

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ «ПРОМЕТЕЙ» ИМЕНИ И.В.
ГОРЫНИНА НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА
«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

На правах рукописи

УДК 621.642.02:539.4

ГРНТИ 30.19.29



ЗИЗА АЛЕКСЕЙ ИГОРЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ПОВЫШЕНИЯ
ХАРАКТЕРИСТИК СОПРОТИВЛЕНИЯ РАЗРУШЕНИЮ МЕТАЛЛА
БАЛЛОНОВ ВВД ИЗ ВЫСОКОПРОЧНОЙ СТАЛИ Cr-Ni-Mo-V
КОМПОЗИЦИИ**

Специальность: 05.16.09 – Материаловедение (машиностроение)

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель:

доктор технических наук, доцент

Цуканов Виктор Владимирович

Санкт-Петербург

2018 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	7
ГЛАВА 1. ТЕКУЩЕЕ СОСТОЯНИЕ В ОБЛАСТИ ОСНОВНОГО ПРЕДМЕТА ИССЛЕДОВАНИЯ.....	16
1.1 Условия эксплуатации и нагружения баллонов ВВД. Влияние условий эксплуатации на требования к материалу баллонов.....	16
1.2 Технология производства баллонов ВВД	19
1.3 Случаи выхода баллонов ВВД из строя. Анализ характера разрушения.....	22
1.4 Способы повышения сопротивляемости разрушению	30
1.4.1 Влияние размера зерна на характеристики разрушения и механические свойства.....	30
1.4.2 Явление структурной наследственности.....	34
1.4.3 Методы предотвращения явления структурной наследственности.....	37
1.4.4 Влияние температуры деформации заготовок на механических свойства и характеристики разрушения.....	38
1.4. 5 Флокеночувствительность стали и методы снижения содержания водорода в стали.....	41
1.4.6 Окончательная термообработка.....	42
1.4.7 Отпускная хрупкость.....	50
1.5 Выбор направлений по совершенствованию процессов производства баллонов ВВД и перспективы развития.....	53
1.5.1 Совершенствование технологии производства баллонов ВВД и корректировка требований НД к металлу баллонов ВВД.....	53
1.5.2 Применение стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА	57
1.5.3 Применение новой стали для баллонов ВВД.....	59

1.6 Постановка задач по работе	60
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ И ИСПЫТАНИЙ.....	64
2.1 Материалы для исследования.....	64
2. 2 Моделирование технологических процессов.....	66
2.2.1 Моделирование технологических процессов с помощью комплекса GLEEBLE 3800.....	66
2.2.2 Дилатометрические исследования.....	67
2.3 Методы определения количества остаточного аустенита.....	71
2.3.1 Магнитный метод.....	71
2.3.2 Рентгеноструктурный фазовый анализ.....	72
2.3.3 Метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD)....	73
2.3.4 Метод дифракции нейтронов.....	75
2.4 Методы исследования структуры.....	76
2.4.1 Оптическая металлография.....	76
2.4.2 Просвечивающая микроскопия.....	77
2.4.3 Фрактографическое исследование.....	78
2.5 Определение механических свойств и сопротивления разрушению.....	79
2.5.1 Определение механических свойств.....	79
2.5.2 Определение сопротивляемости металла баллонов разрушению при пониженных температурах.....	80
2.5.3 Определение сопротивляемости металла баллонов коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН).....	81
2.5.4 Определение параметров вязкости разрушения (трещиностойкости) при статическом нагружении.....	82
Выводы по главе II.....	83
ГЛАВА 3. ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ ВЫСОКОПРОЧНОЙ СТАЛИ ТИПА 38ХНЗМФА ПРИ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ	

ДЕФОРМАЦИИ И ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ.....	84
3.1. Ограничение температуры нагрева при деформации.....	85
3.2. Определение температуры рекристаллизации и температуры окончания деформации.....	90
3.3 Построение термокинетических диаграмм стали типа 38ХНЗМФА.....	91
3.4 Экспериментальное исследование термдеформационных параметров.....	94
3.4.1 Схема деформирования	94
3.4.2 Режим предварительной термообработки.....	95
3.4.3 Моделирование пластической деформации и термообработки	98
3.5 Исследование микроструктуры металла баллона произведенного с учетом вышеизложенных рекомендаций.....	101
Выводы по главе 3.....	104
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ПРЕВРАЩЕНИЯ ОСТАТОЧНОГО АУСТЕНИТА ПРИ ОКОНЧАТЕЛЬНОЙ ТЕРМООБРАБОТКЕ БАЛЛОНОВ ВВД.	
СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ РЕЖИМА ТЕРМООБРАБОТКИ.....	107
4.1 Определение количество остаточного аустенита в стали после закалки различными методами.....	108
4.1.1 Определение количества остаточного аустенита магнитным методом.....	108
4.1.2 Определение количества остаточного аустенита методом нейтронной дифракции.....	110
4.1.3 Определение количества остаточного аустенита методом рентгеноструктурного фазового анализа.....	111
4.1.4 Исследование количества и характера расположения остаточного аустенита методом дифракции обратно отраженных	

электронов (EBSD).....	113
4.1.5 Сравнение результатов определения количества остаточного аустенита с помощью различных методов.....	117
4.2 Исследование кинетики превращения остаточного аустенита при термической обработке.....	119
4.3 Установление возможности регулирования продуктов превращения остаточного аустенита при отпуске	124
4.4 Исследование тонкой структуры и продуктов превращения остаточного аустенита при окончательной термообработке методом просвечивающей электронной микроскопии	125
4.5 Предложение по корректировке режима отпуска баллонов ВВД из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА	131
Выводы по главе 4.....	135
ГЛАВА 5. ОЦЕНКА МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛА БАЛЛОНОВ ВВД, ПРОИЗВЕДЕННЫХ ПО УСОВЕРШЕНСТВОВАННОЙ ТЕХНОЛОГИИ И УСТАНОВЛЕНИЕ ТРЕБОВАНИЙ К ХАРАКТЕРИСТИКАМ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩИМ БЕЗОПАСНОСТЬ ЭКСПЛУАТАЦИИ.....	
5.1 Механические свойства металла баллонов, произведенных по усовершенствованной и существующим технологии.....	138
5.2 Сравнение характеристик сопротивления разрушению металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии.....	141
5.3 Распределение механических свойств металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии.....	143
5.4. Особенности эксплуатации и контроля механических характеристик металла баллонов.....	147

5.5 Связь прочностных характеристик металла с характеристиками трещиностойкости на воздухе и в коррозионной среде.....	150
5.6 Предложения по корректировке требований к материалу баллонов ВВД по критерию предотвращения развития процесса коррозионного растрескивания под напряжением	153
5.7 Предложения по корректировке требований к материалу баллонов ВВД по критерию предотвращения нестабильного хрупкого разрушения.....	155
5.8 Внедрение результатов корректировки требований.....	157
Выводы по главе 5.....	158
ГЛАВА 6. РАЗРАБОТКА ЭКОНОМНОЛЕГИРОВАННОЙ ВЫСОКОПРОЧНОЙ ХЛАДОСТОЙКОЙ СТАЛИ ДЛЯ БАЛЛОНОВ ВВД.....	161
6.1 Принципы легирования перспективной экономнолегированной высокопрочной хладостойкой стали.....	162
6.2 Составы опытных сталей и построение ТКД.....	168
6.3 Режимы предварительной и окончательной термообработки опытных составов стали.....	171
6.4 Определение механических характеристик перспективных сталей.....	173
6.5 Исследование структуры металла заготовок из опытных сталей	177
6.6 Определение количества остаточного аустенита в перспективных сталях.....	181
Выводы по главе 6.....	182
Основные выводы.....	185
Список литературы.....	188
Приложение А	203

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы. Баллоны воздуха высокого давления (ВВД) из среднеуглеродистой высокопрочной стали Cr-Ni-Mo-V композиции марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с рабочим давлением до 39,2 МПа (400 кгс/см²) широко применяются для хранения и транспортировки осушенного воздуха и инертных газов, в судовых и наземных системах, функционирование которых основано на использовании сжатого воздуха.

Для того чтобы системы ВВД отвечали постоянно возрастающим как функциональным, так и эксплуатационным требованиям, необходимо применение современных материалов и совершенствование технологии их изготовления. В свою очередь совершенствование технологии заключается в создании эффективных технологических процессов, обеспечивающих надежную и долговечную эксплуатацию баллонов ВВД, и имеет важное практическое значение.

Стоит отметить, с одной стороны, накопленный десятилетиями опыт эксплуатации баллонов ВВД, современные знания в области материаловедения и технологических процессов, позволяющие повысить эксплуатационную надежность баллонов, с другой – неизменяющиеся с момента разработки нормативно-технической документации (НТД) требования по ограничению вредных примесей (в первую очередь фосфора и серы), низкий уровень минимально допустимого значения ударной вязкости KCU^{+20} , отсутствие ограничения верхнего предела временного сопротивления и предела текучести (и, как следствие, снижение вязкости и хладостойкости при значительном превышении регламентируемых значений прочностных характеристик). Эти особенности не могут гарантировать безаварийную эксплуатацию баллонов в условиях воздействия низких температур, и в большинстве случаев обусловлены технологическими процессами производства своего времени.

Достигнуть повышения эксплуатационных характеристик, усовершенствовав технологию производства баллонов ВВД, можно без переоборудования заводов-изготовителей, больших дополнительных затрат и замены материала, которое влечет за собой необходимость проведения сертификационных испытаний и, как следствие, снижение темпов производства баллонов ВВД.

Повысить пластичность, вязкость, хладостойкость и сопротивляемость хрупкому разрушению металла баллонов ВВД из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА при обеспечении требуемого уровня прочности возможно в первую очередь за счет увеличения дисперсности структурных составляющих [1] и предотвращения роста зерна аустенита вследствие проявления структурной наследственности, характерной для данных марок стали [2], проявляющейся в процессе изготовления заготовки баллона. Фундаментальные исследования явления структурной наследственности и борьбы с ней проведены академиком В.Д. Садовским, д.т.н. К.А. Малышевым и коллегами [3]. Из их трудов [2, 3] и трудов других ученых [4, 5, 6] следует, что управление структурой металла при производстве изделий осуществляется на основе определения оптимальных параметров термомодеформационного воздействия: температуры начала и окончания деформации, режимов предварительной термообработки.

Для выбора рациональной схемы как предварительной, так и окончательной термообработки, обеспечивающей требуемые свойства, необходимо провести исследования превращения аустенита, формирования фазового состава и структуры на всех этапах производства баллонов ВВД: получение заготовки, предварительной термообработки, изготовления баллона, окончательной термообработки.

Основной операцией термической обработки легированных конструкционных сталей является закалка на мартенсит, обеспечивающая во многих случаях оптимальный комплекс механических свойств. Однако на практике всегда приходится сталкиваться с наличием после закалки метастабильной фазы – остаточного аустенита, который может оказывать

существенное влияние на уровень механических и эксплуатационных свойств стали, претерпевая превращение при отпуске.

Вопросы структурообразования при термообработке высокопрочных сталей Cr-Ni-Mo-V композиции хорошо изучены [7,8], в том числе имеется ряд работ, посвященных негативному эффекту превращения остаточного аустенита и охрупчиванию при отпуске сталей Cr-Ni-Mo-V композиции, в том числе, стали марки 38ХНЗМФА [9-11]. В ряде работ [12-14] рассмотрено влияние химического состава на количество остаточного аустенита и кинетику его превращения, влияние условий охлаждения при закалке на перераспределение углерода в аустените и мартенсите, проанализированы способы уменьшения количества остаточного аустенита [15], а также рассмотрена кинетика распада остаточного аустенита при отпуске стали [16]. Однако проблема структурообразования для особенностей производства изделий типа баллонов ВВД не решена.

Часто производственные стадии рассматривают по отдельности без учета их влияния на последующие стадии. Путем целенаправленного согласования технологических стадий можно задействовать значительный, ранее не используемый потенциал в области управления структурой металла.

В связи с этим **актуальной** является задача усовершенствования технологии производства баллонов (горячей деформации и термообработки) из высокопрочной стали Cr-Ni-Mo-V композиции, учитывающей кинетику рекристаллизации и превращения аустенита в процессе предварительной и окончательной термообработки, позволяющей получить высокий уровень свойств, в том числе хладостойкость и сопротивляемость хрупкому разрушению.

Целью настоящей работы является совершенствование технологии производства баллонов из высокопрочной среднеуглеродистой стали Cr-Ni-Mo-V композиции путем измельчения зерна аустенита при горячем деформировании и предварительной термообработке, регулирования превращения остаточного аустенита при окончательной термообработке, а также корректировка требований к материалу для повышения хладостойкости и сопротивляемости разрушению баллонов ВВД и обеспечения их безаварийной эксплуатации.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

В части усовершенствования технологии изготовления баллонов ВВД:

1. Анализ существующей технологии производства баллонов ВВД, установление основных направлений исследования для достижения поставленной цели.

2. Исследование эволюции аустенита в процессе горячей деформации, предварительной и окончательной термической обработки в стали известного состава и новых сталей с пониженным содержанием углерода и никеля.

3. Исследование влияния термомодеформационных параметров горячей пластической деформации и режимов предварительной термической обработки на конечную структуру баллонов из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА.

4. Определение количества остаточного аустенита, кинетики его превращения в процессе окончательной термообработки и исследование продуктов его превращения в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА.

5. Разработка и опробование в промышленных условиях усовершенствованных процессов производства баллонов ВВД.

В части корректировки требований к материалу баллонов ВВД:

6. Анализ существующих требований к материалу баллонов, установление основных направлений исследования.

7. Исследование структуры, механических свойств и характеристик сопротивления разрушению металла баллонов ВВД, произведенных в разные годы по существующей и усовершенствованной технологии.

8. Обоснование требований к механическим характеристикам материала баллонов ВВД, обеспечивающих их эксплуатационную надежность.

В части применения новой стали для баллонов ВВД:

9. Разработка химического состава перспективной стали для баллонов ВВД, исследование структуры и свойств перспективной стали.

10. Разработка рекомендаций по предварительной и окончательной термообработке баллонов ВВД из новой стали.

Объект исследования: высокопрочная среднеуглеродистая сталь мартенситного класса марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА, а также разработанные перспективные стали 20ХНМФА, 20ХН2МФА, 25ХНМФА и 25ХН2МФА.

Научная новизна полученных в диссертации результатов состоит в следующем:

1. Определены оптимальные термомодеформационные параметры при производстве заготовок баллонов ВВД: температура нагрева при деформации в интервале 1230-1240°C, окончание деформации в интервале 880-940°C, нагрев и выдержка при температуре $940 \pm 20^\circ\text{C}$ в процессе предварительной термической обработки, – позволяющие получить измельченную структуру за счет рекристаллизации аустенитных зерен и, как следствие, повысить вязкость и сопротивляемость хрупкому разрушению.

2. Выполнены исследования по определению количества остаточного аустенита и кинетики его превращения при отпуске высокопрочной стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с переменным содержанием легирующих элементов в пределах марочного. Установлено, что остаточный аустенит распадается на этапе нагрева до температуры высокого отпуска на смесь α -фазы и карбидов, либо на этапе охлаждения с температуры отпуска претерпевает мартенситное превращение, что приводит к снижению уровня ударной вязкости и сопротивляемости разрушению металла баллонов.

3. Показано, что применение двукратного отпуска при температуре 580-610°C слабо влияет на плотность дислокаций, т.е. на прочностные характеристики стали, и способствует повышению хладостойкости и сопротивляемости разрушению стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА за счет устранения концентраторов напряжений, которыми являются продукты превращения остаточного аустенита.

4. Установлены корреляции характеристик ударной вязкости и трещиностойкости в коррозионной среде и прочностных характеристик металла баллонов и откорректированы требования к металлу баллонов ВВД, вытекающие из условий эксплуатации. Для предотвращения хрупкого нестабильного

разрушения при отрицательной температуре определена норма ударной вязкости $KCV^{-50} \geq 38$ Дж/см². Установлен максимальный уровень предела текучести (1150 МПа), превышение которого для рассматриваемых сталей опасно по причине резкого снижения трещиностойкости при нагрузке на воздухе и коррозионной среде.

5. Разработан перспективный состав высокопрочной экономнолегированной хладостойкой стали с пониженным содержанием углерода и никеля, обеспечивающей высокий уровень ударной вязкости при минимальной температуре эксплуатации минус 50°C при требуемом уровне прочности за счет рациональной схемы легирования и термической обработки.

Практическая ценность работы:

1. Усовершенствованы и внедрены в условиях ОАО «ВМЗ «Красный Октябрь» режимы горячей пластической деформации, предварительной термообработки заготовок и окончательной термообработки баллонов ВВД из стали марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА, обеспечивающие повышение характеристик работоспособности (в том числе хладостойкость до минус 50°C).

2. Внесены изменения в техническую документацию в части ужесточения требований к металлу баллонов ВВД: введено верхнее ограничение предела текучести (1128 МПа) и временного сопротивления (1274 МПа), введен контроль ударной вязкости на образцах с острым надрезом при температуре минус 50°C. Данные изменения обеспечивают гарантию требуемой хладостойкости и трещиностойкости (в том числе в коррозионной среде) металла баллонов ВВД.

3. Рекомендовано использование высокопрочной хладостойкой стали с пониженным содержанием углерода и никеля. Применение новой стали позволит снизить себестоимость баллонов ВВД за счет уменьшения содержания дорогостоящего никеля и сокращения времени термообработки – оптимальный комплекс свойств разработанной стали достигается после проведения закалки и однократного отпуска, в то время как для применяемых марок стали требуется проведение закалки и двукратного отпуска.

4. Результаты, полученные в работе, могут быть использованы при разработке технологии термообработки конструкционных высокопрочных среднеуглеродистых сталей. В частности: измельчение размера структурных составляющих в процессе предварительной термообработки, а также повышение характеристик работоспособности с помощью регулирования превращения остаточного аустенита в процессе окончательной термообработки.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Основанные на результатах исследования кинетики превращений аустенита термомеханические параметры, способствующие формированию однородной мелкозернистой структуры перед полиморфным превращением в стали марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА, обеспечивающие высокий уровень механических свойств и характеристик работоспособности.

2. Установленные закономерности кинетики превращения аустенита (в том числе остаточного аустенита) при термообработке стали марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА, а также стали с пониженным легированием – варьируемым содержанием углерода и никеля.

3. Режим термообработки стали марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА, способствующий повышению хладостойкости за счет регулирования превращения остаточного аустенита при отпуске.

4. Установленные взаимосвязи трещиностойкости при нагрузке на воздухе и в коррозионной среде металла баллонов ВВД с прочностными характеристиками.

Достоверность результатов

Достоверность результатов обеспечена большим объемом выполненных экспериментов с применением комплекса стандартных и современных методов исследования. Полученные в работе результаты согласуются с известными данными, полученными в ходе проведения других исследований. Выводы работы подтверждены изготовлением по усовершенствованной технологии более 700 баллонов ВВД, соответствующих повышенному уровню требований.

Личное участие автора в получении научных результатов, изложенных в диссертации, заключается в:

- постановке цели и задач работы;
- анализе и выборе методов исследования кинетики превращения аустенита на всех этапах производства баллонов ВВД;
- участии в проведении экспериментов по исследованию кинетики рекристаллизации и превращения остаточного аустенита;
- разработке режимов моделирования горячей пластической деформации и термообработки исследуемых сталей применительно к пластометрическому комплексу GLEEBLE 3800 и дилатометру DIL 805A/D;
- участии в проведении металлографических и фрактографических исследований, обработке дилатограмм;
- разработке усовершенствованных процессов режима производства баллонов ВВД из стали марки 35ХНЗМФА в условиях ЗАО «ВМЗ «Красный Октябрь»;
- сопровождении изготовления по усовершенствованной технологии баллонов ВВД из стали марки 35ХНЗМФА;
- разработке высокопрочной хладостойкой стали более экономного легирования, обеспечивающей заданные прочностные свойства, с повышенными эксплуатационными характеристиками;
- анализе результатов взаимосвязи характеристик сопротивлению разрушению и прочностных характеристик металла баллонов ВВД.

Апробация работы. Основные положения работы доложены и обсуждены на конференции «Проблемы разлива и кристаллизации стали, сварки, термообработки и математическое моделирование технологических процессов» (Москва, ОАО НПО «ЦНИИТМАШ» 2012 г.), на XIII международной конференции молодых ученых и специалистов «Новые материалы и технологии» (Санкт-Петербург, ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей» 2014 г.), на научно-технической конференции «Инновации молодых - 2014», Санкт-Петербург (ОАО «СПМБМ «Малахит» 2014 г.), в программе «Участник молодежного научно-инновационного конкурса» («УМНИК») (Санкт-Петербург, 2014 г.), на научно-

технической конференции «Взгляд в будущее – 2015» (Санкт-Петербург, ОАО «ЦКБ МТ «Рубин» 2015 г.), на 11-ой Международной научно-технической конференция «Современные металлические материалы и технологии (СММТ`15), (Санкт-Петербург, Санкт-Петербургский Государственный Политехнический Университет, 2015 г.), на международной научно-практической конференции «Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханики – 2017» (Санкт-Петербург, Санкт-Петербургский горный университет, 2017 г), на Третьей Международной научно-технической конференции «Научно-технический прогресс в черной металлургии – 2017», (Череповец, 2017 г.).

Публикации. Основное содержание диссертации отражено в 11 печатных работах, в том числе в 6 работах в изданиях, рекомендованных перечнем ВАК.

Структура диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, основных выводов и списка литературы. Объем диссертации составляет 203 страницы текста, включая 73 рисунок и 21 таблицу. Список литературы содержит 150 источников.

ГЛАВА 1. ТЕКУЩЕЕ СОСТОЯНИЕ В ОБЛАСТИ ОСНОВНОГО ПРЕДМЕТА ИССЛЕДОВАНИЯ

1.1 Условия эксплуатации и нагружения баллонов ВВД. Влияние условий эксплуатации на требования к материалу баллонов

Баллоны ВВД (рисунок 1) предназначены для хранения сжатого осушенного воздуха при давлении до 39,2 МПа (400 кгс/см²). Влажесодержание воздуха не превышает 0,0205 г/м³, что соответствует точке росы минус 55°C. Баллоны изготовлены из низколегированных высокопрочных сталей марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА. Допускаемые напряжения при рабочем давлении приблизительно равны 500 МПа, что, при назначаемом минимальном для сосудов давления коэффициенте запаса 2,25 по временному сопротивлению требует, чтобы металл обладал временным сопротивлением не менее 1125 МПа. Температуры, при которых возможно нахождение баллонов под давлением, соответствуют всему возможному диапазону климатических температур вплоть до минус 50°C [17].

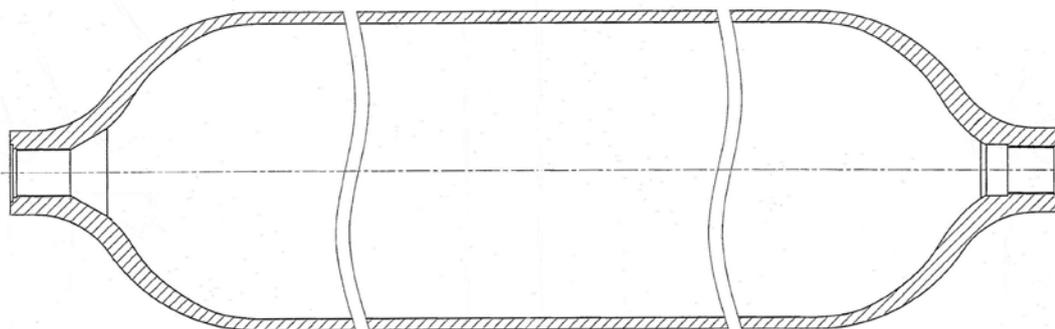


Рисунок 1.1 – Эскиз баллона ВВД

В таблице 1.1 приведены требования к механическим свойствам материала баллонов с коэффициентом запаса прочности 2,25, эксплуатирующихся в наиболее ответственных системах ВВД при давлении до 39,2 МПа.

Таблица 1.1 – Требования нормативной документации к металлу баллонов ВВД

Марка стали	Толщина стенки, мм	Временное сопротивление σ_B , МПа	Предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа	Относительное удлинение δ , %	Ударная вязкость, КСU ⁺²⁰ Дж/см ²
38ХНЗМФА	19,3 ^{+2.5}	≥1128	≥981	≥11	≥68,7
35ХНЗМФА 38ХНЗМФА	16,9 ^{+2.0}	≥1128	≥981	≥11	≥68,7

К существующей системе требований необходимо сделать следующие замечания [17]:

- минимальный уровень временного сопротивления и предела текучести определяется заданной высокой нагруженностью конструкции - напряжения при рабочем давлении $P_{раб}$ в тангенциальном направлении составляют около 500 МПа. Ограничение верхнего уровня прочностных характеристик отсутствует;

- ударная вязкость материала контролируется по испытаниям на ударный изгиб образцов с полукруглым надрезом (КСU), а не на образцах типа Шарпи с острым надрезом (КСV). Несмотря на необходимость обеспечивать работоспособность при температурах до минус 50°С, контроль вязкости материала производится только при комнатной температуре;

- свойства материала контролируются при вырезке образцов вдоль образующей баллона, в то время как максимальные напряжения действуют в тангенциальном направлении – то есть ожидаемое направление распространения разрушения не совпадает с направлением вырезки образцов для контроля механических свойств.

В процессе эксплуатации баллоны ВВД могут подвергаться коррозионному воздействию морской воды. Защита от коррозии осуществляется путем окраски эмалью, установки в районе расположения баллонов протекторов, смазке

резьбовых соединений. Внутренняя поверхность баллонов защищена от коррозии благодаря подаче осушенного кондиционированного воздуха. Кондиционирование воздуха заключается в очистке его от паров масла, неизбежно присутствующего в воздухе после компрессора, а также от влаги. Помимо этого при производстве и хранении для исключения попадания влаги внутрь баллоны подвергаются консервации азотом или чистым сухим воздухом, а внутренняя поверхность баллонов предохраняется от коррозии летучими ингибиторами. Несмотря на эти мероприятия, при освидетельствовании часто обнаруживают коррозионные язвы, появляющиеся при эксплуатации баллонов [17]. Вследствие этого, материал баллонов должен обеспечивать их работоспособность при эксплуатации как в среде морской воды, так и в среде атмосферного воздуха в диапазоне температур от минус 50°C до плюс 60°C, обладать низкой скоростью общей коррозии и не должен быть склонен к коррозионному растрескиванию под напряжением.

Внутренне давление баллона является переменным вследствие частичного расходования запаса воздуха и газов и последующего его пополнения до рабочего уровня. По имеющимся данным [18] о циклической повреждаемости сталей данного уровня прочности в коррозионной среде с черновой поверхностью, для данного уровня напряжений количество циклов до разрушения составляет не менее $1,5 \times 10^4$ при максимальном размахе напряжений (отнулевой цикл). В результате гидравлического циклического испытания баллонов, находившихся в эксплуатации в течение 15 лет, на заданный ресурс работы 25 лет (2×10^3 циклов) не выявлено каких-либо дефектов, баллоны испытание выдержали. Подъем давления при испытании осуществляли до 400 кгс/см^2 , сброс до 280 кгс/см^2 ; срок службы баллонов до испытания не учитывался. В тоже время, по данным разработчика системы ВВД-400 реально подобных отнулевых циклов за период жизни баллонов может быть не более нескольких десятков, а число «подбивок» с перепадом давления до $0,5P_{\text{раб}}$ – не более 1000. Таким образом, можно заключить, что циклическая наработка баллонов при эксплуатации практически отсутствует.

Срок эксплуатации баллонов ВВД (срок до полного технического освидетельствования) составляет 25 лет. В настоящее время этот срок увеличивается. В условиях невозможности полного восстановления лакокрасочного покрытия, приводящего к повышению вероятности образования коррозионных повреждений, без проведения полной представительной проверки надежности баллонов испытанием внутренним давлением, очевидна необходимость повышения эксплуатационной надежности баллонов ВВД.

Резюмируя вышеизложенное, можно заключить:

– металл баллонов должен обладать достаточным запасом вязкости и хладостойкости, высокой сопротивляемостью коррозионно-механическим разрушениям для исключения возможности взрывоподобных разрушений баллонов, которые могут происходить при катастрофическом развитии трещин при постоянной нагрузке. Материал должен обладать высокой сопротивляемостью развитию трещины, способной образоваться как в результате эксплуатации (коррозия, механические повреждения при монтаже-демонтаже и обслуживании), так и в результате производственного дефекта (риски, следы режущего инструмента, неметаллические включения);

– металл баллонов ВВД должен иметь высокое значение ударной вязкости во всем диапазоне температур эксплуатации, а также не проявлять чувствительности к форме надреза и направлению вырезки образцов;

необходимость повышения эксплуатационной надежности обусловлена повышением срока эксплуатации баллонов ВВД.

1.2 Технология производства баллонов ВВД

Баллоны ВВД вместимостью 400 и 650 л. изготавливаются из низколегированной среднеуглеродистой высокопрочной стали марок 38ХНЗМФА (ГОСТ 4543 [19]) и 35ХНЗМФА (ТУ 14-3-883-79 [20]).

На рисунке 1.2 представлена схема изготовления баллона ВВД. Кузнечный слиток массой 3,9 т отливается в изложницу 5,55 т без прибыли, масса поковки, таким образом, составляет 2,7 т. Выплавка стали осуществляется в электродуговой печи ДСП-12 с основной футеровкой.

Трубная заготовка для баллона изготавливается из кузнечного слитка методом прошивки слитка на вертикальном прессе мощностью 2500 т и последующей протяжки (8 проходов) полученной заготовки на дорне через кольца с постепенным уменьшением диаметра дорна и колец на горизонтальном прессе мощностью 1500 т. Температура нагрева под прошивку и протяжку выше 1200°C, температура окончания деформации составляет 800°C на поверхности заготовки. Минимальное количество нагревов до температуры > 1200°C – четыре: один раз для прошивки слитка и три – для протяжки полученной заготовки на дорне.

После деформации без охлаждения на воздухе от заготовки отрезают прибыльную и донную части и сажают заготовку в печь для проведения предварительной термообработки. Режим предварительной термообработки: копеж (высокий отпуск) при температуре $660 \pm 10^\circ\text{C}$ с охлаждением на выдвинутой подине до 250-300°C, отжиг при температуре $920 \pm 10^\circ\text{C}$ с охлаждением на выдвинутой подине до 250-300°C и высокий отпуск при температуре $660 \pm 10^\circ\text{C}$ с охлаждением на выдвинутой подине до 250°C, далее на воздухе.

После предварительной термообработки заготовку механически обрабатывают – обтачивают до получения заданной толщины стенки. Далее на молоте мощностью 3000 т происходит заков горловин. Температура нагрева при закове – до 1200°C на длине 400 мм, температура окончания 800°C. Допускается производить заков каждого конца заготовки с одного нагрева. После закова горловин заготовки подвергаются неполному отжигу при температуре 700-720°C ÷ 670-690°C ÷ 640-660°C с охлаждением на воздухе.

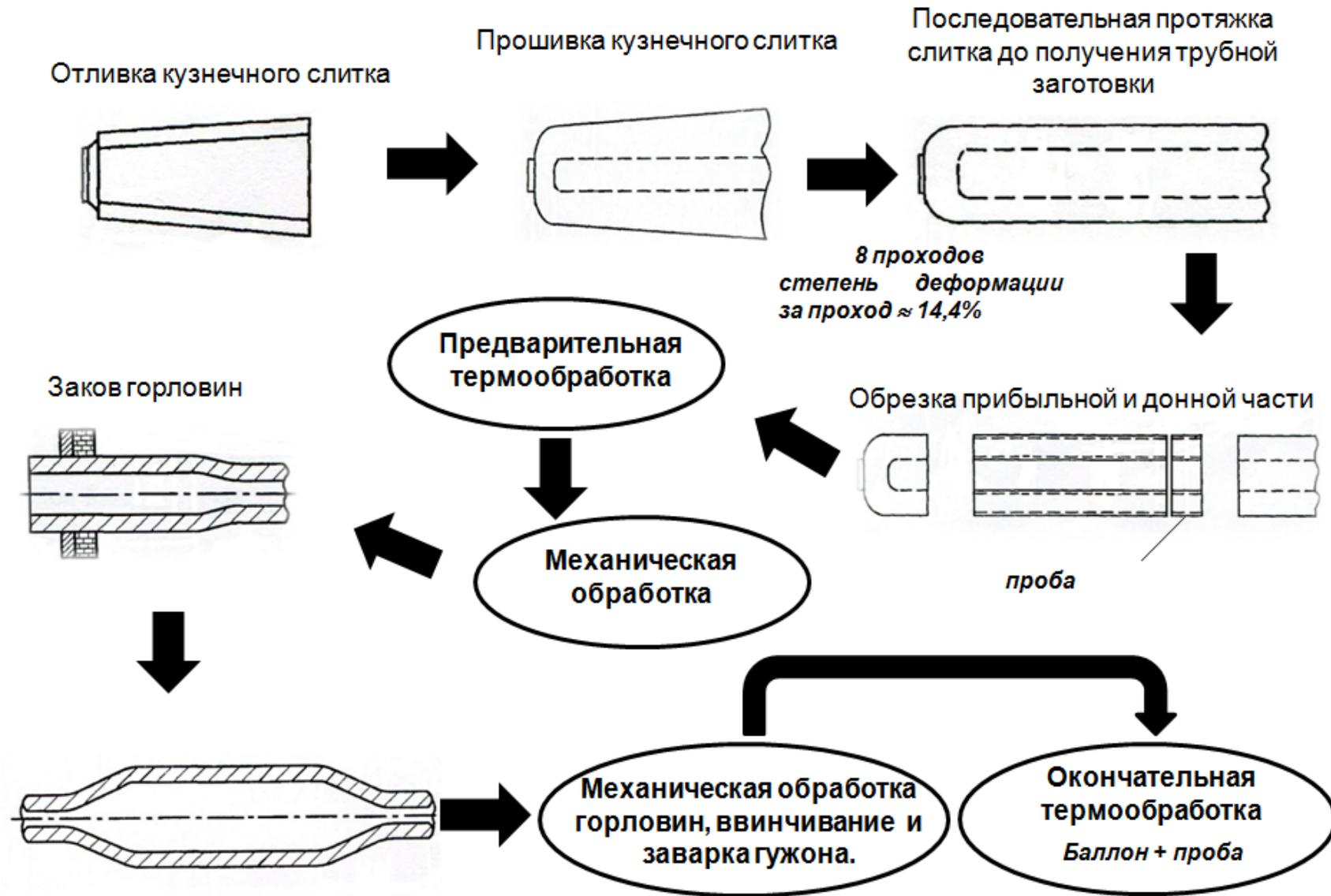


Рисунок 1.2 – Схема производства баллона ВВД

После неполного отжига осуществляется заварка одной горловины гужоном из стали 20 по ГОСТ 1050-88 ручной дуговой многопроходной сваркой с предварительным подогревом горловины до температуры 250 - 350°C.

Не позднее, чем через двое суток после заварки гужона, баллоны подвергают окончательной термической обработке по режиму: закалка при температуре 840-860°C, охлаждение в масло, отпуск при температуре 600-610°C.

1.3 Случаи выхода баллонов ВВД из строя. Анализ характера разрушения

Результаты исследований баллонов с длительным сроком эксплуатации показали отсутствие влияния срока эксплуатации на механические свойства их металла, которые соответствовали требованиям нормативной документации. Испытания металла этих баллонов показали также отсутствие достоверной связи фактических характеристик металла баллонов с данными, указанными в их паспортах (полученными на основании испытаний образцов-свидетелей). Получено, что отличие прочностных параметров и ударной вязкости может достигать 15% [17].

Расхождение фактических значений механических характеристик с характеристиками, полученными при испытании образцов-свидетелей, также было зафиксировано при исследовании металла разрушенных баллонов. Что позволяет установить: существующие требования к материалу и фактический уровень свойств не гарантируют безопасной эксплуатации сосудов высокого давления.

На основании результатов исследования металла фрагментов одного из разрушенных баллонов зафиксированы значительные отклонения средних значений прочностных свойств, заданных технической документацией. Они составляют 15÷20%. При анализе распределения характеристик прочности вдоль траектории распространения трещины установлена тенденция: на данных

участках наблюдаются наибольшие значения временного сопротивления и предела текучести, существенно превышающие требования НТД [17, 21].

Анализируя данные по уровню ударной вязкости этого разрушенного баллона, отмечено, что металл фрагментов баллона очень неравномерен по ударной вязкости, разброс значений достигает 45%. В целом, вязкость металла ниже требований НТД и соответствует состоянию переупрочнения металла, подтвержденному результатами испытаний на растяжение. Сопоставляя значения ударной вязкости в местах отбора образцов и по траектории распространения трещины, можно констатировать, что в зоне предполагаемых очагов разрушения ударная вязкость, даже при температуре 20°C, оказывается минимальной по сравнению с другими участками.

В результате проведенных металлографических исследований образцов металла разрушенного баллона, отобранных в районе предполагаемых очагов разрушения, а также в различных районах фрагмента разрушенного баллона, было установлено [22]:

- в металле содержатся неметаллические включения не выше 3-го балла, что свидетельствует об удовлетворительном металлургическом качестве стали, использованной для изготовления баллона;
- выявленная структура представляет собой отпущенный мартенсит, с размером зерна, соответствующим номеру G8 по ГОСТ 5639 и одинакова в каждом из исследованных образцов, что говорит о высокой степени ее равномерности по длине баллона;
- не наблюдается отличий в структуре металла образцов, находящихся вблизи трещины и на удалении от нее.
- дефекты, способные инициировать разрушение баллона, не обнаружены.

Фрактографические исследования, проведенные для установления характера и причин разрушения, в зоне распространения трещины показали следующее:

– в зоне магистрального распространения трещины поверхность разрушения всех отобранных образцов по морфологическим признакам в целом характеризуется изломом квазихрупкого вида;

– в пределах зон «нормального» разрыва в местах, где выявляется структура поверхности, в микрорельефе изломов обнаруживаются гребни, язычки и мелкие ямки квазискола, диаметр которых не превышает 5 мкм, (рисунок 1.3), что свидетельствует о некоторой микропластической деформации, которая предшествовала разрушению. С учетом этого разрушение металла классифицируется как квазихрупкое, реализованное механизмом квазискола;

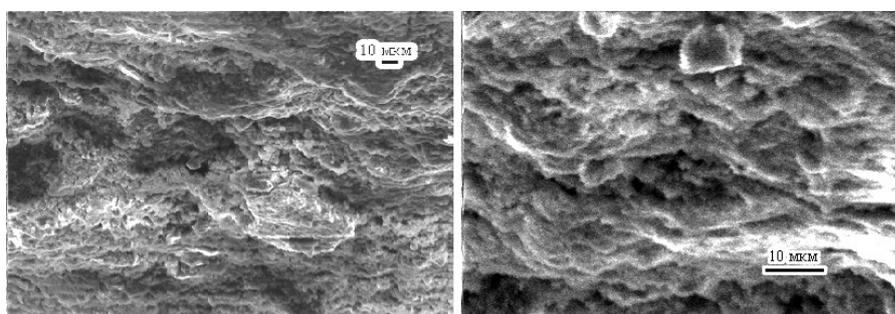


Рисунок 1.3 – Фасетки квазискола с гребнями и язычками, выявленные в микрорельефе площадок «нормального» разрыва на изломе образца из металла разрушенного баллона

– на поверхности разрушения в месте расположения фокуса излома в пределах площадки «нормального» разрыва площадью $5 \times 10 \text{ мм}^2$ зафиксирован (рисунок 1.4) периодический микрорельеф в виде ступенек с шагом повторяемости $\sim 1 \text{ мм}$. Фронты периодического рельефа ориентированы почти параллельно внешней поверхности корпуса баллона. Наличие и ориентация указанных фронтов свидетельствует о постепенном подрастании трещины, которая распространялась в направлении от внешней поверхности внутрь корпуса баллона.

В пределах обнаруженного участка на расстоянии около 0,5 мм от внешней поверхности по рисунку микрорельефа выявлена небольшая ($\sim 300 \times 300 \text{ мкм}$) зона «наибольшей» поврежденности (рисунок 1.5), которая определена по наличию оглаженных площадок межзеренного разрушения коррозионного вида и следов

микропластических сдвигов между ними как результатов локальной потери механической устойчивости.

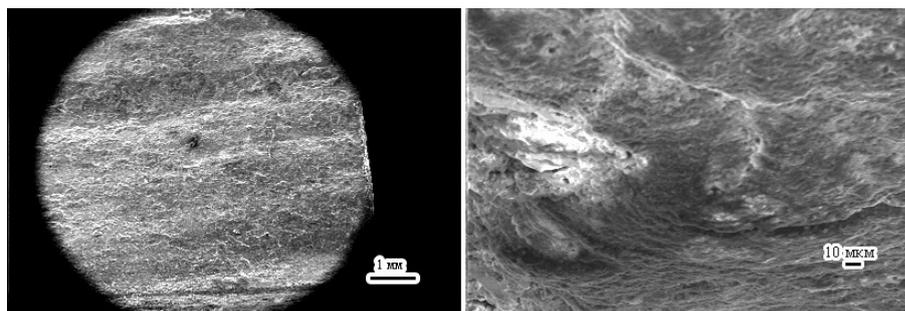


Рисунок 1.4 – Фрагмент участка фокуса излома, вокруг которого обнаружен периодический рельеф в виде ступенек, показанный в разных ракурсах

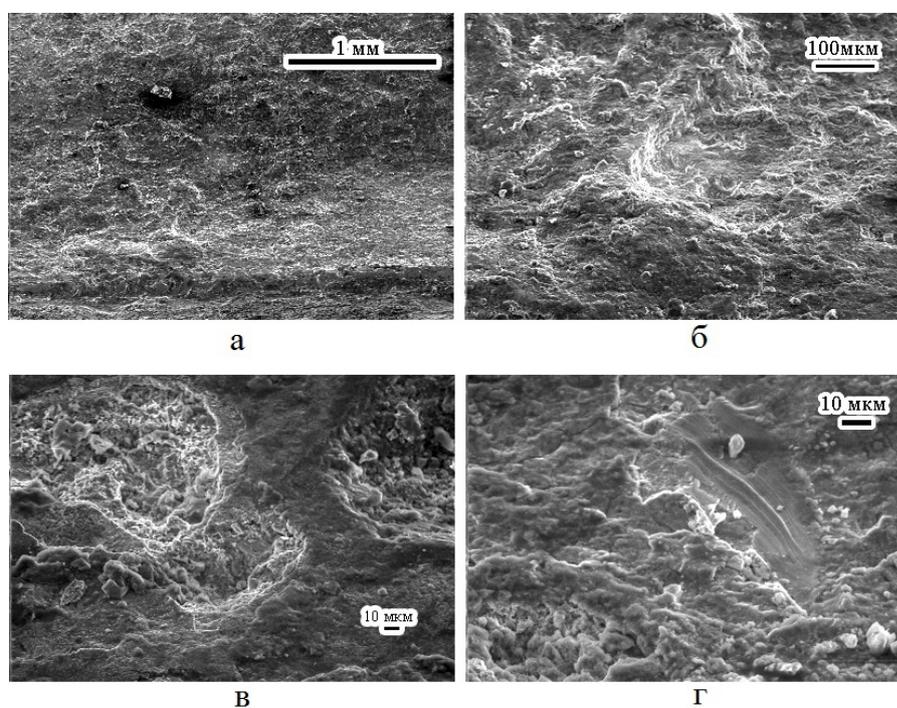


Рисунок 1.5 – Микрорельеф зоны «наибольшей» поврежденности – (а), в которой замечены оглаженные площадки – (б), межзеренное разрушение коррозионного вида – (в) и следы микропластического сдвига между ними – (г)

Полученные данные дают основание утверждать, что причины разрушения обусловлены внутренним строением металла, прежде всего силами сцепления в границах зерен.

При исследовании микроструктуры металла в очагах разрушения были обнаружены достаточно протяженные участки границ зерен, декорированные близко расположенными частицами неправильной формы (рисунок 1.6). Размер частиц не превышает 3 мкм.

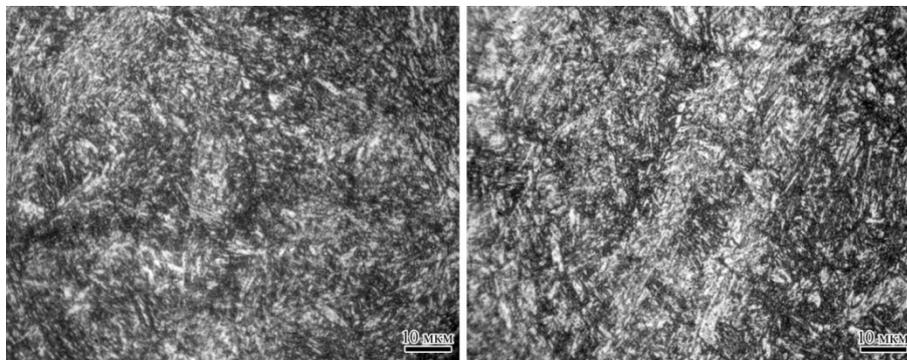


Рисунок 1.6 – Участки шлифа, удаленные от поверхности излома на расстояние не более 1 мм, где обнаружены границы зерен, декорированные мелкими частицами неправильной формы

Таким образом, фрактографическое исследование изломов и металлографическое исследование металла в очагах возникновения разрушения позволило установить, что в мелкозернистой мартенситной структуре в состоянии после закалки и отпуска обнаружены признаки локального ослабления межзеренных связей в виде границ, декорированных частицами упрочняющих фаз [22].

