

© Аспирант К.Ю. Цветкова; к.т.н. С.Б. Михайлов, 2012 г.
ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

г. Екатеринбург

© К.т.н. Н.А. Михайлова, 2012 г.

Уральский государственный университет путей сообщения

г. Екатеринбург

cvetkovaky@mail.ru, msb@mail66.ru

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДИКИ УГЛУБЛЕННОГО АНАЛИЗА ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИХ И ТЕРМИЧЕСКИХ ЭФФЕКТОВ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В СТАЛИ ДОЭВТЕКТОИДНОГО КЛАССА

Доэвтектоидные стали с содержанием углерода 0,25–0,3 % широко используются на практике при изготовлении труб различного сортамента. Очень часто возникает потребность в назначении термической обработки, в частности длительного высокотемпературного отпуска закаленной стали, чтобы получить структуру, обеспечивающую повышенную стойкость трубной стали в сероводородсодержащих средах при эксплуатации. Для разработки этого режима термообработки необходимо знать особенности фазовых превращений в анализируемой стали.

Одним из методов выявления фазовых превращений, сопровождающихся изменением объема материала, являются дилатометрические измерения, основанные на регистрации изменений размеров образца в процессе нагрева или охлаждения. Существует два методических подхода получения дилатограмм – это прямая методика (ПДЛ), когда дилатограмма непосредственно отображает изменение размеров образца, и дифференциальная методика (ДДЛ), когда дилатограмма отражает разность между тепловыми расширениями образца и эталона. Последняя методика, как правило, является более чувствительной. В обоих случаях анализируют перегибы на дилатограммах, когда отклонение прямой интерпретируют в качестве температурных интервалов протекания фазовых превращений в анализируемом материале, при этом основное внимание уделяется методикам регистрации температурных точек начала фазовых превращений. В ряде случаев такой подход может быть неудовлетворительным, поэтому существует тенденция к более углубленному анализу результатов дилатометрических исследований, в частности использование результатов расчета ТКЛР. Эта идея и была использована в данной работе на примере дилатометрических и термических измерений стали 26ХМФА.

Был использован стандартный dilatометр Шевенара фирмы Amsler [1], образцы диаметром 4 мм и длиной 50 мм, совместно с эталоном и балластным образцом, размещались в трубчатой измерительной ячейке из кварца. Регистрация результатов теплового расширения осуществлялась оптической методикой. Между измерительной ячейкой и регистратором была установлена высокочувствительная головка HS, обеспечивающая дифференциальный режим работы dilatометра при усилении теплового расширения образца в 630 раз. Температура измерительной ячейки регистрировалась на основе теплового расширения эталонного образца из аустенитного сплава в сочетании с использованием термопары ПП (Pt – Pt – 10 % Rh), которая приваривалась к «балластному» образцу, размещенному в непосредственной близости от образца и эталона в измерительной ячейке прибора.

Получаемые в графической форме dilatограммы оцифровывались и в дальнейшем обрабатывались на ПК в программе Exele по схеме ДДЛ-ПДЛ-ТКЛР. Дифференциальная dilatограмма ДДЛ пересчитывалась в прямую ПДЛ, на основе которой производился расчет температурного коэффициента линейного расширения ТКЛР в истинной форме, т.е. на базе двух соседних экспериментальных точек. [2] Пример полученной экспериментальной dilatограммы нагрева представлен на рис/ 1.

На представленной dilatограмме нагрева можно выделить несколько перегибов, отражающих фазовые превращения в закаленном состоянии, которые сопровождаются изменением объема материала. Характерно, что перегибы формируются в двух температурных интервалах – это низкотемпературный интервал 235–463 °С и высокотемпературный интервал 760–870 °С. На основе литературных данных первый интервал соответствует процессам выделения карбидов, второй интервал связан с процессами сопровождающими обратное превращение [3]. Традиционно температурная маркировка процессов фазовых превращений на подобных dilatограммах осуществляется с помощью температурных точек, соответствующих либо пересечению, либо моменту отклонения от dilatограммы касательных, проведенных к прямолинейным участкам dilatограмм. Так по точкам пересечения касательных процессы выделения карбидов и обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения маркируются температурами указанными на графиках.

