основе Fe --13%Cr : термическая обработка, коррозионная- и износостойкость / М.В. Костина, Л.Г. Ригина, В.С. Костина, А.Э. Кудряшов, Р.С. Федорцов // Изв. вузов. Чер. металлургия. 2023. №66(1). С.8—26. DOI : 10.17073/0368-0797-2023-1-8-26.
 19. *Rosemann, P.* Einfluss der Wärmebehandlung auf Mikrostruktur und Korrosionsverhalten kohlenstoffhaltiger nichtrostender Stähle / P. Rosemann, C. Müller, N. Kauss, T. Halle // Conference Paper. 2014. Bd.17. September. Werkstofftechnischen Kolloquium (Chemnitz). <https://www.researchgate.net/publication/281243566>.
 20. *Гринберг, Е.М.* Влияние скорости охлаждения при закалке на структуру и твердость сталей типа X13 с различным содержанием углерода / Е.М. Гринберг, С.С. Гончаров, Д.А. Мова, Е.Ю. Кондаурова, Е.А. Суровцева // Изв. ТулГУ. Технические науки. 2009. №3. URL : <https://cyberleninka.ru/article/n/vliyanie-skorosti-ohlazhdeniya-pri-zakalke-na-strukturu-i-tverdost-staley-tipa-h13-s-razlichnym-soderzhaniem-ugleroda> (дата обращения: 14.05.2022).
 21. *Xiao, Li.* Effect of austenitising heat treatment on microstructure and properties of a nitrogen bearing martensitic stainless steel / Xiao Li, Yinghui Wei // Publ. De Gruyter. Open Phys. 2019.V.1. P.601—606.