Одной из причин пониженных значений пластичности и ударной вязкости при завышенных значениях прочностных характеристик в металле баллонов из стали марки 38ХНЗМФА может являться наличие продуктов превращения остаточного аустенита при нагреве, выдержке или охлаждении во время проведения отпуска. Помимо замены вязкой составляющей хрупкой – остаточного аустенита мартенситом или смесью α -фазы и карбидов, дополнительным фактором, вызывающим охрупчивание, будет неблагоприятное расположение продуктов превращения остаточного аустенита – по границам пакетов и реек первичного мартенсита.

Другой причиной значительного снижения уровня ударной вязкости может являться значительный рост зерна вследствие перегрева на этапе деформации, при котором разрушение происходит по границам первичных аустенитных зерен, несмотря на действительное измельченное зерно.

Очевидно, что оба механизма могут влиять на снижение уровня ударной вязкости и сопротивляемости разрушению, не изменяя уровень прочностных характеристик. Особенно стоит обратить внимание на температуру нагрева при пластической деформации заготовок, так как перегрев способен привести к неисправимому катастрофическому снижению ударной вязкости.

Во всех случаях разрушения баллонов отмечено значительное превышение регламентируемых нормативной документацией прочностных свойств и снижение характеристик сопротивления разрушению. В таблице 1.2 приведены результаты экспертных исследований – средние значения и диапазоны изменения регламентируемых механических свойств металла двух разрушившихся при эксплуатации баллонов ВВД из стали марки 38ХНЗМФА [17].

Таблица 1.3 - Механические свойства металла разрушившихся баллонов. В знаменателе приведены средние значения, в числителе – диапазон изменения

Баллон	σ_{02} , МПа	$\sigma_{в}$, МПа	KCU^{+20} , Дж/см ²	KCV^{+20} , Дж/см ²	KCV^{-50} , Дж/см ²
«А»	$\frac{1157-1235}{1180}$	$\frac{1209-1339}{1294}$	$\frac{46-95}{78}$	$\frac{33-63}{46}$	$\frac{20-46}{30}$
«Б»	$\frac{1191-1280}{1230}$	$\frac{1369-1400}{1382}$	$\frac{48-57}{53}$	$\frac{26-31}{30}$	-
Примечания: не менее 20 образцов по каждому виду испытаний.					

Анализируя данные по уровню механических свойств, отмечено, что металл фрагментов баллона очень неравномерен по ударной вязкости. Существенное повышение прочностных характеристик металла баллонов сопровождалось невыполнением требований НТД по ударной вязкости (для баллона «А» - это

приблизительно 30% неудовлетворительных результатов, для баллона «Б» - более 50%).

Учитывая реальное состояние поверхности баллонов с длительным сроком эксплуатации, принимая во внимание тот факт, что трещина при коррозионном растрескивании может медленно расти без каких-либо внешних проявлений, а на начальном этапе ее раскрытие и связанная с этим деформация могут быть небольшими и трудно обнаруживаемыми [23], большой интерес представляет оценка трещиностойкости металла в коррозионной среде. Непосредственно определяемой характеристикой в серии испытаний является отношение разрушающих нагрузок в коррозионной среде и на воздухе β [24]. Для выполнения данных исследований использовались как образцы, вырезанные из разрушенных баллонов, так и образцы из металла баллонов разных годов производства, в том числе образцы, подвергнутые дополнительной термической обработке с варьируемой температурой отпуска, обеспечивающего различный уровень прочностных свойств. Результаты этих испытаний представлены на рисунке 1.7 [17, 24].

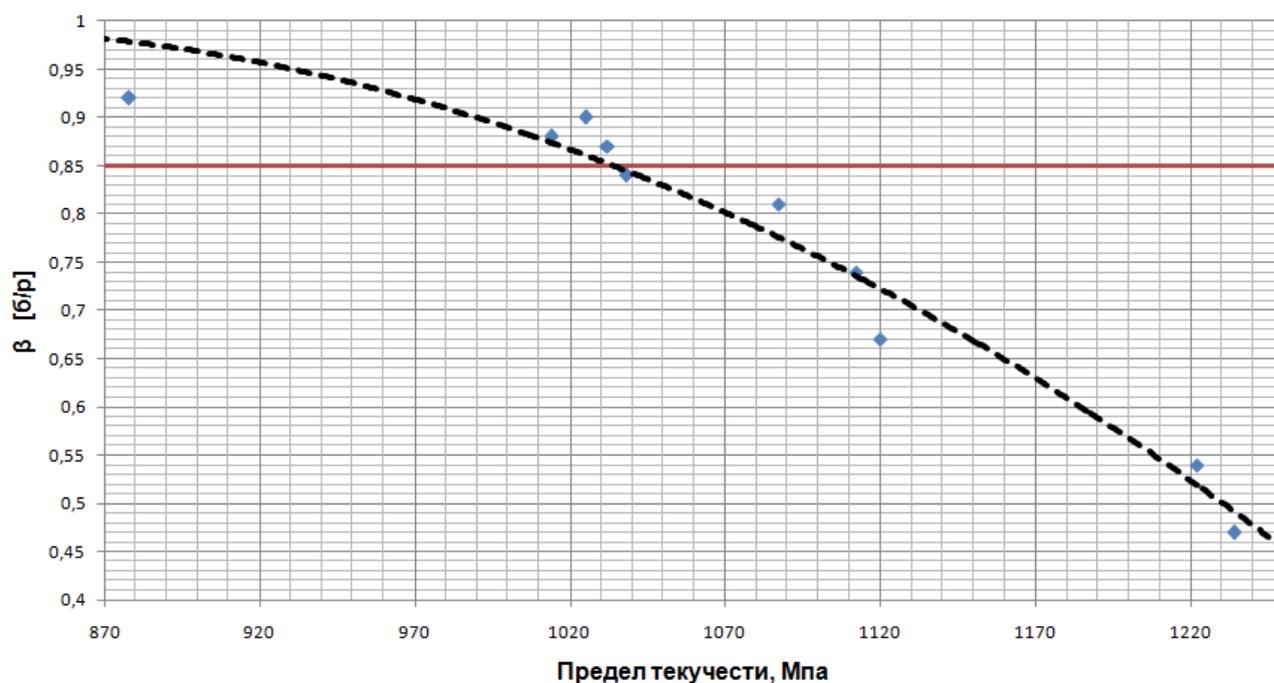


Рисунок 1.7 – Результаты испытаний образцов с трещиной, вырезанных из баллонов с различным уровнем прочностных характеристик, в коррозионной среде

Как следует из графика, с повышением прочности трещиностойкость в коррозионной среде резко падает, что согласуется известными литературными данными, связывающими влияние изменения уровня прочности на стойкость к КР [25, 26]. На графике нанесен уровень $\beta = 0,85$, по результатам многочисленных исследований принятый как критерий полной нечувствительности материала к воздействию коррозионной среды. Из графика следует, что в металле с пределом текучести более 1050 МПа потенциально может реализоваться механизм коррозионного растрескивания под напряжением, и необходим дополнительный анализ допустимого снижения трещиностойкости.

На рисунке 1.8 представлены гистограммы значений предела текучести металла баллонов, произведенных в разное время. Для баллонов, произведенных в 1987-1991 гг., максимальное превышение предела текучести по отношению к требованиям составляет 160-200 МПа (16% баллонов). В то же время для баллонов производства 2003 – 2004 гг. превышение предела текучести на 160-200 МПа по отношению к требованиям составляет более 65%, а для 10% баллонов превышение составляет более чем 240 МПа [17].

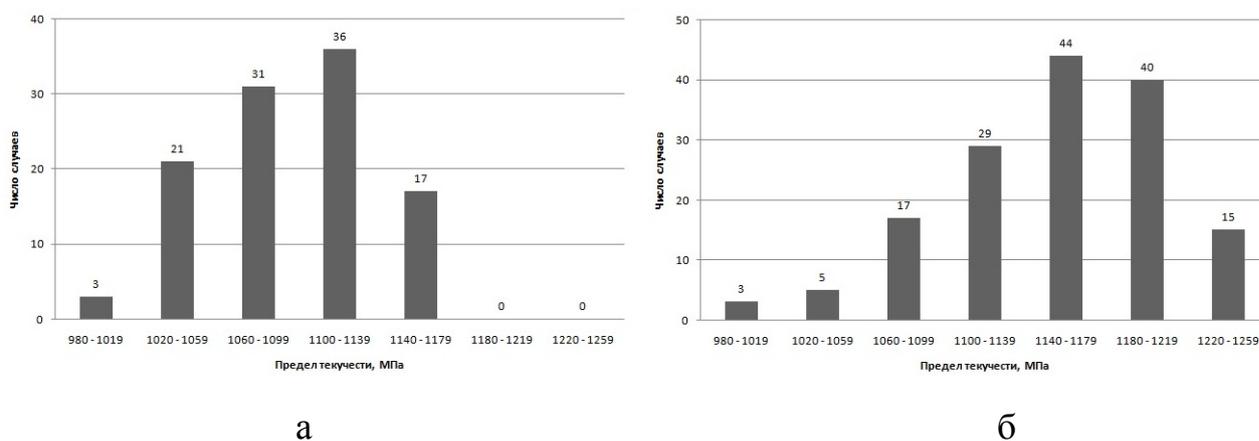


Рисунок 1.8. Распределение значений предела текучести металла: а – для 108-и баллонов производства 1987 – 1991 гг.; б – для 153-х баллонов производства 2003-2004 гг.

Исходя из данных гистограмм, значительное превышение прочностными характеристиками нормативных значений не является чем-либо экстраординарным, что вызывает необходимость пересмотра требований в сторону ограничения уровня прочностных характеристик и увеличения

требования по уровню ударной вязкости для гарантии безаварийной эксплуатации баллонов при отрицательной температуре.

1.4 Способы повышения сопротивляемости разрушению

1.4.1 Влияние размера зерна на характеристики разрушения и механические свойства

Известно, что хладостойкость стали определяется как типом кристаллической решетки, так и состоянием границ зерен, наличием примесей внедрения и их взаимодействием с дислокациями, выделением избыточных фаз, размером зерна [27].

Исключительно важной характеристикой, определяющей возможность перехода от механизма вязкого разрушения, сопровождающегося значительными пластическими деформациями (как следствие, высокой энергоемкостью), к механизму хрупкого разрушения с малыми пластическими деформациями (и низкой энергоемкостью), является температура вязко-хрупкого перехода [28].

Одним из основных факторов, повышающих хладостойкость, т.е. влияющих на снижение критической температуры хрупкости (температуры вязко-хрупкого перехода) и повышения сопротивляемости хрупкому разрушению металла, является измельчение зерна. Впервые явление вязко-хрупкого перехода было описано академиками А.Ф. Иоффе и Н.Н. Давиденковым. Величиной, определяющей переход металла в хрупкое состояние, является сопротивление отрыву $\sigma_{отр}$, которое зависит, в том числе, от размера зерна. С уменьшением размера зерна увеличивается сопротивление отрыву и, соответственно, возрастают характеристики вязкости разрушения и пластичности [1, 29, 30].

На рисунке 1.9 представлена схема, показывающая, что при измельчении зерна повышается не только $\sigma_{отр}$, но и предел текучести σ_T [31].

Обычно влияние размера структурных элементов на механические свойства металла описывается соотношениями типа Холла-Петча. Эти соотношения имеют удовлетворительную точность в диапазоне обычных размеров зерен (более 1 мкм). Согласно уравнениям прочностные характеристики возрастают обратно пропорционально квадратному корню из размера зерна.

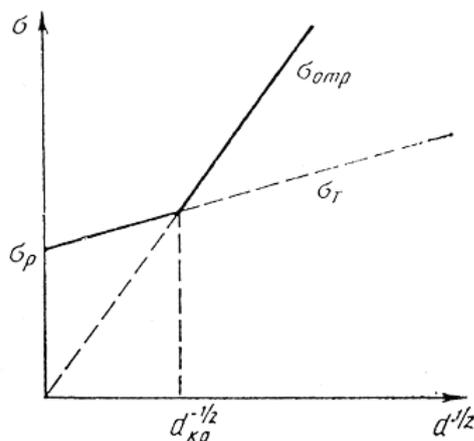


Рисунок 1.9 – Влияние размера зерна d на предел текучести σ_T и сопротивление отрыву $\sigma_{отр}$ низкоуглеродистой стали при 77К [31]

Классическое соотношение Холла-Петча отображает влияние среднего размера зерна на величину предела текучести σ_T металла [32]:

$$\sigma_T = \sigma_0 + K_y d^{1/2} \quad (1.1)$$

где σ_0 - напряжение трения решетки, ее сопротивление движению дислокаций, K_y - постоянная Холла-Петча, d - средний размер зерна.

Подобное соотношение описывает и сопротивление стали хрупкому разрушению [33]:

$$\sigma_{отр} = \sigma_0 + K_y d^{1/2} \quad (1.2)$$

где σ_0 - трение решетки, k - постоянная для металла в условиях деформирования, d - средний размер зерна.

Также с помощью аналогичного соотношения определяют зависимость температуры вязко-хрупкого перехода T_B от размера зерна [34]:

$$T_B = T_0 + K_B d^{1/2} \quad (1.3)$$

где d – средний размер зерна, T_0 и K_g – параметры материала, не зависящие от размера зерна.

Ведя речь о размере структурных элементов, стоит оговориться о термине «зерно», поскольку в бейнитных и мартенситных сталях структура формируется пакетами. В мартенситных сталях согласно [35] в пределах бывшего аустенитного зерна образуются от одного до трех пакетов, которые в свою очередь делятся на блоки и субблоки. Как правило, пакеты разделены большеугловыми границами, и играют ту же роль, что зерна в простых поликристаллах, а разориентировки между рейками внутри пакетов в основном малоугловые ($\theta < 10^\circ$). Каждая рейка – результат гомогенного сдвига. Они группируются в колонии – блоки, которые, в свою очередь группируются в пакеты в пределах бывших аустенитных зерен. Внутри колоний рейки, по большей части, параллельны друг другу, т.е. разделены малоугловыми границами [36-38]. При этом эффективным препятствием распространению трещины являются структурные элементы, разделенные большеугловыми границами: пакеты и блоки [32, 39-41].

Из соотношения Холла-Петча следует, что размер структурных элементов влияет на прочностные характеристики стали, а также имеются данные, что в бейнитных и мартенситных сталях большой вклад в упрочнение вносят структурные элементы с малыми углами разориентировки – субблоки и рейки [42]. Однако в настоящее время имеется ряд работ [43,44] в которых представлены данные, свидетельствующие о низкой взаимосвязи прочности и размера зерна. В сталях мартенситного класса вклад границ структурных элементов в прочность много меньше вклада сегрегаций углерода [43] и полностью определяется плотностью дислокаций, который слабо зависит от размера исходного аустенитного зерна [44]. На рисунке 1.10 представлена зависимость условного предела текучести от квадратного корня из величины плотности дислокаций для сталей со структурой реечного мартенсита.

Тем не менее, соотношение Холла-Петча подтверждается экспериментальными данными и поэтому широко применяется в области материаловедения и механики разрушения.

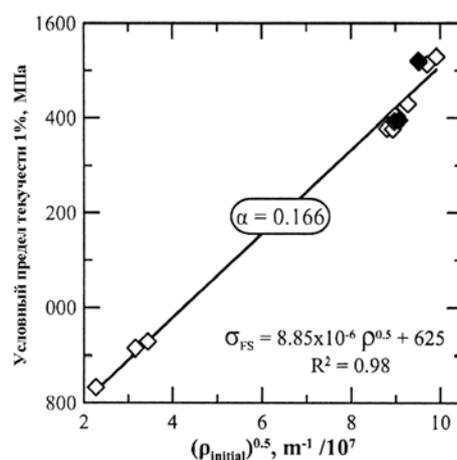


Рисунок 1.10 – Зависимость условного предела текучести от квадратного корня величины плотности дислокаций [44]

Можно отметить, что использование среднего размера зерна в качестве определяющего параметра не всегда логично, поскольку разрушение материалов происходит в ослабленных зонах структуры, в том числе по границам больших зерен [32, 45]. В то же время, имеющиеся данные по напряжению хрупкого разрушения образуют явную зависимость от параметра $d^{-1/2}$, то есть от размера структурного элемента [46].

Зависимость напряжения хрупкого скола от размера структурного элемента объясняется с позиции критерия разрушения Гриффитса: размер зерна ограничивает длину зарождающейся трещины. Для образования зародыша трещины скола необходима пластическая деформация [5, 47] скольжением или двойникованием. Границы зерна являются препятствием, блокирующим линии скольжения или двойникования [48].

Таким образом, несмотря на неоднозначную величину среднего размера зерна d применительно к мартенситным сталям, вязкость и устойчивость к охрупчиванию под воздействием внешних воздействий определяют участки структуры с большеугловыми границами – пакеты и блоки.

Хрупкое разрушение характеризуется внутризеренным механизмом зарождения микроскола, а минимальное напряжение хрупкого отрыва определяется только размером мартенситных или бейнитных пакетов [46].

Размер структурных элементов, в свою очередь, неразрывно связан с размером исходного аустенитного зерна: структура, возникающая в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения при охлаждении стали, зависит от состояния высокотемпературной γ -фазы. Форма кристалла мартенсита в процессе роста обычно сохраняется до тех пор, пока он не встретит какое либо препятствие: границу зерна, другой кристалл мартенсита, макроскопический дефект. В то же время, зарождение кристалла мартенсита чаще всего происходит на границе зерен, что может быть связано с тем, что свободная энергия образования критического зародыша на границе понижена (по сравнению с объемом зерна), так как появление зародыша новой фазы приводит к понижению межзеренной энергии [49]. Изменяя технологию пластической деформации и термической обработки, можно управлять размером зерна и, соответственно, свойствами металла.

Однако для металла баллонов из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА процесс измельчения зерна затруднен в связи с явлением структурной наследственности [2], проявление которой интенсифицируется таким специфичным фактором воздействия при изготовлении баллона как повторяющийся высокий нагрев при прошивке и закове горловин (нагрев до температуры не менее 1200°C) [50].

1.4.2 Явление структурной наследственности

Сталь марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА относится к сталям бейнитно-мартенситного класса, так как даже при замедленном охлаждении с температуры аустенитизации происходит аустенитно-бейнитное превращение, переходящее в аустенитно-мартенситное, или аустенитно-мартенситное превращение в зависимости от толщины изделия. В настоящей работе речь идет об изделиях небольших сечений (16,9 – 21,3 мм) поэтому далее данный тип стали будет рассматриваться как мартенситный.

Склонность сталей Cr-Ni-Mo-V композиции (в том числе стали типа 38ХНЗМФА) к структурной наследственности отмечена академиком В.Д.Садовским. Структурная наследственность (также известная как «кристаллографическая память» [51]) проявляется в отсутствии перекристаллизации при нагреве стали выше критических точек: крупное зерно стали, с упорядоченной структурой мартенсита или бейнита, не измельчается новым нагревом выше точки A_{c3} , а воспроизводит исходное по величине и ориентировке при определенных условиях нагрева [2, 52]. Существование структурной наследственности может выражаться в том, что при наличии мелких действительных аустенитных зерен, выявляемых металлографическими методами, при ударных испытаниях обнаруживается крупнокристаллический излом, причем зерна в изломе соответствуют по величине первоначальным зернам аустенита. Таким образом, при проявлении структурной наследственности может нарушиться корреляция между размерами зерна, определяемыми металлографическим и фрактографическим методами [53, 54].

Явление структурной наследственности впервые было обнаружено Д.К. Черновым, установившим, что окончание образования аустенита при нагреве может не сопровождаться измельчением зерна. Измельчение зерна происходит при более высокой температуре, которую Д.К. Чернов назвал «точка b» [55, 56]. Важно помнить, что точка b Чернова не тождественна точке A_{c3} Ф.Осмонда [2,3].

Восстановление зерна объясняется принципом Вульфа-Кюри-Гиббса – ориентированным по отношению к исходной матрице образованием зародышей аустенита. Ориентированное формирование зародыша новой фазы связано с тем, что на когерентной границе α - и γ -фаз поверхностная энергия уменьшается в 3-4 раза по сравнению с энергией образования неориентированного зародыша. При этом происходит выборочная реализация ориентационных соотношений, что возможно при одновременной ориентационной связи зародыша аустенита с двумя соседними кристаллами α -фазы. Неизбежным следствием ориентированного образования зародышей γ -фазы является восстановление исходного аустенитного зерна [57].

В процессе $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения строение межфазной границы нарушается вследствие развития вторичных релаксационных процессов, связанных с накоплением дислокации несоответствия на когерентной границе, их перераспределением, аннигиляцией, полигонизацией, рекристаллизацией [58]. Развития этих процессов в основном зависит от скорости нагрева, особенно в межкритическом интервале температур, так как движущей силой рекристаллизации является избыточная энергия γ -фазы, образующаяся в результате фазового наклепа при $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращении и передачи аустениту дефектов кристаллического строения исходной α -фазы. Степень фазового наклепа, в свою очередь, определяется в большей мере скоростью нагрева. Явление структурной наследственности возникает в результате разделения двух процессов: ориентированного превращения решетки и рекристаллизации, обусловленной возникающими при превращении искажениями.

При медленном нагреве (со скоростью $\sim 1^\circ/\text{мин}$) общность ориентировки кристаллов α - и γ -фаз не нарушается, так как релаксационные процессы сводятся к полигонизации. Иными словами, уменьшаются связанные с превращениями искажения, следовательно, снижается движущая сила рекристаллизации и происходит восстановление зерна.

При быстром нагреве (со скоростью $\sim 100^\circ/\text{сек}$) релаксационные процессы на межфазных границах подавляются, то есть не хватает времени для развития рекристаллизации и происходит восстановление зерна.

При нагреве со скоростью $\sim 100^\circ/\text{мин}$ фазовая и структурная перекристаллизация совпадают по температурным интервалам, происходит развитие по мере повышения температуры в межкритическом интервале A_{c1} - A_{c3} рекристаллизационных процессов в исходных фазах. В результате при завершении $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения происходит измельчение зерна, структурная наследственность отсутствует.

Другим возможным вариантом совпадения интервалов фазовой и структурной перекристаллизации, сопровождающимся измельчением зерна, является нарушение общности ориентировки кристаллитов исходной матрицы до

начала $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения вследствие рекристаллизации деформированного металла [57-59].

Стоит отметить, что явление структурной наследственности может быть сознательно использовано в машиностроении и медицинской технике в случае специальных сплавов с так называемым «эффектом памяти формы» [60].

1.4.3 Методы предотвращения явления структурной наследственности

Согласно многочисленным исследованиям и имеющимся литературным данным [4, 50, 61] наиболее надежное и эффективное средство устранения последствий перегрева и роста зерна из-за проявления структурной наследственности в структуре и изломе стали – отжиг с превращением аустенита в феррито-перлитной области. При этом уже в процессе охлаждения от температуры перегрева крупные зерна аустенита разбиваются на перлитные колонии, каждую из которых можно рассматривать как самостоятельное зерно.

Однако стали марок 35ХНЗМФА, 38ХНЗМФА не могут вследствие высокой устойчивости аустенита в перлитной области иметь указанное аустенитно-перлитное превращение даже при замедленном охлаждении с температуры отжига. В трудах академика В.Д.Садовского [2] утверждается, что в этих сталях «ни при каких условиях охлаждения не происходит распада аустенита в перлитной ступени», а также отмечено, что «возможность перлитного распада при остывании отливки, поковки, сварного шва должна рассматриваться как положительное качество стали, предотвращающее резкие проявления структурной наследственности».

На практике для измельчения зерна применяют двукратную (иногда – трехкратную) нормализацию. Измельчение зерна в таком случае происходит за счет того, что каждый нагрев ведет к накоплению дислокаций на поверхности сопряжения кристаллитов α - и γ -фаз. Вследствие повторения цикла $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ превращения поверхность раздела фаз усложняется, способствуя разориентировке фаз [62]. В итоге, зерно измельчается за счет увеличения общей разориентировки.

Однако для стали мартенситного класса Cr-Ni-Mo-V композиции при содержании никеля свыше 3,0 % измельчение зерна труднодостижимо даже при многократных фазовых перекристаллизациях – крупнозернистая структура сохраняется после 3-4 циклов $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ превращения [50].

На основании проведенных экспериментов [50, 63] можно заключить, что с целью измельчения зерна в финальной структуре поковок небольшого размера, изготовленных из стали хромоникельмолибденованадиевой композиции, склонной к структурной наследственности, целесообразно применять отжиг с нагревом до интервала температур рекристаллизации аустенита. В таком случае рекристаллизация аустенита будет вызвана фазовым наклепом при нагреве [5], а последующая окончательная термообработка с фазовой перекристаллизацией обеспечит еще большее измельчение зерна.

Таким образом, основными движущими силами рекристаллизации будут являться: фазовый наклеп, то есть наследование высокой плотности дислокаций в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ (после деформации заготовки) и $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения (при проведении ПТО) [6, 49], а также предварительная пластическая деформация металла. Из чего следует, что важно на этапе деформации заготовки контролировать структуру металла, правильное управление которой может способствовать значительному повышению механических и служебных характеристик после завершения полного цикла термической обработки [64].

1.4.4 Влияние температуры деформации заготовок на механические свойства и характеристики разрушения

Технология обработки давлением играет одну из ключевых ролей в части достижения измельчения структурных составляющих. Пластическая деформация увеличивает плотность дефектов и несовершенств кристаллической решетки (вакансии, дислокации, мало- и большеугловые границы) и характер их распределения, оказывая влияние на формирование структуры, что следует использовать при управлении структурой стали.

Совершенствование технологии производства в первую очередь предусматривает корректировку температурного интервала пластической деформации, то есть крайне важными параметрами при создании оптимальной структуры являются температура начала и окончания деформации. Температура нагрева при деформации стали рассматриваемых марок не должна превышать уровень температур (обычно 1200-1220°C), при превышении которого возможен чрезмерный рост зерна в стали с частичным или полным перегревом (пережогом), приводящим в итоге к камневидному излому, не устранимому термообработкой, включая и гомогенизационный отжиг с последующим циклом улучшения. Механизм образования камневидного излома заключается в образовании массивных оболочек по границам зерен из неметаллической фазы при значительном перегреве: либо перераспределение между границами зерен и объемами поверхностно-активных примесей при нагреве, либо выделение на границах зерен аустенита сульфидов и нитридов при замедленном охлаждении с температуры нагрева под деформацию [4, 65, 66]. Последующая термическая обработка при более низкой температуре не может привести к их растворению или коагуляции. Кроме того, стали с данным дефектом чрезвычайно склонны к отпускному охрупчиванию [67].

Следующим важным фактором при управлении структурой металла является температура окончания деформации, особенно завершающие проходы на последнем выносе заготовки из печи.

Во время пластической деформации в диапазоне температуры рекристаллизации аустенита происходит измельчение зерна, при температуре ниже диапазона рекристаллизации происходит наклеп аустенита и создание в аустените субзеренной структуры деформационного происхождения, она наследуется превращенной аустенитной структурой, приводя к формированию оптимальной структуры: дислокационного реечного мартенсита в сочетании с реечным и гранулярным бейнитом (в зависимости от композиции стали и толщины изделия) [36]. В то же время, слишком высокая температура нагрева может привести к образованию крупнозернистой или разнотернистой структуры

за счет протекания собирательной рекристаллизации, что особо важно учитывать ввиду больших пауз между проходами при протяжке трубной заготовки баллона ВВД, чем при прокатке [68]. Движущей силой собирательной рекристаллизации является поверхностная энергия зерен – металл стремится перейти в более равновесное состояние, что соответствует уменьшению общей протяженности границ зерен, то есть их укрупнению [5,69].

При собирательной рекристаллизации возможны три механизма роста зерна:

1) зародышевый – заключается в возникновении зародышевых центров новых кристаллов, но их меньше, чем в исходном состоянии, следовательно, зерна в среднем становятся крупнее;

2) миграционный – заключается в перемещении границ зерен и увеличении их размеров. При этом крупные зерна за счет большей термодинамической устойчивости растут за счет мелких;

3) слияние зерен – заключается в постепенном растворении границ зерен и объединении мелких в одно крупное зерно.

Первый механизм энергетически крайне маловероятен, поэтому реализуется редко. В то же время, третий – слияние зерен, не требует значительных диффузионных процессов и может проходить по всем поверхностям раздела. Аннигиляция дефектов на границах зерен по сути – уничтожение границ, поэтому рост зерен по механизму слияния происходит при меньшей температуре, чем рост по другим механизмам, и приводит к образованию больших зерен.

Какой из механизмов роста зерна реализуется, зависит температуры и от степени предшествующей пластической деформации. Степень деформации, обуславливающая рост зерна по механизму слияния, называется критической степенью деформации. При нагреве после такой степени деформации происходит гигантский рост зерна. Степень деформации, способствующая росту зерна по механизму миграции границ, называется сверхкритической. При такой степени деформации механизм слияния затруднен или неосуществим из-за высокой

плотности дефектов. Результатом роста зерна по механизму миграции границ является более дисперсная структура, чем при процессе слияния границ [69].

Таким образом, температуру окончания протяжки заготовок целесообразно назначать не выше порога собирательной рекристаллизации с учетом степени деформации выше критической в соответствии с представлениями о пороге собирательной рекристаллизации [5], чтобы не допустить частичного развития процесса роста зерна по механизму слияния зерен, поскольку полученная разнотернистость в значительной степени влияет на характеристики разрушения (разрушение происходит по принципу «слабого звена» [32]).

Из изложенного следует, что оптимизация термомодеформационных параметров предусматривает выбор температурного интервала и степени деформации для предотвращения собирательной рекристаллизации и сопутствующего роста зерна, а также для обеспечения реализации измельчения зерна на стадии ПТО и предотвращения роста зерна вследствие структурной наследственности. Как известно: при деформации стали в диапазоне температуры $T_{рек}$ структура аустенита способна разбиваться на разориентированные фрагменты [70]. Измельчение аустенитного зерна перед окончательной термической обработкой обеспечит значительное увеличение количества зародышей α -фазы в процессе закалки, поскольку границы фрагментов являются, как и границы зерен, местами преимущественного зарождения α -фазы [6].

1.4.5 Флокеночувствительность стали и методы снижения содержания водорода в стали

Говоря о повышении вязкости и сопротивляемости хрупкому разрушению металла баллонов, следует уделить внимание таким дефектам, как флокенам. Особенно, учитывая повышенную флокеночувствительность стали марки 38ХНЗМФА [71] и, соответственно, ее аналога – стали марки 35ХНЗМФА.

Флокены представляют собой в изломе пятна (хлопья), а в поперечном микрошлифе – трещины. Главной причиной образования данных дефектов

является растворенный в стали водород, который не успевает выделиться, и при быстром охлаждении после пластической деформации, выделяясь из твердого раствора с температур ниже 200°C и создавая внутренние напряжения, приводящие к образованию трещин (флокенов) [69, 72].

Степень влияния водорода на снижение механических характеристик стали в значительной степени зависит от типа структуры – наиболее негативное влияния наличие водорода оказывает на мартенситную структуру [73].

Уменьшение содержания водорода должно осуществляться на этапе выплавки путем повышения качества шихтовых материалов и мероприятий по просушке материалов. В то же время предотвращение образования флокенов достигается с помощью специальной термической обработки – противфлокеновой обработки (ПФО), которую следует проводить на основе положения о необходимости выдержки в диапазоне температур 600-700°C для прохождения частичной дегазации по водороду и его более равномерного распределения с дальнейшим $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении по смешанному механизму и переохлаждения α -фазы при температурах порядка 250-400°C [5, 74].

Очевидно, что при учете обозначенных положений, ПФО следует совмещать с ПТО, начиная с операции копежа. Основная задача такого режима ПТО – получение отожженной рекристаллизованной структуры с пониженным, содержанием водорода, не опасным для образования флокенов.

1.4.6 Окончательная термообработка

Уровень свойств конструкционной стали определяется структурой, размером зерна, характером распределения и типом карбидной фазы. Оптимальный комплекс свойств может быть получен вследствие выбора рационального режима окончательной термообработки. Такой режим должен способствовать получению равномерной мелкодисперсной структуры отпущенного мартенсита в случае изделий небольших сечений, как обладающей

наилучшим сочетанием прочностных свойств, ударной вязкости и сопротивляемости хрупкому разрушению [50, 75].

Преимущество структуры отпускаемого мартенсита, обуславливающего наилучшее сочетание механических свойств и характеристик работоспособности, можно объяснить следующим образом:

– отличие отпускаемого мартенсита (смесь α -фазы и карбидов) от феррито-перлитной структуры заключается в том, что в мартенсите отпуска каждое исходное аустенитное зерно – сложный псевдомоноткристалл, содержащий множественные связанные соотношением Курдюмова-Закса кристаллы α -фазы нескольких ориентаций с распределенной в них карбидной фазой [76]. Продукты перлитного превращения представляют собой в исходном аустенитном зерне набор самостоятельных зерен α -фазы, со слабой ориентировкой относительно других зерен.

– несколько худшее сочетание свойств отпускаемого бейнита может быть объяснено различным числом ориентировок, реализующимся при $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении – бейниту свойственно большее число ориентировок, чем мартенситу, то есть бейнитная структура обладает более сложным переплетением кристаллов α -фазы [77]. Другим фактором является то, что в процессе бейнитного превращения происходит гетерогенизация структуры по углероду, и в доэвтектоидной стали могут возникать включения-островки заэвтектоидной стали, субмикроструктура которых представляет собой высокоуглеродистый аустенит [78]. Во время отпуска высокоуглеродистый аустенит претерпевает превращение, следовательно, ударная вязкость и сопротивляемость разрушению понижаются.

Характер и кинетика превращений при термической обработке стали напрямую зависят от композиции легирования. В изделиях небольших сечений – в баллонах из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с толщиной стенки до 25 мм в данном случае, получить мартенситную структуру после закалки не представляется сложным из-за высокой устойчивости аустенита:

- превращение аустенита в феррито-перлитную смесь не происходит даже при изотермической выдержке в течение десятков часов;

- небольшая толщина стенки баллона позволяет быстро достичь точки начала мартенситного превращения, минуя область аустенито-бейнитного превращения [2, 79].

Таким образом, высокая устойчивость аустенита способствует получению мартенситной структуры по всему сечению изделия, но в то же время, из-за высокой устойчивости аустенита происходит его неполное превращение во время закалки. В любой стали даже при охлаждении ниже точки окончания мартенситного превращения M_k сохраняется небольшое количество остаточного аустенита [80].

Наличие остаточного аустенита в конструкционной среднеуглеродистой низколегированной стали может быть объяснено следующим образом. Согласно диаграмме железо-углерод, фрагмент которой представлен на рисунке 1.11, в условиях охлаждения среднеуглеродистой стали аустенит не может сохраняться ниже линии PS и должен распасться на термодинамически более выгодную смесь α -фазы и карбидов. Однако для распада на такую максимально термодинамически выгодную смесь требуется диффузионное перераспределение элементов, что в условиях значительного переохлаждения аустенита невозможно. Таким образом происходит бездиффузионный переход γ -фазы в смесь α - и γ -фазы, то есть мартенсита и обогащенного углеродом остаточного аустенита. Процесс образования кристаллов мартенсита сопровождается возникновением поля напряжений, и развитие этого процесса возможно лишь при дальнейшем понижении температуры. Иными словами процесс мартенситного превращения обладает эффектом самоторможения, что объясняет растянутость процесса по температурной шкале и незавершенность процесса, обуславливающего наличие остаточного аустенита [78]. Мартенситное превращение само по себе стабилизирует остаточный аустенит и мартенситная точка для остаточного аустенита снижается вследствие самого мартенситного превращения.

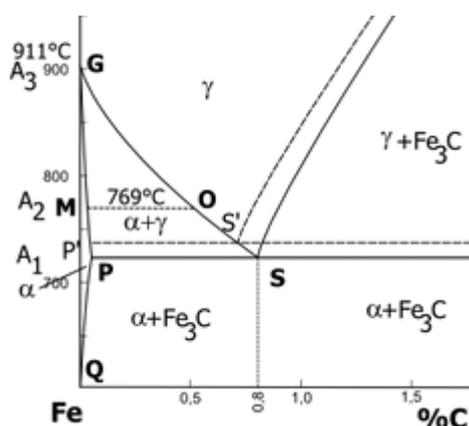


Рисунок 1.11 – Фрагмент диаграммы железо-углерод

Стоит отметить отличие остаточного аустенита, полученного при образовании мартенсита и нижнего бейнита, от остаточного аустенита, входящего в состав бескарбидного бейнита. Во-первых, существуют морфологические различия – в бескарбидном бейните он располагается внутри областей α - фазы в виде островков неправильной формы размером 1-3 мкм, во-вторых, остаточный аустенит в бескарбидном бейните более устойчив к распаду при охлаждении в связи с различной насыщенностью углеродом [81].

Увеличение количества остаточного аустенита связано [12, 13, 78, 82]:

- с легированием стали;
- с температурой закалки: при повышении температуры изменяется концентрация углерода и легирующих элементов в аустените – растворяются карбиды, тем самым аустенит становится более легированным, точка начала мартенситного превращения понижается;
- со скоростью охлаждения: сталь, закаленная с одинаковой температуры аустенизации в воде или в масле, содержит различное количество остаточного аустенита, причем количество его в стали, закаленной в масле, больше. Это означает, что уменьшение скорости охлаждения вызывает более сильный эффект стабилизации аустенита.

Легирующие элементы оказывают влияние на количество остаточного аустенита в первую очередь посредством влияния на точку начала и окончания мартенситного превращения (M_H и M_K соответственно). Наиболее сильное

действие на положение мартенситной точки, а, следовательно, на количество остаточного аустенита оказывает растворенный в аустените углерод – с увеличением содержания углерода снижается не только температура начала мартенситного превращения, но и весь интервал мартенситного превращения [78].

Влияние легирующих элементов на положение точки M_n среднеуглеродистых сталей может быть описано формулой [77]:

$$M_n = 520 - 320 \% C - 50 \% Mn - 30 \% Cr - 20 \% (Ni + Mo) - 5 \% (Cu - Si) \quad (1.4)$$

Данная формула имеет определенное согласование с опытными данными, а также отображает закономерности влияния элементов на снижение точки начала мартенситного превращения. В то же время, эффект влияния элементов зависит не только от концентрации, но и от присутствия других элементов. Так, в сложнолегированных сталях может наблюдаться и некоторое повышение точки начала мартенситного превращения в связи с тем, что углерод связан в сложнорастворимые карбиды [78].

В работе [50] показано: карбидообразующие элементы – молибден, вольфрам и ванадий, существенно изменяя положение температуры начала бейнитного превращения, практически не влияют на мартенситную точку. Наблюдается некоторое снижение температуры окончания мартенситного превращения без существенного увеличения количества остаточного аустенита в связи с легированием вольфрамом, молибденом и ванадием.

Влияние легирующих элементов на количество остаточного аустенита связано не только с понижением точек начала, окончания и интервала мартенситного превращения, но с и повышением устойчивости аустенита. Так, легирование никелем повышает устойчивость аустенита, затормаживая процесс диффузионного превращения: аустенитно-перлитное превращение становится труднодостижимым или недостижимым вообще. Начиная с этого момента, факторами, определяющими количество остаточного аустенита, будут являться

точки начала и окончания мартенситного превращения и скорость охлаждения [12, 13, 78].

Содержание остаточного аустенита в Cr-Ni-Mo-V сталях после закалки в зависимости от толщины (и соответственно, скорости охлаждения) может достигать 20 % для поковок толщиной 650 мм [83].

В работе [12], посвященной влиянию химического состава на количество остаточного аустенита и кинетику его превращения при термообработке, представлена модель определения количества остаточного аустенита в зависимости от химического состава. Модель имеет вид:

$$A_{\text{ост}} = -130,512 + 22,1866 * C + 1,6412 * Si + 6,1539 Mn + 1,99 * Cr * C - 1,2512 Cr - 1,1281 * W - 6,5951 * V + 5,4812 * Ni - 0,61244 * Mo + 0,132706 * T - 1,1201 * Al + 2,13687 * Co + 0,9051 * Cu + 0,2864 * N - 6,95413 * Nb - 2,3351 * Ti, \quad (1.5)$$

где C, Si, Mn, Cr, W, V, Ni, Mo, Al, Nb, Co, N, Cu, Ti – содержание соответствующего элемента в %; T – температура нагрева под закалку.

Согласно (1.5) в стали 35ХНЗМФА на нижнем пределе легирования после закалки с минимальной температуры (840°C) содержится 4,96 % остаточного аустенита, в стали 38ХНЗМФА на верхнем пределе легирования после закалки с минимальной температуры (840°C) содержится 10,56 % остаточного аустенита, что часто подтверждается на практике. Сопутствуя мартенситу, нижнему или верхнему бейниту, остаточный аустенит располагается в виде узких полос между пластинами α -фазы или рейками [49, 80].

Помимо этого, в работе [12] приведена возможность определить характер превращения остаточного аустенита при отпуске стали с помощью расчета параметра, способствующего увеличению количества остаточного аустенита (E_γ), и параметра учитывающего наличие карбидообразующих элементов ($E_{\text{кар}}$), напрямую влияющего на характер превращения аустенита. Формулы выглядят следующим образом:

$$E_{\text{кар}} = 1,31005 * Cr + 1,28826 * W + 7,8613 * V + 0,709327 * Mo \quad (1.6)$$

$$E_{\gamma} = 23,1155 * C + 1,54892 * Si + 6,35797 * Mn + 2,03818 * Cr * C + 5,37861 * Ni \quad (1.7)$$

Стали 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА в зависимости от предела легирования имеют эквивалент по карбидообразующим элементам $E_{кар}$ менее 3 или в интервале 3-7. В первом случае превращение остаточного аустенита происходит при нагреве до температуры отпуска в интервале 250-300°C, во втором случае превращение остаточного аустенита частично происходит при нагреве, частично при охлаждении с температуры отпуска.

Подобный эффект описан в работе [16]: при нагреве образцов из высокоуглеродистой стали после закалки до температуры отпуска 700°C происходит превращение остаточного аустенита в нижний бейнит, при этом небольшая доля остаточного аустенита остается, превращаясь в мартенсит только при охлаждении в интервале температур 280-170°C.

Как мартенсит, так и остаточный аустенит представляют собой термодинамически неустойчивые фазы, которые, начиная с некоторой температуры, с течением времени должны испытывать превращение, переводящее сплав в равновесное состояние [8].

Вследствие распада остаточного аустенита на бейнитно-мартенситные структуры при проведении высокого отпуска происходит снижение ударной вязкости и сопротивляемости разрушению металла [9, 50, 84].

Академик В.Д. Садовский в своих трудах отмечает превращение остаточного аустенита при отпуске в мартенсит как «вторичную закалку» [78]. Им отмечено, что в стали 37ХНЗА при высоком отпуске обогащенный углеродом аустенит не распадается при нагреве и выдержке до 500-550°C, а имеет место его превращение при охлаждении в высокоуглеродистый мартенсит. Такое вторичное мартенситное превращение обусловлено тем, что во время выдержки при температуре отпуска стали из высокоуглеродистого остаточного аустенита выделяется часть избыточного углерода, происходит повышение точки начала мартенситного превращения с последующим образованием мартенсита. Им же установлена зависимость снижения ударной вязкости стали марки 38ХМЮА от

распада остаточного аустенита при отпуске: «глубокое снижение ударной вязкости при отпуске, безусловно коррелирующее с распадом аустенита» [78].

Большой интерес представляют данные, представленные в работе [9]. В частности, в ней отмечено, что отпуск изотермически закаленных сталей с бейнитной структурой в интервале 400-500°C приводит к существенному снижению ударной вязкости, причем такое охрупчивание коррелирует с распадом значительного количества остаточного аустенита в процессе отпуска. Исследования показали, что охрупчивание связано в основном с превращением остаточного аустенита, причем имеется несколько причин, вызывающих снижение уровня ударной вязкости: при распаде остаточного аустенита во время выдержки при температуре отпуска появляются участки α -фазы с карбидными частицами пластинчатого типа, и превращение некоторых участков остаточного аустенита в мартенсит (обусловлено обеднением некоторых участков углеродом из-за выделения карбидной фазы, что вызывает подъем мартенситной точки).

Из вышесказанного можно сделать вывод о возможности управления превращением остаточного аустенита при отпуске и нивелировании негативного эффекта превращения остаточного аустенита в процессе окончательной термообработки. Разумеется, следует учитывать, что степень влияния продуктов превращения зависит от количества остаточного аустенита, образовавшегося при закалке.