С целью более однозначной трактовки результатов dilatометрических измерений дополнительно были проведены измерения на установке дифференциального термического анализа. Установка ДТА представляет собой измерительную ячейку прибора Курнакова в сочетании с двухкоординатным планшетным автоматическим потенциометром ПДП-002. Полученные в этом случае термограммы для закаленного и отожженного состояния образца представлены на рис. 1. Низкотемпературному диапазону термограммы соответствует ярко

выраженный экзотермический эффект в виде разности термограмм закаленного и отожженного состояния, соответственно высокотемпературному интервалу соответствует эндотермический эффект, отвечающий обратному $\alpha \rightarrow \gamma$ превращению.

Появление современных dilatометров, обеспечивающих несколько тысяч экспериментальных точек на кривой, показывает, что весьма сложно выявить прямолинейные участки на dilatограммах. Этот факт в определенной степени ставит под сомнение результаты обработки dilatограмм с помощью касательных (рис. 1). В связи с этим нами была предпринята попытка более углубленного анализа полученных dilatограмм. Результаты этой работы представлены на рис. 2. Dilatограмма дифференциальных измерений пересчитывалась в dilatограмму прямых измерений ПДЛ (рис. 2) [1]. Следует отметить, что в этом случае не очень четко проявляются детали dilatограммы, наблюдаемые на дифференциальном варианте (рис. 1). Существенно больше информации оказалось после дифференцирования кривой ПДЛ при определении истинных значений ТКЛР образца [4]. Пример такой кривой представлен на рис. 2. В данном случае можно четко выделить два температурных интервала протекания эффектов – это низкотемпературный интервал 230–480 °С и высокотемпературный интервал 670–870 °С.

Важным моментом для расшифровки ТКЛР является выделение фоновой кривой (рис. 2) в виде пунктирной линии. Учитывая, что при нагреве фазовый состав образца меняется, то предположили что фоновая кривая состоит из трех составляющих. Первая и третья составляющие отражают стандартный уровень ТКЛР в состоянии металла с ОЦК и ГЦК решеткой соответственно. На основе представленных данных в справочнике [4] уровень ТКЛР в этом случае слабо зависит от легирования углеродистых сталей и экспоненциально изменяется в диапазонах: $\alpha = 12-18 \cdot 10^6$ 1/°С для ОЦК и $\alpha = 17-23 \cdot 10^6$ 1/°С для ГЦК. В качестве второй промежуточной составляющей использовали линейную зависимость перехода в интервале $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения.

Отклонение от фоновой кривой ТКЛР позволяет выделить эффекты ТКЛР, в данном случае связанные с выделением карбидов и протекание $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения (рис. 3) в сопоставлении с экспериментальной dilatограммой. Это сопоставление показывает, что можно более однозначно маркировать температуры начала и конца превращений. В частности, не пересечение касательных, а отклонение от них более однозначно идентифицируют температурные интервалы превращений.

Характерно, что на кривых выделенных эффектов имеют место дополнительные элементы в виде немонотонности в ходе изменения кривых. Можно предположить, что данные немонотонности отражают наличие протекание нескольких процессов в интервалах как выделения карбидов, так и протекание фазового превращения.

В частности, для высокотемпературного интервала, если интерпретировать процесс $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения параболической зависимостью, можно выделить дополнительные две компоненты. Из общих представлений о процессах, протекающих при нагреве в интервале $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения, после полного перехода α -фазы в аустенит должен быть процесс окончательного растворения карбидов [3]. В связи с этим можно предположить, что высокотемпературный сателлит пика превращения связан именно с этим эффектом.

Анализ дилатограмм полученных после различных предварительных термических обработок показывает, что низкотемпературный сателлит пика превращения существенным образом зависит от состояния структуры, в частности, от формы карбидов пластинчатой или глобулярной. На основе этого мы предполагаем, что данный сателлит может быть связан с процессами коагуляции и коалесценции карбидной фазы перед превращением.

Следует отметить, что оптимальный режим термической обработки трубных сталей осуществляется нагревом именно в эту область. В связи с этим мы предполагаем, что более детальный анализ низкотемпературного сателлита пика превращения может дать дополнительную информацию по оптимизации термической обработки трубных сталей анализируемого сортамента.

Таким образом, представленные результаты, по анализу дилатограмм нагрева с расчетом истинных значений ТКЛР, могут дать дополнительную информацию по определению точек и особенностей протекания фазовых превращений, в данном случае применительно к сталям доэвтектоидного класса.

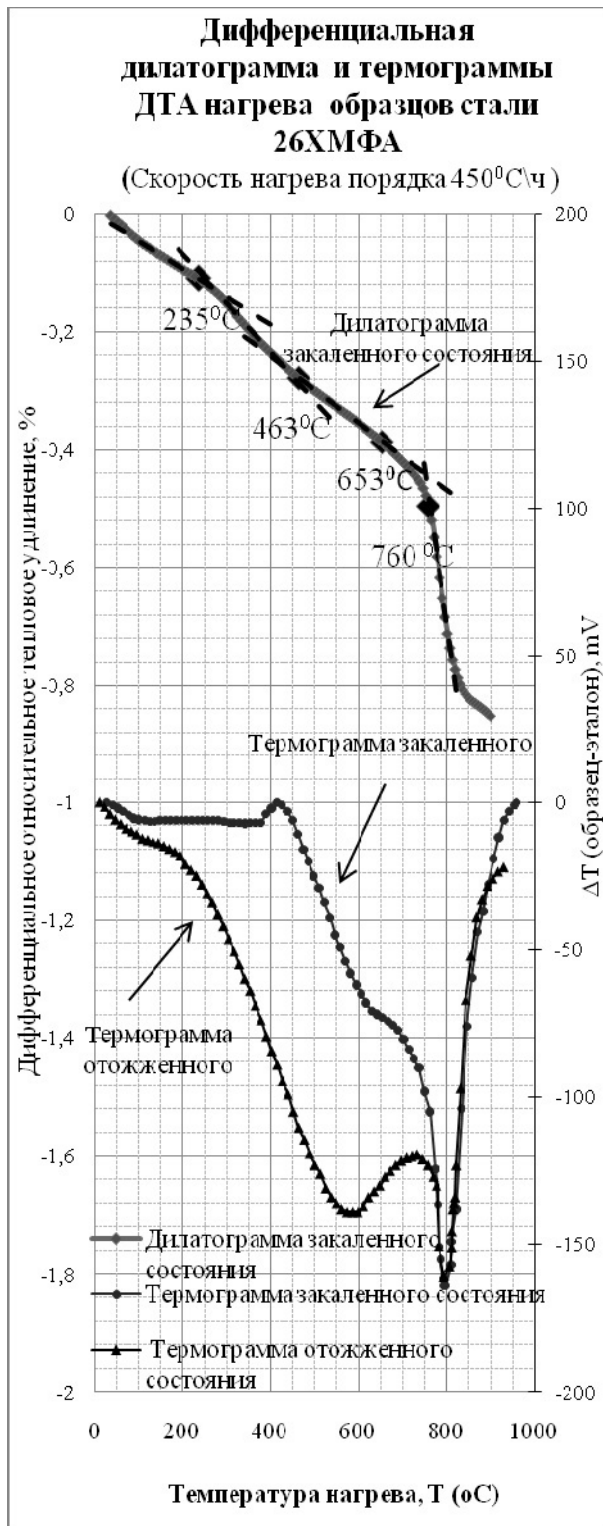


Рис. 1. Дифференциальная дилатограмма и термограммы ДТА нагрева образцов стали 26ХМФА