Таким образом, для оптимизации режимов термической обработки баллонов и заготовок на всех стадиях производства должен быть изучен распад аустенита в исследуемых марках стали, определены температурные и временные параметры превращения аустенита и остаточного аустенита в мартенситной и бейнитной области, а также возможность превращения остаточного аустенита в перлитной области.

1.4.7 Отпускная хрупкость

При назначении режимов окончательной термообработки следует учитывать тот факт, что в сталях может происходить охрупчивание при отпуске по необратимому и обратимому механизму.

Высокопрочные стали Cr-Ni-Mo-V композиции склонны к охрупчиванию при отпуске в интервале температур 300-500°C. При этом значения ударной вязкости стали достигают минимальных значений при 400-500°C [85]. В частности, для стали марки 38ХНЗМФА этот диапазон температур составляет 350-550°C [50].

Природой явления отпускной хрупкости занимался А.С.Завьялов с сотрудниками [86]. Ими были исследованы улучшаемые конструкционные стали с содержанием углерода от 0,11 до 0,42 %, легированные марганцем, хромом, никелем, молибденом, вольфрамом, ванадием, кремнием. При отпуске этих сталей в интервале температур 400-600°C наблюдалось понижение вязкости стали, которое было названо «хрупкий» отпуск и обусловлено обогащением границ бывших зерен аустенита карбидами.

После отпуска высокопрочной стали Cr-Ni-Mo-V композиции при 400-450°C со структурой реечного мартенсита было установлено, что охрупчивание стали вызвано выделением карбидов типа Me_3C пластинчатой формы на границах реек [87]. На поверхности излома стали на участках хрупких транскристаллитных трещин выявляются многочисленные частицы цементита пластинчатой формы, которые ослабляют границы реек и колоний и приводят к охрупчиванию сталей со структурой мартенсита реечного типа. Также в мартенситно-бейнитных улучшаемых сталях высокой прочности увеличение числа карбидов пластинчатой формы связано с распадом областей остаточного аустенита по мартенситно-бейнитному механизму [88]. Эффект охрупчивания, связанный с карбидовыделением в рассмотренном выше диапазоне температур, коррелирует с изменениями характеристик тонкой кристаллической структуры. При повышении температуры отпуска к 700°C происходит коагуляция карбидной фазы,

уменьшение микронапряжений и, соответственно, повышение характеристик вязкости [50].

Сдвиг интервала необратимой хрупкости от 250-400°C до более высокой температуры у различных марок стали объясняется тем, что хром, молибден, вольфрам, находясь в околোগраничных зонах бывшего аустенитного зерна, задерживают отпуск мартенсита. Поэтому выделение пластинчатых специальных карбидов в этих зонах происходит при более высокой температуре.

Описываемое явление охрупчивания при высоком отпуске, возникающее в результате нагрева до 450-600°C и не зависящее от скорости последующего охлаждения носит название необратимой отпускной хрупкости или отпускной хрупкости I рода.

В то же время, возможно охрупчивание в результате отпуска при температурах выше 600°C. Ключевая особенность, характеризующая данный вид хрупкости, заключается в том, что при медленном охлаждении после высокого отпуска ударная вязкость легированной конструкционной стали сильно снижается, тогда как при быстром охлаждении с температуры высокого отпуска сталь приобретает нормальную для нее вязкость. Снижение ударной вязкости после медленного охлаждения не сопровождается изменением важнейших физических и других механических свойств стали [89, 90].

Развитие отпускной хрупкости II рода прямо связано с ростом концентрации примесей вблизи границ бывших аустенитных зерен: прежде всего, это фосфор, олово, сурьма, мышьяк. В пользу этого говорит тот факт, что легированные стали очень высокой чистоты не склонны к отпускной хрупкости. Если в очень чистую сталь отдельно добавлять эти примеси, то по убыванию силы воздействия на склонность к отпускной хрупкости в расчете на 0,01% они располагаются в следующий ряд: Sb, P, Sn, As [80].

Физическая природа охрупчивания из-за сегрегации P, Sb, Sn, As заключается в том, что примесные элементы снижают когезионную прочность большеугловых границ, т.е. понижают поверхностную энергию зерен и тем самым уменьшают работу образования межзеренной трещины [90].

Чем больше примеси в стали, тем выше ее концентрация на границе зерна. Поэтому хоть сурьма значительно сильнее повышает температуру вязко-хрупкого перехода, чем фосфор (при равной концентрации), но так как в промышленных сталях фосфор содержится в больших количествах (сотые доли процента), чем сурьма (тысячные доли). Он дает больший вклад в повышение T_{50} при отпуске. Кроме того, по сравнению с сурьмой фосфор значительно быстрее сегрегирует на границы зерен. С учетом этого фосфор следует считать наиболее вредной примесью [91]. Он плохо вписывается в решетку железа, что обуславливает его повышенную «тягу» к границам зерна, где симметрия нарушена. Ковалентные («хрупкие» [92]) связи Fe-P ухудшают связи в паре Fe-Fe в двух ближайших координационных сферах, поэтому концентрация фосфора в одноатомном слое $\sim 7\%$ (ат.) уже достаточна для зернограничного охрупчивания стали [93].

Легирующие элементы тоже играют важную роль в развитии отпускной хрупкости: в присутствии легирующих элементов (хром, никель) сегрегация вредных примесей резко увеличена. При этом сами легирующие элементы, не образующие равновесных сегрегаций в сталях высокой чистоты, в присутствии вредных примесей сегрегируют к границам зерен. Предполагается, что если атомы примеси и легирующего элемента сильнее взаимно притягиваются, чем атомы этой примеси и железа, то сегрегация примеси и легирующего элемента будет взаимно усилена. Именно так ведут себя P и Ni, P и Cr, Sb и Ni, Sb и Mn. Второй легирующий элемент может дополнительно усилить сегрегацию примеси. Например, никель и хром вместе вызывают большую сегрегацию сурьмы, чем это следует из простого сложения их отдельного влияния.

Стоит отметить, что при развитии явления отпускной хрупкости разрушение происходит преимущественно по границам исходных аустенитных зерен. Поэтому, чем крупнее исходное зерно, тем выше критическая температура хрупкости [91], так как при крупном зерне развивающаяся межкристаллитная трещина реже меняет свое направление.

К элементам, наиболее сильно ослабляющим чувствительность стали к отпускной хрупкости относится молибден. Он, однако, не устраняет отпускную

хрупкость, а влияет на кинетику процесса, сильно замедляя его. Предположительно это связано с резким снижением предельной растворимости фосфора в α -фазе под действием молибдена и соответственно уменьшением зернограницной сегрегации фосфора в твердом растворе [80,89,90].

Тем не менее, введение небольших добавок молибдена (уже при 0,3%) помогает избежать охрупчивания после высокого отпуска конструкционной легированной стали [69].

Быстрое охлаждение с температур отпуска выше 600°C предотвращает развитие отпускной хрупкости II рода. Быстрое охлаждение после отпуска при 450 - 600°C не предотвращает отпускной хрупкости I рода. Однако в случае отпускной хрупкости II рода, если такую охрупченную сталь вновь нагреть до температур выше 600°C и быстро охладить, ударная вязкость восстановится. Поэтому отпускная хрупкость II рода называется обратимой отпускной хрупкостью.

Таким образом, при корректировке режимов отпуска баллонов ВВД из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА следует учитывать явление необратимой отпускной хрупкости, температурный интервал проявления которой составляет 350-550°C. При разработке перспективных сталей для предотвращения отпускной хрупкости II рода следует вводить в их состав молибден в количестве $\geq 0,3\%$.

1.5 Выбор направлений по совершенствованию процессов производства баллонов ВВД и перспективы развития

1.5.1 Совершенствование технологии производства баллонов ВВД и корректировка требований НТД к металлу баллонов ВВД

Представленный в п. 1.3 ряд фактов свидетельствует о недостаточности требований существующих нормативных документов для обеспечения безопасной эксплуатации баллонов ВВД. Это говорит, во-первых, о необходимости

корректировки требований к материалу баллонов, а, во-вторых, технология производства баллонов должна быть значительно улучшена для удовлетворения более жестким требованиям.

Несмотря на удовлетворительное металлургическое качество металла разрушившихся баллонов, первый этап совершенствования процессов производства баллонов – совершенствование состава стали марки 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА, а именно: увеличение чистоты по неметаллическим включениям и вредным примесям. Особое внимание следует уделить сере и фосфору, допустимое содержание которых по используемым НД крайне велико для материала изделий, эксплуатирующихся при температуре до минус 50°С. Крайне негативное влияние серы и особенно фосфора на вязкость и хладостойкость стали – общеизвестный факт [69], а современные способы производства позволяют значительно снизить их содержание в материале. В работе [94] показано, что в высокопрочной стали с введением серы и мышьяка значительно снижается параметр вязкости разрушения K_{Ic} , а также допустимый размер дефекта уменьшается до 6 раз по сравнению с чистой сталью. В конструкционных сталях при незначительном деформировании поры при вязком разрушении образуются в первую очередь в результате отслаивания слабосвязанных с матрицей сульфидов марганца MnS и глинозема Al_2O_3 [47].

Любые изделия содержат как конструктивные концентраторы напряжений, так и дефекты, обусловленные технологией производства. Последние, в свою очередь, можно разделить на дефекты, полученные в результате пластической деформации, механической обработки или транспортировки и на дефекты материала, обусловленные наличием включений. Объемная доля технологически неизбежных составляющих структуры стали – неметаллических включений составляет $v \sim 10^{-3}$ в рядовой стали до $v \sim 10^{-4}$ в металле, подвергнутом рафинирующему переплаву, недостаточна для упрочнения, но играет важную роль в разрушении [66]. При этом, для воздействия на свойства часто главное – не объемная доля включений, как таковая, а их геометрия и распределение по размерам: крупным с площадью сечения $> 100 \text{ мкм}^2$, равноосным и вытянутым с

соотношением продольного и поперечного размеров $a/b > 2$ [66, 95, 96]. При вязком разрушении поры возникают на включениях при меньших деформациях, чем на карбидах и нитридах [47].

Очевидно, что содержание любых примесей требуется свести к минимуму, поскольку они способствуют увеличению количества внутренних дефектов, что, в свою очередь, приводит к смещению критической температуры хрупкости в сторону более высоких температур [1]. На рисунке 1.12 представлена условная схема изменения критической температуры хрупкости и понижения сопротивлению отрыву с увеличением в материале внутренних дефектов.

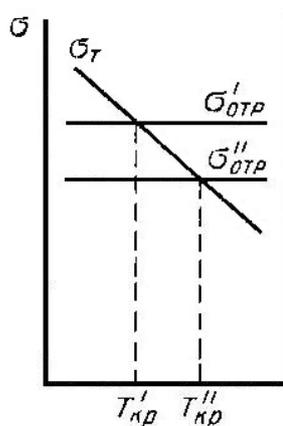


Рисунок 1.12 – Изменение критической температуры хрупкости $T_{кр}$ в зависимости от снижения сопротивления отрыву от $\sigma'_{отр}$ к $\sigma''_{отр}$ при увеличении в материале внутренних дефектов.

Хрупкие разрушения для конструкционных сталей практически всегда связаны с концентраторами напряжений, дефектами, усталостными трещинами [28]. Во всех случаях существования дефектов наиболее опасные условия разрушения определяются критическим напряжением, при котором дефект станет способным к распространению. Критическое напряжение снижается при увеличении размера и остроты дефекта и при уменьшении вязкости материала.

Вязкость разрушения при увеличении толщины изделия снижается по многим причинам:

- ухудшается металлургическое качество металла из-за большего развития ликвации, пористости, сегрегации;

- неоднородность размеров зерен из-за меньшей степени проработки структуры при пластической деформации и термической обработке;
- вероятностный фактор: с увеличением размера изделия возрастает вероятность появления опасных дефектов.

Однако в случае баллонов ВВД с толщиной стенки от 16,9 до 21,3 мм некоторыми причинами можно пренебречь, другие же не оказывают столь критического влияния. Следовательно, вязкость материала – важнейший фактор, который должен учитываться при расчете эксплуатационной надежности сосудов давления [94].

Согласно НТД на производство баллонов ВВД сдаточными характеристиками являются предел текучести (σ_T), временное сопротивление (σ_B), относительное удлинение (δ) и ударная вязкость, определяемая на образцах с круглым надрезом при температуре 20°C (KCU⁺²⁰). Механические свойства металла после термической обработки определяются на образцах, вырезанных продольно, из свидетеля – кольцевого (поперечного) отрезка трубной заготовки. Требования, предъявляемые к металлу баллонов ВВД, представлены в таблице 1.1

В свете того, что баллоны подвергаются воздействию морской воды, большой интерес представляет определение склонности металла баллонов ВВД к коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН) – стресс-коррозии и установление требований по сопротивляемости КРН.

КРН является наиболее опасным видом коррозии, так как приводит к образованию трещин с возможностью последующего разрушения конструкции. Коррозионное растрескивание возможно при воздействии на металл двух основных факторов: коррозионной среды и растягивающих напряжений. Сжимающие напряжения производят противоположный эффект, замедляя процесс разрушения в коррозионной среде [97].

Повреждения, имеющие место, при стресс-коррозии возникают вследствие действия группы факторов: металлургические дефекты, нарушение технологии производства (особенно термообработки и сварки), нарушение режима протекторной защиты [28]. Значительное влияние на склонность к КРН

оказывают неметаллические включения. При этом наблюдается закономерность: чем прочнее сталь, тем меньшие размеры скоплений неметаллических включений, вызывают склонность к КРН [98]. Стоит отметить, что условия, вызвавшие возникновение коррозионной трещины, совсем не обязательно будут способствовать ее распространению при коррозионно-механическом воздействии [23].

В литературе на стойкость к КР в первую очередь связывают с изменением уровня прочности [25, 26]. Согласно имеющимся данным [94]: при превышении пределом текучести значения 113 кгс/мм^2 сталь приобретает склонность к КРН. Данное утверждение также подразумевает необходимость введения ограничения верхнего значения предела текучести металла баллонов ВВД.

Таким образом, вытекает необходимость установления нормативного значения ударной вязкости, определяемой на образцах с острым надрезом при минимальной температуре эксплуатации (минус 50°C), определения параметров контроля вязкости разрушения металла баллонов, ограничения верхних значений характеристик прочности и корректировка на основе полученных результатов НД на производство и поставку баллонов ВВД.

С целью повышения эксплуатационных характеристик баллонов ВВД, а также соответствия ужесточенным требованиям к металлу баллонов необходимо усовершенствовать существующую технологию производства баллонов ВВД.

1.5.2 Применение стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА

До 1967 года стальные баллоны ВВД-400 вместимостью 400 л изготавливались на «Первоуральском новотрубном заводе» из легированной стали марки 40ХНМА с уровнем прочности 95 кгс/мм^2 и относительной массой $\sim 2,04 \text{ кг/л}$. Баллоны изготавливались из горячекатаных труб с толщиной стенки 21,5 мм без механической обработки и ультразвукового контроля. Масса такого баллона составляла $\sim 816 \text{ кг}$, коэффициент запаса прочности был установлен равным 2,2.

Необходимость выбора новой стали для изготовления баллонов высокого давления была вызвана тем, что применяемая сталь марки 40ХНМА дала неудовлетворительные результаты при изготовлении из нее баллонов по существовавшей нормативно технической документации. Неудовлетворительные результаты были получены главным образом из-за недостаточной прокаливаемости стали указанной марки. При толщине стенки сферической части баллонов (переход к горловине) около 50 мм закалка в масле приводила к неполной прокаливаемости и повышенной хрупкости металла. Закалка в воде приводила к закалочным трещинам от ковочных складок и плен.

Для обеспечения возможности закалки баллонов в масле требовалось выбрать сталь, надежно прокаливающуюся при таком охлаждении. Лучше других этому требованию удовлетворяла сталь марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА по ГОСТ 4543-61 (марка 35ХНЗМФА была в редакции 61-ого года), применяемая во многих отраслях промышленности, в том числе для крупных поковок. В пользу выбора этой марки говорило также то, что она хорошо освоена, в частности на заводе «Баррикады», который должен был также поставлять баллоны.

Учитывая, что сталь этих марок применялась давно и была хорошо изучена, не было необходимости проводить исследования по марке стали, достаточно было ограничиться исследованиями стали непосредственно в самих баллонах.

На сегодняшний день, учитывая уменьшение толщины стенок баллона в результате НИОКР, направленной на уменьшение массы баллона, а также уровень современного развития металлургии и оборудования, стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА являются чрезмерно легированными, и требуемые механические и эксплуатационные характеристики в заданном сечении могут быть достигнуты при изготовлении баллонов из экономнолегированной стали [99]. Таким образом, одним из направлений совершенствования технологии производства баллонов ВВД может являться разработка составов сталей и режимов термической обработки, обеспечивающих эффективное измельчение зерна и получение оптимальной структуры отпущенного мартенсита.

1.5.3 Применение новой стали для баллонов ВВД

Совершенствование технологии производства баллонов ВВД путем разработки новых составов сталей является актуальным направлением по следующим причинам:

– резерв повышения хладостойкости и сопротивляемости разрушению металла баллонов из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА либо будет исчерпан, либо недостаточен для удовлетворения возрастающих требований;

– применение перспективных сталей позволит повысить эксплуатационную надежность баллонов ВВД до уровня, недостижимого при использовании стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА;

– повышение хладостойкости и сопротивляемости разрушению металла баллонов из перспективных сталей возможно за счет применения рациональной схемы легирования – снижения содержания углерода и никеля, а также рациональной схемы горячей пластической деформации и термообработки. Во-первых, вследствие снижения содержания углерода и никеля станет возможным протекание диффузионного аустенитно-перлитного превращения на этапе предварительной термообработки, обеспечивающего эффективное измельчение зерна, во-вторых, снижение содержания этих элементов позволит получить минимальное количество остаточного аустенита после закалки, что устранит необходимость применения режимов отпуска, направленных на нивелирование охрупчивающего влияния продуктов превращения остаточного аустенита;

– возможность аустенитно-перлитного превращения в стали позволит значительно сократить продолжительность предварительной термообработки. Это связано с тем, что для заготовок из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА (в которых диффузионное превращение недостижимо в реальных условиях охлаждения) необходимо замедленное охлаждение с температуры отжига для получения бейнитной структуры и последующий длительный отпуск для снижения твердости перед механической обработкой заготовок. Таким образом, при использовании менее легированной стали применение длительного отпуска не требуется;

– снижение содержания никеля и сокращение режима термообработки в конечном итоге позволит получить баллоны ВВД со сниженной себестоимостью.

1.6 Постановка задач по работе

Существующая технология изготовления и требования НТД к материалу не гарантируют безаварийную эксплуатацию баллонов ВВД. При исследовании разрушившихся в процессе эксплуатации баллонов, отмечено, что металл фрагментов очень неравномерен по ударной вязкости, что обусловлено неравномерностью структуры металла. Также отмечено значительное превышение регламентируемых нормативной документацией прочностных свойств и снижение характеристик сопротивления разрушению.

В то же время опыт эксплуатации баллонов ВВД показывает, что значительное превышение прочностными характеристиками нормативных значений не является чем-либо экстраординарным и имеется тенденция к постепенному их увеличению. Это является тревожным фактом, поскольку с повышением прочностных характеристик уменьшается трещиностойкость в коррозионной среде.

По принятому на сегодняшний день параметру отношения разрушающих нагрузок β , являющемуся критерием нечувствительности металла к КРН, равному 0,85, в металле баллонов может потенциально развиваться процесс КР при пределе текучести выше 1050 МПа.

Также стоит отметить, что накопленный десятилетиями опыт эксплуатации баллонов ВВД показывает отсутствие достоверной связи фактических характеристик металла баллонов с данными, указанными в их паспортах (полученными на основании испытаний образцов-свидетелей). Установлено, что отличие прочностных параметров и ударной вязкости может достигать 15%.

Достигнуть повышения эксплуатационных характеристик металла баллонов и гарантировать их безаварийную эксплуатацию возможно усовершенствовав технологию производства баллонов и откорректировав НТД, ужесточив требования к материалу.

Проблема повышения характеристик работоспособности применяемой для баллонов ВВД стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА, в частности хладостойкости и трещиностойкости в коррозионной среде, с гарантированным пределом текучести и прочности связана с измельчением зерна и выбором рациональной схемы предварительной и окончательной термообработки. Режимы должны учитывать кинетику превращения аустенита с целью формирования мелкодисперсной структуры и предотвращения охрупчивания в процессе отпуска из-за продуктов превращения остаточного аустенита. При этом следует учитывать, что получение оптимальной структуры, обеспечивающей комплекс требуемых свойств, а именно – определенные уровни прочности и критической температуры хрупкости, зависит от таких взаимосвязанных факторов, как легирование твердого раствора, прокаливаемость, отпускостойчивость и размер зерна [100].

Основными механизмами увеличения вязкости и сопротивляемости хрупкому разрушению являются: определение и выбор оптимальных термомодеформационных параметров при горячей пластической деформации и режима предварительной термообработки, обеспечивающих измельчение зерна, управление превращением остаточного аустенита при окончательной термообработке стали.

Качественно новый этап определения и выбора оптимальных термомодеформационных параметров и исследования кинетики превращения аустенита связан с появлением современного исследовательского оборудования, способного производить физическое моделирование горячей пластической деформации в заданном диапазоне параметров, а также оборудования, позволяющего зафиксировать малейшие изменения структуры.

Также, учитывая современные тенденции ограничения уровня легирования высокопрочных сталей по экономическим причинам и ужесточения требований к характеристикам работоспособности, перспективным направлением является разработка новой экономнолегированной высокопрочной хладостойкой стали.

Таким образом, целью настоящей работы является совершенствование технологии производства баллонов из высокопрочной среднеуглеродистой стали Cr-Ni-Mo-V композиции путем измельчения зерна аустенита при горячем деформировании и предварительной термообработке, регулирования превращения остаточного аустенита при окончательной термообработке, а также корректировка требований к материалу для повышения хладостойкости и сопротивляемости разрушению баллонов ВВД и обеспечения их безаварийной эксплуатации.

Для достижения поставленной цели выполнялись следующие задачи:

В части усовершенствования технологии изготовления баллонов ВВД:

1. Анализ существующей технологии производства баллонов ВВД, установление основных направлений исследования для достижения поставленной цели.
2. Исследование эволюции аустенита в процессе горячей деформации, предварительной и окончательной термической обработки в стали известного состава и новых сталей с пониженным содержанием углерода и никеля.
3. Исследование влияния термомодеформационных параметров горячей пластической деформации и режимов предварительной термической обработки на конечную структуру баллонов из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА.
4. Определение количества остаточного аустенита, кинетики его превращения в процессе окончательной термообработки и исследование продуктов его превращения в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА.
5. Разработка и опробование в промышленных условиях усовершенствованных процессов производства баллонов ВВД.

В части корректировки требований к материалу баллонов ВВД:

6. Анализ существующих требований к материалу баллонов, установление основных направлений исследования.

7. Исследование структуры, механических свойств и характеристик сопротивления разрушению металла баллонов ВВД, произведенных в разные годы по существующей и усовершенствованной технологии.

8. Обоснование требований к механическим характеристикам материала баллонов ВВД, обеспечивающих их эксплуатационную надежность.

В части применения новой стали для баллонов ВВД:

9. Разработка химического состава перспективной стали для баллонов ВВД, исследование структуры и свойств перспективной стали.

10. Разработка рекомендаций по предварительной и окончательной термообработке баллонов ВВД из новой стали.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ, МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ И ИСПЫТАНИЙ

Глава 2 посвящена составу материалов, описанию методик исследования превращений аустенита, процесса рекристаллизации и определения механических и характеристик работоспособности сталей для баллонов ВВД. Важными вопросами в этой главе являются:

- обзор комплексов для имитации технологических процессов производства;
- анализ и сравнение методов определения количества остаточного аустенита и характера его распределения;
- описание методов комплексных исследований структуры металла, включая EBSD-анализ, просвечивающую и растровую электронную микроскопию, оптическую металлографию;
- обзор методов определения характеристик работоспособности и стандартных методов определения механических характеристик металла баллонов ВВД.

Показано, что каждый из существующих методов определения количества и исследования кинетики превращения остаточного аустенита обладает своими особенностями и ограничениями, чувствительностью и погрешностью. По этой причине рекомендовано комплексное использование методов при исследовании остаточного аустенита.

2.1 Материалы для исследования

Материалом для исследования является высокопрочная среднеуглеродистая сталь Cr-Ni-Mo-V композиции марки 38ХНЗМФА (ГОСТ 4543 [19]), используемая в настоящее время для производства широкой номенклатуры

изделий, и сталь марки 35ХНЗМФА (ТУ 14-3-883-79 [20]), отличающаяся пониженным содержанием никеля и более узким интервалом содержания углерода. В работе приведены механические свойства металла баллонов из стали практически во всем диапазоне легирования в пределах марочного для стали марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА, поэтому в таблице 2.1 представлен марочный состав, а также состав трех сталей, в которых определяли количество остаточного аустенита и проводили исследования кинетики его превращения. Также исследованию подвергались опытные стали с пониженным содержанием углерода и никеля, обозначенные как 20ХНМФА, 25ХНМФА, 20ХН2МФА и 25ХН2МФА. Состав перспективных сталей приведен в таблице 2.2.

Таблица 2.1 – Химический состав исследованных сталей, масс. %

Состав	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	V	Cu	P	S
I	0,34	0,41	0,24	2,78	1,11	0,36	0,15	0,15	0,006	0,006
II	0,36	0,41	0,35	3,20	1,33	0,38	0,12	0,17	0,006	0,008
III	0,38	0,28	0,28	3,31	1,27	0,39	0,14	0,14	0,005	0,005
38ХНЗМФА (ГОСТ 4543)	0,33	0,25	0,17	3,00	1,20	0,35	0,10	≤	≤	≤
	0,40	0,50	0,37	3,50	1,50	0,45	0,18	0,30	0,025	0,025
35ХНЗМФА (ТУ 14-3-883-79)	0,34	0,25	0,22	2,75	1,10	0,30	0,08	≤	≤	≤
	0,39	0,50	0,37	3,25	1,40	0,40	0,15	0,30	0,022	0,022

Таблица 2.2 – Химический состав опытных сталей, масс. %

Состав		C	Si	Mn+ Ni	Cr +Mo	V	S	P
20ХНМФА	Фактич	0,20	0,22	1,93	1,47	0,13	0,004	0,004
	Задано	0,20 0,25	0,15 0,35	1,80 2,60	1,15 1,70	0,10 0,15	≤ 0,020	≤ 0,020
25ХНМФА	Фактич	0,23	0,34	2,59	1,24	0,15	0,007	0,003
	Задано	0,20 0,25	0,15 0,35	1,80 2,60	1,15 1,70	0,10 0,15	≤ 0,020	≤ 0,020
20ХН2МФА	Фактич	0,20	0,19	3,10	1,37	0,11	0,004	0,004
	Задано	0,20 0,28	0,15 0,35	2,60 3,40	1,15 1,70	0,10 0,15	≤ 0,020	≤ 0,020
25ХН2МФА	Фактич	0,28	0,33	3,00	1,65	0,13	0,005	0,003
	Задано	0,20 0,28	0,15 0,35	2,60 3,40	1,15 1,70	0,10 0,15	≤ 0,020	≤ 0,020

Опытные стали выплавлялись в индукционной печи емкостью 40 кг в лабораторных условиях НПЭК ЦНИИ КМ «Прометей». Слитки ковались на паровоздушном молоте (3.0тн), далее полученные поковки прокатывались на прокатном стане 600 со степенью деформации, идентичной степени деформации трубной заготовки баллона ВВД, до толщины 21 мм, соответствующей максимальной толщине стенки баллона ВВД.

2.2 Моделирование технологических процессов

2.2.1 Моделирование технологических процессов с помощью комплекса GLEEBLE 3800

Для моделирования процесса горячей пластической деформации в работе применялся пластометрический комплекс GLEEBLE 3800. Данный комплекс позволяет в опытах на растяжение, сжатие, кручение, высокоскоростной удар или многоосевую деформацию выполнять физическое моделирование практически любых процессов термомеханической обработки металлов: горячая прокатка, ковка, объемная штамповка, прессование, отжиг, закалка, отпуск и др. Количество операций нагрева, охлаждения, деформаций при переменной или постоянной температуре практически не ограничено и определяется только пластическими свойствами обрабатываемого материала.

Для моделирования горячей пластической деформации использовался модуль для выполнения деформации сжатием Hydra Wedge, позволяющий реализовать скорости деформации от 0,01 до 100 с⁻¹, с точностью не ниже 0,01 с⁻¹. Температура, контролируемая с точностью порядка 1°, может быть задана в интервале от комнатной до температуры плавления стали.

Таким образом, модуль Hydra Wedge способен осуществить деформацию металла при заданном температурном режиме, соответствуя термо-

деформационным параметрам многопроходной протяжке трубной заготовки при производстве баллонов ВВД.

Для проведения испытаний на сжатие использовались цилиндрические образцы длиной 15 мм, диаметром 10 мм.

Также с помощью пластометрического комплекса GLEEBLE 3800 осуществляли определение температурного интервала рекристаллизации аустенита. Обычные металлографические методы не всегда позволяют выявить бывшие аустенитные зерна. Более того, нет гарантии, что структура аустенита осталась неизменной в процессе охлаждения (закалки) стали. Поэтому для преодоления подобных проблем в настоящее время используют пластометрические комплексы, такие как GLEEBLE 3800, которые надежно регистрируют в реальном времени и различают между собой процессы возврата и рекристаллизации по разупрочнению материала в ходе изотермической выдержки. В частности, широко применяется метод релаксации напряжений [101].

Для этого цилиндрические образцы $\text{Ø}10 \times 15$ мм нагревались до температуры 1220°C , охлаждались до предполагаемой $T_{\text{рек}}$ (860, 880, 940, 960°C) – температуры деформации, при которой происходило одноосное сжатие с последующей выдержкой при данной температуре. Кинетика рекристаллизации аустенита регистрировалась методом релаксации напряжений [102].

Обработка экспериментальных данных, полученных на пластометрическом комплексе GLEEBLE, проводилась с помощью программного пакета OriginLab.

2.2.2 Дилатометрические исследования

Дилатометрический метод основан на изменении удлинения испытываемого образца в зависимости от температуры с учетом нелинейных изменений этих характеристик при прохождении фазовых (полиморфных) превращений, свойственных стали.

В качестве характеристики теплового расширения принят коэффициент теплового расширения, выражающий относительное изменение линейных

размеров или объема тела при изменении температуры на один градус температурной шкалы.

Истинным коэффициентом линейного теплового расширения при температуре T называют коэффициент α_T [103, 104]:

$$\alpha_T = \frac{dl}{l_T dT} \quad (2.1)$$

где l – длина образца, T – температура.

Таким образом, коэффициент линейного теплового расширения α_T определяется как первая производная функции $l=f(T)$ при некоторой температуре T и численно равна тангенсу угла наклона касательной к кривой $l=f(T)$ в точке, соответствующей температуре T .

В работе для исследования превращений использовались дилатометры DIL 402C (Netsch) и DIL 805A/D (TA Instruments). За счет высокой чувствительности приборов при записи диаграммы « $T - \Delta l$ » наглядно видны все превращения при нагреве и охлаждении.

Специальный высокоскоростной дилатометр DIL 805A/D обеспечивает исследование в широком диапазоне температур от минус 150 до 1500°C, обладает гибкой возможностью точной регулировки скорости нагрева и охлаждения, при этом максимальная скорость нагрева составляет 4000°/с, а охлаждения 2500°/с. Для нагрева образцов в атмосфере инертного газа, воздушной среде и вакууме используется высокочастотная печь [103].

На основе серии исследований могут быть построены термокинетические диаграммы превращения аустенита исследуемых сталей.

Для исследований использовали цилиндрические образцы длиной 10 мм и диаметром 5 мм.

Также высокоскоростной дилатометр DIL 805A/D позволяет выявлять бывшие зерна аустенита методом термического травления в вакууме. Метод основан на том, что микроскопические канавки по границам зерен аустенита возникают в результате избирательного испарения металла при температуре

существования γ -фазы. Такие канавки сохраняются независимо от кинетики дальнейшего полиморфного превращения и типа получаемой структуры [105].

Вакуумное травление проводили в вакуумной камере дилатометра DIL 805A/D ($p \approx 10^{-5}$ тор) с нагревом до температуры 950°C и выдержкой 250 с. Скорость нагрева и охлаждения образцов составляла $5^{\circ}/\text{с}$.

Для анализа изменения размера аустенитного зерна в процессе вакуумного травления было проведено исследование структуры металла заготовки из стали марки 38ХНЗМФА после травления раствором азотной кислоты (рисунок 2.1а) и после вакуумного травления по указанному режиму образца из этой заготовки (рисунок 2.1б). По результатам оценки среднего размера зерна, который составляет ~ 17 мкм, для обоих образцов, можно сделать вывод о том, что вакуумное травление с нагревом до 950°C не оказывает влияния на размер зерна аустенита.

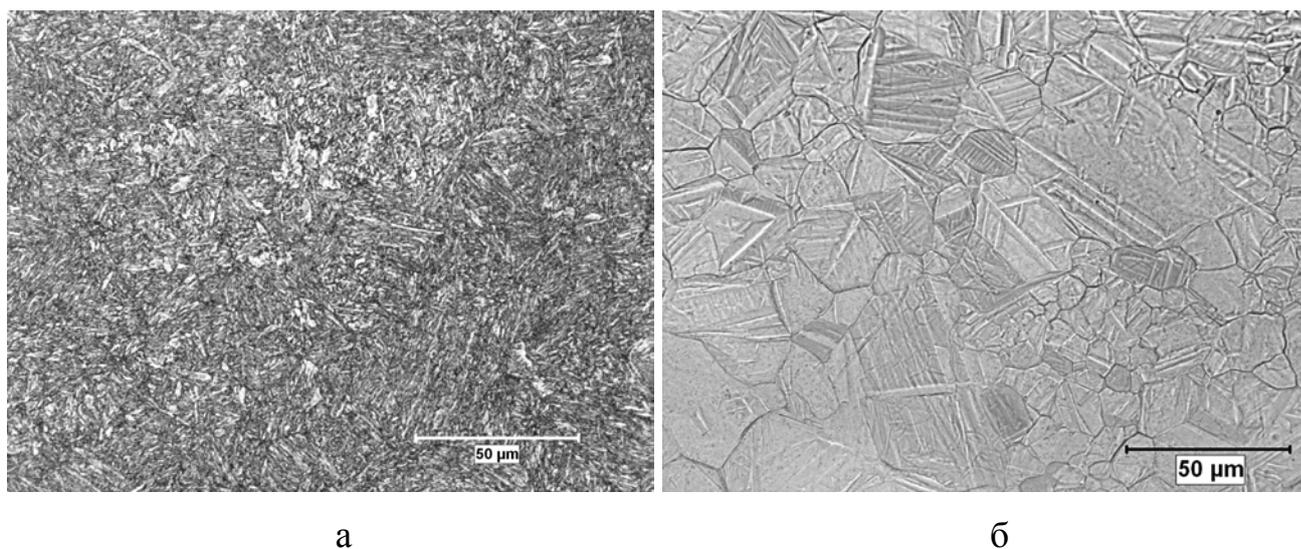


Рисунок 2.1 Микроструктура металла заготовки из стали марки 38ХНЗМФА после: а – травление раствором азотной кислоты; б – вакуумного травления

Также был проведен анализ роста зерна аустенита при различных выдержках и температурах при вакуумном травлении. По результатам исследования, представленным на рисунках 2.2 и 2.3, видно, что выбранный режим: нагрев до 950°C и выдержка 250 с – не приводит к росту зерна аустенита

(средний размер с увеличением выдержки остается равным $\sim 11,5$ мкм) и может быть использован для оценки размера аустенитного зерна.

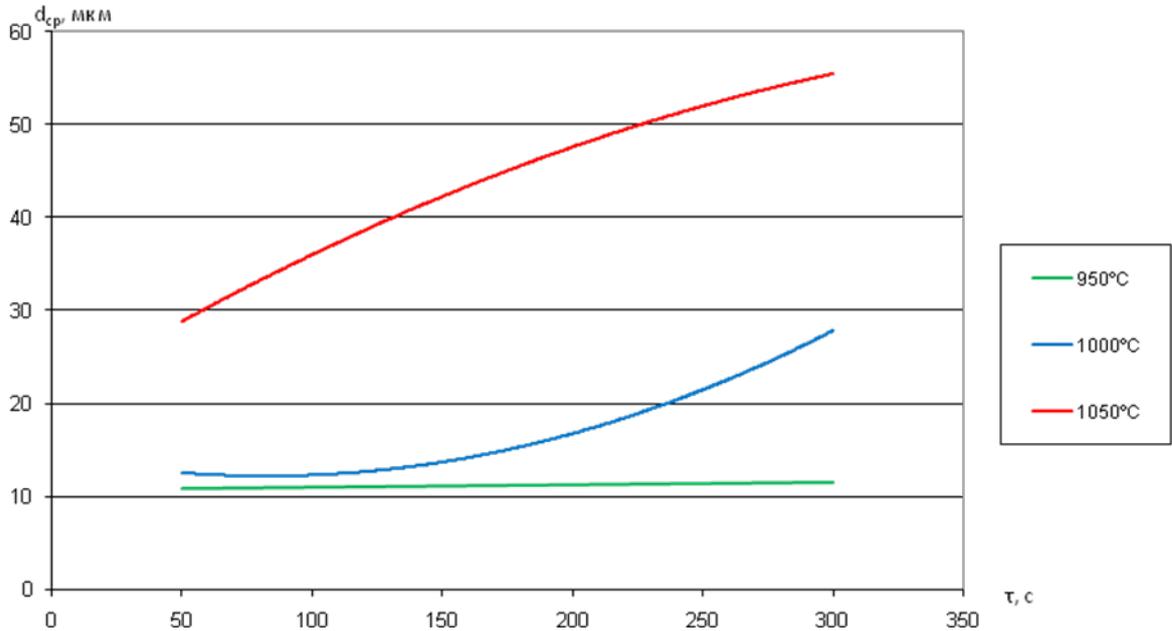
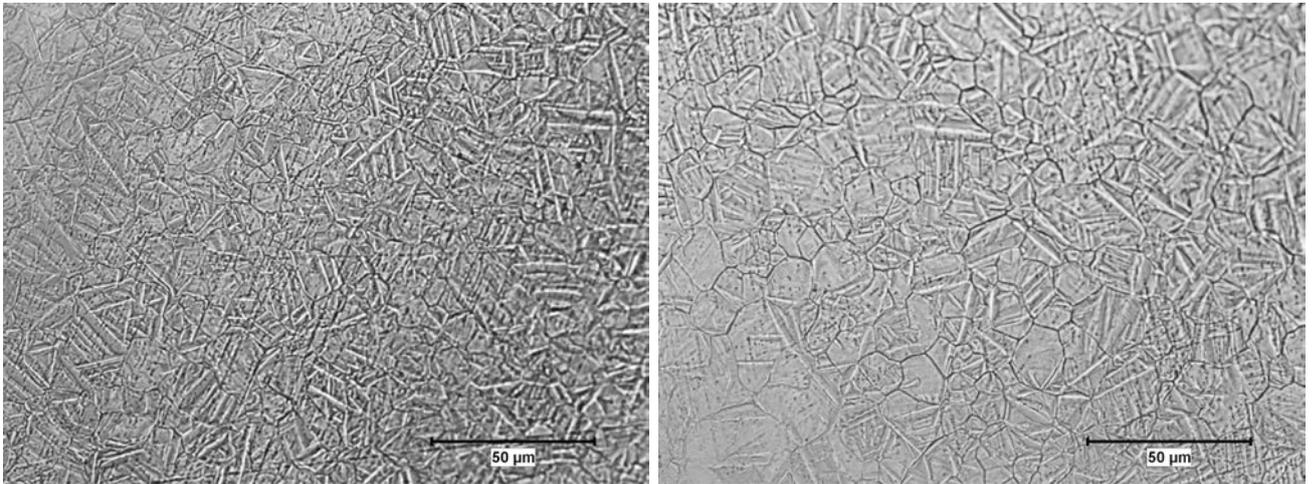


Рисунок 2.2 Изменение среднего размера зерна аустенита при увеличении выдержки от 50 до 300 с в процессе вакуумного травления при температурах 950, 1000 и 1050°C



а

б

Рисунок 2.3 Микроструктура образцов после вакуумного травления при температуре 950°C: а – выдержка 50 с; б – выдержка 300 с

2.3 Методы определения количества остаточного аустенита

2.3.1 Магнитный метод

Измерение изменения намагниченности насыщения является самым простым и быстрым способом оценки количества остаточного аустенита в стали после закалки. Метод основан на том, что аустенит немагнитен, а мартенсит (α -железо) является сильным ферромагнетиком, при этом намагниченность насыщения образца аддитивно складывается из намагниченности присутствующих фаз. При определении количества остаточного аустенита данным методом осуществляется сравнение намагниченности эталона и образцов, в которых требуется определить количество немагнитной составляющей (γ -фазы) [103]. Именно это обстоятельство вызывает затруднения с точностью определения.

Во-первых, ключевую роль играет масштабный фактор – образцы должны быть максимально идентичны эталону по объему и размерам. Во-вторых, корректная оценка требует эталона с полным отсутствием остаточного аустенита. С одной стороны, никогда нельзя быть уверенным, что закалка с быстрой скоростью охлаждения, дополненная глубоким охлаждением, например, в жидком азоте обеспечит полное превращение аустенита в мартенсит. С другой – остаточный аустенит можно разложить, применив несколько отпусков. Однако в этом случае есть неточность, связанная с отпуском мартенсита и выделением карбидной фазы с пониженной намагниченностью [78, 103].

С учетом необходимых поправок, вызванных влиянием на намагниченность карбидной фазы и растворенного углерода, точность метода составляет порядка 0,1-1,0 % [78].

Для определения количества остаточного аустенита данным методом в работе использовались цилиндрические образцы длиной 56 и 60 мм, диаметром 7 и 5 мм соответственно.

2.3.2 Рентгеноструктурный фазовый анализ

Широкое применение для определения количества остаточного аустенита на практике также получил рентгенографический метод. Суть его заключается в сравнении интенсивности рентгеновских линий от α - и γ -решеток. Кристаллические тела всех типов эффективно рассеивают излучение электромагнитной природы при условии, что параметры решетки кристалла по величине сопоставимы с длиной волны. Поскольку рассеянное излучение представляет собой спектральное преобразование функции плотности объекта, получаемая картина рассеяния содержит информацию, необходимую для определения атомной структуры вещества. Для быстрой регистрации и оценки рассеянного рентгеновского излучения и измерения углов дифракции применяют электронно-оптический прибор – дифрактометр. При дифрактометрических измерениях картина рассеяния представляет собой изображение непрерывной спектральной линии, которая состоит из плавно изменяющегося (диффузионного) фона и интенсивных селективных максимумов. Любой отрезок линии содержит информацию о материале, от которого зарегистрировано излучение. Положение каждого максимума (в единицах θ) соответствует интенсивности характеристического рентгеновского излучения с заданной длиной волны λ , которое рассеяно семейством плоскостей (hkl) с межплоскостным расстоянием d_{hkl} в соответствии с уравнением Вульфа-Брэгга [103]:

$$2d_{hkl} \sin\theta = \lambda \quad (2.2)$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние, θ – угол скольжения, λ – длина волны.

К недостаткам данного метода можно отнести, во-первых, ограниченную толщину слоя материала, участвующего в формировании рентгеновской дифракционной картины, который для стали составляет 4 мкм (для используемого рентгеновского характеристического медного излучения), во-вторых, на точность нахождения межплоскостного расстояния значительное влияние оказывает размытие линий, связанное с дисперсностью материала и искаженностью

кристаллической решетки [103, 72]. Таким образом, результаты измерений могут отличаться вследствие неоднородности структуры (разнозернистость, различие в распределении карбидной фазы) и остаточных напряжений по сечению одного изделия и нарушения структурного состояния поверхностного слоя при подготовке образца к исследования. Кроме того, минимальное количество вещества – γ -фазы в данной работе, которое можно обнаружить по рассеянию рентгеновских лучей, составляет 2 %.

В качестве дополнительных устройств для оснащения дифрактометров используются приспособления для имитации температурных полей, например, приставка УРВТ 1500 для нагрева до 1500°C.

В работе исследования проводили на рентгеновском дифрактометре Ultima IV модификации Ultima IV 285. Высокотемпературному рентгеноструктурному фазовому анализу подвергали образцы толщиной 1 мм и сечением 20x20 мм, определение количества остаточного аустенита проводили на образцах (после различных вариантов термообработки) толщиной 7 мм и сечением 20x20 мм.

Исследования проводили как по методу, соответствующему стандарту ASTM E 975 [106], так и методом соотношения относительной интенсивности (RIR) [107].

2.3.3 Метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD)

Метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) используется для индексирования и определения кристаллических систем, картирования кристаллических ориентаций, исследования дефектов, определения фаз, изучения межзеренных границ, картирования микродеформаций. Принцип основан на дифракции Брэгга отраженных электронов. Исследования проводятся при помощи растрового электронного микроскопа с ДОЭ-приставкой (детектор рассеянных электронов).

В растровом электронном микроскопе изображение формируется в результате взаимодействия ускоренного сфокусированного пучка электронов с

поверхностью объекта. Проникновение пучка электронов (электронного зонда) в исследуемый объект сопровождается перераспределением кинетической энергии заряженных частиц между ними и веществом пробы в локальном микрообъеме вблизи места падения. Энергия отраженных электронов изменяется от 0 до E_0 (E_0 – энергия электронного зонда). При таком взаимодействии электроны зонда (пучка) генерируют различные типы сигналов: обратно отраженные электроны, вторичные электроны, Оже-электроны, рентгеновское излучение, световое излучение. В свою очередь, для получения информации о материале, носителями которой являются эти сигналы, применяются соответствующие детекторы.

В традиционных методах оптической металлографии, растровой и просвечивающей электронной микроскопии структурные элементы распознаются как области, отделенные от соседних дефектами – малоугловыми и большеугловыми границами, выявляющимися за счет контрастов изображения. При применении метода дифракции обратно отраженных электронов структура материала воссоздается по результатам поточечного кристаллографического анализа. Объединение связанного множества точек в единый структурный элемент реализуется в соответствии с заранее заданными признаками, основным из которых является угол толерантности. При реализации такого алгоритма две соседние точки считаются принадлежащими одному и тому же структурному элементу, если угол разориентировки между ними не превышает угол толерантности. В противном случае точки относятся к разным структурным элементам.

Главным недостатком метода для определения количества остаточного аустенита является то, что стандартный шаг сканирования 0,1 мкм, вследствие чего часть островков аустенита может быть пропущена при таком анализе. Иначе говоря, данный метод дает заниженную оценку содержания γ -фазы.

Также для определения количества остаточного аустенита метод является трудоемким: при увеличении $\times 1000$ площадь сканируемой области составляет 100 мкм², а при увеличении $\times 10000$ – всего 10 мкм² [103]. Таким образом, сделать

достоверную оценку количества остаточного аустенита затруднительно из-за необходимости сканирования огромного количества полей.

К достоинствам метода относится возможность детальной оценки характера распределения остаточного аустенита, то есть качественной оценки, превосходящей таковую при использовании просвечивающей микроскопии из-за большего размера исследуемых полей [108].

В работе построение фазовых карт, исследование распределения остаточного аустенита осуществляли с помощью двулучевого электронно-ионного растрового микроскопа Quanta 200 3D FEG. Образцы для EBSD-анализа изготавливались аналогично образцам для металлографического исследования за исключением конечной операции – вместо травления применяется электрополировка.

2.3.4 Метод дифракции нейтронов

Суть метода заключается в следующем: исследуемый материал подвергается облучению пучком нейтронов, который рассеивается на атомах вещества. Интенсивность рассеивания нейтронов зависит от угла дифракции (как и при рентгеновской дифрактометрии) и регистрируется с помощью нейтронных спектрометров. По полученным дифракционным спектрам восстанавливается структура исследуемого материала.

Главным достоинством метода следует считать возможность нейтронов проникать на всю глубину исследуемого образца, отсутствие требований к геометрии и поверхности образца (и, соответственно, требований пробоподготовки), что исключает влияние масштабного фактора и влияния ошибок при подготовке исследуемого объекта. Кроме того, рассеяние нейтронов происходит на ядрах атомов, что позволяет избежать систематической зависимости амплитуды рассеяния от порядкового номера химического элемента в отличие от рассеяния электронов и рентгеновских лучей. Иными словами дифракция нейтронов слабо зависит от атомного номера элемента [109].

Очевидный недостаток метода вытекает из его сути – необходимые для исследования тепловые нейтроны с энергией от одной тысячной до нескольких десятков эВ получают в ядерных реакторах, что делает этот метод экономически затратным.

Содержание остаточного аустенита определяли методом дифракции нейтронов [110, 111] с помощью дифрактометра SKAT на базе импульсного реактора ИБР-2 (ОИЯИ, г. Дубна).

2.4 Методы исследования структуры

2.4.1 Оптическая металлография

Оптическая металлография позволяет реализовать прямое наблюдение различных макро-, мезо-, и микроскопических элементов внутреннего строения с последующим качественным и количественным морфологическим анализом. В данном методе вся информация об изучаемом образце содержится в изображении, которое формируется в результате взаимодействия (интерференции) основной (опорной) и отраженной или рассеянной электромагнитной волны [103].

Материальная среда, в которой распространяется волновой процесс, способна воздействовать на него через амплитуду, частоту и фазу колебаний. В зависимости от задачи исследования можно целенаправленно усилить или ослабить влияние структурных составляющих материала на параметры волны и добиться наилучшего режима наблюдения объекта. В таком случае конечный результат исследования в значительной степени определяется качеством подготовки образца.

Для исследования использовали части ударных или разрывных образцов, а также образцы после дилатометрических исследований и моделирования технологии деформации на комплексе GLEEBLE 3800. Шлифы вырезали в продольном или тангенциальном направлениях, в зависимости от поставленной

задачи. При их вырезке исключалась возможность перегрева или наклепа заготовки во избежание искажения структуры. При полировании наждачной бумагой различной зернистости и пастами добивались практически зеркальной поверхности.

Стандартное травление шлифов производилось в 4 % - ном растворе азотной кислоты в этиловом спирте. Исследование микроструктуры металлов на полированных и травленых шлифах производилось при увеличении от 100 до 1000 крат на оптическом микроскопе Axioobserver A1m фирмы Zeis.

Определение размера аустенитных зерен осуществляли после вакуумного травления по режиму, представленному в п. 2.2.2. Количественная оценка структурных составляющих осуществлялась с помощью специализированного программного обеспечения Clemex Vision PE.

2.4.2 Просвечивающая микроскопия

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) – один из наиболее информативных методов исследования структуры металлов и сплавов, благодаря которому возможно наблюдать и анализировать изображения макро- и мезоструктуры материала и дифракционных картин. Эффективный минимальный размер исследуемого участка оценивается в 10-20 нм, прямое электронно-оптическое увеличение достигает $5 \times 10^5 - 10^6$ [103]. Применение ПЭМ в сочетании с оптической металлографией позволяет получать информацию о механизме фазовых превращений, строении границ, о процессах пластической деформации и рекристаллизации.

Оптическая схема электронного микроскопа во многом схожа со схемой светового, если стеклянные линзы заменить электромагнитными, а источник опорного сигнала – лампу накаливания, заменить на эмиттер электронов. Электронный микроскоп используют для изучения структуры за пределами разрешающей способности оптического микроскопа ($< 0,5$ мкм). Формирование изображения происходит за счет рассеивания электронного пучка, выходящего из

осветительной системы микроскопа, при попадании на образец. Рассеянные электронные пучки преобразуются объектной линзой в изображение на экране.

В работе применялся прямой метод электронно-микроскопического исследования образца, которым служит тонкая металлическая пленка (фольга), прозрачная или полупрозрачная для электронов. Данная фольга изготавливалась из цилиндрических образцов диаметром 3 мм путем нарезания тонких пластин (дисков) толщиной 0,2-0,5 мм поперек оси заготовки. Диски шлифовали на тонкой абразивной бумаге до толщины 0,1-0,15 мм, и подвергали химической или электролитической полировке. Электрополировку вели без перегрева заготовки до образования в диске отверстий (одно или несколько) диаметром 0,2-0,8 мм. Края диска около отверстий использовали для просмотра в просвечивающем электронном микроскопе Tescan G² 30 S-TWIN фирмы «FEI» при ускоряющем напряжении 200 кВ. Плотность дислокаций определяли по методу секущих, идентификация фаз – методом одиночных рефлексов, определение элементного состава – EDX (энергодисперсионный рентгеновский микроанализ) [112].

2.4.3 Фрактографическое исследование

Вид излома несет большой объем информации касательно процессов, которые произошли при разрушении исследуемого образца – излом содержит зоны, где наиболее неблагоприятно сочетаются условия внешнего воздействия и свойства материала, которые не выявить другими методами исследования. Фрактографический метод – основной метод при определении критических температур вязко-хрупкого перехода.

Для получения качественной и количественной информации о строении изломов наиболее широкое распространение в металловедении получило применение растрового электронного микроскопа (принцип работы описан в п. 2.3.3). Применение РЭМ позволяет выявлять структурные составляющие в изломе (что крайне важно при их малом содержании и особенности распространения трещины – по ослабленным участкам), определить место и причины зарождения

трещины, выявить характер дефектов (технологические или эксплуатационные), измерить доли вязкой и хрупкой составляющей поверхности излома, размер ямок, фасеток, шага бороздок [72].

В настоящей работе фрактографический анализ изломов ударных образцов проводили с помощью растрового электронного микроскопа SEM-535 фирмы «Philips».

На практике при исследовании изломов образцов на ударную вязкость, вырезанных из металла баллонов, приходится сталкиваться с тем, что образцы имеют схожий характер разрушения при высоком увеличении, но различный уровень ударной вязкости, а также различия макрогеометрии излома. Чаще всего такое явление наблюдается при отрицательных температурах испытаний образцов на ударный изгиб, при этом характер разрушения может быть классифицирован как квазихрупкий. Подобное явление в металле труб из стали марки 38ХНЗМФА – отличие по ударной вязкости и макроструктуре при одинаковой микроструктуре, описано в работе [113].

2.5 Определение механических свойств и сопротивления разрушению

2.5.1 Определение механических свойств

Испытания на растяжение

Испытания на растяжение проводили по ГОСТ 1497 на цилиндрических образцах типа III № 6 и тип VIII № 3. Образцы вырезали из середины толщины трубной заготовки в направлении, параллельном образующей (оси протяжки), и тангенциальном (перпендикулярно оси протяжки) из середины толщины стенки баллона или образца свидетеля.

Испытания на ударный изгиб

Испытания на ударный изгиб проводили по ГОСТ 9454 на образцах типа 1 и типа 11 при температурах плюс 20 и минус 50°C. Образцы вырезали из середины толщины стенки баллона или образца свидетеля в направлении, параллельном образующей (оси протяжки), и тангенциальном (перпендикулярно оси протяжки), надрез наносился в направлении толщины стенки. На рисунке 2.4 представлена схема ориентации образца относительно стенки баллона.



Рис. 2.4 – Схема расположения ударных образцов относительно стенки баллона

Измерение твердости

В работе был использован метод измерения твердости по Бринеллю (НВ) вдавливанием шарика (ГОСТ 9012). Твердость замеряли на половинках ударных образцов, а также на специально вырезанных заготовках размером 20x20 мм, толщиной, соответствующей трубной заготовки (17-21 мм).

2.5.2 Определение сопротивляемости металла баллонов разрушению при пониженных температурах

Полную работу, затраченную на пластическую деформацию и разрушение образца можно разделить на работу пластической деформации и зарождения трещины A_z и работу развития трещины A_p . Для определения этих характеристик проводили испытания методом статического изгиба ударных образцов (ГОСТ 9454, тип 11) с записью диаграммы «нагрузка - прогиб» [114].

По диаграмме определяются характеристики сопротивляемости разрушению: работа пластической деформации, необходимая для зарождения магистральной трещины, и работа разрушения, затраченная на развитие

магистральной трещины. Характеристики при статическом изгибе образца с надрезом, определенные из диаграммы «нагрузка-прогиб» (рисунок 2.2): A_3 – работа пластической деформации и зарождения магистральной трещины; P_{max} – максимальная нагрузка. Положение точки P_{max} на оси прогибов соответствует моменту начала снижения нагрузки; A_p – работа разрушения, затраченная на развитие магистральной трещины; $f_{пл}$ – стрела пластического прогиба до точки P_{max} .

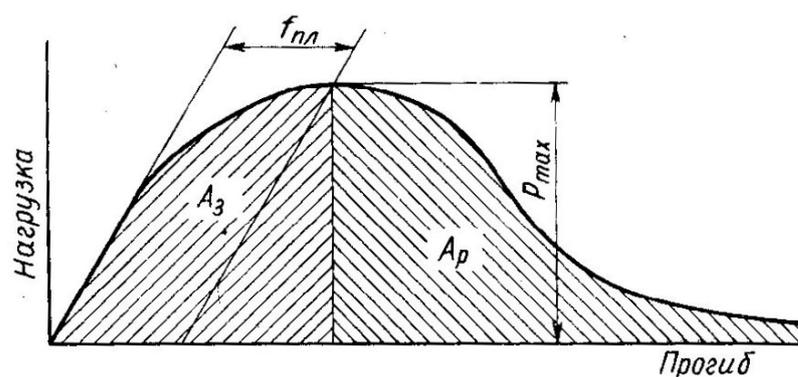


Рисунок 2.5 – Диаграмма нагрузка-прогиб

2.5.3 Определение сопротивляемости металла баллонов коррозионному растрескиванию под напряжением

Определение склонности к коррозионному растрескиванию металла баллонов в 3,5 % р-ре NaCl и на воздухе проводилось по методике НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей», соответствующей основным положениям ГОСТ 9.903-81 [115].

Одним из методов оценки (КРН) является сравнение параметров вязкости разрушения материала на воздухе и в рабочей агрессивной среде. В ходе исследований определены критические коэффициенты интенсивности напряжения для металла баллонов при испытании образцов с острым надрезом (типа Шарпи, размером 10x11x60 мм с предварительно введенной усталостной трещиной ~ 1,5 мм) на воздухе и в водном растворе 3,5 % NaCl, имитирующем морскую воду. При этом зона трещины на образцах, предназначенных для испытания на воздухе, изолируется от атмосферной влаги.

Образцы доводили постепенно до разрушения ступенчато возрастающим консольным изгибом. Темп увеличения нагрузки образца, помещенным в морскую воду поддерживался таким образом, чтобы их разрушение произошло не ранее 1000 часов от начала испытаний, чтобы коррозионное воздействие агрессивной среды успело проявиться в полной мере. Непосредственно определяемой характеристикой в серии испытаний является отношение разрушающих нагрузок в коррозионной среде и на воздухе β для чего по длине трещины и разрушающему консольному моменту определяются критические коэффициенты интенсивности напряжения K_{QC} и K_{QSCC} – параметры вязкости разрушения стали на воздухе и в агрессивной рабочей среде.

По результатам многочисленных исследований критерий полной нечувствительности материала к воздействию коррозионной среды [17]:

$$\beta = \frac{K_{QSCC}}{K_{QC}} \geq 0,85 \quad (2.3)$$

Стоит отметить, что такое значение коэффициента β в большей мере относится к высоконагруженным сварным судокорпусным конструкциям и по отношению к баллонам ВВД может быть завышенным. Таким образом, критерий безопасности эксплуатации баллонов в коррозионной среде должен быть установлен в результате отдельных исследований металла баллонов ВВД.

2.5.4 Определение параметров вязкости разрушения (трещиностойкости) при статическом нагружении

Критическое значение раскрытия вершины трещины *CTOD* является характеристикой трещиностойкости металла и представляет собой значение смещения поверхностей трещины, перпендикулярного к плоскости начальной трещины у ее вершины.

Методика проведения испытания на трещиностойкость соответствует ГОСТ 25.506 [116]. При испытании используются образцы с предварительно выращенной усталостной трещиной, которые испытываются при заданной скорости перемещения нагружающей траверсы испытательной машины,

обеспечивающей скорость роста коэффициента интенсивности напряжений от 0.5 до 1.5 МПа·м^{1/2}/с на упругом участке деформирования. При этом выполняется измерение сил и перемещений до точки, где либо возникает хрупкий рост трещины, либо оказывается превзойденной максимальная нагрузка. Регистрируется диаграмма деформирования образца в координатах «*P-Δ*» («нагрузка-перемещение по линии действия силы») или «*P-ν*» («нагрузка-раскрытие берегов трещины»). Процедура дальнейшего анализа зависит от типа разрушения образца.

Для определения применимости материала проводят серии испытаний с варьируемой температурой и построение температурной зависимости параметров трещиностойкости.

В работе испытывали призматические образцы типа 4 по ГОСТ 25.506. Сечение образцов составляло 15x30 мм, длина - 150 мм, форма надреза шевронная.

Выводы по главе 2

Современные исследовательские комплексы, в частности пластометрический комплекс GLEEBLE 3800 и высокоскоростной дилатометр DIL 805A/D, позволяют имитировать широкий спектр технологических операций и определять процессы и закономерности, влияющие на рост структурных составляющих, кинетику превращения аустенита, тип и характер распределения карбидной фазы.

По результатам обзора методов определения количества остаточного аустенита можно сделать заключение, что для максимально полной оценки характера распределения и количества остаточного аустенита после закалки стали типа 35ХНЗМФА следует проводить все возможные исследования, поскольку каждый метод по отдельности имеет свойственные ему ограничения в части чувствительности и точности измерения.

ГЛАВА 3. ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ ВЫСОКОПРОЧНОЙ СТАЛИ ТИПА 38ХНЗМФА ПРИ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Каждый технологический этап производства вносит свой вклад в формирование технологических и эксплуатационных свойств металла изделия. Высокие эксплуатационные характеристики (сопротивляемость хрупкому разрушению – в первую очередь) баллонов ВВД могут быть достигнуты путем получения оптимальной структуры отпущенного реечного мартенсита и измельчением структурных составляющих.

Для измельчения аустенитного зерна необходимо знать температурные области действия всех механизмов и процессов, которые способствуют изменению размера структурных составляющих. При восстановлении крупного зерна из-за проявления структурной наследственности закалкой трудно добиться его уменьшения, а процессы, протекающие во время отпуска мартенситных сталей, в принципе не изменяют размер структурных составляющих. Поэтому получить мелкодисперсную структуру в таком случае возможно только за счет термомодеформационного воздействия в ходе пластической деформации и предварительной термообработки (ПТО).

Конечной целью работы является повышение характеристик работоспособности, поэтому в процессе деформации и термообработки следует также учитывать влияние факторов, приводящих к снижению сопротивляемости разрушению стали: охрупчивание в результате перегрева, сегрегации вредных примесей по границам зерен, ликвация, охрупчивание из-за присутствия флокенов.

3.1. Ограничение температуры нагрева при деформации

На практике во многих случаях отказываются от проведения гомогенизации слитка для устранения ликвации, совмещая ее с нагревом под горячую деформацию, что связано с тем, что гомогенизирующий отжиг слитков дорог из-за большого расхода топлива и угара металла [113].

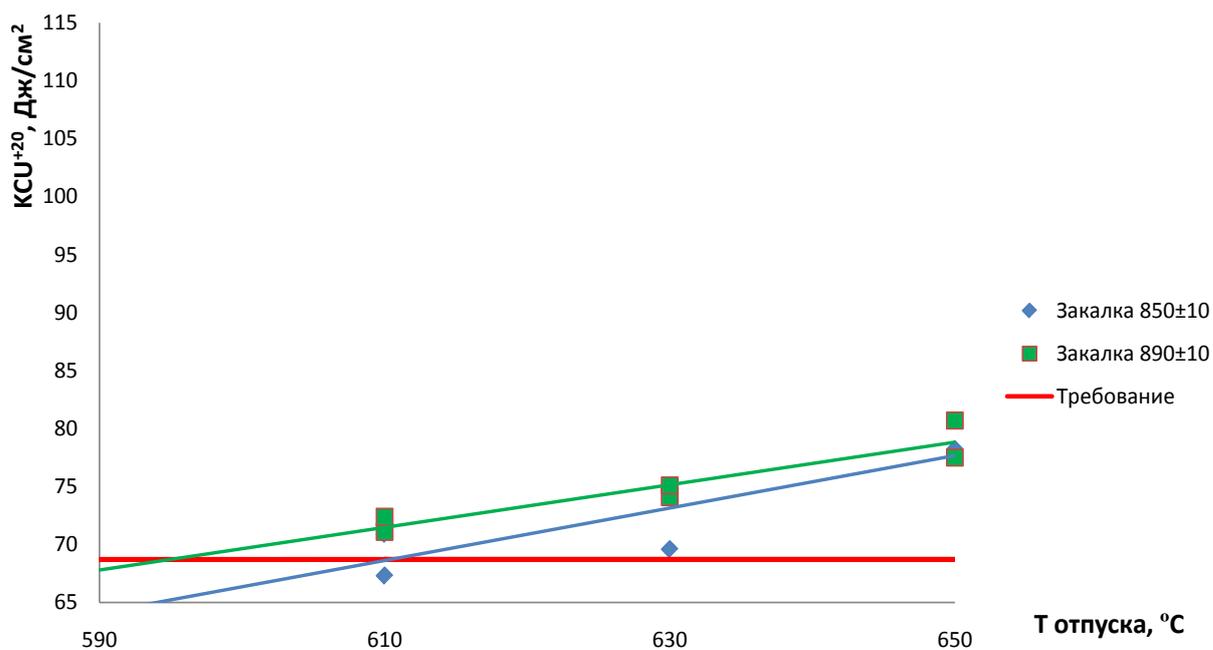
Несмотря на то, что углерод является легкоподвижным элементом, его однородное распределение возможно только после достижения однородности по другим легирующим элементам. Таким образом, выбор температуры нагрева под деформацию может быть продиктован необходимостью устранения ликвации. Известно, что при температуре 1250°C в аустените растворяются практически все элементы и примеси [117], однако нагрев до такой температуры может приводить к росту зерна и, особенно в случае неоднократных выносов и пластической деформации, к появлению камневидного излома, неустраняемого термической обработкой.

При ограничении температуры нагрева при деформации следует учитывать тот факт, что изначально заготовка полностью несколько раз нагревается до высоких температур при пластической деформации, а затем нагреваются концы заготовки при закове горловин.

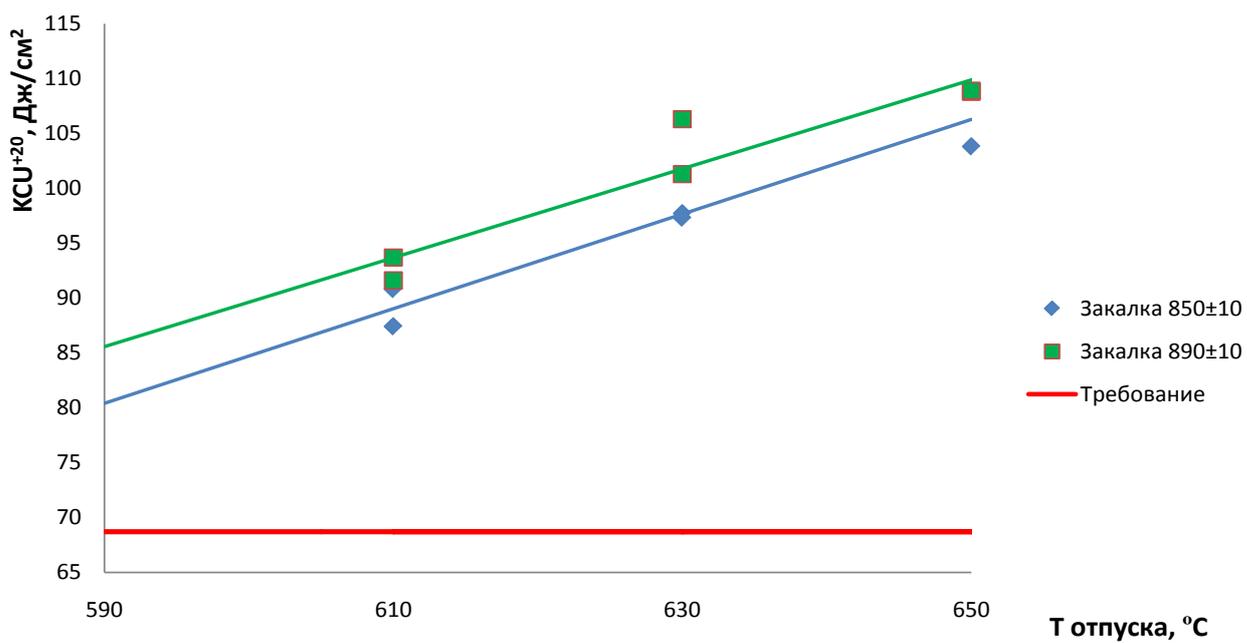
Для оценки влияния перегрева при нагреве под деформацию было проведено моделирование процесса производства: деформация, предварительная термообработка, окончательная термообработка как по штатному режиму (закалка 850±10°C, отпуск 610±10°C), так и с повышенными температурами закалки и отпуска. Соответствующие механические характеристики металла представлены в таблице 3.1. На рисунке 3.1 показана тенденция изменения уровня ударной вязкости от режима термообработки при нагреве заготовок до температур 1230-1240°C и 1250-1260°C.

Таблица 3.1 – Влияние нагрева при деформации на механические свойства металла баллонов ВВД из стали марки 38ХНЗМФА

Нагрев, °С	Закалка, °С	Отпуск, °С	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	ψ , %	КСУ ⁺²⁰ , Дж/см ²
1250-1260	850±10	610±10	1269	1172	13,7	56,0	67,3
			1281	1172	13,3	51,4	70,9
		630±10	1257	1161	13,8	55,0	69,6
			1237	1159	13,9	55,5	74,8
		650±10	1237	1132	11,8	53,4	78,1
			1231	1141	13,4	55,0	78,2
	890±10	610±10	1290	1198	12,8	49,9	71,1
			1300	1201	11,0	55,0	72,4
		630±10	1269	1170	13,6	55,0	74,1
			1232	1151	14,1	56,0	75,1
		650±10	1224	1124	14,3	55,1	77,5
			1221	1126	13,4	47,3	80,7
1230-1240	850±10	610±10	1194	1116	15,0	49,8	87,4
			1178	1106	14,4	49,5	90,8
		630±10	1166	1092	12,8	53,1	97,3
			1161	1074	12,6	53,1	97,7
		650±10	1152	1061	15,6	57,4	103,8
			1099	1006	16,0	57,7	108,9
	890±10	610±10	1180	1073	14,4	57,3	91,6
			1183	1054	15,0	56,6	93,7
		630±10	1179	1086	15,0	56,7	101,3
			1173	1081	15,3	57,9	106,3
		650±10	1101	1019	15,2	54,6	108,8
			1107	1018	16,7	55,6	108,9
Требования НТД			≥ 1128	≥ 981	≥ 11	-	≥ 68,7



а



б

Рисунок 3.1 – Зависимость изменения уровня ударной вязкости KCU^{+20} от температуры закаливания и отпуска металла заготовок, нагретых до 1250-1260°C (а) и 1230-1240°C (б)

Анализ таблицы 3.1 и рисунка 3.1 показывает следующее:

– после штатной термообработки при нагреве заготовки до температуры 1250-1260°C значения уровня ударной вязкости KCU^{+20} находятся либо ниже, либо на минимально допустимом уровне;

– повышение температуры отпуска в случае нагрева до 1250-1260°C слабо влияет на механические характеристики – обнаруживается незначительный прирост уровня ударной вязкости и незначительное снижение прочностных характеристик. Учитывая тот факт, что отличие уровня свойств металла свидетеля и металла баллона достигает 15 % [17], можно констатировать недостаточный запас ударной вязкости при всех вариантах термообработки после нагрева до 1250-1260°C;

– при нагреве заготовок до температуры 1230-1240°C уровень ударной вязкости превосходит минимально требуемый с достаточным запасом после всех вариантов термообработки;

– повышенные значения механических свойств в случае закалки при температуре $890\pm 10^\circ\text{C}$ и отпуске при температурах 630 ± 10 и $650\pm 10^\circ\text{C}$ связано с большим легированием твердого раствора при закалке и большей степенью разупрочнения при отпуске (о чем свидетельствует значительное снижение характеристик прочности при температуре отпуска $650\pm 10^\circ\text{C}$).

При исследовании микроструктуры металла образцов, вырезанных из заготовки, нагретой до 1250-1260°C при деформации и подвергшейся штатной термической обработке (рисунок 3.2), были обнаружены хорошо различимые границы первичных аустенитных зерен, максимальный размер которых превышает 500 мкм. Низкое значение ударной вязкости и незначительное ее повышение при увеличении температуры отпуска связано с тем, что разрушение металла происходит по этим границам. При исследовании металла образцов, вырезанных из заготовки, нагретой до 1220°C при деформации и подвергшейся штатной термообработке, таких границ не выявлено (рисунок 3.3). Средний размер структурных составляющих соответствует номеру G7 ГОСТ 5639.

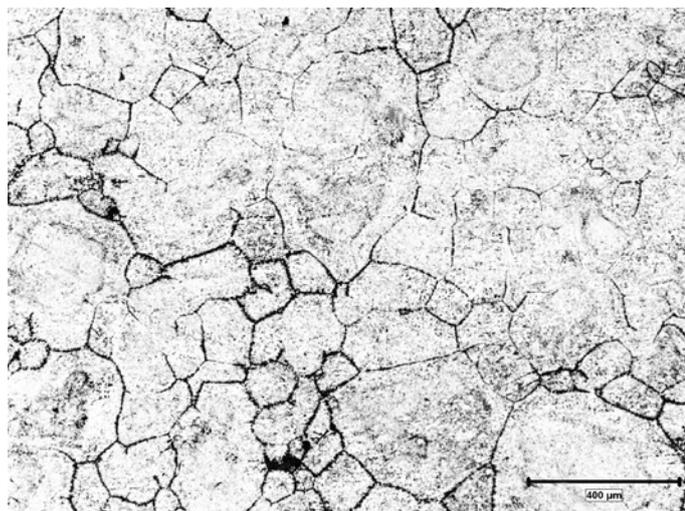


Рисунок 3.2 – Микроструктура металла заготовки после штатной термообработки, нагретой при деформации до температуры 1250-1260°C

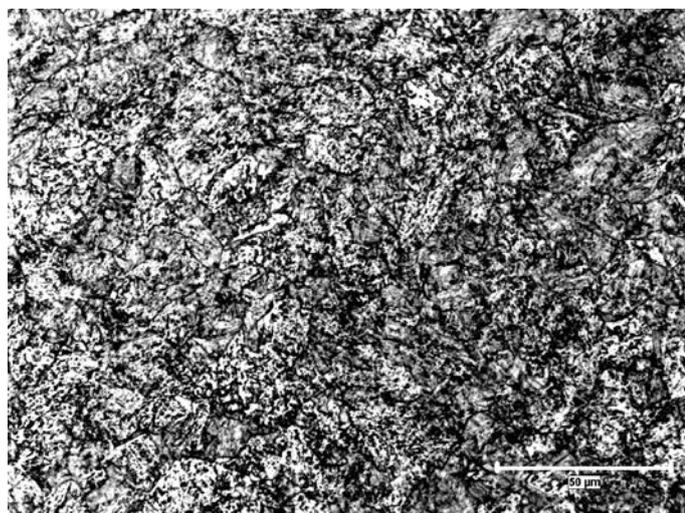


Рисунок 3.3 – Микроструктура металла заготовки после штатной термообработки, нагретой при деформации до температуры 1230-1240°C

Таким образом, основываясь на полученных данных, температура нагрева под прошивку слитка, протяжку трубной заготовки и заков горловин не должна превышать 1230-1240°C.

3.2. Определение температуры рекристаллизации и температуры окончания деформации

Как было отмечено в первой главе: пластическая деформация ниже температуры рекристаллизации способствует созданию в аустените субзеренной структуры деформационного происхождения, что способствует увеличению числа зародышей новой фазы, то есть приводит к измельчению структуры [6, 70]. Однако слишком высокая температура при деформации (особенно на последней ступени протяжки) может привести к образованию крупнозернистой или разнотернистой структуры за счет протекания собирательной рекристаллизации аустенита, связанной с повышением его термодинамической устойчивости [5]. Слишком низкая температура деформации приводит к неравномерности напряженно-деформированного состояния в различных местах заготовки и может способствовать изменению геометрических размеров или появлению концентраторов напряжения.

Точное определение температуры рекристаллизации аустенита в таком случае важнее не только для проведения рекристаллизационного отжига с целью измельчения зерна, но и для назначения температуры окончания деформации заготовки, чтобы ограничить рост зерна аустенита.

Измельчение аустенитного зерна путем увеличения количества центров кристаллизации возможно вследствие деформации исходного аустенитного зерна или рекристаллизации [118]. Поскольку кинетика роста зерна при предварительной термообработке зависит от температуры и степени предшествующей пластической деформации, а особенность получения заготовки для баллона не позволяет контролировать параметры, как при прокатке, следует сделать акцент на измельчении структурных составляющих за счет появления новых зерен в процессе рекристаллизации.

Определение $T_{рек}$ осуществляли с помощью пластометрического комплекса GLEEBLE 3800 по методике релаксации напряжений [102]. На рисунке 3.4 для

разных температур представлены диаграммы релаксации напряжений – зависимости разупрочнения образцов от времени выдержки, характеризующие процесс протекания рекристаллизации.

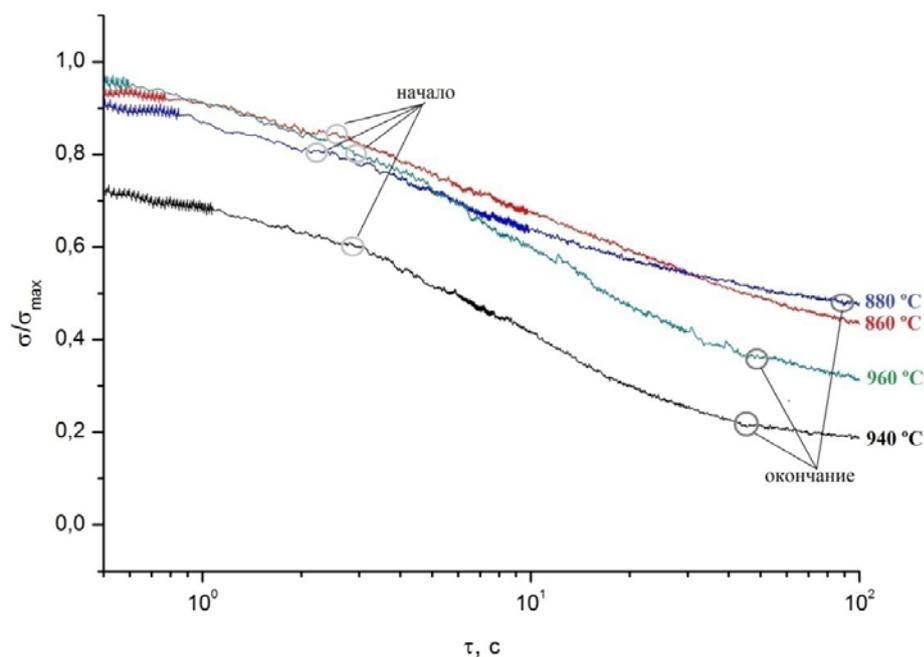


Рисунок 3.4 – Диаграммы релаксации напряжений после завершения деформации при температурах: 860, 880, 940, 960°C

Из рисунка 3.3 видно, что при температуре 860°C в рассматриваемом временном интервале рекристаллизации не завершается. Температуру 880°C можно рассматривать как нижний порог интервала температуры рекристаллизации. Максимально быстро рекристаллизация завершается в процессе изотермической выдержки при температурах 940 и 960°C. Таким образом, интервал $940 \pm 20^\circ\text{C}$ можно принять за искомый интервал $T_{\text{рек}}$ [119].

3.3 Построение термокинетических диаграмм стали типа 38ХНЗМФА

Стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА известны давно и распространены при производстве широкой номенклатуры изделий различных категорий

прочности. Однако, несмотря на длительный срок применения данных марок стали, в практике термической обработки на предприятиях основным источником информации о протекающих превращениях переохлажденного аустенита является справочник А.А. Попова, Л.Е. Поповой «Изотермические и термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита» 1965 г. издания [120] и справочник Л.Е. Поповой и А.А. Попова «Диаграммы превращения аустенита в сталях и бета-растворах титана» 1991 г. издания [121]. Причем первый справочник распространен наиболее широко.

На рисунке 3.5 представлены диаграммы кинетики превращения аустенита сталей типа 35ХНЗМФ [120], наиболее близкие по химическому составу исследуемым сталям. Обращает на себя внимание тот факт, что на обеих приведенных диаграммах присутствует область диффузионного превращения, которая, судя по диаграммам, может быть достигнута при выдержке в интервале 600-650°C в течение 1-2 часов, то есть достижима на практике. В то же время имеются данные, например, [2], что в сталях данного типа диффузионное превращение не достижимо.

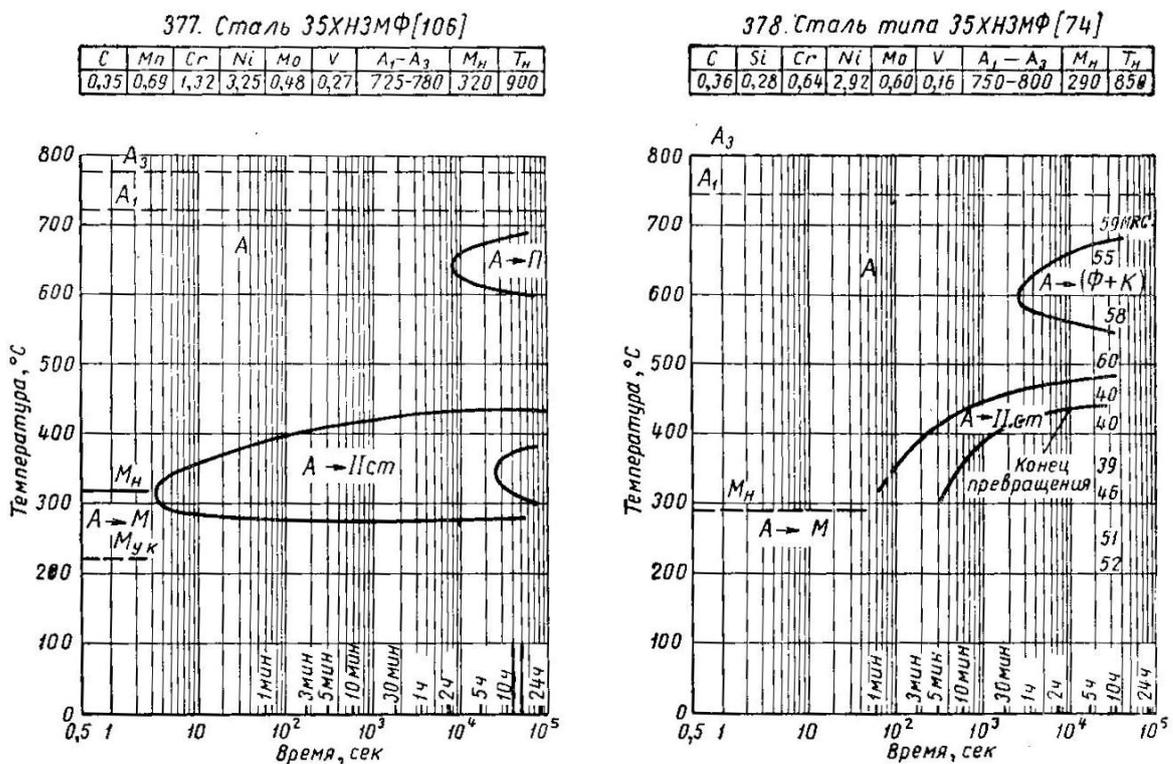


Рисунок 3.5 – Химический состав и диаграммы кинетики превращения аустенита сталей типа 35ХНЗМФ [120]

Первая диаграмма на рисунке 3.5 получена из работы 1949 г., вторая – 1937 г. [120]. Учитывая, возможности исследовательского оборудования того и настоящего времени, важное практическое значение имеет анализ кинетики превращения аустенита в стали типа 38ХН3МФА.

Согласно литературным данным [2, 4, 50, 61] эффективным методом измельчения структурных составляющих является предварительная термообработка с протеканием диффузионного феррито-перлитного превращения. Поэтому установление принципиальной возможности протекания феррито-перлитного превращения в стали типа 38ХН3МФА в промышленных условиях имеет большую практическую ценность. С этой целью был проведен эксперимент: нагрев образца из стали марки 38ХН3МФА до 900°C и изотермическая выдержка при температуре предполагаемого диффузионного превращения 650°C в течение 10 часов. По дилатограмме, представленной на рисунке 3.6, хорошо видно, что диффузионного превращения не происходит.

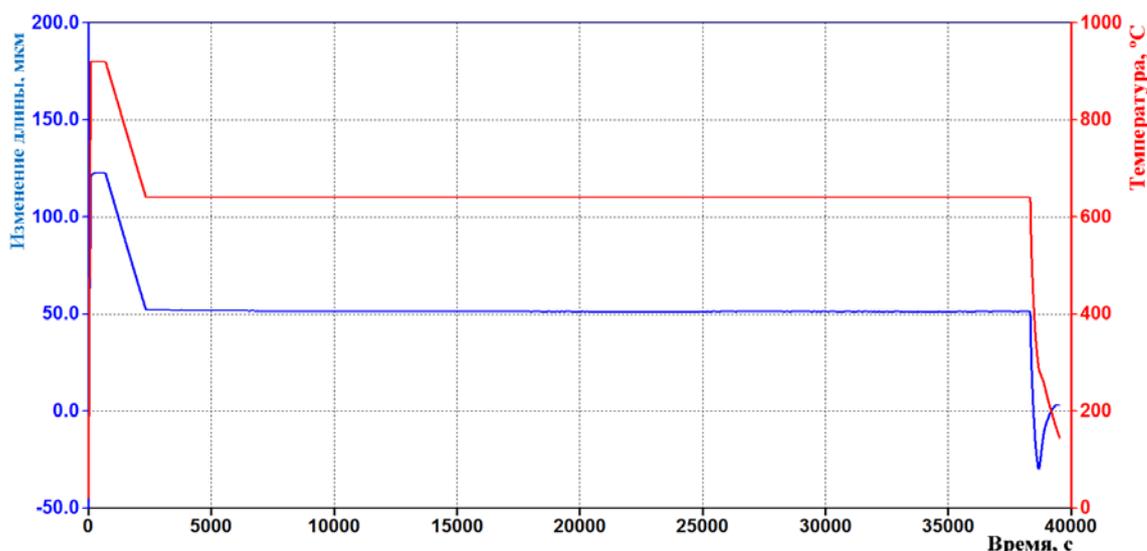


Рисунок 3.6 – Зависимость изменения длины при изотермической выдержке образца из стали марки 38ХН3МФА при 650°C в течение 10 часов

На рисунке 3.7 представлены полученные термокинетические диаграммы (ТКД) стали марок 35ХН3МФА и 38ХН3МФА соответственно. Из представленных данных видно, что при реализуемых на практике скоростях охлаждения получить феррито-перлитное превращение невозможно, а также то,

что при охлаждении со скоростью выше $10^{\circ}/\text{мин}$, сталь будет иметь мартенситную структуру.

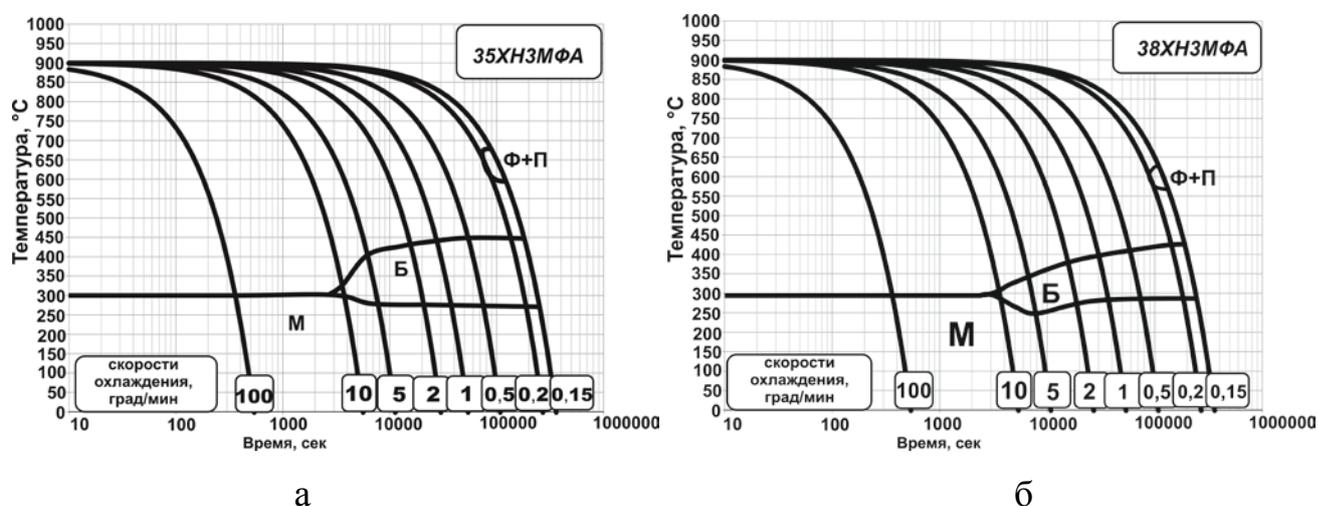


Рисунок 3.7 – ТКД стали марок: а – 35ХНЗМФА; б – 38ХНЗМФА

Таким образом, можно утверждать, что измельчение структурных составляющих путем проведения отжига с превращением аустенита в феррито-перлитной области для изделий из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА не реализуемо на практике и для назначения режима ПТО необходимо дальнейшее исследование термомеханических параметров производства заготовок баллонов ВВД.