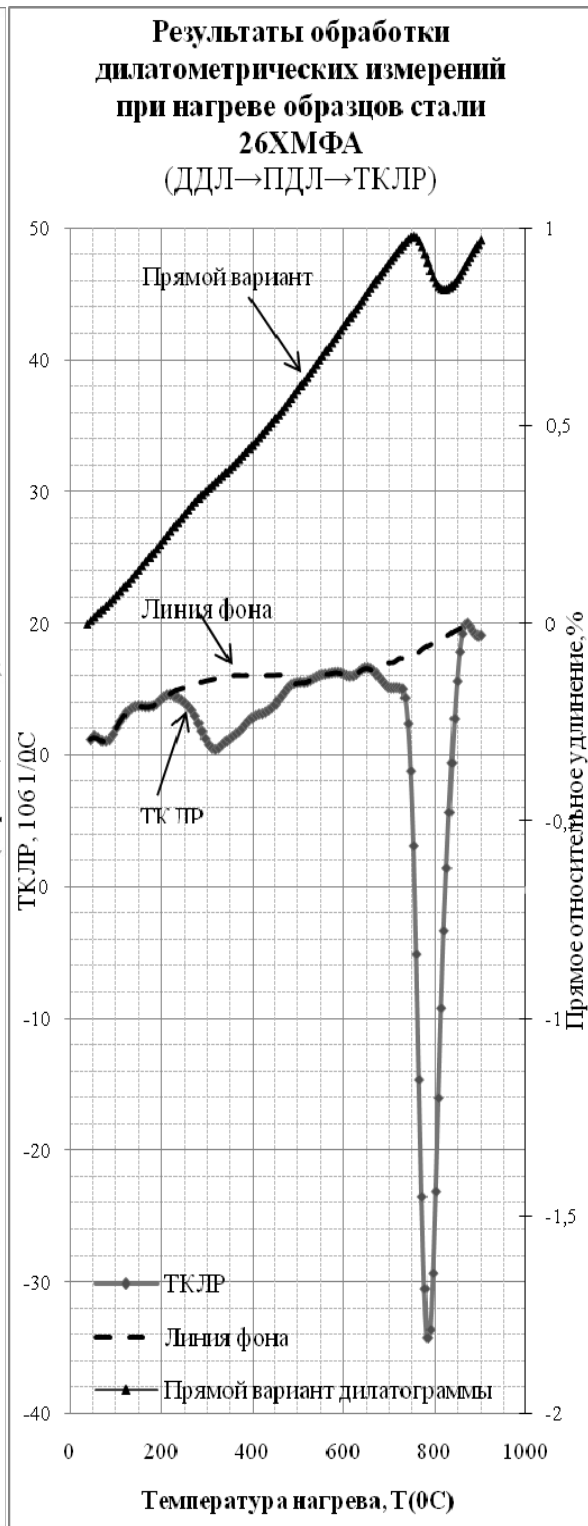


Рис. 2. Результаты обработки дилатометрических измерений при нагреве образцов стали 26ХМФА