3.4 Экспериментальное исследование термомеханических параметров

3.4.1 Схема деформирования

Технология получения заготовки требуемого диаметра для баллонов из пролитого слитка предусматривает 8 операций протяжки (проходов) с суммарной степенью деформации 64 %.

Здесь крайне важно отметить, что степень деформации при конкретном проходе не может быть задана произвольно, а определяется соотношением

диаметра дорна и колец (см. глава 1, п. 1.2), т.е. количество вариантов строго ограничено как диаметрами существующего оборудования, так и невозможностью назначить слишком высокую степень деформации из-за особенностей операции протяжки на имеющемся оборудовании. Указанные факторы вносят определенную сложность в корректировку и совершенствование технологии изготовления баллонов ВВД.

Выполнение 8 проходов разбито на 3 этапа с учетом того, что нагрев до 1230-1240°C устранит по большей части эффект влияния предшествующей деформации. Поэтому особое внимание следует уделять последнему выносу, при котором следует особенно тщательно контролировать температуру начала и окончания деформации, а также задавать максимально возможную степень деформации при последнем проходе.

Для эффективного измельчения аустенитного зерна путем проведения рекристаллизационного отжига в процессе горячей пластической деформации металл должен подвергнуться достаточному уровню деформации, а структура – фазовому наклепу в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения после охлаждения с температуры деформации.

3.4.2 Режим предварительной термообработки

Как уже отмечалось предварительную термическую обработку необходимо рассматривать, начиная с режима охлаждения после деформации. Уже на этой стадии начинает меняться структура металла, и правильное управление ею может дать существенное повышение механических и эксплуатационных характеристик после завершения полного цикла термической обработки [64].

На основании литературного обзора можно заключить, что с целью измельчения зерна поковок, изготовленных из стали Cr-Ni-Mo-V композиции

легирования, склонной к структурной наследственности, целесообразно применять рекристаллизационный отжиг с нагревом до диапазона температуры рекристаллизации аустенита [50]. Таким образом, была рекомендована схема предварительной термообработки [64], представленная на рисунке 3.8.

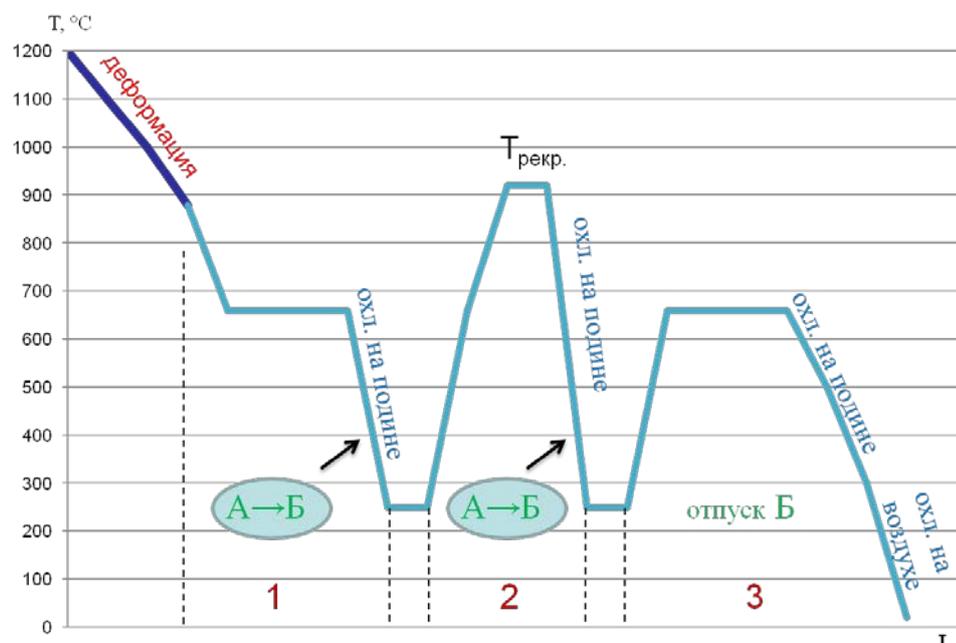


Рисунок 3.8 – Режим предварительной термообработки заготовок из стали марок 38ХНЗМФА и 35ХНЗМФА

Два важнейших условия, способствующих измельчению зерна аустенита при нагреве: предшествующий фазовый наклеп в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, а также наклеп металла при деформации заготовки.

Стадия 1 на рисунке 3.8 соответствует началу копежа заготовок, выдержке их при температуре $660 \pm 10^\circ\text{C}$ не менее 8 часов и последующему медленному охлаждению до температуры $\sim 250^\circ\text{C}$. Выдержка при $660 \pm 10^\circ\text{C}$ способствует обеднению γ -твердого раствора углеродом и карбидообразующими элементами, что обеспечивает большую полноту $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения при дальнейшем охлаждении, следовательно, большую степень фазового наклепа.

Стадия 2 соответствует началу нагрева до интервала температуры рекристаллизации ($940 \pm 20^\circ\text{C}$), выдержке и последующему медленному охлаждению с получением бейнитной структуры. Скорость нагрева является

одним из важнейших параметров для предотвращения проявления структурной наследственности, поэтому заготовки помещают в разогретую до $\sim 650^\circ\text{C}$ (под критическую точку A_{c1}) печь и быстро нагревают до температуры рекристаллизации аустенита, чтобы избежать восстановления перегретого зерна. Необходимость быстрого нагрева в межкритическом интервале температур связана с необходимостью минимизировать релаксационные процессы, в частности, полигонизацию, снижающую движущую силу рекристаллизации [2,3,57,58].

Медленное охлаждение на выдвинутой подине с температур рекристаллизации аустенита на стадии 2 способствует получению бейнитной структуры. На стадии 3 для снижения твердости металла перед последующей механической обработкой заготовка подвергается высокому длительному отпуску при температуре $690 \pm 10^\circ\text{C}$ (выдержка > 15 часов).

Сталь марки 35ХНЗМФА, как и ее аналог – сталь марки 38ХНЗМФА, флокеночувствительна [71], поэтому немаловажным аспектом при предварительной термообработке заготовок является борьба с флокенами. При совмещении противфлокеной обработки (ПФО) и ПТО режим должен обеспечивать максимально эффективное удаление водорода. Как известно [74]: наибольшая эффективность удаления водорода происходит в ходе $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения при температурах $600-700^\circ\text{C}$ и при переохлаждении α -фазы при температурах $250-400^\circ\text{C}$. Ввиду недостижимости превращения по диффузионному механизму в сталях типа 35ХНЗМФА, рационально назначать нагрев, выдержку и охлаждение заготовок, учитывая все механизмы удаления и перераспределения водорода:

- выдержка в диапазоне температур $600-700^\circ\text{C}$ для прохождения частичной дегазации по водороду;
- переохлаждение α -фазы до температуры $\sim 250^\circ\text{C}$ после бейнитного превращения на стадиях 1 и 2.

3.4.3 Моделирование пластической деформации и термообработки

С помощью пластометрического комплекса GLEEBLE 3800 были промоделированы режимы пластической деформации трубной заготовки с варьированием температуры и степени деформации на 1-3 выносах. Далее образцы подвергались рекристаллизационному отжигу для оценки возможности измельчения зерна.

Оптимальная структура, учитывая возможные сочетания диаметров дорна и колец, достигается при двух протяжках на последнем выносе (последнем нагреве заготовки). Первая операция протяжки осуществляется при температуре $1150 \pm 10^\circ\text{C}$ со степенью деформации 19,3 %, вторая протяжка со степенью деформации 11,5 % ниже диапазона температур рекристаллизации – при 880°C . Микроструктура образца, деформированного по данному режиму и подвергнутому отжигу, представлена на рисунке 3.9а.

На рисунке 3.9б представлена структура образца, температура последней протяжки которого превышала интервал температур рекристаллизации аустенита и достигала 980°C . Структура обоих образцов после отжига представляет собой смесь бейнита различной морфологии, по косвенным признакам (ориентировка пакетов, наличие границ) можно предполагать, что увеличение температуры последней протяжки приводит к получению неравномерной структуры, при этом размер структурных составляющих увеличивается, то есть можно говорить о начале протекания собирательной рекристаллизации аустенита и росте зерна.

Для более представительной оценки с полученными ранее результатами исследования металла баллонов на образцах после деформации с помощью высокоскоростного дилатометра DIL 805A/D было проведено моделирование окончательной термообработки: закалка 860°C и отпуск 610°C . По методике [105] было осуществлено вакуумное травление образцов (здесь и далее вакуумное травление проводили по режиму, приведенному в главе 2. п. 2.2.2) с целью определения размера аустенитного зерна и сравнения эффективности применяемых мер по увеличению дисперсности структурных составляющих [119].

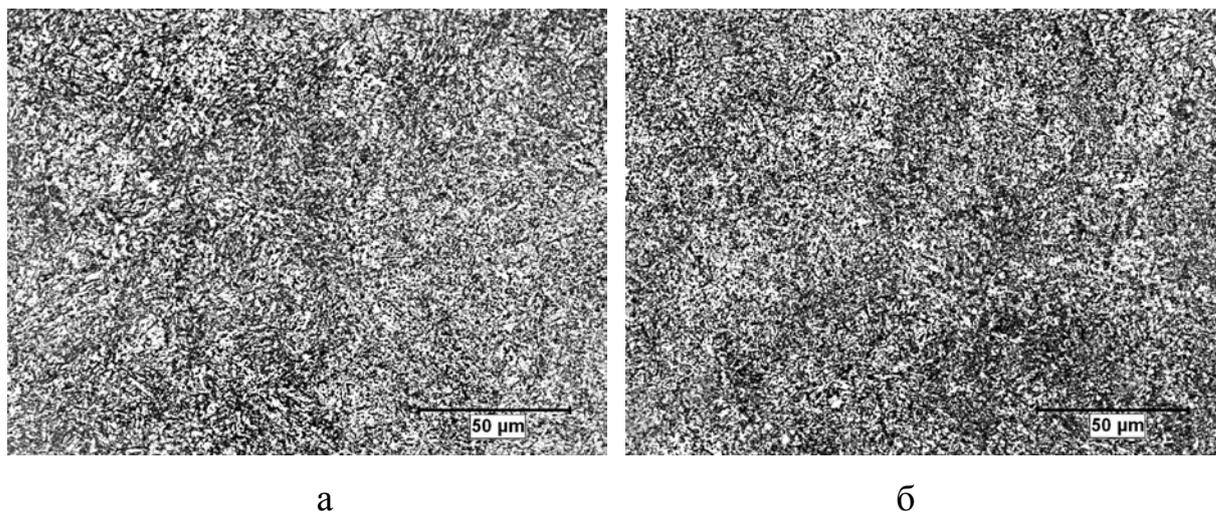
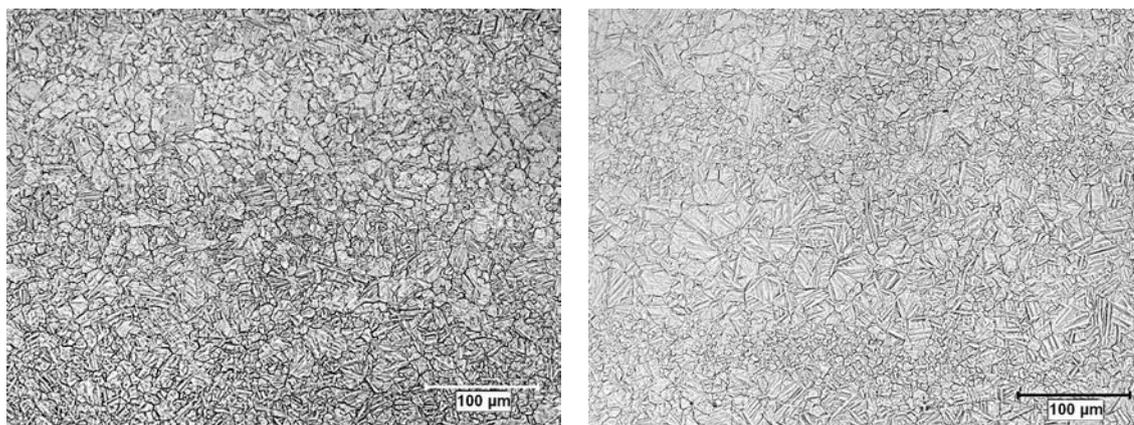


Рисунок 3.9 – Микроструктура образцов после деформации и рекристаллизационного отжига. Температура завершения деформации:
а – 880°C; б – 980°C

Микроструктура образцов представлена на рисунке 3.10, на рисунке 3.11 представлены гистограммы распределения размеров зерна аустенита, свидетельствующие о том, что применение рекомендованных термомеханических параметров и режимов термообработки позволяет повысить дисперсность структурных составляющих.

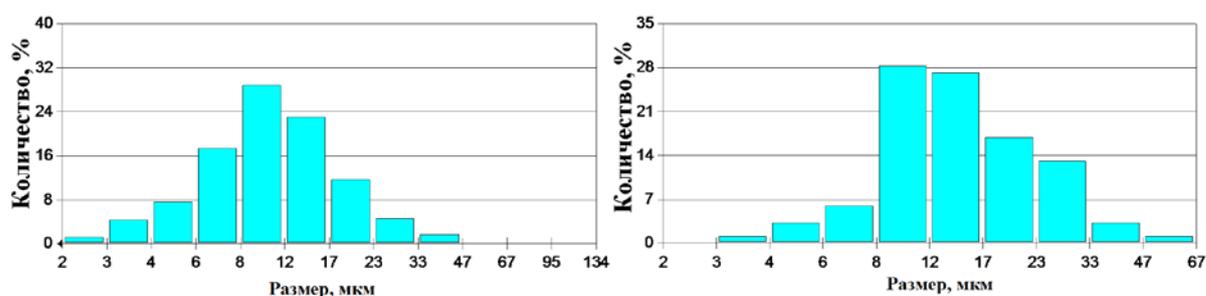
Средний размер аустенитного зерна образца, последний проход при деформации которого осуществляли ниже интервала $T_{рек}$ (при 880°C), равен 11,9 мкм, что соответствует номеру G10 по ГОСТ 5639 (рисунок 3.10а). Структура образца, последний проход при деформации которого осуществляли при температуре выше интервала $T_{рек}$ (при 980°C), обладает разноструктурностью, выраженной полосчатостью (рисунок 3.10б). Средний размер аустенитного зерна равен 16 мкм, что соответствует номеру G9 по ГОСТ 5639.



а

б

Рисунок 3.10 – Микроструктура образцов после деформации и окончательной термообработки, полученная вакуумным травлением: а – завершение деформации при температуре 880°C; б – завершение деформации при температуре 980°C



а

б

Рисунок 3.11 – Распределение размера аустенитных зерен в структуре металла образцов после деформации, окончательной термообработки и вакуумного травления: а – завершение деформации при температуре 880°C; б – завершение деформации при температуре 980°C

Как видно по результатам исследования микроструктуры и по гистограммам распределения среднего размера аустенитного зерна, окончание деформации ниже интервала температур рекристаллизации аустенита позволяет получить более дисперсную и равномерную структуру, чем при окончании деформации выше интервала температур рекристаллизации аустенита. Таким образом, рекомендовано последнюю протяжку при деформации трубной заготовки проводить в интервале температур 880-940°C.

3.5 Исследование микроструктуры металла баллона, произведенного с учетом рекомендаций

Минимальная температура эксплуатации баллонов ВВД согласно НТД составляет минус 50°C, поэтому при выплавке было ужесточено требование по содержанию вредных примесей наиболее сильно влияющих на хладостойкость стали – серы и фосфора не более 0,012 % каждого элемента. Это связано с тем, что самые «жесткие» требования по содержанию серы и фосфора в действующей НТД составляют 0,022 % каждого элемента. Можно утверждать, что такая величина является недопустимой для металла изделий, эксплуатирующихся при отрицательных температурах [1, 31, 69].

Заготовка была изготовлена из слитка массой 3,9т. Химический состав стали, соответствующий составу II, приведен в таблице 2.1 (глава 2). После деформации (последний проход был завершён ниже интервала температур рекристаллизации аустенита в диапазоне 880-940°C) заготовка была подвергнута ПТО по режиму, представленному на рисунке 3.8. После изготовления баллон был подвергнут термообработке: закалка 840-860°C охлаждение в масле, двукратный отпуск 600-620°C, охлаждение в воде, затем на воздухе.

Распределение неметаллических включений определялось по ГОСТ 1778 методом Ш4 (сравнение с эталонными шкалами для деформированного металла) в продольном направлении. Результаты представлены в таблице 3.2 и на рисунке 3.12. По содержанию неметаллических включений металлургическое качество металла оценивается как удовлетворительное.

Таблица 3.2 – Результаты исследования неметаллических включений

Обр. №	Оксиды точечные	Оксиды строчечные	Сульфиды	Силикаты пластичные	Силикаты недеформирующиеся
1	2,0	1,0	0	0	1,0
2	2,0	0	0,5	1,5	0
3	2,0	0,5	0,5	0	0
4	2,5	0	0,5	1,0	0,5
Средний балл	2,2	0,8	0,8	1,3	0,8

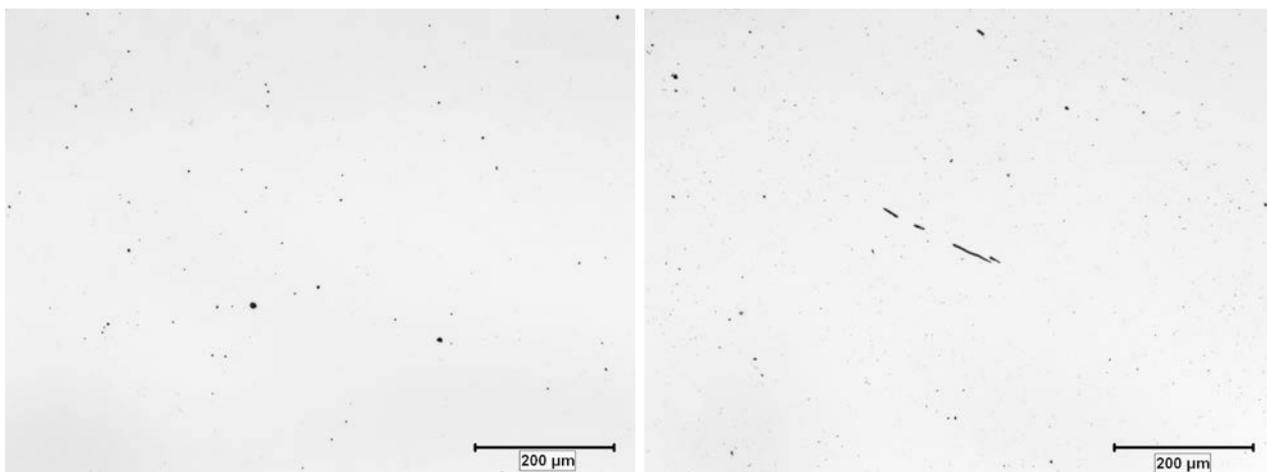


Рисунок 3.12 – Наиболее характерное распределение неметаллических включений в металле исследуемой заготовки

На рисунке 3.13 для сравнения представлена микроструктура металла баллонов после окончательной термообработки, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии, которая представляет собой отпущенный мартенсит. С целью определения размера аустенитного зерна и сравнения эффективности применяемых мер по увеличению дисперсности структурных составляющих было осуществлено вакуумное травление образцов [111], вырезанных как из баллона, произведенного с учетом данных в работе рекомендаций, так и баллонов, произведенных по существующей технологии.

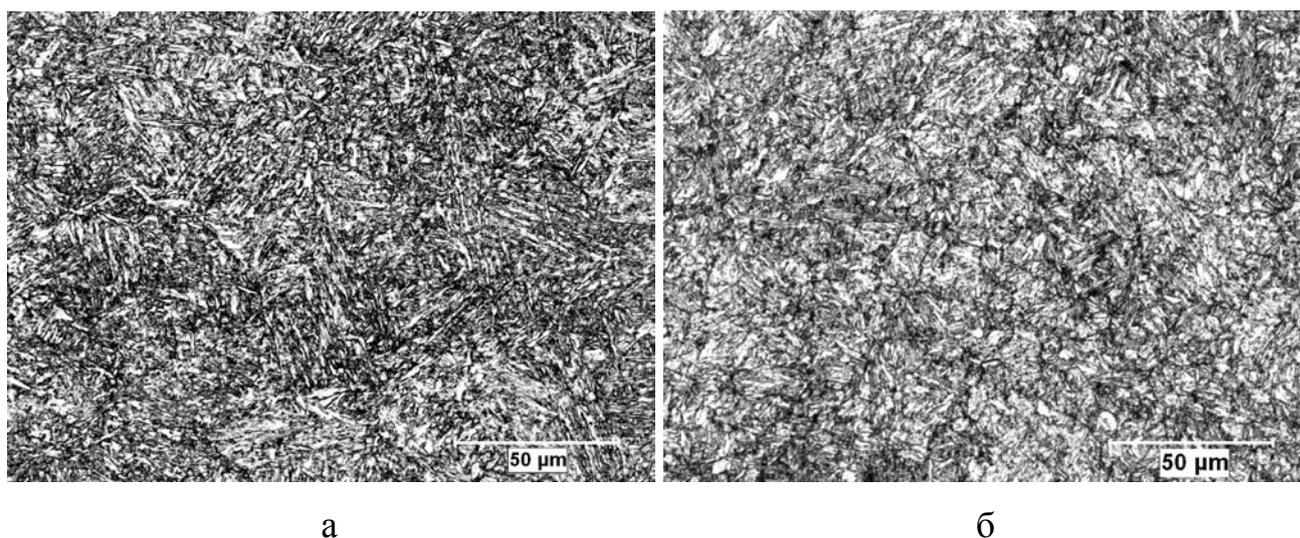


Рисунок 3.13 – Микроструктура металла баллонов, произведенных: а – по существующей технологии; б – по усовершенствованной технологии (с учетом данных в работе рекомендаций)

Размер аустенитного зерна металла баллонов, произведенных по существующей технологии (рисунок 3.14) равен 23 мкм, что соответствует номеру G7 ГОСТ 5639. При этом максимальный размер зерна достигает 88,3 мкм. Размер зерна аустенита металла баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии (рисунок 3.15) равен 11,9 мкм, что соответствует номеру G10 ГОСТ 5639. При этом структуру можно охарактеризовать как более равномерную с максимальным размером зерна 43,7 мкм. На рисунке 3.16 представлены гистограммы распределения размеров зерна аустенита, подтверждающие значительное повышение дисперсности структурных составляющих при применении рекомендованных термомодеформационных параметров и режимов термообработки.

По результатам исследования металла заготовки и баллона ВВД можно сделать выводы о том, что выбранные параметры термомодеформационного воздействия при изготовлении трубной заготовки и ее предварительной термообработке обеспечивают измельчение исходного перегретого аустенитного зерна на 1-3 номера зерна по ГОСТ 5639.

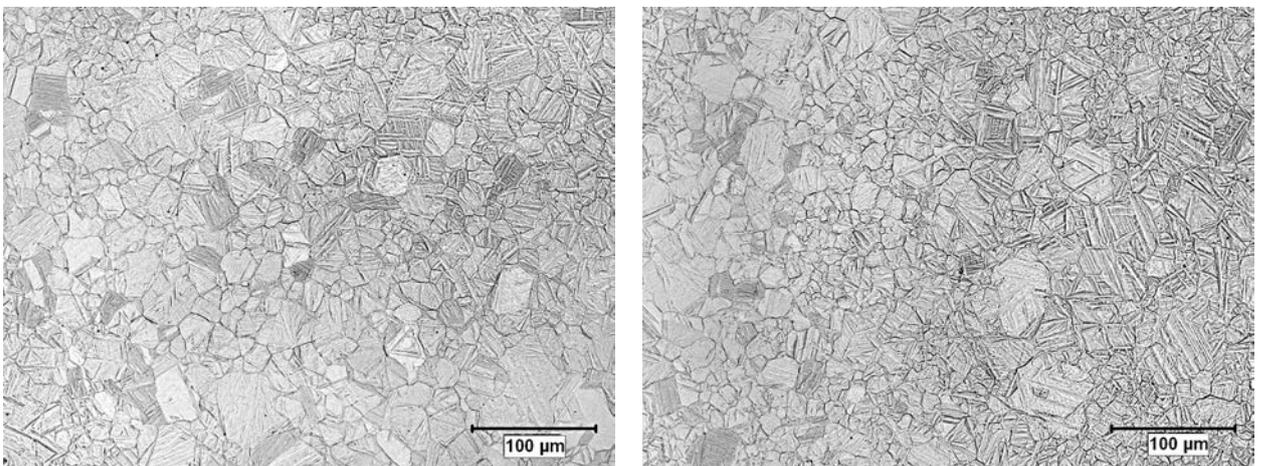


Рисунок 3.14 – Микроструктура металла по сечению баллона после окончательной термообработки, произведенного по существующей технологии (вакуумное травление)

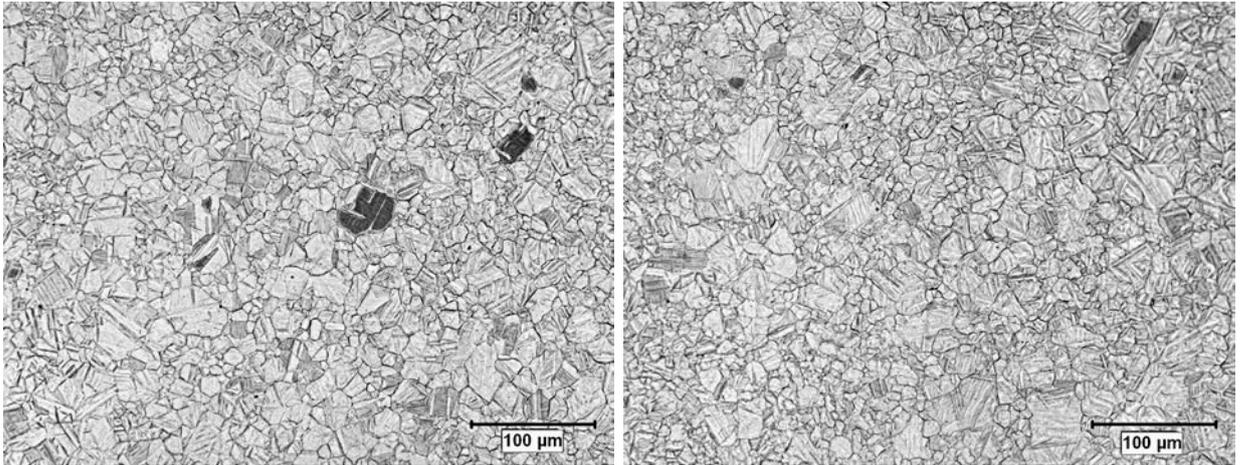


Рисунок 3.15 – Микроструктура металла по сечению баллона после окончательной термообработки, произведенного по усовершенствованной технологии (вакуумное травление)

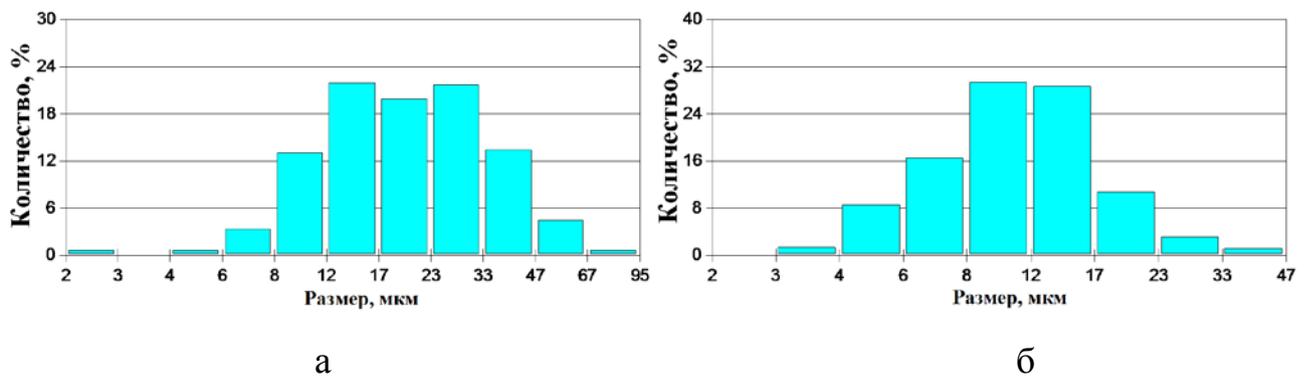


Рисунок 3.16 – Распределение размера аустенитных зерен в структуре металла баллонов после окончательной термообработки: а – произведенного по существующей технологии; б – произведенного по усовершенствованной технологии

Выводы по главе 3

1. Температура нагрева под протяжку трубной заготовки и заков горловин не должна превышать 1230-1240°C. В противном случае после всех этапов производства (включая предварительную и окончательную термообработку)

наблюдается занижение нижнего предела уровня ударной вязкости KCU^{+20} , регламентируемого нормативной документацией. Закалка с более высокой температуры, а также повышение температуры отпуска незначительно влияют на снижение уровня прочностных характеристик перегретой выше 1240°C , при этом уровень ударной вязкости с небольшим запасом превосходит требуемый.

2. В результате исследования кинетики процесса рекристаллизации установлено, что для стали марки 38ХНЗМФА при предшествующей деформации температурный диапазон измельчения исходного зерна составляет $940 \pm 20^{\circ}\text{C}$. Выше этой температуры начинается рост зерна.

3. Исследование влияния температуры окончания деформации при последнем проходе на микроструктуру металла трубной заготовки позволило установить, что окончание деформации выше диапазона температуры рекристаллизации приводит к получению неравномерной структуры как по характеру распределения, так и по размеру структурных составляющих – в металле образцов присутствуют неизмельченные пакеты (зерна), средний размер структурных составляющих отличается на 1-3 номера по ГОСТ 5639.

4. Нагрев и выдержка при температуре $940 \pm 20^{\circ}\text{C}$ в процессе предварительной термической обработки позволяет получить равномерную измельченную структуру бейнита различной морфологии (преимущественно – нижнего) в металле трубной заготовки и мартенсита в металле баллона ВВД после закалки.

5. Для обеспечения более равномерного распределения и эффективного удаления водорода из металла заготовок в режиме ПТО учтены все механизмы удаления и перераспределения водорода:

- переохлаждение α -фазы до температуры $\sim 250^{\circ}\text{C}$ после полиморфного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в процессе охлаждения с температуры деформации и отжига;
- выдержка в диапазоне температур $600-700^{\circ}\text{C}$ в процессе копежа и после отжига.

6. Исследование металла промышленной заготовки, произведенной с учетом установленных параметров термических и термомеханических воздействий,

показывает достаточную достоверность и сопоставимость с результатами исследования металла образцов, на которых производили моделирование технологических процессов с помощью комплекса GLEEBLE 3800 и DIL 805A/D.

7. Исследование образцов из металла баллона, произведенного с учетом данных рекомендаций (ограничение температуры нагрева при деформации до 1230-1240°C, окончание деформации в диапазоне 880-960°C, т.е. ниже интервала температуры рекристаллизации аустенита, отжиг с нагревом и выдержкой в интервале температур рекристаллизации аустенита) и образцов из металла баллонов, произведенных по существующей технологии показало, что применение рекомендованных термомодеформационных параметров и режимов термообработки позволяет повысить дисперсность структурных составляющих на 1-3 номера по ГОСТ 5639.

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ПРЕВРАЩЕНИЯ ОСТАТОЧНОГО АУСТЕНИТА ПРИ ОКОНЧАТЕЛЬНОЙ ТЕРМООБРАБОТКЕ БАЛЛОНОВ ВВД. СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ РЕЖИМА ТЕРМООБРАБОТКИ

В предыдущей главе была рассмотрена возможность повышения вязкости и сопротивляемости разрушению металла баллонов ВВД за счет уменьшения размера структурных составляющих и устранения неравномерности микроструктуры путем ограничения температуры нагрева и установления оптимальной температуры окончания деформации, а также применения отжига. Помимо размера структурных составляющих, равномерности микроструктуры и непосредственно типа получаемой структуры, на свойства стали оказывает влияние тип и характер распределения карбидной фазы, наличие остаточного аустенита и продукты его превращения при окончательной термической обработке.

В настоящей главе рассмотрены результаты определения количества остаточного аустенита после закалки, закалки и отпуска (в том числе двукратного) стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА различными методами, проведено сравнение этих методов, а также оценен характер распределения остаточного аустенита.

Была исследована кинетика превращения остаточного аустенита в процессе отпуска (включая двукратный отпуск), а также исследованы продукты превращения остаточного аустенита, полученные в результате одно- и двукратного отпуска. Поскольку продукты превращения остаточного аустенита в значительной степени оказывают влияние на характеристики работоспособности металла, проведены исследования возможности управления превращением остаточным аустенитом в ходе окончательной термической обработки.

4.1 Определение количество остаточного аустенита в стали после закалки различными методами

Общеизвестно, что после закалки стали всегда остается некоторое количество остаточного аустенита [49, 80, 122], количество которого зависит от химического состава стали и параметров термообработки: температура нагрева под закалку, скорость охлаждения, температура, до которой проводят охлаждение [12]. Поэтому первым этапом исследования кинетики превращения остаточного аустенита являлось определение его количества всеми возможными методами в стали различного (в пределах марочного) химического состава на образцах после выбранных режимов термообработки.

В таблице 2.1 второй главы представлен химический состав, исследуемых образцов. Поскольку все образцы изготовлены из стали типа 38ХНЗМФА, для удобства они пронумерованы как состав I, II, III. Состав I попадает в марочный состав стали 35ХНЗМФА, состав III – в состав стали 38ХНЗМФА, состав II – в состав обеих сталей.

Согласно [12] по формуле (1.5), представленной в первой главе, расчетное количество остаточного аустенита после закалки с температуры 850°С в стали I состава равно ~6,27 %, в стали II состава равно ~9,33 %, в стали III состава равно ~9,38 %.

Большой интерес вызывает сравнение полученных расчетных данных с экспериментальными, поэтому далее в образцах из исследуемых сталей было определено количество остаточного аустенита различными методами.

4.1.1 Определение количества остаточного аустенита магнитным методом

Как уже упоминалось (глава 2, п. 2.3.1) магнитный способ [103] определения количества аустенита является самым доступным и простым.

Несмотря на относительно высокий уровень погрешности, обусловленной как особенностями природы строения стали, так и методикой эксперимента, метод может дать принципиальное представление о наличии и количестве остаточного аустенита, а также о закономерностях превращения остаточного аустенита в ходе термической обработки. В связи с этим, в настоящей работе определение количества остаточного аустенита осуществлялось на образцах из стали составов I-III. Образец, используемый в качестве эталона, подвергали термообработке по режиму: закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, охлаждение в масле и последующий трехкратный отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, охлаждение в воде. Результаты определения количества остаточного аустенита представлены в таблице 4.1.

Таблица 4.1 – Результаты определения количества остаточного аустенита магнитным методом

Состав	Режим термообработки	Кол-во остаточного аустенита, %
I	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух	4,4
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло	4,1
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло Отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	1,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло Двукратный отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	1,0
II	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух	10,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	7,5
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода Отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	1,3
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода Двукратный отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	1,0
III	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух	12,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	10,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода Отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	1,5

Как видно из таблицы, в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА после закалки остается большое количество остаточного аустенита, количество которого достигает 12%. Видно, что большая часть остаточного аустенита распадется в процессе отпуска – среднее количество остаточного аустенита после

отпуска $\approx 1\%$, повторный отпуск не влияет на количество остаточного аустенита – его содержание остается $\approx 1\%$. Стоит отметить, что метод хорошо иллюстрирует известные данные [12, 78,82] о влиянии скорости охлаждения при закалке на количество остаточного аустенита: при закалке в масло или воду количество остаточного аустенита всегда меньше, чем при закалке на воздухе.

4.1.2 Определение количества остаточного аустенита методом нейтронной дифракции

Результаты определения количества остаточного аустенита методом дифракции нейтронов в образцах из стали составов I и II после термообработки приведены в таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Содержание остаточного аустенита в образцах из исследуемой стали после различных вариантов термообработки, определенное методом дифракции нейтронов

Состав	Режим термообработки	Кол-во остаточного аустенита, %
I	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло	3,1
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло	0,4
	Отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло Двукратный отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	0,4

Как видно из таблицы, большая часть остаточного аустенита, оставшегося после закалки, претерпевает превращение во время отпуска, что согласуется с ранее полученными результатами при определении количества остаточного аустенита магнитным методом. При повторном отпуске превращения остаточного аустенита не происходит, что может быть связано с его стабилизацией за счет обогащения углеродом, которое происходит вследствие перераспределения углерода в процессе отпуска и сопровождается снижением мартенситных точек [14, 123, 124].

4.1.3 Определение количества остаточного аустенита методом рентгеноструктурного фазового анализа

Рентгеноструктурный фазовый анализ обладает порогом определяемости объемной доли $\sim 2\%$, поэтому установить с его помощью точное содержание остаточного аустенита в металле образца после отпуска (и двукратного отпуска, соответственно) не представляется возможным. В связи с вышесказанным, определение количества остаточного аустенита после двукратного отпуска не проводили. Образцы из стали состава I были подвергнуты высокотемпературному рентгеноструктурному фазовому анализу для анализа характера превращений, происходящих при термообработке (конкретно – при отпуске). На рисунке 4.1 представлена условная схема обработки и исследования образцов из стали состава I с указанием точек, в которых определялся фазовый состав. Результаты исследования приведены в таблице 4.3.

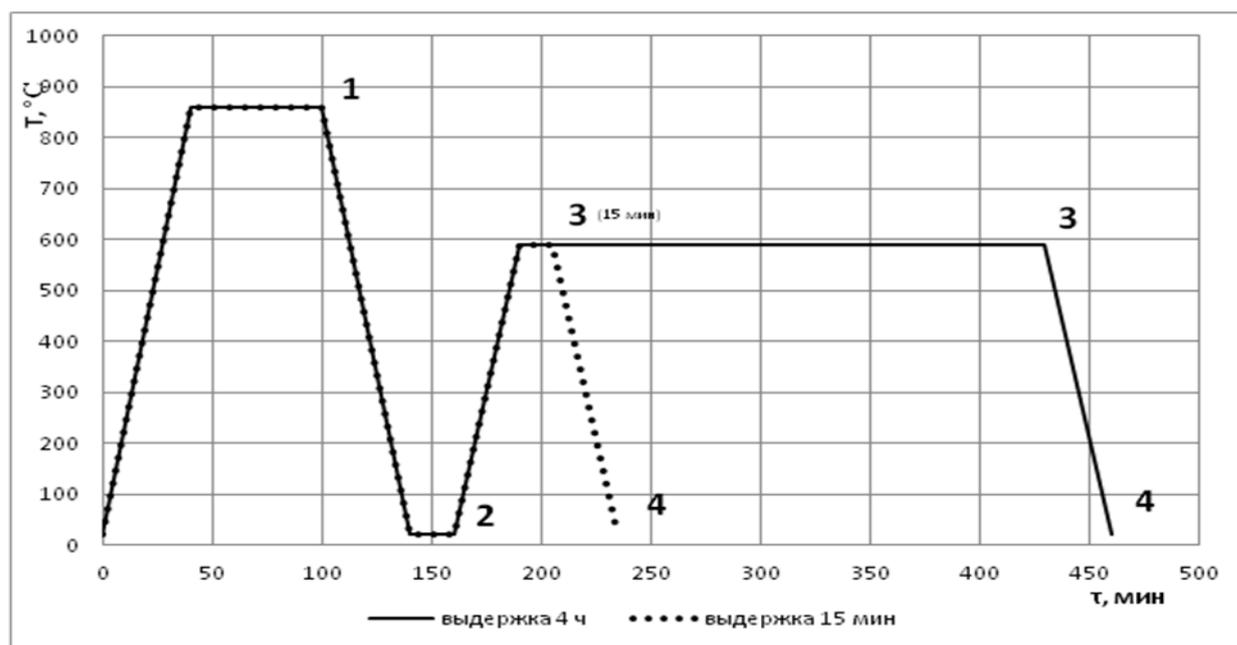


Рисунок 4.1 – Схема обработки при проведении высокотемпературного рентгеноструктурного фазового анализа: — выдержка при отпуске 4 часа; - - - выдержка при отпуске 15 мин.

Результаты, представленные в таблице 4.3, свидетельствуют о том, что большая часть остаточного аустенита распадается не в процессе отпуска, а во время последующего охлаждения. Сделать вывод о полном превращении

остаточного аустенита не представляется возможным ввиду особенности метода измерения.

Таблица 4.3 – Содержание аустенита в образцах из стали состава I после различных вариантов термообработки, определенное методом высокотемпературного рентгеноструктурного фазового анализа

Точка определения γ-фазы (см. рис. 4.1)	Закалка и отпуск (4 ч) Кол-во γ-фазы, %	закалка и отпуск (15 мин) Кол-во γ-фазы, %
1	100	100
2	3	3
3	3	3
4	0	0

В результате сравнения двух режимов термообработки: закалка и отпуск с длительной выдержкой, а также закалка и отпуск с короткой выдержкой, можно сделать вывод о том, что остаточный аустенит не претерпевает превращения при нагреве до температуры отпуска и выдержки при данной температуре. В обоих случаях остаточный аустенит распадается во время охлаждения с температуры отпуска.

Образцы из стали составов II и III подвергали исследованию непосредственно после термообработки по различным режимам. Результаты исследования приведены в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Содержание остаточного аустенита в образцах из исследуемой стали определенное методом рентгеноструктурного фазового анализа

Состав	Режим термообработки	Кол-во γ-фазы, % (RIR)	Кол-во γ-фазы, % (ASTM)
II	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	5,0	6,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух	7,0	10,0
III	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух	6,9	7,1
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	6,4	6,8
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	0,7	0,7
	Отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	0,7	0,7

Данные таблицы 4.4 подтверждают закономерности, полученные в результате предыдущих исследований:

- большая часть остаточного аустенита распадется в процессе отпуска – среднее количество остаточного аустенита после отпуска $<1\%$,
- при закалке в воду количество остаточного аустенита всегда меньше, чем при закалке на воздухе.

Сравнивая результаты определения количества остаточного аустенита с помощью магнитного метода (таблица 4.1) и рентгеноструктурного анализа (таблицы 4.3 и 4.4) можно сделать вывод о приемлемой сходимости результатов, учитывая погрешность магнитного метода, связанную с влиянием на намагниченность карбидной фазы и растворенного углерода и сложностью с получением эталона, обеспечивающего 100 % намагниченность [78, 103].

4.1.4 Исследование количества и характера расположения остаточного аустенита методом дифракции обратно отраженных электронов (EBSD)

С помощью метода дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) была исследована структура образцов после закалки, закалки и отпуска, а также закалки и двукратного отпуска всех исследуемых составов.

Следует отметить, что из-за конечного шага сканирования 0,1 мкм часть островков аустенита могла быть пропущена при таком анализе. Иначе говоря, данный метод дает заниженную оценку содержания γ -фазы.

На рисунке 4.2 представлена структура образцов состава I после закалки, которая состоит из смеси α -фазы (мартенсит), обозначенной зеленым цветом, и γ -фазы (остаточный аустенит), обозначенной красным цветом. Если оценить характер распределения остаточного аустенита, хорошо видно, что он располагается по границам пакетов. На представленном поле количество остаточного аустенита составляет 5%.

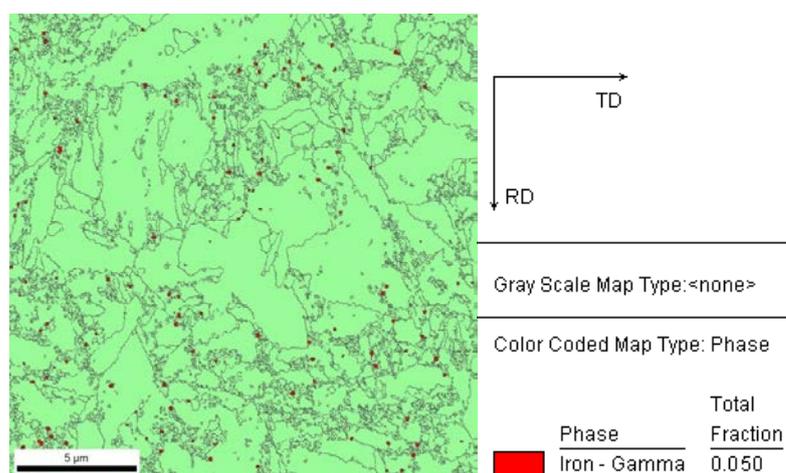


Рисунок 4.2 – Распределение остаточного аустенита (красные точки) в структуре образца из стали состава I после – закалки

Структура образца после закалки и отпуска образца из стали состава I (рисунок 4.3) представляет собой смесь γ -фазы (остаточный аустенит) и α -фазы в соотношении 0,9 % и 99,1 % соответственно.