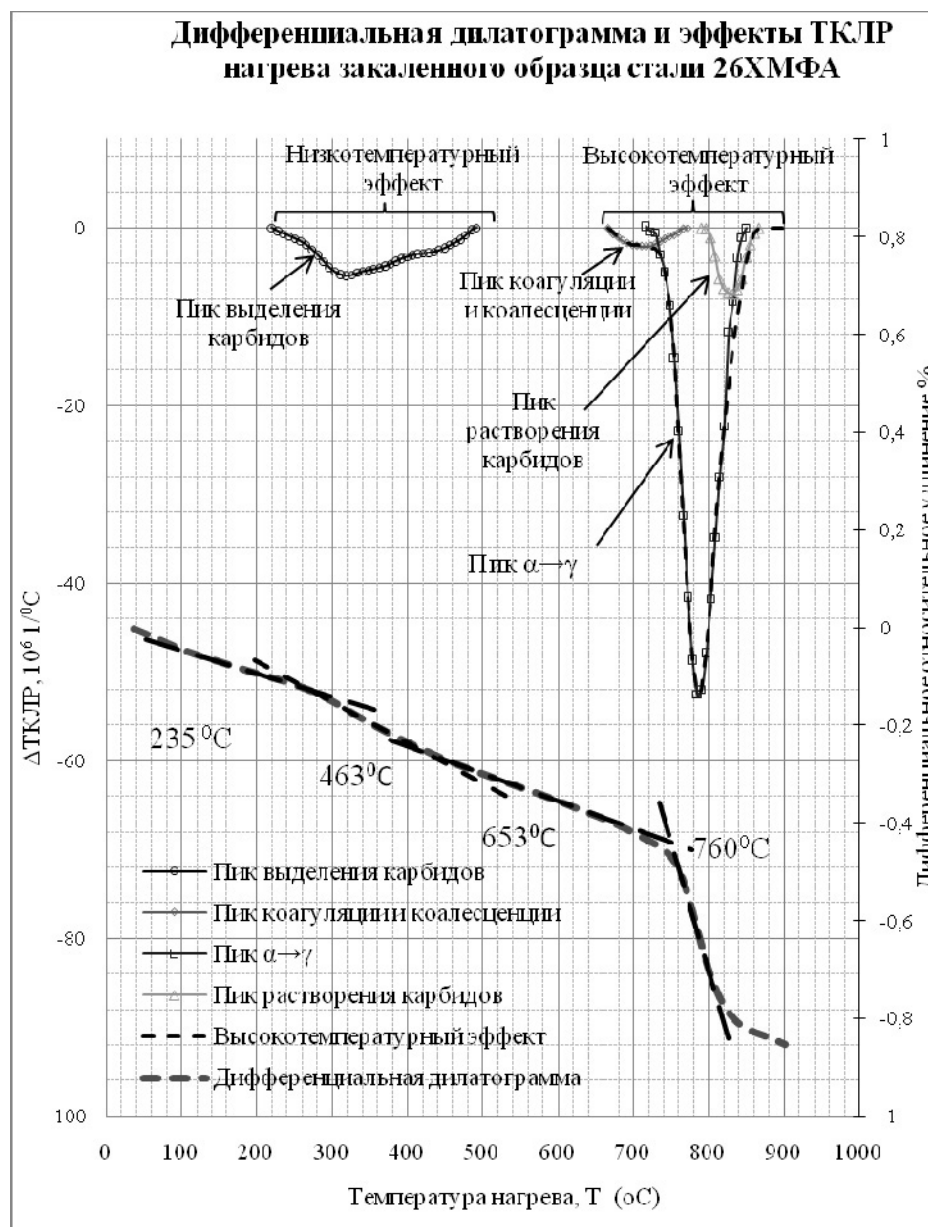


Рис. 3. Дифференциальная дилатограмма и эффекты ТКЛР нагрева закаленного образца стали 26ХМФА

Список использованных источников

1. Черепин В.Т. Экспериментальная техника в физическом металловедении. Киев: «Техніка», 1968. 280 с.
2. Романов П.В., Радченко В.П. Превращение аустенита при непрерывном охлаждении стали : атлас термокинетических диаграмм. Ч. 1. Новосибирск: Изд-во Сиб. Отд. АН СССР, 1960. 51 с.
3. Смирнов М.А., Счастливцев В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. Екатеринбург: УрО РАН, 1999. 494 с.
4. Физические свойства сталей и сплавов, применяемых в энергетике, справочник. М.-Л.: Изд-во «Энергия», 1967. 240 с.