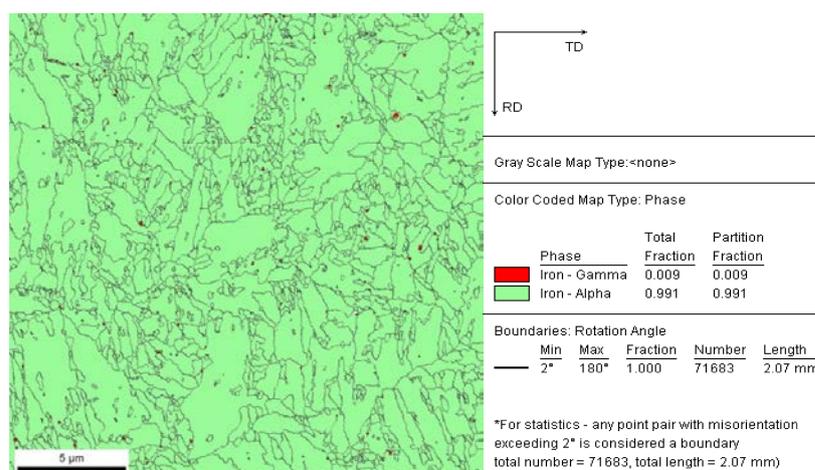


Рисунок 4.3 – Распределение остаточного аустенита (красные точки) в структуре образца из стали состава I после закалки и отпуска

После двукратного отпуска образца из стали состава I количество остаточного аустенита практически не изменяется и остается равным $\sim 0,9$ % (рисунок 4.4).

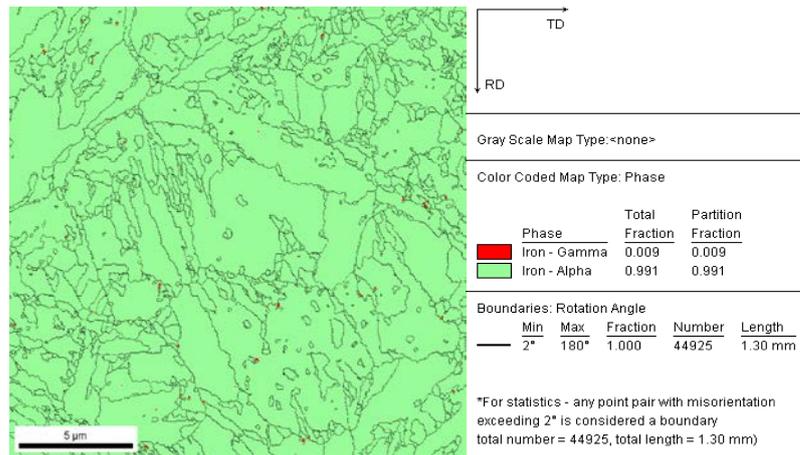


Рисунок 4.4 – Распределение остаточного аустенита (красные точки) в структуре образца из стали состава I после закалки и двукратного отпуска

На рисунке 4.5 и 4.6 представлена структура образцов состава II после закалки, которая также состоит из смеси α -фазы (мартенсит) и γ -фазы (остаточный аустенит). Количество остаточного аустенита в образце после закалки в масло на представленном поле равно 9,0 % (рисунок 4.5), в образце после закалки на воздухе – 10,1 % (рисунок 4.6). Из рисунков 4.5 и 4.6 также хорошо видно, что остаточный аустенит располагается по границам пакетов.

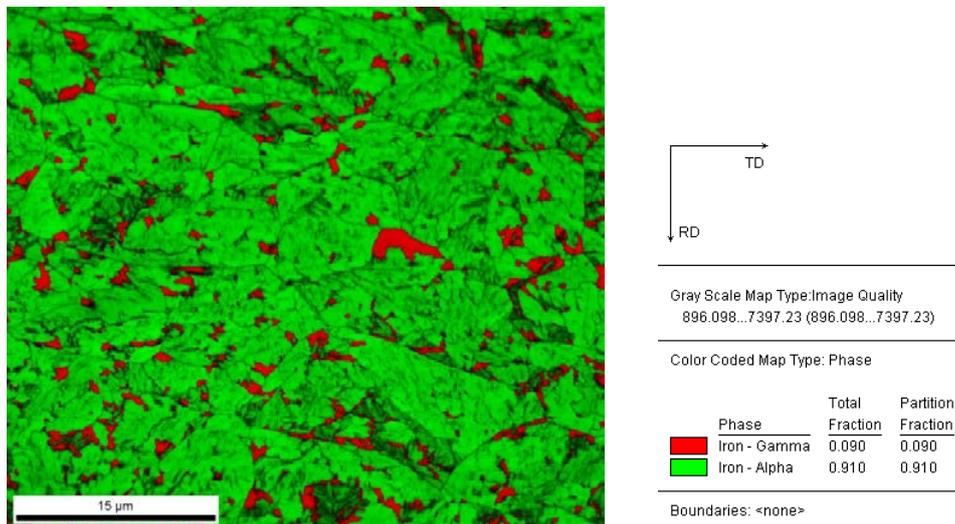


Рисунок 4.5 – Распределение остаточного аустенита в структуре образца из стали состава II после закалки в масло (аустенит отмечен красным)

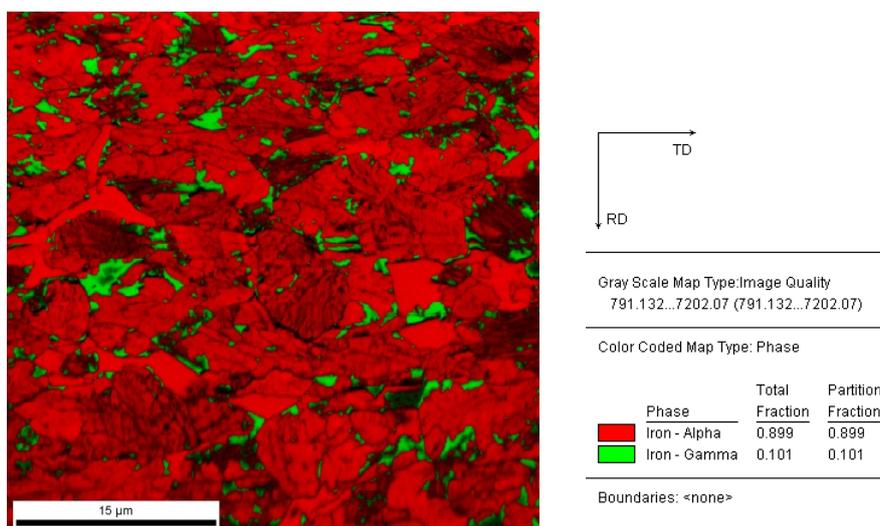


Рисунок 4.6 – Распределение остаточного аустенита в структуре образца из стали состава II после закалки на воздухе (аустенит отмечен зеленым)

На рисунке 4.7 представлена структура образца после закалки и отпуска, количество остаточного аустенита в котором равно 0,2%, что свидетельствует о практически полном превращении остаточного аустенита в процессе отпуска стали.

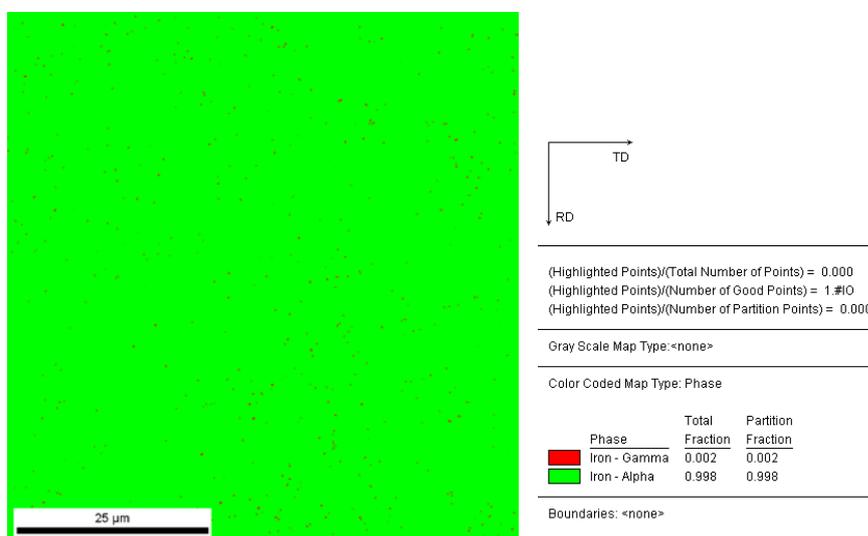


Рисунок 4.7 – Распределение остаточного аустенита в структуре образца из стали состава II после закалки и отпуска (аустенит отмечен красным)

4.1.5 Сравнение результатов определения количества остаточного аустенита с помощью различных методов

Все полученные результаты по определению количества остаточного аустенита в образцах из стали составов I-III были сведены в таблицу 4.5. При этом после исследования образцов из стали состава I после различных видов термообработки акцент был сделан на определение количества остаточного аустенита в составах II и III после закалки. Это связано с тем, что в процессе первого отпуска подавляющее количество остаточного аустенита распадается, и второй отпуск практически не влияет на его количество.

Анализируя представленные в таблице результаты можно сделать следующие выводы:

- метод дифракции обратно отраженных электронов (EBSD) нельзя однозначно использовать для количественного анализа остаточного аустенита, т.к. для представительной оценки требуется проанализировать большое количество полей. Однако метод подходит для качественного анализа, иллюстрируя характер распределения остаточного аустенита по границам пакетов, позволяя выявить закономерность превращения аустенита при отпуске стали;

- учитывая погрешность магнитного метода, связанную с влиянием на намагниченность карбидной фазы и растворенного углерода и сложностью с получением эталона, обеспечивающего 100 % намагниченность, магнитный метод и рентгеноструктурный фазовый анализ обладают приемлемой сходимостью результатов;

- разброс значений количества остаточного аустенита, определенного различными методами (кроме EBSD), находится в приемлемом интервале и не превышает 3,0 %;

- расчетное количество остаточного аустенита в стали составов II и III попадает в интервал количества остаточного аустенита, определенного различными методами;

Таблица 4.5 – Сравнение количества остаточного аустенита в стали составов I-III, определенное различными методами

Состав	Термообработка	Расчетное кол-во	Магнитный метод	Метод дифракции нейтронов	Рентгенострукт. анализ		ДОЭ (EBSD)
					RIR	ASTM	
I	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло	6,27 ¹	4,1	-	3,0	-	5,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух		4,4	3,1	-	-	-
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло Отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	-	1,0	0,4	0,0	-	0,9
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло Двукратный отпуск $590 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	-	1,0	0,4	-	-	0,9
II	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	9,33 ¹	7,5	-	5,0	6,0	9,0
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух		10,0	-	7,0	10,0	10,1
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода Отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	-	1,3	-	-	-	0,2
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода Двукратный отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	-	1,0	-	-	-	0,2
III	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, воздух	9,38 ¹	12,0	-	6,9	7,1	-
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода		10,0	-	6,4	6,8	5,5
	Закалка $850 \pm 10^\circ\text{C}$, вода Отпуск $610 \pm 10^\circ\text{C}$, вода	-	1,5	-	0,7	0,7	0,2

ПРИМЕЧАНИЯ: 1 – расчетная формула (1.5) [12] не учитывает скорость охлаждения

* исследование не завершено

– расчетное количество остаточного аустенита в стали состава I превосходит количество остаточного аустенита, определенного различными методами;

– отличие величин, получаемых при использовании различных методов, а также превышение расчетных значений, может быть связано не только с различной чувствительностью методов и различной погрешностью, но и с ликвацией химического состава внутри изделия, следовательно, различием в составе металла образцов, а также качеством термообработки образцов;

– большая часть остаточного аустенита распадается в процессе отпуска стали;

– повторный отпуск практически не влияет на количество остаточного аустенита. Можно предположить, что наблюдаемый эффект стабилизации аустенита вызван перераспределением углерода при температуре отпуска, достаточной для диффузии углерода.

Таким образом, показано, что в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА после закалки остается до 10% аустенита, который распадается в процессе отпуска. Для установления возможности управления процессом превращения остаточного аустенита требуется, во-первых, исследовать кинетику его превращения, во-вторых, идентифицировать продукты превращения и оценить влияние этих продуктов на механические свойства и характеристики сопротивления разрушению.

4.2 Исследование кинетики превращения остаточного аустенита при термической обработке

Непревращенный в процессе закалки аустенит (остаточный) является наименее стабильной фазой и способен претерпевать превращение при дальнейшем отпуске. Получение после отпуска структуры, состоящей из

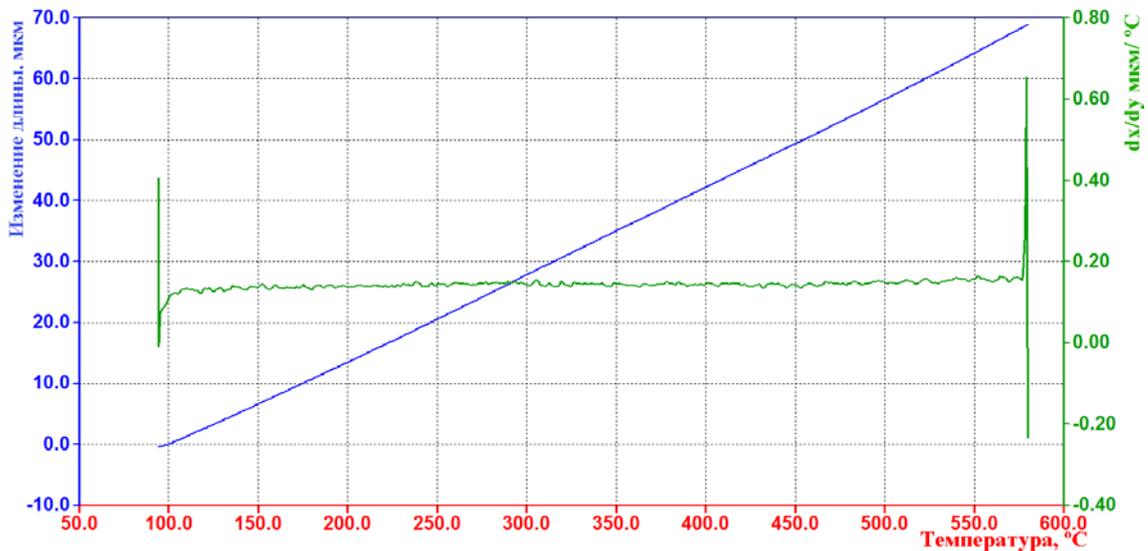
отпущенного мартенсита и продуктов превращения остаточного аустенита, способствует снижению эксплуатационных характеристик металла [9]. Это связано с тем, что такие продукты превращения (смесь карбидов и α -фаз) представляют собой хрупкие прослойки между рейками и/или пакетами мартенсита, а также на границах бывших аустенитных зерен.

С целью установления закономерности превращения остаточного аустенита и возможности управления этим процессом было проведено большое количество опытов с использованием высокоскоростного дилатометра DIL 805A/D. Образцы были изготовлены из заготовок составов I-III. Для каждого состава было исследовано не менее 10 образцов. В результате были установлено, что в части образцов (независимо от состава) остаточный аустенит не распадается при нагреве до температуры отпуска и выдержке при этой температуре. Превращение остаточного аустенита происходит при охлаждении с температуры отпуска в интервале температур 250-300°C, т.е. в интервале температур мартенситного превращения стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА [124]. Факт распада остаточного аустенита на этапе охлаждения с температуры отпуска также был ранее подтвержден в ходе высокотемпературного рентгеноструктурного фазового анализа.

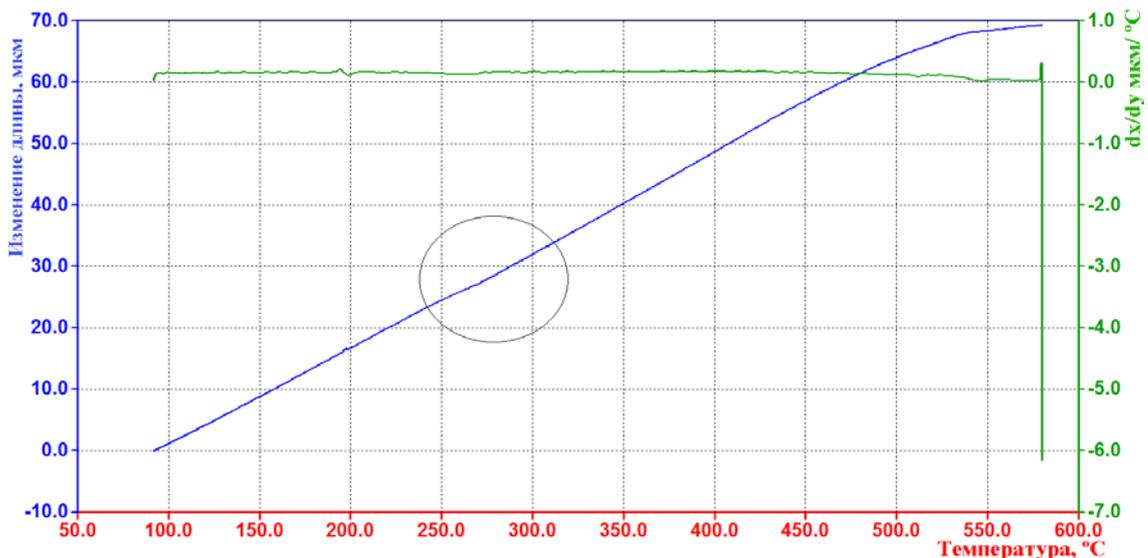
На рисунках 4.8 и 4.9 приведены фрагменты дилатограмм, полученные при моделировании окончательной термообработки образцов из стали состава I. На рисунке 4.8а представлен фрагмент дилатограммы, соответствующий нагреву до температуры отпуска, - превращение остаточного аустенита не происходит. На рисунке 4.8б представлен фрагмент дилатограммы, соответствующий охлаждению с температуры отпуска, хорошо видно отклонение зависимости изменения длины от температуры от прямолинейной в интервале 250-300°C.

В то же время для другой части образцов установлена противоположная закономерность. На рисунке 4.9а представлен фрагмент дилатограммы, соответствующий нагреву до температуры отпуска. При нагреве происходит превращение в интервале 325-425°C, т.е. распад остаточного аустенита на смесь α -фазы и карбидов [124]. О чем свидетельствует производная от изменения длины

образца по температуре (рисунок 4.9а) – заметны два конкурирующих процесса: уменьшение размера, вызванное выделением углерода, и увеличение размера, вызванное превращением остаточного аустенита в α -фазу (предположительно нижний бейнит) [16, 125]. Это связано с тем, что при отпуске углерод частично покидает решетку остаточного аустенита, дестабилизируя его и приводя к формированию хрупкой смеси карбидов и кристаллов α -фазы [126]. Распада остаточного аустенита при охлаждении с температуры отпуска не происходит (рисунок 4.9б).

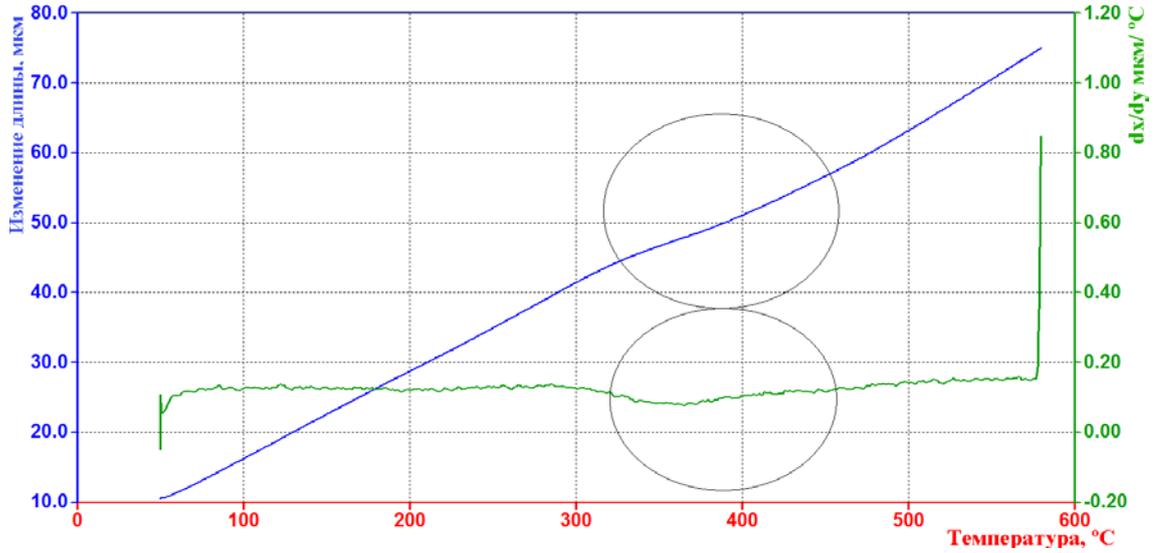


а

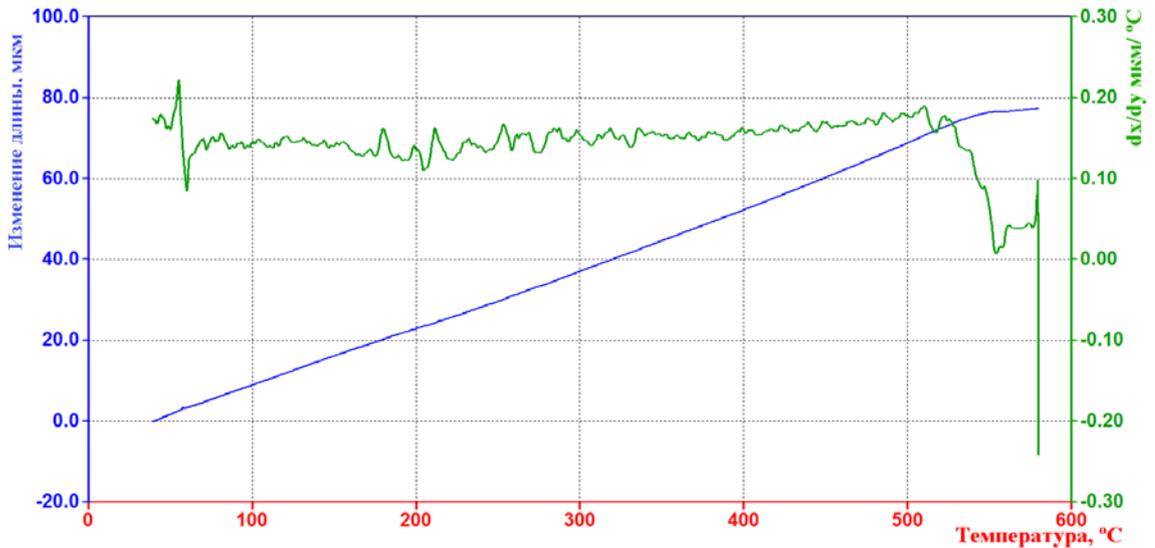


б

Рисунок 4.8 – Фрагменты дилатограммы, соответствующие: а – нагреву до температуры отпуска (превращение не наблюдается); б – охлаждению с температуры отпуска (превращение в диапазоне 250-300°C)



а



б

Рисунок 4.9 – Фрагменты дилатограммы, соответствующие: а – нагреву до температуры отпуска (превращение в диапазоне 325-425°C); б – охлаждению с температуры отпуска (превращение не наблюдается)

При моделировании окончательной термообработки на образцах из стали составов II и III получены идентичные результаты. Анализ всех дилатограмм показал, что на этапе выдержки при температуре отпуска превращения остаточного аустенита не произошло ни в одном образце. Типичный график зависимости изменения длины образца от температуры с течением времени

представлен на рисунке 4.10, на котором заметно полное отсутствие изменения длины образца во время выдержки при отпуске 600°C в течение 4 часов.

Полученные результаты свидетельствуют о протекании превращения остаточного аустенита как во вторичный мартенсит, так и в смесь карбидов и α -фазы. Это, по-видимому, связано с ликвацией химического состава в пределах заготовки и образцов, в основном – углерода. Обогащенный углеродом остаточный аустенит не распадается на этапе отпускного нагрева, однако в процессе выдержки часть избыточного углерода выделяется из остаточного аустенита в виде карбидов, мартенситная точка, таким образом, повышается и становится возможным превращение остаточного аустенита во вторичный мартенсит. Данное явление в литературе носит название «вторичная закалка» [78]. В итоге, превращение остаточного аустенита происходит как на стадии нагрева до температуры отпуска, так и при охлаждении с температуры отпуска. В первом случае на дилатограммах наблюдаются отклонения идентичные отклонению, представленному на рисунке 4.8 б, во втором – на рисунке 4.9а.

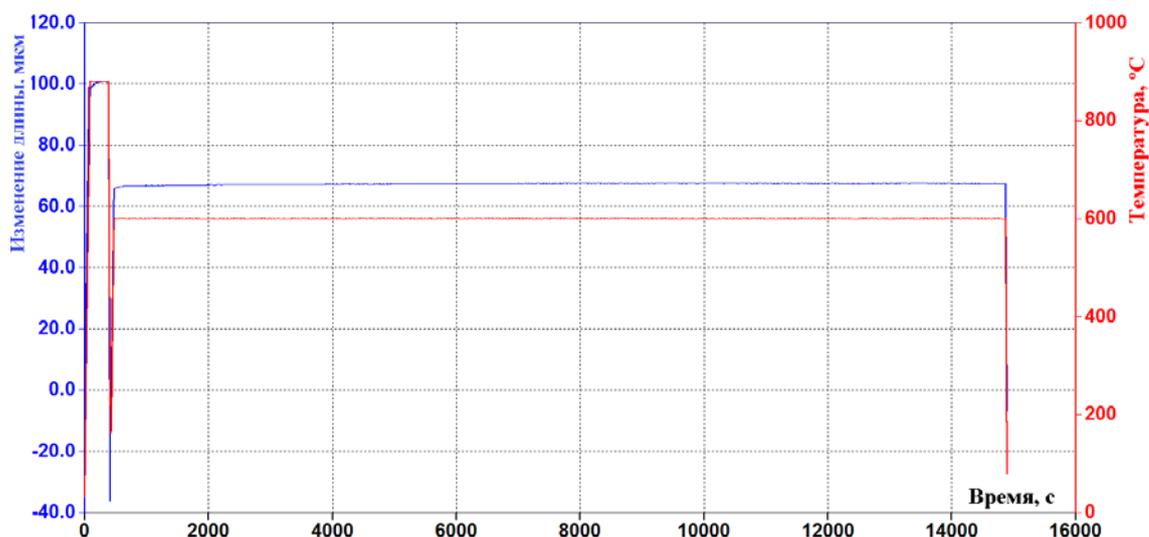


Рисунок 4.10 – Изменение длины образца при моделировании закалки и высокого отпуска с помощью дилатометра DIL 805A/D

Частичное превращение остаточного аустенита во время отпуска и частичное превращение при последующем охлаждении учитывается, в частности, при производстве так называемых TRIP-сталей (transformation induced plasticity

steel) или ПНП-сталь (Пластичность, Наведенная Превращением). В таких сталях формирование карбидов подавляется специальным легированием (обычно кремнием), а остаточный аустенит повышает пластичность материала, т.к. под нагрузкой сдвиговое (мартенситное) превращение γ -фазы является направленным и, следовательно, дает вклад в макроскопическую деформацию – происходит значительное повышение пластичности (так называемый «TRIP-эффект») [127, 128].

4.3 Установление возможности регулирования продуктов превращения остаточного аустенита при отпуске

Одним из распространенных способов уменьшения количества остаточного аустенита в стали после закалки (иными словами, более полного превращения аустенита при закалке) является переохлаждение изделий до отрицательных температур. Однако такой вариант термообработки не всегда может быть применим на практике – требуется соответствующее оборудование.

Перспективным направлением уменьшения количества остаточного аустенита является термическая обработка в магнитном поле. Магнитное поле в таком случае является фактором внешнего воздействия на превращения в стали, приводящее к значительному повышению мартенситной точки M_n , способствующей увеличению количества мартенсита после закалки. Тем не менее, обработка магнитным полем не вышла за рамки лабораторных условий [15].

В то же время, не имея возможности предотвратить появления значительного количества остаточного аустенита, существует возможность влиять на конечный результат превращения остаточного аустенита путем корректировки режима отпуска стали. В данном случае следует рассмотреть применение двукратного отпуска.

Положительный эффект применения двукратного («повторного») отпуска отмечен еще в работе [129], в которой отмечено повышение пластичности и работы разрушения за счет отпуска продуктов превращения аустенита, образовавшихся при первом отпуске. В работе [16] дается рекомендация по применению двукратного отпуска для изделий из высокоуглеродистой стали, поскольку остаточный аустенит полностью не распадается при отпускном нагреве и небольшая его часть претерпевает мартенситное превращение во время последующего охлаждения.

В случае превращения остаточного аустенита на этапе охлаждения с температуры отпуска двукратный отпуск следует применять как для снятия напряжений, связанных с образованием вторичного мартенсита, так и с целью его отпуска.

В случае превращения остаточного аустенита на этапе нагрева до температуры отпуска следует изучить влияние повторного отпуска на продукты превращения остаточного аустенита, в частности на карбидную фазу.

Таким образом, чтобы установить принципиальную возможность управления превращением остаточного аустенита при отпуске стали, необходимо идентифицировать продукты превращения остаточного аустенита и проанализировать влияние повторного отпуска на эти продукты.

4.4 Исследование тонкой структуры и продуктов превращения остаточного аустенита при окончательной термообработке методом просвечивающей электронной микроскопии

В результате исследования тонкой структуры образцов после закалки ($850 \pm 10^\circ\text{C}$, масло) было установлено [124], что структура металла состоит преимущественно из реечного мартенсита, содержание которого составляет 90-95% (рисунок 4.11а). Ширина мартенситных реек 0,10 – 0,15 мкм. Плотность

дислокаций в закалённом состоянии около $6,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. По границам реек в мартенсите обнаружены прослойки остаточного аустенита толщиной 20-40 нм (рисунок 4.11б). В структуре реечного мартенсита после закалки обнаружены два типа частиц: размером около 30 нм (рисунок 4.12а) и более крупные, размером около 100 нм (рисунок 4.12б). По данным кристаллографического анализа методом одиночных рефлексов частицы размером около 100 нм (рисунок 4.12б) являются карбидами типа M_6C . Локальный элементный рентгеновский микроанализ выявил содержание хрома в этих частицах на уровне 25% ат. (содержание хрома в матрице – около 0,62% ат.). Частицы размером около 30 нм (рисунок 4.12а) содержат 4-7% ат. ванадия и около 1-2% молибдена в своём составе и предположительно являются карбидами типа MC . По всей видимости, эти карбиды сформировались на стадии кристаллизации слитка и являются остатками нерастворившихся карбидов при нагреве под горячую деформацию заготовки.

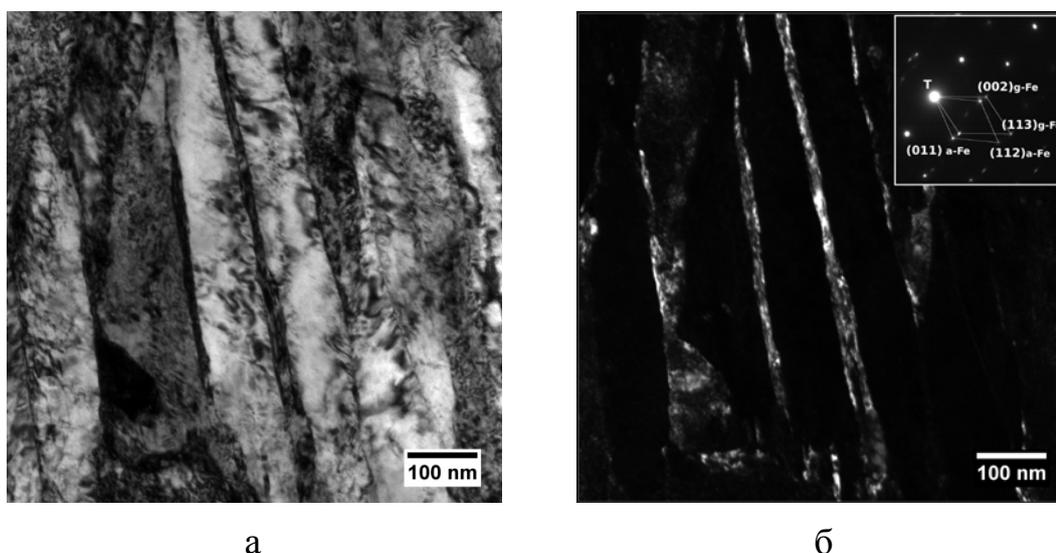


Рисунок 4.11 – Тонкая структура образца из стали марки 38ХНЗМФА после закалки: а – реечный мартенсит; б – темнопольное изображение прослоек остаточного аустенита в рефлексе $(113)\gamma$

Другой компонентой структуры металла закаленных образцов, объёмная доля которой составляет 5-10%, является мартенсит самоотпуска (рисунок 4.13а), образование которого происходит, если температура начала мартенситного

превращения M_n выше 300°C [8, 37]. Он представляет собой пластины α -фазы шириной 1,0-2,5 мкм, плотность дислокаций в которых $4,6 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Внутри пластин в процессе охлаждения, когда температура ещё достаточно высока, в трёх равнозначных кристаллографических направлениях формируются карбиды самоотпуска (рисунок 4.13б) [7, 130, 131]. Размер карбидов самоотпуска около 63 нм, их объёмная плотность $2,3 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$.

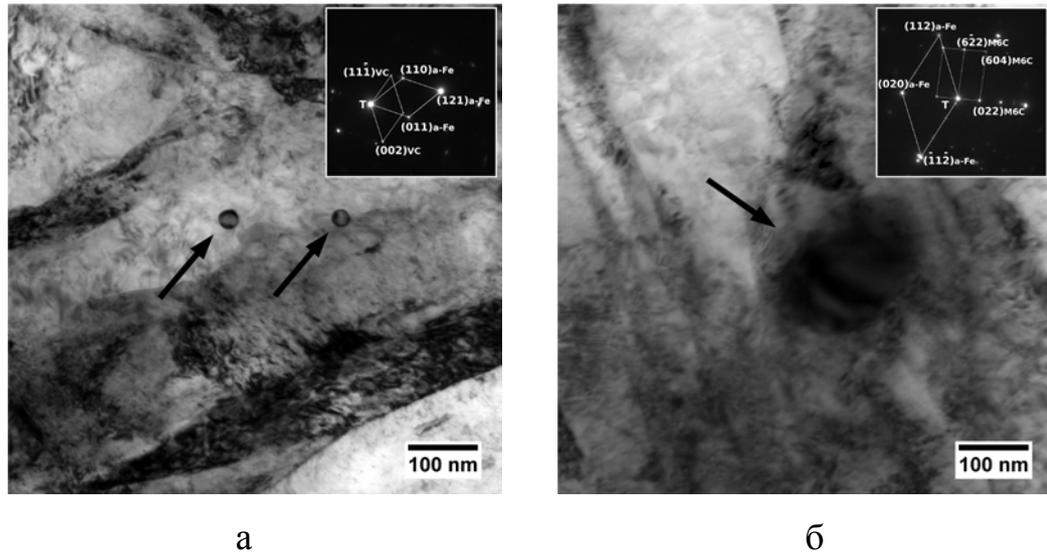


Рисунок 4.12 – Карбидные частицы в структуре стали 38ХНЗМФА после закалки:
а – карбиды ванадия; б – карбиды хрома типа M_6C

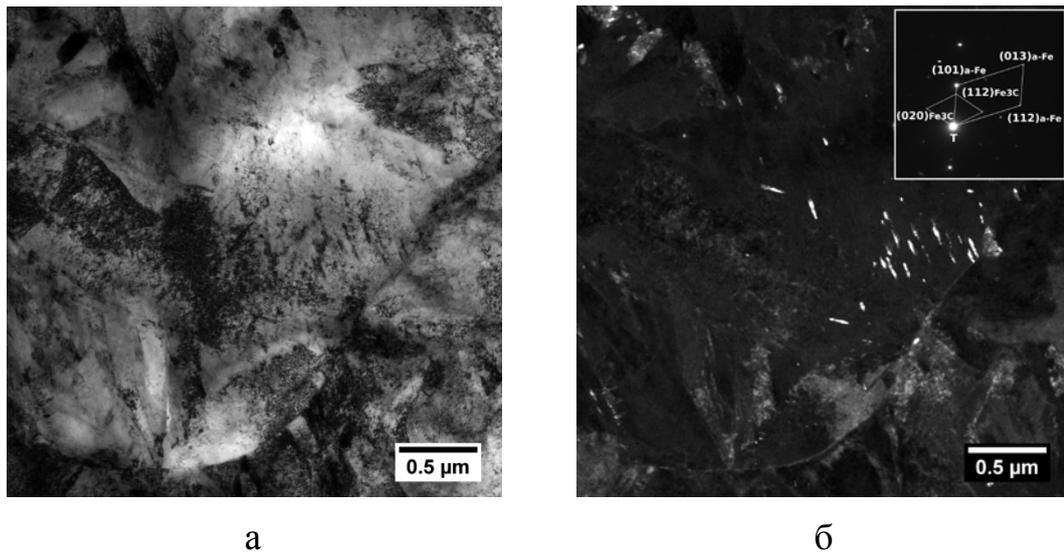


Рисунок 4.13 – Тонкая структура образца из стали марки 38ХНЗМФА после закалки: а – мартенсит самоотпуска; б – темнопольное изображение карбидов самоотпуска в рефлексе $(211)Fe_3C$

После однократного отпуска при 610°C закаленных образцов на месте прослоек остаточного аустенита по границам реек в реечном мартенсите происходит формирование вытянутых продолговатых частиц цементита (Fe_3C) и α -фазы (рисунок 4.14а, б). Размер частиц варьируется в диапазоне от 50 до 400 нм при среднем размере 160 нм. При однократном отпуске плотность дислокаций внутри реек уменьшается с $6,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ до $3,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Карбиды хрома и ванадия, обнаруженные в закалённом состоянии, сохраняются и после отпуска (рисунок 4.15а, б). Размер этих карбидов существенно не изменяется.

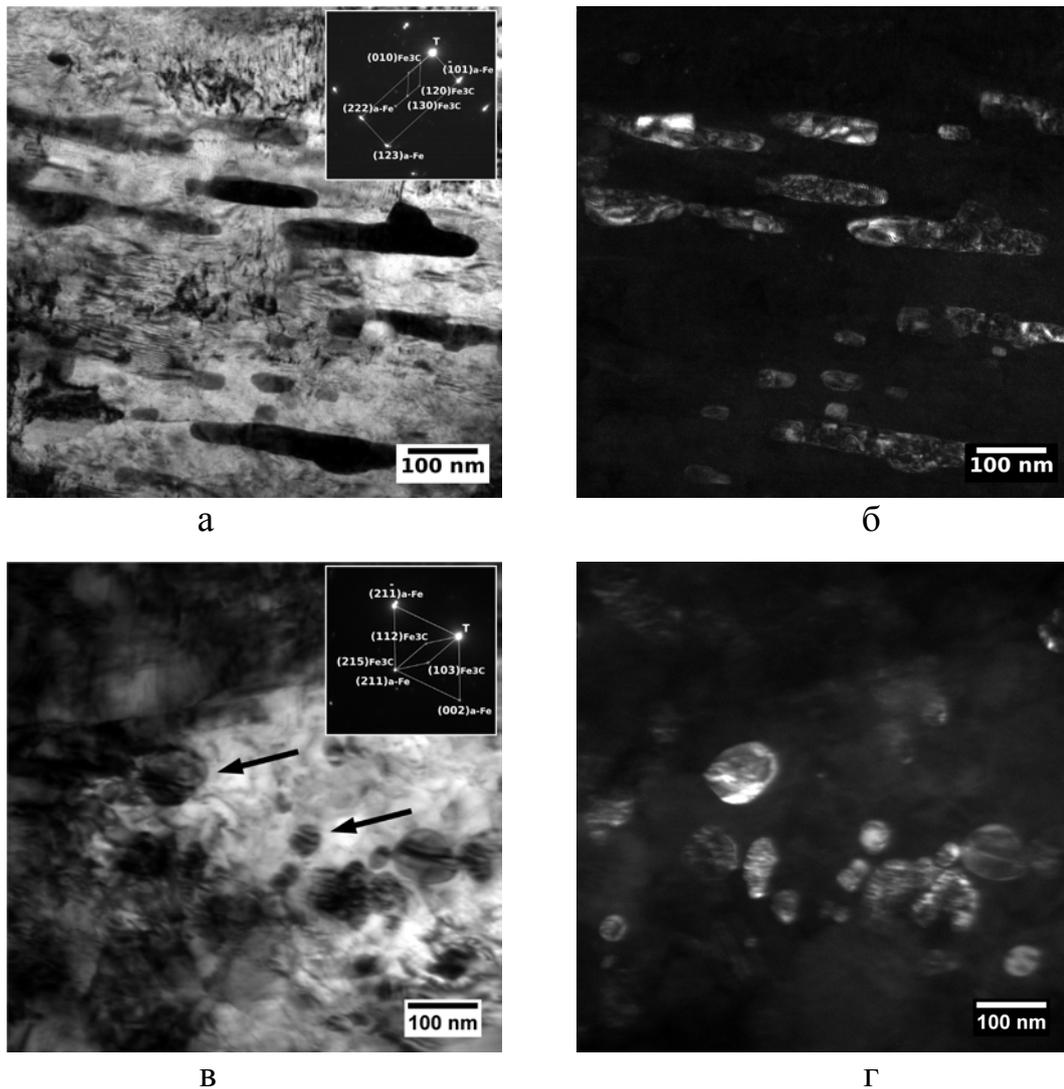


Рисунок 4.14 – Карбидные частицы Fe_3C по границам реек мартенсита в стали 38ХНЗМФА после отпуска (светлопольные и темнопольные изображения): а, б – после однократного отпуска; в, г – после двукратного отпуска

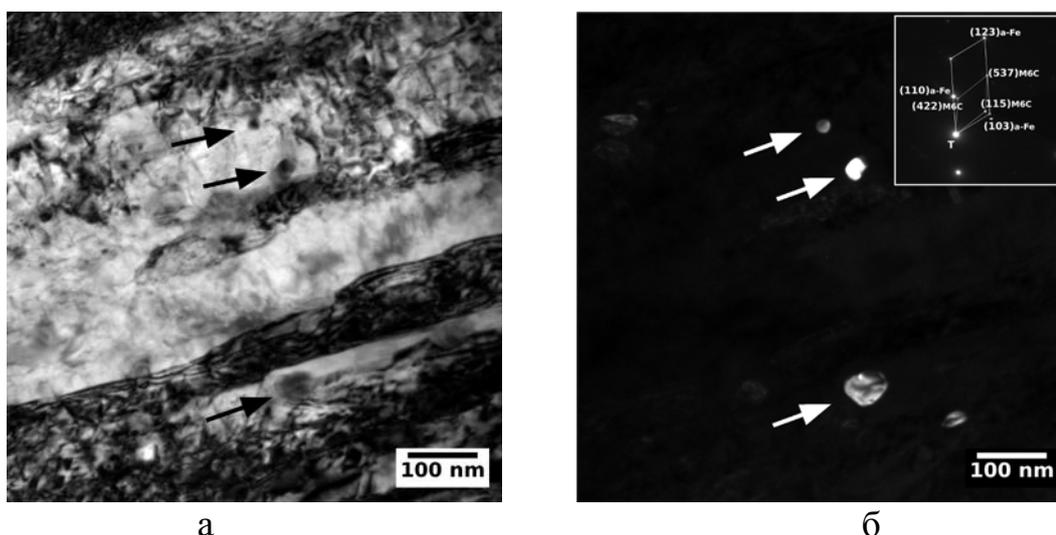


Рисунок 4.15 – Частицы карбидов хрома и ванадия в структуре реечного мартенсита в стали 38ХНЗМФА после однократного отпуска

Двукратный отпуск при 610°C закаленной стали не приводит к значительному снижению плотности дислокаций в структуре, она остаётся на уровне $3,1 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в реечном мартенсита и $2,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в мартенсита самоотпуска. Однако карбиды цементита Fe_3C по границам в реечном мартенсита приобретают более округлую нежели вытянутую форму, при этом уменьшаясь в размерах: диапазон находится в пределах от 25 до 210 нм при среднем размере 60 нм (рисунок 4.14в, г). Частицы типа $(\text{Fe},\text{Cr})_6\text{C}$ и карбиды ванадия внутри реек встречаются довольно редко, тогда как частицы цементита приобрели в результате отпуска сходные с ними размеры и форму. Внутри реек обнаружены мелкодисперсные карбиды предположительно типа Fe_3C . Средний размер их около 5 нм, а объёмная плотность намного выше, чем у карбидов самоотпуска и составляет $2,1 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ (рисунок 4.16).

После повторного отпуска в структуре мартенсита самоотпуска происходит уменьшение длины карбидов самоотпуска с 119 до 100 нм при сохранении объёмной плотности частиц на уровне $1,3 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$.

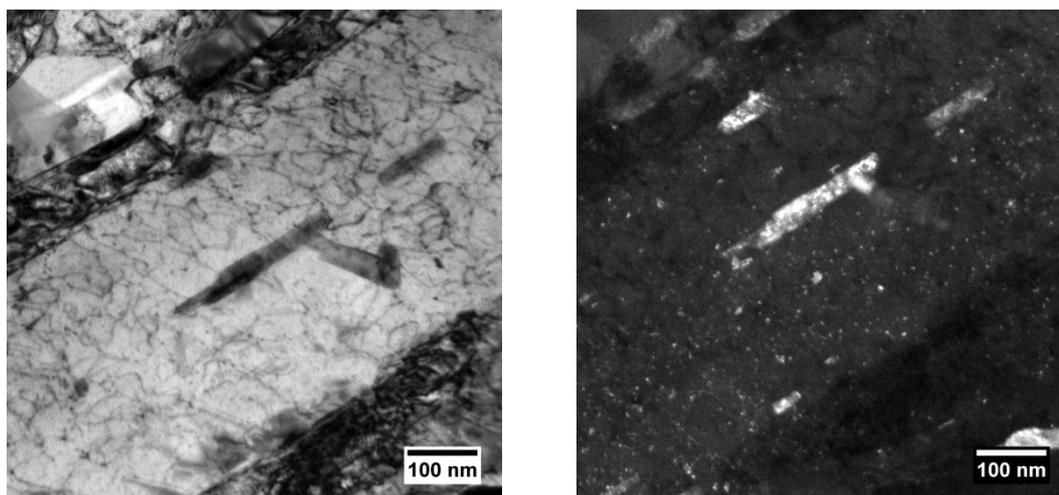


Рисунок 4.16 – Мелкодисперсные частицы в реечном мартенсите в стали 38ХНЗМФА после двукратного отпуска.

Таким образом, прослойки остаточного аустенита (не претерпевшего превращения в процессе закалки), располагающиеся по границам реек мартенсита, в процессе отпуска распадаются на смесь α -фазы и вытянутых продолговатых частиц цементита средним размером 160 нм. Получение после отпуска структуры, состоящей из отпущенного мартенсита и таких продуктов превращения остаточного аустенита, представляющих собой хрупкие прослойки между рейками и/или пакетами мартенсита, способствует снижению ударной вязкости и хладостойкости [39]. Повторный отпуск приводит к тому, что эти карбиды цементита приобретают округлую форму, уменьшаясь в размерах – их средний размер составляет 60 нм, что сопровождается повышением ударной вязкости и работы развития трещины [22, 24, 132].

Плотность дислокаций в закалённом состоянии составляет $6,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в реечном мартенсите и $4,6 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в мартенсите самоотпуска. При однократном отпуске плотность дислокаций внутри реек уменьшается до $3,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$, в мартенсите самоотпуска – до $2,5 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Двукратный отпуск не приводит к значительному снижению плотности дислокаций в структуре, она остаётся на уровне $3,1 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в реечном мартенсите и $2,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в мартенсите самоотпуска.

На основе наблюдаемых изменений формы и размеров карбидов, а также практически неизменившейся после двукратного отпуска плотности дислокаций

(следовательно, незначительного снижения прочностных характеристик), отпуска вторичного мартенсита и сопутствующего снижению внутренних напряжений рекомендовано применение двойного отпуска после закалки с целью повышения вязкости и хладостойкости.

4.5 Предложение по корректировке режима отпуска баллонов ВВД из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА

Как было показано, практически весь объем остаточного аустенита претерпевает превращение при первом отпуске стали на этапе отпускного нагрева или охлаждения с температуры выдержки. Из этого вытекает предположение о возможности усовершенствования режима отпуска, которое заключается в следующем:

– первый отпуск служит «подготовительным», главной задачей которого является распад остаточного аустенита. Поскольку остаточный аустенит распадается при нагреве или охлаждении, продолжительность отпуска может быть минимальной при условии, что длительность выдержки обеспечит равномерный прогрев заготовки (образца);

– второй отпуск применяется для придания карбидам более благоприятной формы с точки зрения энергоемкости разрушения – изменения формы карбидов с пластинчатой на глобулярную и уменьшения внутренних напряжений за счет отпуска вторичного мартенсита и, в конечном итоге, получения заданных свойств.

На рисунке 4.17 представлен предложенный вариант термообработки стали состава Ш – с помощью высокоскоростного дилатометра промоделирован режим: закалка 860°C и последующий двукратный отпуск при 600°C. По ходу изменения длины образца от температуры с течением времени видно, что остаточный аустенит в данном случае претерпевает превращение при нагреве до температуры

первого отпуска в интервале 260-430°C. При нагреве до температуры второго отпуска, а также при охлаждении после обоих отпусков превращения остаточного аустенита не наблюдается.

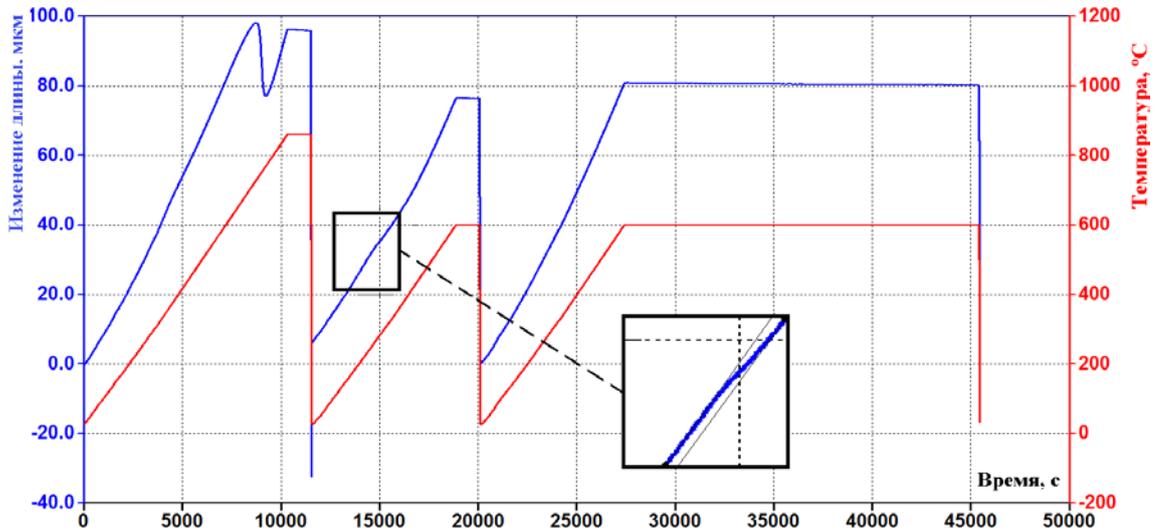


Рисунок 4.17 – Возможный режим термообработки баллонов ВВД из стали типа 38ХНЗМФА с минимальной выдержкой во время первого отпуска

Главным преимуществом такого режима является положительный экономический эффект за счет снижения длительности термообработки путем уменьшения выдержки при первом отпуске.

Далее были проведены исследования тонкой структуры металла образцов после закалки и одного отпуска с минимальной выдержкой, необходимой для равномерного прогрева заготовки, а также после закалки, кратковременного первого и повторного отпуска по штатному режиму с выявлением влияния предложенного режима термической обработки на продукты превращения остаточного аустенита.

Структура стали 38ХНЗМФА после закалки и однократного отпуска состоит преимущественно из реечного мартенсита (рисунок 4.18) с шириной реек 0,18 мкм и плотностью дислокаций $2,9 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. На границах реек обнаружены вытянутые карбиды типа Fe_3C , их размер в среднем составляет 190 нм.

Другой компонентой структуры является мартенсит самоотпуска (рисунок 4.19). Ширина пластин варьируется в пределах 0,7-1,3 мкм, плотность дислокаций

– $2,8 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Средний размер карбидов самоотпуска 100 нм, объёмная плотность распределения этих карбидных частиц $1,2 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$.

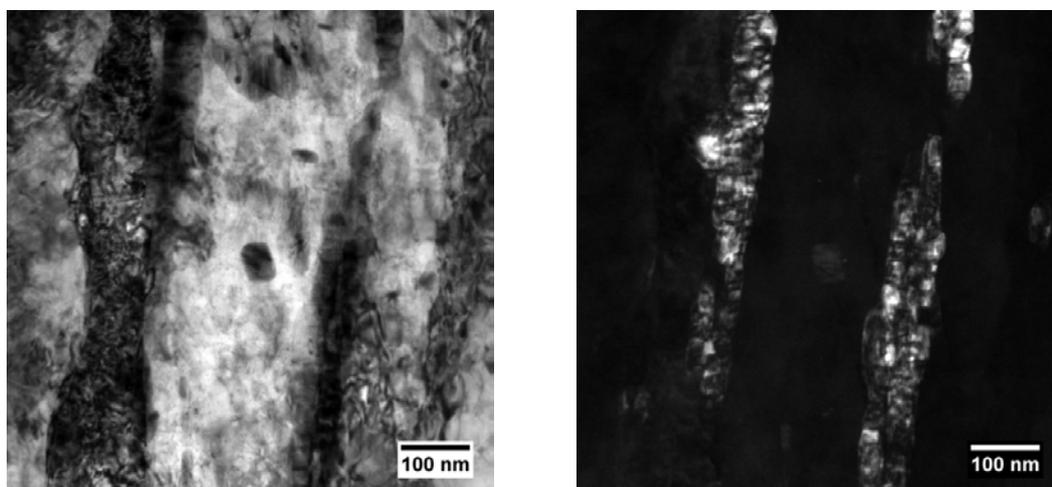


Рисунок 4.18 – Реечный мартенсит в структуре образца стали 38ХНЗМФА после закалки и кратковременного отпуска

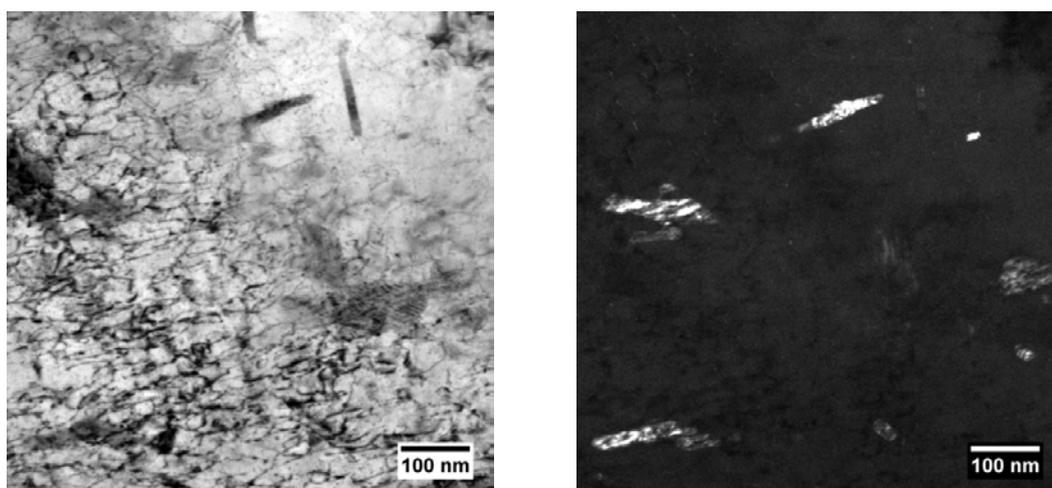


Рисунок 4.19 – Мартенсит самоотпуска в структуре образца стали 38ХНЗМФА после закалки и кратковременного отпуска

Структура стали 38ХНЗМФА после термообработки по предложенному режиму (закалка, кратковременный отпуск, повторный штатный отпуск) представлена на рисунке 4.20. Плотность дислокаций незначительно ниже, чем в стали после однократного отпуска и составляет $2,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Цементитные частицы по границам реек имеют средний размер 80 нм, что существенно меньше, чем в стали после однократного отпуска. Это свидетельствует о частичном

растворении частиц, предположительно с формированием на месте одной большой частицы нескольких меньших по размеру.

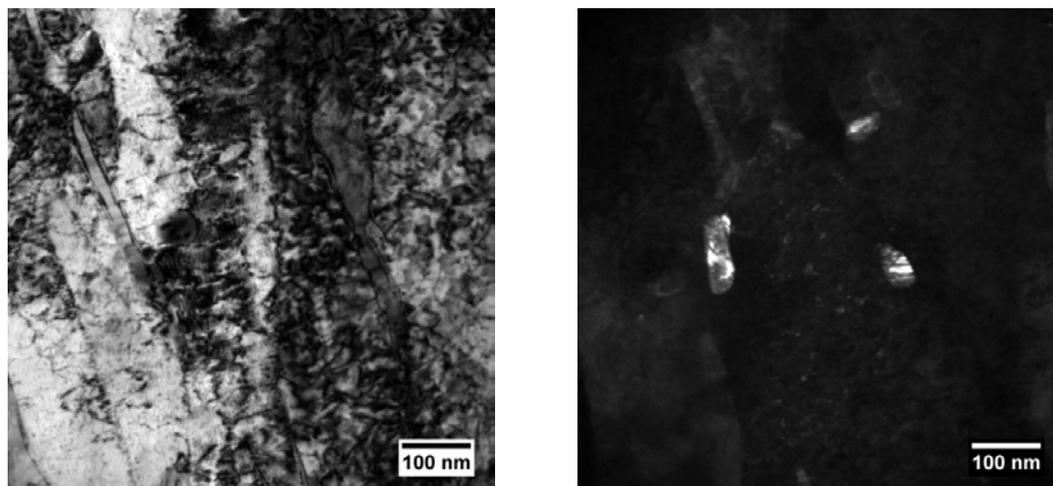


Рисунок 4.20 – Речной мартенсит в структуре образца стали 38ХНЗМФА после закалки и двукратного отпуска

После повторного отпуска в мартенсите самоотпуска (рисунок 4.21) плотность дислокаций также незначительно уменьшается до $2,3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Размер карбидов самоотпуска уменьшается до 60 нм, при этом происходит как частичное растворение заострённых концов карбидных частиц, так и формирование новых мелких карбидов. Объёмная плотность распределения частиц после повторного отпуска увеличивается до $1,6 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$, что также свидетельствует о формировании в структуре новых карбидных частиц при повторном отпуске.

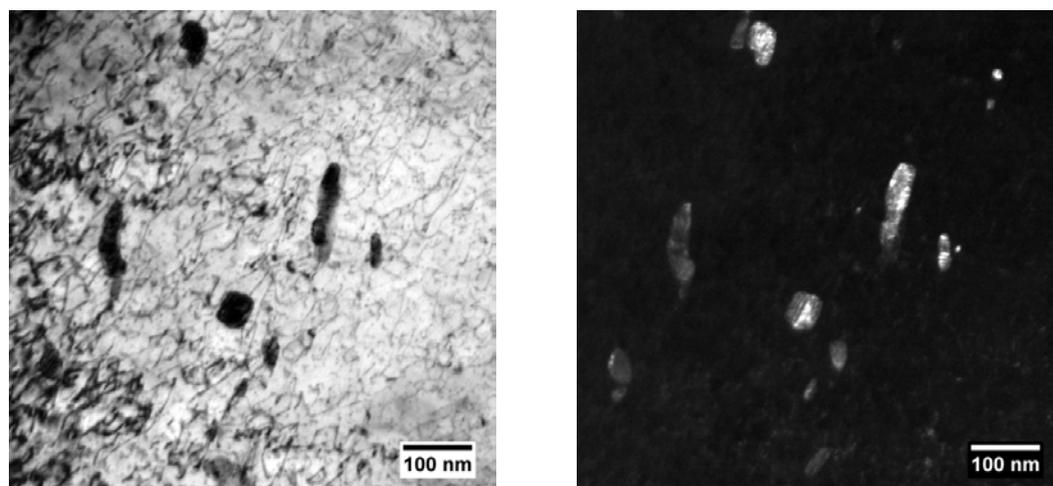


Рисунок 4.21 – Мартенсит самоотпуска в структуре образца стали 38ХНЗМФА после закалки и двукратного отпуска

Сравнивая полученные результаты исследования тонкой структуры после термообработки с различной длительностью первого отпуска после закалки, видно:

– кратковременный первый отпуск оказывает идентичное отпуску по штатному режиму влияние на происходящие процессы: выделение вытянутых карбидов типа Fe_3C на месте прослоек остаточного аустенита средним размером 160 нм (штатный отпуск) и 190 нм (кратковременный отпуск) и значительное снижение плотности дислокаций по сравнению с закаленным состоянием (что подтверждается результатами исследований [133] – значительное снижение плотности дислокаций происходит в первые минуты отпуска);

– повторный отпуск приводит к уменьшению среднего размера выделившихся карбидных частиц до 60 нм (два штатных отпуска) и до 80 нм (кратковременный + штатный отпуск) и изменению формы – с вытянутой на глобулярную с растворением заостренных концов, а также незначительному снижению плотности дислокаций.

Таким образом, предложенный вариант окончательной термообработки может быть использован для управления продуктами превращения остаточного аустенита и снижения длительности режима термообработки.

Выводы по главе 4

1. С помощью магнитного метода, метода дифракции нейтронов, рентгеноструктурного анализа и метода дифракции обратно отраженных электронов установлено, что в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА после закалки остается 3-10% непревращенного аустенита; после закалки и высокого отпуска – не более 1,3 %, после закалки и двукратного высокого отпуска – не более 1,0%.

2. С помощью метода дифракции обратно отраженных электронов и ПЭМ показано, что остаточный аустенит располагается по границам реек, блоков, пакетов мартенсита.

3. Большая часть остаточного аустенита распадается в процессе отпуска стали. Повторный отпуск практически не влияет количество остаточного аустенита, что, предположительно, связано с его стабилизацией за счет обогащения углеродом.

4. Остаточный аустенит либо распадается на этапе отпускного нагрева на смесь α -фазы и карбидов (цементита), либо на этапе охлаждения с температуры отпуска превращается во вторичный мартенсит. Во время выдержки при температуре отпуска распада остаточного аустенита не происходит.

5. Повторный отпуск способствует изменению формы карбидов с пластинчатой на глобулярную и уменьшению их размеров.

6. Предложен режим окончательной термообработки, предусматривающий проведение после закалки первого отпуска с минимальной выдержкой, необходимой для равномерного прогрева заготовки, и последующего второго отпуска по штатному режиму, служащего для получения заданных свойств. Термообработка по такому режиму позволит получить идентичный термообработке по штатному режиму (закалка и два продолжительных отпуска) комплекс свойств, получив экономический эффект за счет снижения времени выдержки при термообработке.

ГЛАВА 5. ОЦЕНКА МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛА БАЛЛОНОВ ВВД, ПРОИЗВЕДЕННЫХ ПО УСОВЕРШЕНСТВОВАННОЙ ТЕХНОЛОГИИ И УСТАНОВЛЕНИЕ ТРЕБОВАНИЙ К ХАРАКТЕРИСТИКАМ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩИМ БЕЗОПАСНОСТЬ ЭКСПЛУАТАЦИИ

В настоящей главе приведены результаты определения механических свойств металла баллонов ВВД, произведенных с учетом рекомендаций по усовершенствованию режима горячей прокатки, предварительной и окончательной термообработки, проведено сравнение с механическими свойствами металла баллонов, произведенных по существующей технологии. Представлено статистическое распределение механических свойств металла ~200 баллонов ВВД, произведенных по усовершенствованной технологии. Проведен анализ характеристик сопротивления разрушению металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологиям.

Поскольку сопротивляемость коррозионному растрескиванию под напряжением зависит от уровня прочности стали, обоснована необходимость введения верхнего ограничения временного сопротивления и предела текучести металла баллонов ВВД, которое составляет 1274 и 1128 МПа соответственно.

Также определены требования по минимальному уровню ударной вязкости металла баллонов при испытании образцов с острым надрезом, составляющий не менее 38 Дж/см^2 . При этом определение уровня ударной вязкости должно осуществляться при минимальной температуре эксплуатации минус 50°C на образцах, вырезанных в тангенциальном направлении.

Разработанные рекомендации внедрены при производстве баллонов ВВД, в том числе путем внесения в ряд технической и технологической документации.

5.1 Механические свойства металла баллонов, произведенных по усовершенствованной и существующей технологии

Для оценки эффективности данных в настоящей работе рекомендаций было проведено определение механических свойств образцов, вырезанных из баллона, произведенного по усовершенствованной технологии. Полученные результаты сравнивались с механическими свойствами металла баллонов, ранее определенным специалистами НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» в различные годы. Механические характеристики металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии, представлены в таблице 5.1. Важно отметить, что представленные значения получены при испытании большого количества образцов (не менее 14 шт. по каждому виду испытаний), вырезанных в продольном направлении по всей длине баллона.

Рассматривая результаты определения механических характеристик металла различных баллонов, следует отметить:

1) Значительный разброс уровня ударной вязкости металла баллонов из одной марки стали и изготовленных в соответствии с одной технической документацией (баллоны № 1 и № 4, № 2, № 3 и №№ 5-9).

2) Большой разброс значений уровня ударной вязкости между металлом баллонов № 1 и № 4, № 2 и № 3 может быть обусловлен различием уровня прочности: металл баллонов №№ 2 и 4 имеет больший средний уровень прочностных характеристик и больший разброс прочностных характеристик по длине баллона, при меньшем уровне ударной вязкости и большем разбросе по длине баллона (№ 4).

3) Временное сопротивление металла баллона № 3 по всей длине ниже уровня, требуемого НТД, при этом уровень ударной вязкости KCU^{+20} несколько

Таблица 5.1 – Механические свойства металла баллонов

№	Марка стали	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	Ψ , %	КСУ ⁺²⁰ , Дж/см ²	КСУ ⁻⁵⁰ , Дж/см ²	КСV ⁺²⁰ , Дж/см ²	КСV ⁻⁵⁰ , Дж/см ²
1	38ХНЗМФА	<u>1107-1131</u> 1125	<u>1018-1068</u> 1050	<u>14,9-16,8</u> 15,9	<u>61,9-64,5</u> 62,9	<u>107,1-125,7</u> 115,4	<u>100,8-114,2</u> 105,6	<u>80,7-89,9</u> 84,2	<u>70,7-83,9</u> 76,6
2	35ХНЗМФА	<u>1157-1271</u> 1203	<u>1080-1203</u> 1132	<u>12,6-15,6</u> 14,7	<u>54,7-58,2</u> 56,3	<u>65,6-88,2</u> 78,0	<u>48,0-70,8</u> 63,5	<u>44,7-65,0</u> 57,1	<u>26,1-48,1</u> 38,8
3	35ХНЗМФА	<u>1089-1105</u> 1098	<u>1006-1031</u> 1019	<u>14,8-16,3</u> 15,7	<u>58,3-61,6</u> 60,1	<u>95,6-106,0</u> 100,6	<u>84,5-93,3</u> 88,3	<u>70,3-77,9</u> 75,3	<u>60,6-66,0</u> 63,3
4	38ХНЗМФА	<u>1075-1310</u> 1212	<u>976-1215</u> 1113	<u>12,0-16,1</u> 14,2	<u>47,6-60,2</u> 53,4	<u>71,9-125,2</u> 89,9	–	<u>52,2-97,9</u> 68,3	<u>49,9-94,6</u> 64,7
5	35ХНЗМФА	<u>1170-1206</u> 1187	<u>1092-1135</u> 1113	<u>13,3-14,8</u> 14,2	<u>53,3-61,5</u> 58,2	<u>97,2-107,4</u> 101,2	93,8* 94,6*	<u>72,3-74,2</u> 73,4	64,8* 66,4*
6	35ХНЗМФА	<u>1127-1184</u> 1161	<u>1053-1114</u> 1085	<u>15,0-15,5</u> 15,3	<u>59,3-61,2</u> 60,2	<u>96,1-115,5</u> 102,1	86,3* 89,1*	<u>74,2-79,1</u> 76,2	63,0* 65,8*
7	35ХНЗМФА	<u>1132-1145</u> 1136	<u>1052-1072</u> 1065	<u>15,0-16,0</u> 15,5	<u>60,5-61,5</u> 61,0	<u>103,0-114,0</u> 108,7	–	<u>70,5-79,5</u> 74,2	–
8	35ХНЗМФА	<u>1148-1175</u> 1161	<u>1074-1101</u> 1088	<u>14,3-15,7</u> 15,0	<u>55,5-61,5</u> 59,3	<u>97,6-111,8</u> 103,8	–	<u>76,5-81,7</u> 78,6	–
9	35ХНЗМФА	<u>1132-1184</u> 1158	<u>1063-1110</u> 1085	<u>14,7-15,3</u> 15,1	<u>60,3-60,5</u> 60,4	<u>99,1-111,8</u> 107,1	85,4* 86,3*	<u>67,8-81,7</u> 75,5	60,1* 60,2*
10	35ХНЗМФА, усоверш. технология	<u>1128-1176</u> 1148	<u>1009-1058</u> 1035	<u>16,0-18,5</u> 17,0	<u>55,0-62,0</u> 58,0	<u>93,1-122,5</u> 113,8	<u>84,3-121,5</u> 100,5	<u>87,2-129,4</u> 101,8	<u>65,7-92,1</u> 79,2
Требования НТД		≥1128	≥981	≥11	–	≥68,7	–	–	–

ПРИМЕЧАНИЯ: 1. В числителе приведен диапазон изменения, в знаменателе – среднее значение.

2. Результаты получены при испытании не менее 14 образцов по каждому виду испытаний, кроме случаев, отмеченных *.

ниже уровня ударной вязкости баллонов №№ 1, 5-9, временное сопротивление металла которых удовлетворяет требованиям НТД. Также металл баллона №1 по уровню ударной вязкости KCU и KCV при всех температурах испытания превосходит металл баллона № 3.

4) Поскольку ударная вязкость является структурно чувствительной характеристикой, значительный разброс ее уровня при практически идентичном уровне прочностных характеристик свидетельствует о неравномерности структуры металла баллонов [66], т.е. о неоптимальном выборе режиме термомодеформационного воздействия при производстве баллонов.

5) Металл баллонов №№ 1, 3, 4, 6 имеет минимальное значение временного сопротивления ниже требуемого НТД уровня. Металл баллона № 4 также имеет выпад предела текучести ниже требуемого НТД уровня.

Как видно из таблицы 5.1, металл баллона № 10, произведенного по усовершенствованной технологии, при обеспечении требуемого уровня прочностных характеристик превосходит по уровню ударной вязкости KCU и KCV при всех температурах испытаний металл баллонов №№ 2-9. Металл баллона № 10 имеет сопоставимый уровень ударной вязкости KCU^{+20} , KCU^{-50} и KCV^{-50} и с металлом баллона № 1, превосходя по уровню KCV^{+20} . Однако важно отметить, что средний уровень временного сопротивления металла баллона № 1 находится ниже требуемого НТД уровня, за счет чего уровень ударной вязкости металла данного баллона превосходит металл баллонов №№ 2-9, произведенных по существующей технологии.

Учитывая тот факт, что механические свойства металла баллонов отличаются от металла образцов-свидетелей, а также у металла баллонов №№ 3 и 4 минимальные значения временного сопротивления ниже требований НТД, интерес представляет сравнение полученных результатов с паспортными данными. В таблице 5.2 приведены механические свойства металла баллонов согласно имеющимся паспортам. Разумеется, для какой-либо представительной оценки и определения закономерностей требуется много большая статистическая выборка, но это является предметом отдельного исследования. Данные таблицы

5.2 согласуются с имеющимися данными о том, что механические свойства металла баллона и образца-свидетеля отличаются [17, 21].

Таблица 5.2 – Механические свойства металла баллонов согласно имеющимся паспортам.

Баллон (см. таблицу 5.1)	σ_B , кгс/мм ²	$\sigma_{0,2}$, кгс/мм ²	δ , %	ψ , %	KCU ⁺²⁰ , кгс/см ²	KCU ⁻⁵⁰ , кгс/см ²
3	1207	1104	14,5	54,0	98,1	—*
4	1205	1088	12,0	—*	96,0	—*
	1274	1166	15,0		103,9	
10	1128	1009	17,5	63,0	134,3	116,6
	1132	1014	17,5	63,0	132,3	123,5
Требования НТД	1128	981	11,0	45,0	68,6	—
ПРИМЕЧАНИЕ: * - на момент производства баллона данный вид испытаний не был введен в НТД.						

5.2 Сравнение характеристик сопротивления разрушению металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии

Для определения сопротивляемости металла распространению трещины проводились испытания методом статического изгиба образцов с острым надрезом с записью диаграммы «нагрузка-прогиб». На рисунке 5.1 представлены сравнительные графики при температурах испытания 0°С и минус 20°С, в таблице 5.3 – механические характеристики металла баллонов [22, 132]. По результатам испытаний можно сделать следующие выводы:

– сопротивляемость зарождению трещины металла баллона, произведенного по существующей технологии, несколько выше, что связано с большим значением прочностных характеристик [94];

– работа развития трещины металла баллона, произведенного по усовершенствованной технологии, при всех температурах испытаний значительно

превышает значения работы развития трещины металла баллона, произведенного по существующей технологии;

– сопротивляемость развитию трещины металла баллона, произведенного по существующей технологии, уже при температуре 0°C практически отсутствует, что обуславливает высокую вероятность хрупкого разрушения при отрицательной температуре эксплуатации [1];

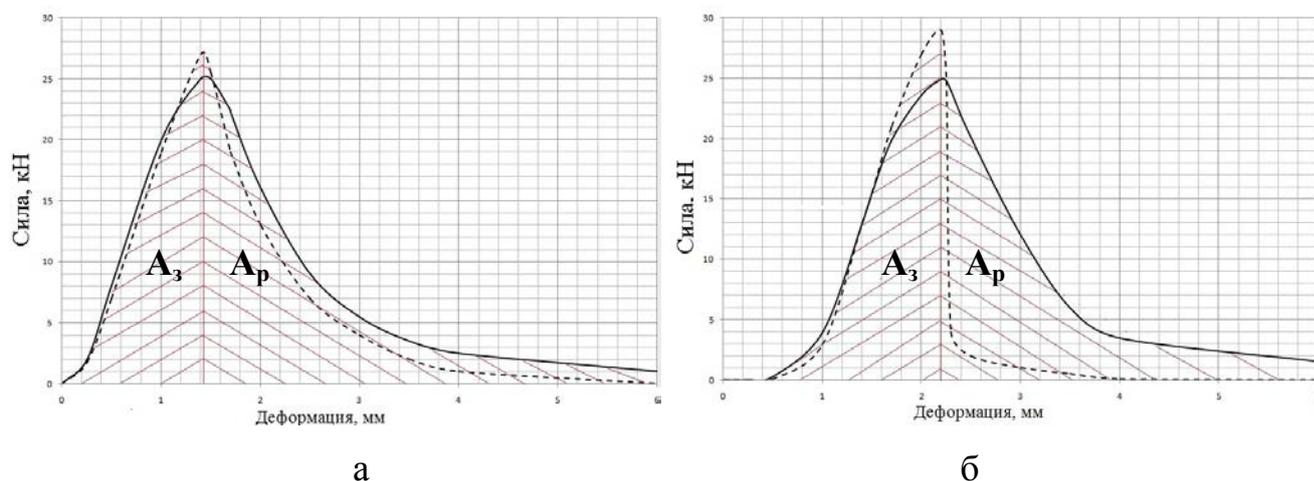


Рисунок 5.1 – Сравнение диаграмм «нагрузка-прогиб» металла баллонов, произведенных по существующей (- -) и усовершенствованной технологии (—) при температуре испытания: а – 20°C; б – 0°C A_3 – работа зарождения трещины, A_p – работа развития трещины

Таблица 5.3 – Механические свойства металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии

	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	ψ , %	KCU^{+20} , Дж/см ²	KCV^{+20} , Дж/см ²	KCV^{-50} , Дж/см ²
Существующая технология	$\frac{1128 \div 1315}{1242,5}$	$\frac{985 \div 1234}{1150}$	$\frac{11,3 \div 16,1}{13,7}$	$\frac{45,6 \div 60,2}{49,3}$	$\frac{71,9 \div 125,2}{89,0}$	$\frac{33,7 \div 49,5}{41,6}$	$\frac{23,0 \div 33,5}{28,3}$
Усовершенствованная технология	$\frac{1130 \div 1176}{1151}$	$\frac{1009 \div 1058}{1014}$	$\frac{13,5 \div 18,5}{16,4}$	$\frac{46,0 \div 62,0}{56,6}$	$\frac{93,1 \div 122,5}{107,8}$	$\frac{72,5 \div 92,0}{82,3}$	$\frac{63,0 \div 75,5}{69,3}$
Требования НТД	≥ 1128	≥ 981	$\geq 11,0$	-	$\geq 68,7$	-	-

– ударная вязкость металла баллона, произведенного по существующей технологии, KCU^{+20} удовлетворяет требованиям нормативной документации, уступая по данному показателю металлу баллона, произведенного по

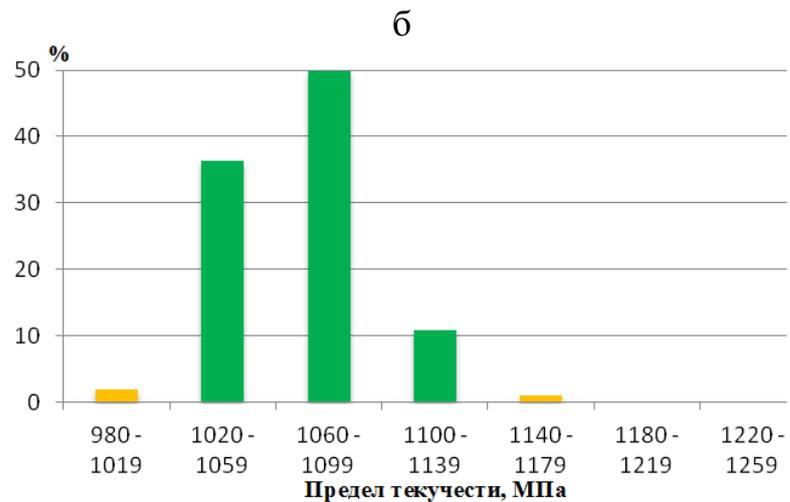
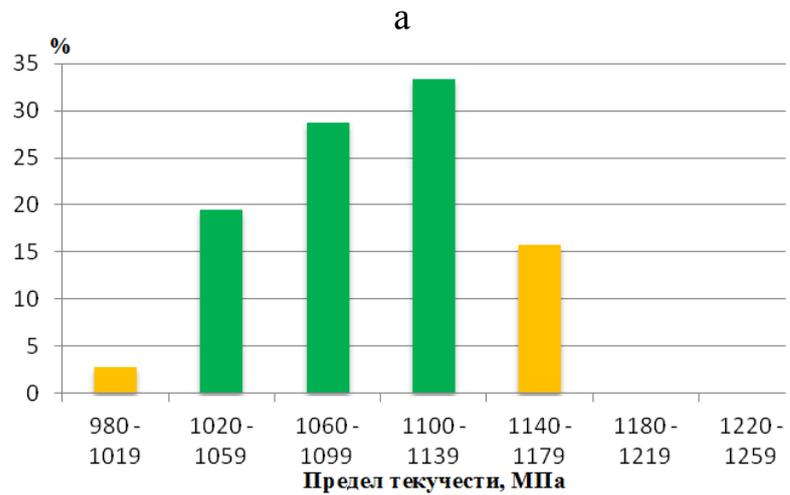
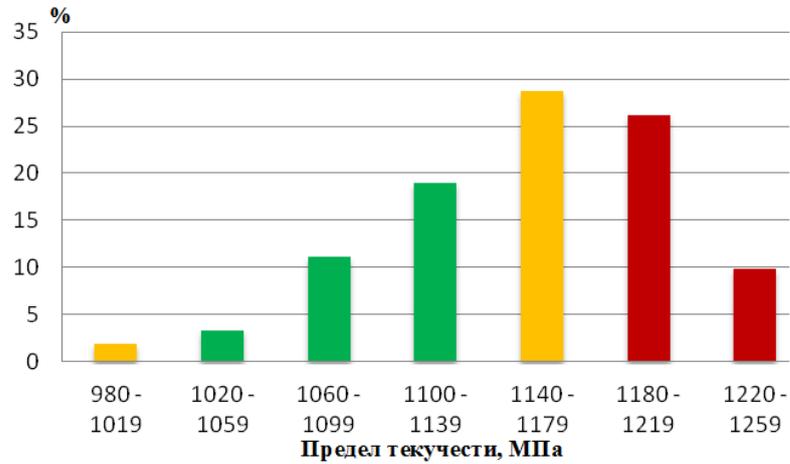
усовершенствованной технологии, в среднем менее чем на 20%. При этом ударная вязкость металла баллона, произведенного по усовершенствованной технологии, в два раза превосходит ударную вязкость KCV^{+20} и более чем в два раза KCV^{-50} металла баллона, произведенного по существующей технологии. Из чего можно сделать вывод о том, что контроль уровня ударной вязкости на образцах с круглым надрезом при комнатной температуре не гарантирует безаварийную эксплуатацию баллонов, а также о необходимости пересмотра требований технической документации в части ужесточения требований по контролю ударной вязкости.

5.3 Распределение механических свойств металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии

Учитывая отсутствие верхних пределов прочностных характеристик в нормативной документации, представляет интерес статический анализ значений механических свойств металла баллонов, находящихся в эксплуатации, в зависимости от технологии и времени производства.

На рисунке 5.2 представлены гистограммы значений предела текучести, полученные по паспортным данным для 108 баллонов производства 1987-1991 гг. (рисунок 5.2 а), 153 баллонов производства 2003-2004 гг. (рисунок 5.2 б), а также 209 баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии в 2012-2014 гг. (рисунок 5.2 в). Видно, что статистика прочностных свойств металла баллонов, произведенных в разное время, существенно различна. Если для баллонов, произведенных в 1987-1991 гг., максимальное превышение предела текучести по отношению к требованиям составило 160 - 200 МПа (15 % баллонов), то для баллонов производства 2003 – 2004 гг. таких баллонов 64 %, а 10 % баллонов имеют превышение более чем на 240 МПа. Для металла баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии в 2012-2014 гг., не наблюдается

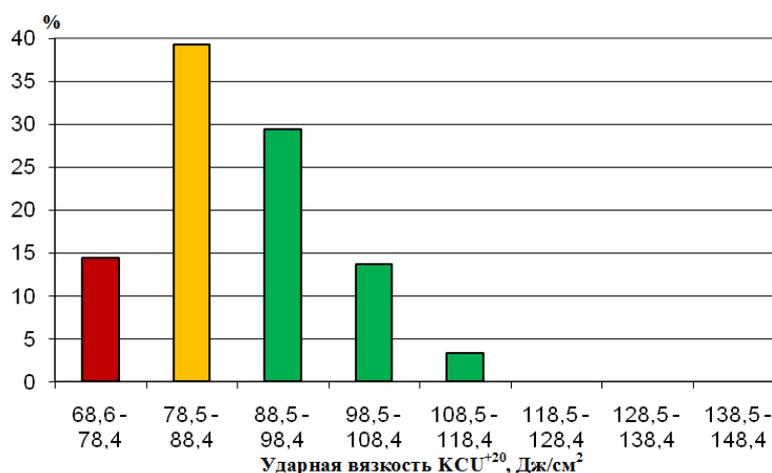
значительного превышения предела текучести (т.е. более 160 МПа), можно утверждать, что предел текучести 97 % баллонов находится на оптимальном уровне 1020 – 1140 МПа.



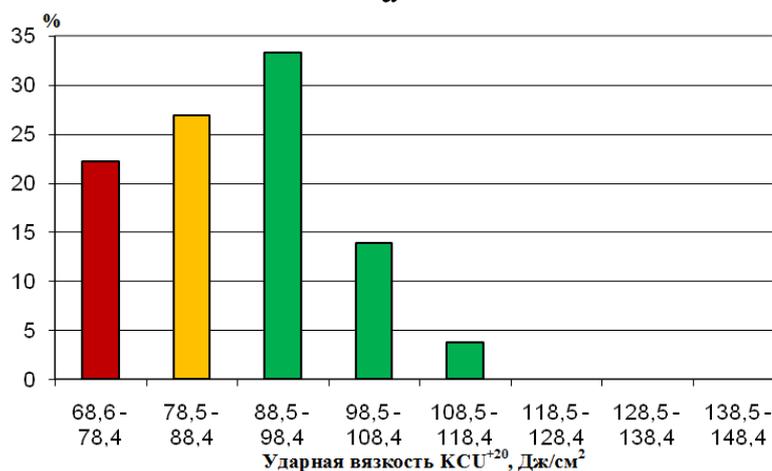
в

Рисунок 5.2 – Распределение значений предела текучести металла: а – для 153-х баллонов производства 2003-2004 гг.; б – для 108-и баллонов производства 1987 – 1991 гг., в – для 208-и баллонов производства 2012-2014 гг

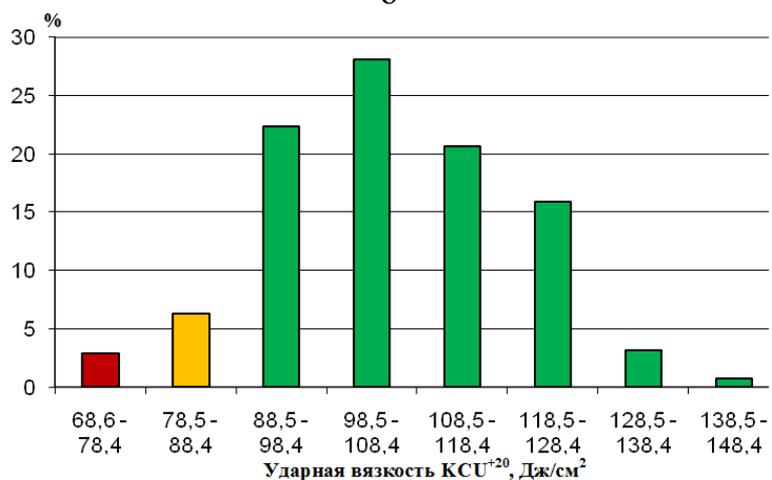
На рисунке 5.3 представлены гистограммы значений ударной вязкости KCU^{+20} (единственным типом испытаний, установленным НТД, до 2017 г.) для тех же баллонов.



а



б



в

Рисунок 5.3 – Распределение значений ударной вязкости KCU^{+20} : а – для 153-х баллонов производства 2003-2004 гг.; б – для 108-и баллонов производства 1987-1991 гг., в – для 208-и баллонов производства 2012-2014 гг

По величине ударной вязкости KCU^{+20} такой зависимости свойства от года изготовления не наблюдалось. Однако стоит отметить, что 14,3 и 22,2 % баллонов производства 2003 – 2004 гг. и 1987-1991 гг. (рисунок 5.3 а, б) соответственно имеют значения ударной вязкости на нижнем уровне – превышение нормативного уровня составляет менее 10 Дж/см^2 ($< 15 \%$), что, учитывая разницу приводимых в паспортах баллонов механических свойств и свойств полученных на образцах-свидетелях, вызывает опасения. Для баллонов производства 2012-2014 гг. только 2,9 % значений ударной вязкости KCU^{+20} находится на нижнем уровне (рисунок 5.3 в).

При этом 90,9 % баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, имеют превышение нормативного уровня ударной вязкости KCU^{+20} более 20 Дж/см^2 ($> 29 \%$), в то время как такое превышение имеют 50,9 % баллонов производства 1987 – 1991 гг. и 46,4 % баллонов производства 2003-2004 гг.

Для баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, также имеются данные о результатах определения ударной вязкости KCU^{-50} (с установленной НТД нормой $58,8 \text{ Дж/см}^2$) – рисунок 5.4. Видно, что 2,9 % баллонов имеют значение ударной вязкости, находящейся на нижнем уровне требований. 89,9 % баллонов обладают уровнем ударной вязкости более чем на 20 Дж/см^2 превосходящим требования нормативной документации.

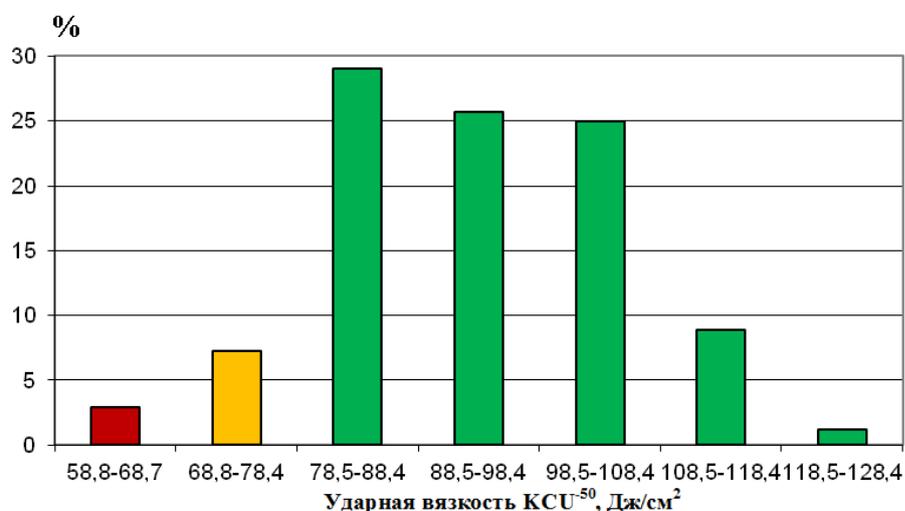


Рисунок 5.4 – Распределение значений ударной вязкости KCU^{-50} для 208-и баллонов производства 2012-2014 гг

5.4 Особенности эксплуатации и контроля механических характеристик металла баллонов

Как было отмечено в главе 1 п. 1.1 касательно требований к металлу баллонов:

- регламентация верхнего уровня прочностных характеристик отсутствует;
- вязкость материала контролируется по испытаниям на ударный изгиб образцов с полукруглым надрезом (КСУ);
- несмотря на необходимость обеспечивать работоспособность при температурах до минус 50°C, контроль вязкости материала баллонов производится при комнатной температуре;
- механические свойства металла баллона контролируются при вырезке образцов вдоль образующей баллона.

Также следует иметь в виду:

- приводимые в паспортах баллона механические свойства получены на образцах-свидетелях, а фактические свойства металла баллона и свидетеля могут существенно отличаться;
- в течение периода эксплуатации внутреннее давление является переменным вследствие частичного расходования запаса воздуха и последующего его пополнения до рабочего уровня. Однако циклическая наработка баллонов при эксплуатации практически отсутствует [17]. Поэтому для реализации усталостного механизма разрушения требуется наличие большого исходного технологического или коррозионного дефекта;
- постоянно возрастающий срок эксплуатации баллонов, часто без проведения полной представительной проверки их надежности испытанием внутренним давлением, в условиях невозможности полного восстановления лакокрасочного покрытия, приводит к повышению вероятности образования коррозионных повреждений;

– в двух случаях разрушения баллонов отмечено значительное превышение регламентируемых НТД прочностных свойств и соответствующее снижение характеристик сопротивления разрушению.

В 2010 г в ЦНИИ КМ «Прометей» выполнялась работа по оценке возможности продления ресурса баллонов ВВД с длительным сроком эксплуатации [17]. Для исследования состояния металла были отобраны баллоны со сроком эксплуатации более 25 лет и обследовано состояние 6 баллонов. Определялись возможность изменения свойств металла как при стандартных испытаниях механических свойств (прочностные и пластические свойства, твердость, температурные зависимости ударной вязкости КСU и КСV), так и при испытаниях по методам механики разрушения: определение характеристик трещиностойкости материала при нагружении на воздухе и в коррозионной среде (3,5% NaCl). Особое внимание к характеристикам трещиностойкости и их связи с прочностью металла было обусловлено результатами проведения двух экспертиз разрушения баллонов.

Результаты исследований баллонов с длительным сроком эксплуатации показали отсутствие влияния времени эксплуатации на механические свойства. В целом, они соответствовали требованиям НТД. Это подтверждает возможность их дальнейшего использования. Однако как при этих исследованиях, так и при продлении ресурса баллонов обращает на себя внимание тот факт, что состояние лакокрасочного покрытия часто крайне неудовлетворительно, наблюдается как равномерная коррозия, так и отдельные язвенные повреждения глубиной до 2-3 мм.

Испытания металла баллонов показали также отсутствие достоверной связи фактических характеристик металла с паспортными данными, записанными на основании испытаний образцов-свидетелей – получено, что отличие прочностных параметров и ударной вязкости может достигать 15% [17]. Учитывая это, более точное представление о фактическом временном сопротивлении дают результаты измерения твердости на самом металле баллона. Для определения корреляции показателя твердости НВ и σ_b были использованы как данные, полученные

непосредственно для материала баллонов, так и результаты, полученные на образцах из используемых сталей, подвергнутых отпуску при различных температурах для варьирования прочности в возможно более широких пределах [134], рисунок 5.5. Математически ожидаемые оценки предела текучести соответствуют формуле:

$$\sigma_B = 2,51 * HB + 237,08 \text{ (коэфф. корреляции } r = 0,96) \quad (5.1)$$

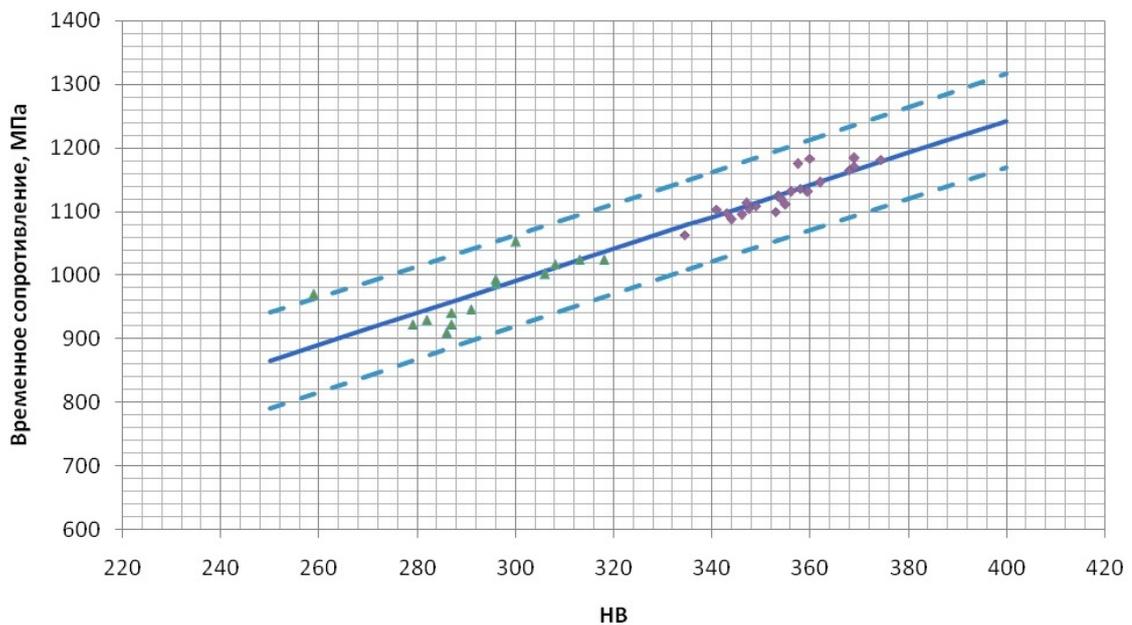


Рисунок 5.5 – Корреляция твердости HB с временным сопротивлением для стали марки 38ХНЗМФА

Очевидна целесообразность внесения в паспортные данные не только механических свойств, полученных на образцах-свидетелях, но и сопоставления твердости образца-свидетеля и баллона.

5.5 Связь прочностных характеристик металла с характеристиками трещиностойкости на воздухе и в коррозионной среде

Для количественного анализа возможных причин разрушений и оценки размеров дефекта, приводящего к разрушению, проводилось определение параметров трещиностойкости при статическом нагружении на воздухе и при нагружении в коррозионной среде.

Для испытаний на трещиностойкость на воздухе изготавливались образцы балочного типа, нагружаемые 3-х точечным изгибом (образцы типа SENB) толщиной 12 – 15 мм. Испытания проводились при комнатной и пониженных температурах (до минус 40°C) в соответствии со стандартом [116]. Они показали следующее:

1. Характер разрушения образцов может быть определен как «квазихрупкий»: материал разрушается за счет стабильного подраста трещины при отсутствии хрупких ее проскоков и участков излома с кристаллическим строением, однако при этом деформационная способность его оказывается крайне низкой, нетипичной для вязкого разрушения низколегированных сталей. Можно предположить, что это связано с преимущественно межзеренным типом разрушения. Типичный пример диаграмм деформирования образца с трещиной представлен на рисунке 5.6.

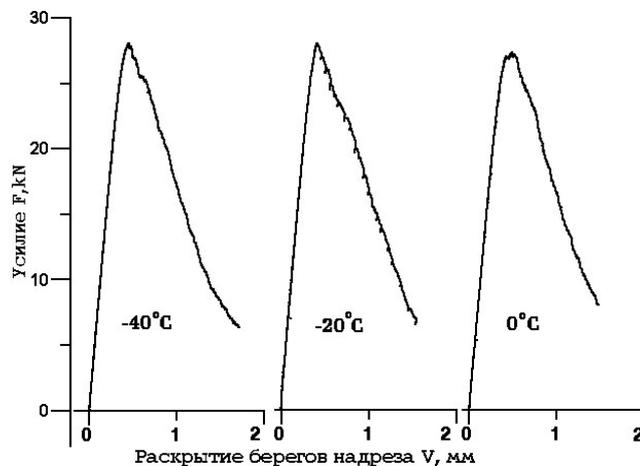


Рисунок 5.6 – Диаграммы деформирования образцов с трещиной

2. Трещиностойкость материала при статическом нагружении все же превышает тот уровень, который позволяет корректно определить критическое значение коэффициента интенсивности напряжений K_{Ic} на стандартных образцах толщиной до 15 мм (общая текучесть образца начинается ранее, чем значимый подрост трещины, обнаруживаемый по падению нагрузки). В этом случае, согласно стандартам на данный вид испытаний, определяемыми параметрами трещиностойкости является величина критического раскрытия трещины CTOD (δ_{cr}) или критическое значение J -интеграла (J_c).

Тогда величина K_{Ic} может быть определена по этим параметрам по известным формулам:

$$(K_{Ic})_J = \sqrt{\frac{J_c E}{(1-\nu^2)}} = \sqrt{\frac{\delta_{cr} \sigma_{02} E}{(1-\nu^2)}}, \quad (5.2)$$

где E – модуль упругости, ν – коэффициент Пуассона.

3. Значения CTOD, определенные по моменту достижения максимума нагрузки, находятся в диапазоне 0,04 – 0,06 мм и практически не зависят от конкретного значения предела текучести испытываемого материала и температуры испытаний в диапазоне 0.....минус 40°C. Однако страгивание трещины в образцах происходит существенно ранее, что показывает изменение податливости образца. Значения CTOD при страгивании трещины оказываются зависящим от прочности материала.

В таблице 5.4 представлены результаты определения расчетной величины $(K_{Ic})_J$, полученные по найденным экспериментально значениям J -интеграла при страгивании трещины (по формуле (2), при допуске на подрост трещины 0,2 мм), а также данные по ударной вязкости KCV для металла баллонов с различным пределом текучести [17, 21, 24]. Первые три строки содержат данные по металлу баллонов с длительным сроком эксплуатации, две последние – по металлу разрушенных баллонов. Все данные получены при температуре 0°C; приведены средние значения для трех образцов, испытанных по каждому виду испытаний.

Таблица 5.4 – Результаты определения трещиностойкости металла баллонов

№	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	$(K_{1c})_J$, МПа $\sqrt{м}$	KCV, Дж/см ²	$(K_{1c})_{KV}$ МПа $\sqrt{м}$
1	1025	138	74.6	155
2	1032	153	83.5	164
3	1112	122	61.2	140
4 («А»)	1180	118	46	122
5 («Б»)	1230	115	30	98

В последнем столбце приведены также результаты оценки величины K_{1c} по величине KCV, выполненные по установленному корреляционному соотношению для высокопрочных сталей, [28]:

$$K_{1c}[\text{МПа}\sqrt{\text{м}}] = 18\sqrt{\text{KCV}[\text{Дж} / \text{см}^2]} \quad (5.3)$$

Получено достаточно удовлетворительное соответствие таких оценок с прямым измерением трещиностойкости.

Известно, что для обеспечения условий предотвращения разрушения конструкций с возможными дефектами материал должен иметь определенный уровень относительной трещиностойкости α , определяемой формулой:

$$\alpha = \frac{1}{t} \left(\frac{K_{1c}}{\sigma_{0,2}} \right)^2, \quad (5.4)$$

где t – толщина элемента конструкции. Из таблицы 5.4 следует, что существует определенная тенденция к снижению величины K_{1c} с увеличением предела текучести; но при этом с увеличением предела текучести величина α снижается еще более резко, поскольку предел текучести входит в знаменатель с показателем степени «2».

Из результатов исследований корреляции предела текучести металла баллонов с его трещиностойкостью вытекает необходимость введения ограничений верхнего значения предела текучести.

5.6 Предложения по корректировке требований к материалу баллонов ВВД по критерию предотвращения развития процесса коррозионного растрескивания под напряжением

По результатам освидетельствования баллонов с длительным сроком эксплуатации для них возможно наличие язвенных повреждений глубиной до 2 – 3 мм. Следует считать, что трещиностойкость в коррозионной среде должна быть достаточной, чтобы протяженный дефект, по крайней мере, глубиной до 5 мм не приводил к началу процесса коррозионного растрескивания при рабочем давлении (размер дефекта следует принять с некоторым запасом, учитывая, что темп развития язвенной коррозии неизвестен). По формуле [18]:

$$K = y\sigma \sqrt{\pi a} \quad (5.5)$$

где a – размер дефекта, σ – напряжение, y – функция, учитывающая форму трещины и конструкцию баллона, равную в данном случае 1,12 [135].

Для действующего при рабочем давлении напряжения 500 МПа это соответствует требованию:

$$K_{Isc} \geq 70 \text{ МПа} \sqrt{\text{м}}$$

Используя связь величины K_{Isc} с параметром отношения разрушающих нагрузок на воздухе и в коррозионной среде β [136], получаем, что этот уровень K_{Isc} обеспечивается при $\beta \geq 0,65$. Данная величина β соответствует пределу текучести не более 1150 МПа (см. рисунок 5.7). О близком значении говорится в работе [94]: сталь с пределом текучести ниже ~ 1110 МПа (113 кг/мм^2), как правило, не склонна к коррозии под напряжением, в то же время стали с большей прочностью могут быть склонны к разрушениям этого вида.

Таким образом, в техническую документацию рекомендовано внесение верхнего ограничения предела текучести до 1128 МПа (115 кгс/мм^2), временного

сопротивления до 1274 МПа (130 кгс/мм²), а также требование по уровню твердости 331-415 НВ, основанное на корреляции (5.1).

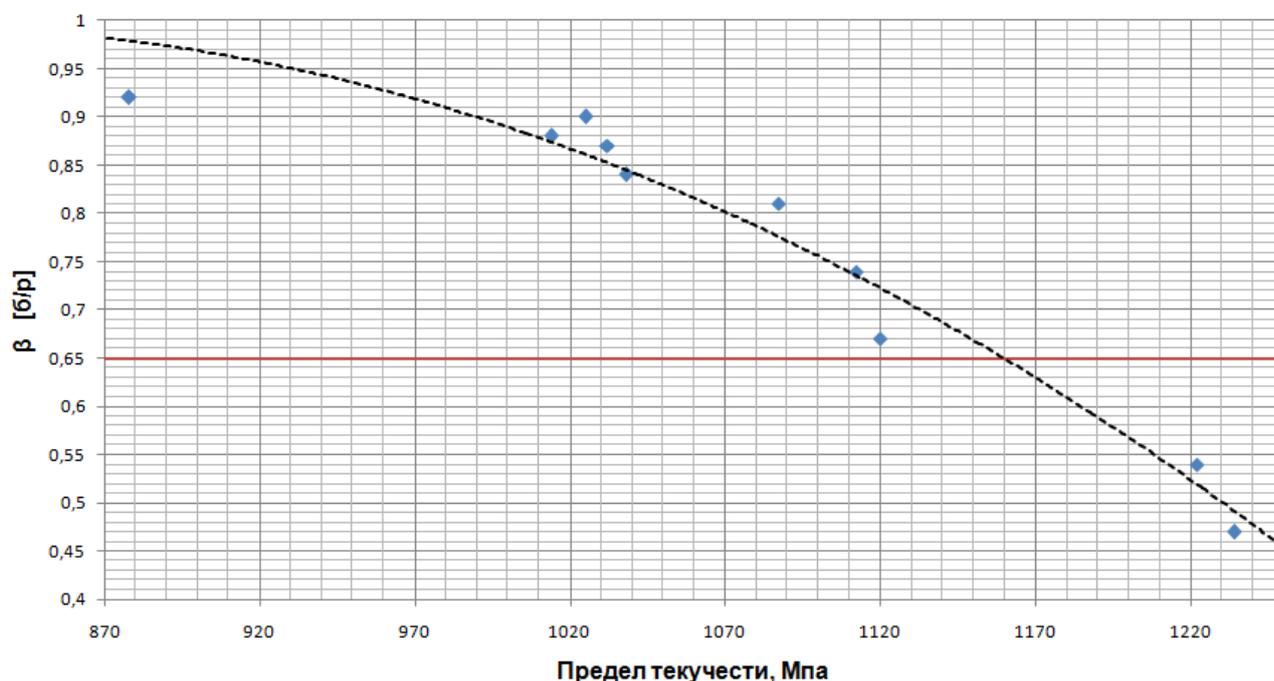


Рисунок 5.7 – Результаты испытаний образцов с трещиной в коррозионной среде, вырезанных из баллонов с различным уровнем прочностных характеристик

В таблице 5.5 представлены результаты испытаний четырех баллонов (№№ 1-4 из таблицы 5.1), произведенных по существующей технологии и баллона, произведенного по усовершенствованной технологии (№ 10 таблицы 5.1). Баллоны № 1 и 3 обладают высокой сопротивляемостью КРН, однако не удовлетворяют требованию НТД по временному сопротивлению. Баллон № 2 удовлетворяет предложенному критерию нечувствительности КРН, но в то же время обладает значением уровня ударной вязкости ниже требования НТД. Баллон № 4 имеет низкую сопротивляемость КРН. Полученные результаты согласуются с известными данными: при увеличении значения предела текучести стали увеличивается склонность к коррозионному растрескиванию под напряжением [94]. Представленные результаты подтверждают необходимость ограничения верхнего значения предела текучести материала с целью предотвращения коррозионного растрескивания в морской воде.

Таблица 5.5 – Результаты определения склонности к КРН металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии

№ / технология изготовления	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	KCU^{+20} , Дж/см ²	β_{cp}
1 / существующая	$\frac{1107-1131}{1125}$	$\frac{1018-1068}{1050}$	$\frac{107,1-125,7}{115,4}$	0,87
2 / существующая	$\frac{1157-1271}{1203}$	$\frac{1080-1203}{1132}$	$\frac{65,6-88,2}{78,0}$	0,74
3 / существующая	$\frac{1089-1105}{1098}$	$\frac{1006-1031}{1019}$	$\frac{95,6-106,0}{100,6}$	0,90
4 / существующая	$\frac{1075-1310}{1212}$	$\frac{976-1215}{1113}$	$\frac{71,9-125,2}{89,9}$	0,52
усовершенствованная	$\frac{1128-1176}{1148}$	$\frac{1009-1058}{1035}$	$\frac{93,1-122,5}{113,8}$	0,86
Требования НТД	≥ 1128	≥ 981	$\geq 68,7$	-

В то же время металл баллона, произведенного по усовершенствованной технологии, не склонен к коррозионному растрескиванию под напряжением как по предложенному критерию $\beta = 0,65$, так и по критерию полной нечувствительности $\beta = 0,85$ и полностью удовлетворяет требованиям НТД.

5.7 Предложения по корректировке требований к материалу баллонов ВВД по критерию предотвращения нестабильного хрупкого разрушения

Известной формулировкой отсутствия хрупких разрушений в конструкции являются определенные требования к относительному параметру трещиностойкости α . Согласно нормам [137], условие предотвращения хрупких разрушений при отсутствии каких-либо дополнительных соображений о размере возможного дефекта имеет вид:

$$\alpha = \frac{1}{t} \left(\frac{K_{1c}}{\sigma_{0,2}} \right)^2 \geq 0,5 \quad (5.6)$$

Близкие к этому оценки были получены в работе [138], в которой описаны результаты испытаний натуральных баллонов подъемом внутреннего давления сжатого воздуха, на которых выполнялись надрезы различной глубины и протяженности. Используемые материалы имели химический состав, близкий к стали 38ХНЗМФА, уровни прочности варьировались изменением режима термической обработки и приводили к различной трещиностойкости. Во всех случаях выполнение условия $\alpha \geq 0,5$ соответствовало образованию локализованных разрывов металла с потерей герметичности, а при меньшей трещиностойкости - приводящих к полному разрушению баллона.

Принимая толщину стенки равную 19 мм (18,9 мм – максимальная толщина стенки баллона вместимостью 400 л, 19,3 – минимальная толщина стенки баллона вместимостью 650 л) и значение максимального предела текучести, полученного из условий предотвращения коррозионного растрескивания, из (5.6) получим:

$$K_{1c} \geq 112 \text{ МПа} \sqrt{\text{м}}$$

Очевидно, что обеспечение требуемой трещиностойкости при сдаточных испытаниях может быть достигнуто лишь с использованием в качестве сдаточной характеристики материала ударной вязкости, определенной на образцах с острым надрезом (KCV). Для оценки требуемого уровня KCV может быть использована корреляция (5.3). Тогда получим:

$$\text{KCV} \geq 38 \text{ Дж/см}^2$$

Данная норма должна относиться к испытанию образцов, вырезанных в тангенциальном (а не в продольном, как это принято в нормативной документации) направлении, и распространяться на наиболее низкую температуру эксплуатации баллонов ВВД – минус 50°С.

5.8 Внедрение результатов корректировки требований

Результаты выполненных исследований демонстрируют, что для обеспечения надежной длительной эксплуатации баллонов ВВД необходимо существенное ужесточение требований к сдаточным характеристикам металла при их производстве. Так, в ряд технических документов были введены:

- верхнее ограничение по пределу текучести (1128 МПа) и временному сопротивлению (1274 МПа);
- контроль ударной вязкости на образцах с острым надрезом при температуре 20 и минус 50°С с нормами $KCV^{+20} \geq 58,8$ Дж/см² и $KCV^{-50} \geq 29,4$ Дж/см² (данный уровень ударной вязкости был принят на первое время для накопления статистики);
- контроль твердости металла баллона и образцов-свидетелей с нормой 331-415 НВ. Для решения проблемы расхождения свойств, полученных на образцах-свидетелях и на самом металле баллона, допустима разница в значениях твердости по длине баллона, а также между баллоном и свидетелем не более 40 единиц НВ.

На основе рекомендаций и ужесточения требований к характеристикам металла баллонов был разработан проект современных технических условий на баллоны стальные вместимостью 400 и 650 литров «Баллоны стальные бесшовные для осушенного и неосушенного воздуха и азота на P_r 39,2 МПа (400 кг/см²).

Рекомендации из настоящей работы внедрены при производстве баллонов ВВД на ОАО «ПНТЗ» и АО «ВМЗ «Красный Октябрь» путем внесения в технологическую и техническую документацию. Так, по состоянию на август 2016 г. по усовершенствованной технологии было изготовлено и поставлено свыше 700 баллонов ВВД.

Выводы по главе 5

1. При сравнении механических характеристик металла баллонов ВВД, произведенных по существующей технологии в различные годы, установлен большой разброс значений уровня ударной вязкости, не коррелирующий с изменением уровня прочностных характеристик. Это является следствием неравномерности структуры металла, свидетельствующей о неоптимальном выборе параметров термомодеформационного воздействия при производстве баллонов.

2. При статистическом анализе механических характеристик произведенных по усовершенствованной технологии 206 баллонов ВВД установлено:

– предел текучести 97% баллонов находится в оптимальном диапазоне, лишь 1 % баллонов имеет превышение требований НТД на 160-200 МПа, в то время как 15 % и 64 % баллонов производства 1987-1991 гг. и 2003 – 2004 гг. соответственно имеют превышение требований НТД на 160-200 МПа;

– только для 2,9 % баллонов значение ударной вязкости KCU^{+20} находится на нижнем уровне, при этом 22,2 и 14,3 % баллонов производства 1987-1991 гг. и 2003 – 2004 гг. соответственно имеют значения ударной вязкости на нижнем уровне. 90,9 % баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, имеют превышение нормативного уровня ударной вязкости KCU^{+20} более 20 Дж/см² (> 29 %), в то время как такое превышение имеют 50,9 % баллонов производства 1987 – 1991 гг. и 46,4 % баллонов производства 2003-2004 гг.;

– значение ударной вязкости KCU^{-50} , находящейся на нижнем уровне требований, имеют 2,9 % баллонов. В тоже время 89,9 % баллонов обладают уровнем ударной вязкости более чем на 20 Дж/см² превосходящим требования нормативной документации.

3. Работа зарождения трещины в металле баллонов, произведенных по существующей технологии, несколько выше, чем у баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, что связано с большим значением прочностных характеристик испытанных образцов. Работа развития трещины металла баллона,

произведенного по усовершенствованной технологии, при всех температурах испытаний значительно превышает значения работы развития трещины в металле баллонов, произведенных по существующей технологии. Сопротивляемость развитию трещины металла баллонов, произведенных по существующей технологии, уже при температуре минус 20°С практически отсутствует, что обуславливает высокую вероятность хрупкого разрушения при отрицательной температуре эксплуатации и резко снижает работоспособность изделия.

4. Установлен критерий нечувствительности к КРН $\beta = 0,65$, достижимый в случае, если предел текучести не превышает 1150 МПа. Показано, что превышение пределом текучести данного значения опасно по причине резкого снижения трещиностойкости при нагрузке на воздухе и коррозионной среде.

5. Металл баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, не склонен к коррозионному растрескиванию под напряжением как по предложенному критерию $\beta = 0,65$, так и по критерию полной нечувствительности $\beta = 0,85$. В то же время в металле баллонов, произведенных по существующей технологии с пределом текучести >1150 МПа, может реализоваться механизм коррозионного растрескивания под напряжением.

6. В результате выполненных исследований предложено существенное ужесточение требований к сдаточным характеристикам металла баллонов ВВД:

- верхнее ограничение по пределу текучести (1128 МПа) и временному сопротивлению (1274 МПа);
- контроль ударной вязкости на образцах с острым надрезом при температуре 20 и минус 50°С с нормами $KCV^{+20} \geq 58,8$ Дж/см² и $KCV^{-50} \geq 38$ Дж/см²;
- контроль твердости металла баллона и образцов-свидетелей с нормой 331-415 НВ. Для решения проблемы расхождения свойств, полученных на образцах-свидетелях и на самом металле баллона, допустима разница в значениях твердости по длине баллона, а также между баллоном и свидетелем не более 40 единиц НВ.

7. Разработанные рекомендации и требования внедрены при производстве баллонов ВВД на АО «ПНТЗ» и АО «ВМЗ «Красный Октябрь» путем внесения в

техническую и технологическую документацию, а также ряд технологических инструкций.

8. Разработан с учетом данных в работе рекомендаций и ужесточения требований к характеристикам металла баллонов проект современных технических условий на баллоны стальные вместимостью 400 и 650 литров «Баллоны стальные бесшовные для осушенного и неосушенного воздуха и азота на P_r 39,2 МПа (400 кг/см²).

ГЛАВА 6. РАЗРАБОТКА ЭКОНОМНОЛЕГИРОВАННОЙ ВЫСОКОПРОЧНОЙ ХЛАДОСТОЙКОЙ СТАЛИ ДЛЯ БАЛЛОНОВ ВВД

Актуальным направлением (глава 1, п.1.5.3) совершенствования технологии производства баллонов ВВД является разработка составов сталей и режимов термической обработки, обеспечивающих эффективное измельчение зерна за счет протекания аустенитно-перлитного превращения и получение оптимальной структуры отпущенного мартенсита с минимальным содержанием продуктов превращения остаточного аустенита после окончательной термообработки.

Увеличение дисперсности структурных составляющих и минимальное количество продуктов превращения остаточного аустенита позволит повысить хладостойкость и сопротивляемость хрупкому разрушению металла баллонов из перспективной стали.

Измельчение размера структурных составляющих на этапе предварительной термообработки (за счет уменьшения устойчивости аустенита при переохлаждении и принципиальной возможности протекания аустенитно-перлитного превращения [2, 50, 99]) и минимальное количество остаточного аустенита (как следствие, уменьшение количества продуктов превращения остаточного аустенита при окончательной термообработке, способствующих снижению уровня ударной вязкости и хладостойкости [9]) достигается главным образом путем уменьшения содержания аустенитообразующих элементов – углерода и никеля.

Возможность аустенитно-перлитного превращения в разработанной стали позволит сократить продолжительность ПТО за счет отсутствия необходимости длительного отпуска (применяемого для стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА) для снижения твердости перед механической обработкой заготовок. Также при снижении содержания никеля и углерода получение заданного высокого комплекса свойств может быть достигнуто путем однократного отпуска после

закалки из-за отсутствия необходимости бороться с охрупчивающим влиянием продуктов превращения остаточного аустенита.

Учитывая современный уровень развития металлургии и оборудования (как производственного, так и исследовательского) и приняв соответствующие меры по усовершенствованию технологии изготовления (как показано выше), можно получить баллоны ВВД с повышенной эксплуатационной надежностью и сниженной себестоимостью.

В данной главе приведены результаты определения критических точек, механических характеристик и исследования микроструктуры и изломов опытных составов высокопрочной хладостойкой стали. Проведено сравнение механических характеристик металла заготовок из опытных составов с механическими характеристиками металла баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, обладающих наилучшим комплексом свойств. Заготовки были изготовлены в условиях ЦНИИ КМ «Прометей» со степенью деформации, соответствующей металлу баллонов.

6.1 Принципы легирования перспективной экономнолегированной высокопрочной хладостойкой стали

При разработке новой марки стали в первую очередь внимание стоит уделить механизмам упрочнения, поскольку от них зависят не только прочностные характеристики металла, но сопротивляемость хрупкому разрушению. При повышении предела текучести эта сопротивляемость уменьшается, но разные механизмы упрочнения оказывают различное охрупчивающее влияние. Это объясняется тем, что степень упрочнения стали определяется увеличением сопротивления пластическому деформированию, которое осуществляется перемещением дефектов кристаллической решетки –

дислокаций. В то же время скопления дислокаций критической плотности (например, у непроницаемых барьеров возникают опасные локальные напряжения) инициируют хрупкие разрушения [139, 140].

Факторы, определяющие уровень прочности стали:

- дислокационное упрочнение;
- фазовое $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение;
- упрочнение твердого раствора элементами внедрения и замещения;
- упрочнение дисперсными частицами;
- зернограничное упрочнение.

Логично разрабатывать схему легирования, которая обеспечит требуемый уровень прочности за счет механизма упрочнения, вызывающего охрупчивание стали в наименьшей степени. Таким механизмом является зернограничное упрочнение [69, 140, 141]. Помимо этого, значительным измельчением зерна можно нивелировать эффект охрупчивания за счет других механизмов и достичь высокой прочности стали, при уменьшении склонности к хрупким разрушениям.

Наименьшее охрупчивание по сравнению с другими «охрупчивающими» механизмами упрочнения вызывает дисперсионное упрочнение [85], которое протекает при отпуске в сталях, легированных сильными карбидообразующими элементами: хромом, молибденом, вольфрамом, ванадием, ниобием, титаном, а также в сталях, в которых упрочняющими фазами являются нитриды и интерметаллиды. Дисперсные карбиды повышают прочностные характеристики и твердость стали, так как являются эффективными препятствиями на пути движения дислокаций [142].

При образовании в процессе отпуска дисперсных частиц может наблюдаться явление вторичного твердения (дисперсионное твердение) и замедление разупрочнения. Однако эффективность данного явления зависит от структуры и, соответственно, легирования стали [143]. Так, при отпуске выше 450-500°C вторичное твердение не может возникать в стали с высоким содержанием углерода и низким содержанием хрома, молибдена, вольфрама и

ванадия. В этих условиях в матрице резко снижается содержание углерода вследствие образования большого количества карбидов [37].

Для максимального эффекта проявления вторичного твердения исходная структура должна представлять собой мартенсит закалки. Мартенсит определяет уровень прочности, в нем развиваются процессы атомных перестроек, которые создают предпосылки для развития вторичного твердения при отпуске [144].

В объемно-центрированной кубической решетке известны только две моды пластической деформации (скольжение и двойникование), которые позволяют разделить все многообразие мартенситных структур на две группы: дислокационный и двойниковый мартенсит. Формирование структуры дислокационного или двойникового мартенсита зависит от температуры начала мартенситного превращения [27].

Стали Cr-Ni-Mo-V композиции с пониженным содержанием углерода и влиянием эффекта вторичного твердения известны давно. Например, отечественные типа 12ХНЗМФА, АБ-2 и американские стали НУ-130/НУ-150 [144, 145]. Такие стали (в частности НУ-130/НУ-150) с пределом текучести 90 - 105 кгс/мм², обладают при высокой прочности высокой пластичностью, ударной вязкостью, сопротивлению хрупким разрушениям и коррозионной стойкостью. В таблице 6.1 приведен химический состав данных сталей [144-146].

Таблица 6.1 – Химический состав стали марок НУ-100, НУ-130, НУ-150

Сталь	С	Si	Mn	Ni	Cr	V	Mo	S	P
НУ-100	0,10	0,15	0,10	2,75	1,35	≤0,03	0,20	≤0,020	≤0,015
	0,20	0,35	0,45	3,50	1,80		0,60		
НУ-130	≤ 0,12	0,20	0,60	4,75	0,40-	0,05-	0,30-	≤0,010	≤0,010
		0,35	0,90	5,25	0,70		0,65		
НУ-150	0,16	-	0,40	3,50	1,20	0,07	0,30	≤0,010	≤0,010
	0,20		0,60	4,00	1,70		0,12		

Явно выраженного пика вторичного твердения у сталей НУ-130/НУ-150 не наблюдается, но согласно [144] эти стали можно отнести к первой группе вторичнотвердеющих сталей – со скрытым пиком твердения. Такие стали отличаются повышенной отпускостойчивостью за счет легирования молибденом и ванадием.

Согласно работе [147] оптимальное значение пластичности, вязкости, сопротивляемости хрупкому разрушению при обеспечении высоких прочностных характеристик достигается при содержании в стали Cr-Ni-Mo-V композиции углерода не более 0,25 %.

Повышение содержания углерода наиболее сильно понижает точки начала и окончания мартенситного превращения M_n и M_k [69], что способствует получению при закалке большего количества остаточного аустенита, способного претерпевать превращение при отпуске, снижая вязкость стали в зависимости от продуктов его превращения.

Как уже было отмечено, оптимальной структурой, сочетающей высокую прочность и сопротивляемость хрупкому разрушению, является отпущенный мартенсит с минимальным содержанием нижнего бейнита. Получение такой структуры обуславливает требование сквозной прокаливаемости для заданного сечения.

Несмотря на то, что никель является единственным элементом, интенсивно снижающим порог хладноломкости, уменьшая тем самым склонность стали к хрупким разрушениям, повышающим прочность и значительно увеличивающим прокаливаемость стали [69, 82], его содержание свыше 2,5 % в случае изделий типа баллонов ВВД следует рассматривать как влияющее отрицательно. Это объясняется следующим:

- при повышении содержания никеля увеличивается устойчивость переохлажденного аустенита, что делает невозможным превращение его в феррито-перлитную смесь, т.е. становится невозможным измельчение зерна на этапе ПТО за счет аустенитно-перлитного превращения [2]. Из-за отсутствия $A \rightarrow P$ превращения также снижается эффективность ПФО [74];

- повышение содержания никеля обуславливает увеличение доли остаточного аустенита после закалки, т.к. температура начала мартенситного и промежуточного превращения снижается и увеличивается устойчивость аустенита с повышением содержания никеля [69];

- при отпуске никель снижает отпускостойчивость стали, ускоряя коагуляцию карбидной фазы [69, 80];

- ко всему прочему никель является дорогим легирующим элементом.

Аналогичное никелю влияние на увеличение металлической составляющей межзатомной связи и ослабление охрупчивания стали [92] оказывает медь, однако ее растворимость в α -железе весьма незначительна, поэтому ее содержание не должно превышать пределов растворимости при данном содержании никеля, который повышает растворимость меди [36]. То есть, при тенденции снижения содержания никеля рассматривать медь как легирующий элемент нецелесообразно.

Оптимизацию по легированию стали необходимо проводить с учетом склонности стали к отпускной хрупкости. Снижение склонности к отпускной хрупкости можно достичь легированием молибденом в количестве 0,3-0,6 %. Также молибден эффективно повышает прочностные характеристики стали за счет явления вторичного твердения

Интенсивность вторичного твердения можно повысить, увеличив структурное несоответствие между матрицей и выделившимся карбидом (увеличением параметра решетки карбида и уменьшением параметра решетки матрицы). Так, в карбиде Mo_2C могут растворяться хром и ванадий. Атомный радиус хрома меньше, чем молибдена, и поэтому он уменьшает параметр решетки карбида Mo_2C , то есть хром снижает эффект вторичного твердения, кроме того, он уменьшает стабильность Mo_2C . С одной стороны, присутствие хрома нежелательно, с другой – он крайне необходим для обеспечения прокаливаемости. Особенно сильно хром увеличивает прокаливаемость в сочетании с никелем и молибденом, а также хром способствует задержке превращения аустенита в промежуточном интервале и снижает критические

скорости охлаждения в этой области, что уменьшает вероятность появления верхнего бейнита и позволяет получить мартенситно-бейнитную структуру в широком интервале скоростей охлаждения [148, 149]. Помимо этого содержание хрома не более 1% исключает образование карбидов типа $Me_{23}C_6$, снижающих сопротивляемость стали хрупким разрушениям [150].

Ванадий увеличивает параметр решетки карбида Mo_2C и стабилизирует его, повышая устойчивость против отпуска. Однако вследствие образования труднорастворимых при закалке карбидов и связанной с этим необходимости повышения температуры аустенизации присутствие ванадия следует ограничить в количестве не более 0,5% [69].

Для достижения максимальной эффективности влияния карбидообразующих элементов следует руководствоваться следующим принципом: содержание легирующих элементов и их влияние на температуру аустенизации должно быть таково, чтобы в раствор при закалке переходила упрочняющая фаза в количестве, достаточном для последующего вторичного твердения, а нерастворенной оставалось количество упрочняющей фазы, достаточное для эффективного торможения роста зерна при нагреве.

Исходя из перечисленных данных по влиянию легирующих элементов, перспективная сталь должна содержать $< 0,25\% C$, $1,15-1,70\% Cr + Mo$, $1,80-3,40\% Ni + Mn$, $< 0,50\% V$ [99]. Такая композиция позволит избежать получения структур феррито-перлитного типа при закалке в масло, гарантируя превращение аустенита в мартенситной области с получением структуры дислокационного реечного мартенсита. При этом во время ПТО при отжиге возможно превращение аустенита в феррито-перлитную смесь, что позволит измельчить зерно и устранить проявление структурной наследственности.

Таким образом, наилучшую комбинацию высоких прочностных характеристик и высокую хладостойкость обеспечит измельчение эффективного размера зерна и превращение аустенита в низкотемпературной области [41], а также эффект вторичного твердения при высоком отпуске после закалки за счет развития процессов карбидообразования.

Разумеется, гарантией высокой вязкости, пластичности и сопротивляемости хрупкому разрушению является чистота стали по неметаллическим включениям. Также большое значение для повышения сопротивления отпускной хрупкости имеет ограничение содержания примесей: фосфора и легкоплавких металлов – сурьмы, висмута, олова, свинца.

6.2 Составы опытных сталей и построение ТКД

Разрабатываемые стали с пониженным содержанием углерода и никеля обозначены как 20ХНМФА, 25ХНМФА, 20ХН2МФА и 25ХН2МФА; в таблице 2.2 (глава 2) представлен их состав.

Опытные стали выплавлялись в индукционной печи емкостью 40 кг в лабораторных условиях НПЭК ЦНИИ КМ «Прометей». Слитки ковались на паровоздушном молоте (3.0тн), далее полученные поковки прокатывались на прокатном стане 600 со степенью деформации, идентичной степени деформации трубной заготовки баллона ВВД.

Для определения критических точек превращения аустенита при нагреве и охлаждении стали проводились дилатометрические исследования образцов с помощью дилатометра DIL 805A/D и DIL 402C. На основе результатов дилатометрических исследований построены термокинетические диаграммы превращения переохлажденного аустенита, которые представлены на рис. 6.1-6.4.

Сравнивая представленные на рис. 6.1-6-4 термокинетические диаграммы опытных сталей, видно, что с увеличением в стали никеля область перлитного превращения сдвигается вправо. В то же время, сравнивая полученные ТКД с ТКД стали типа 35ХН3МФА (глава 3, рисунки 3.5 и 3.6), хорошо заметно, что аустенито-перлитное превращение в опытных составах стали может быть достигнуто при реализуемых на практике скоростях охлаждения или при не длительной изотермической выдержке.

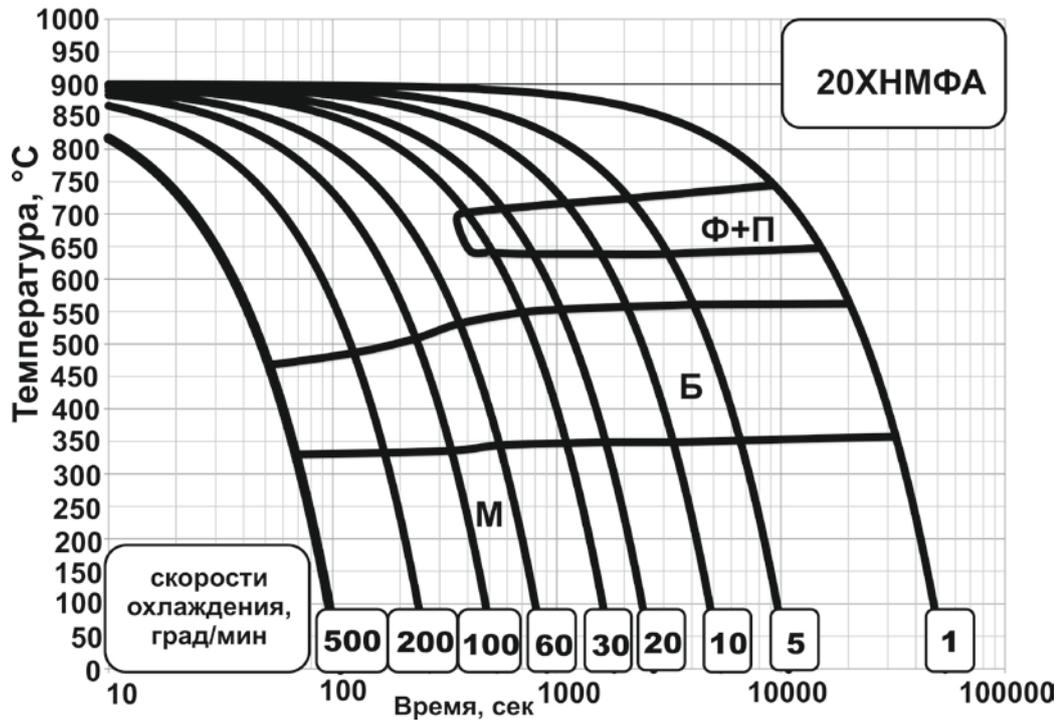


Рисунок 6.1 – Термокинетическая диаграмма превращения аустенита в стали
20ХНМФА

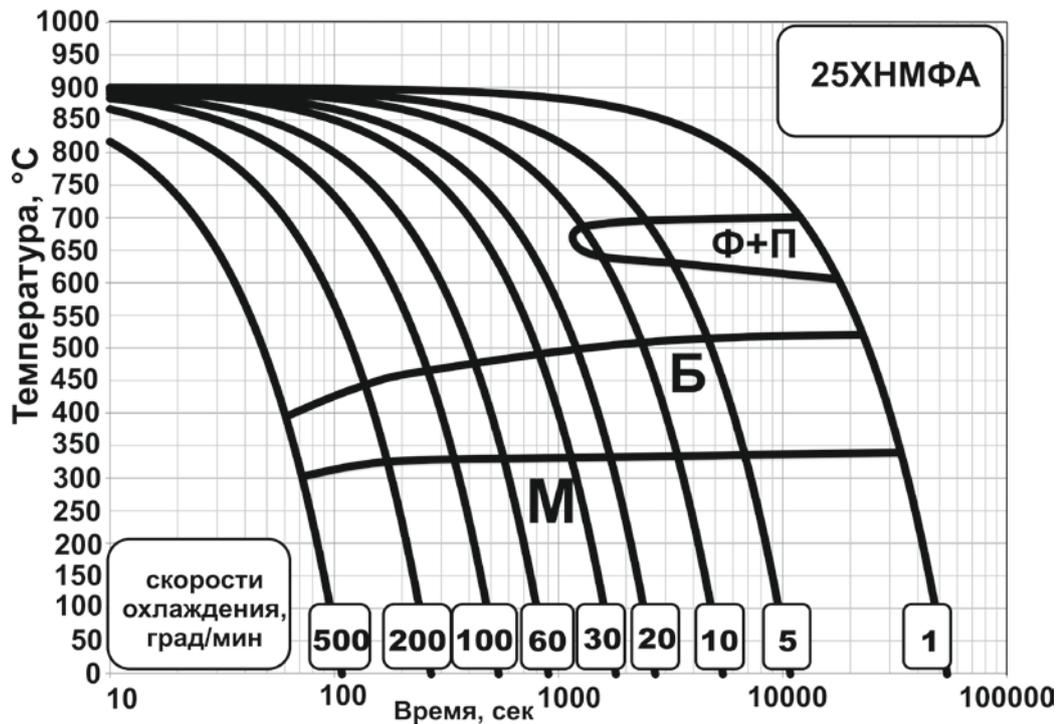


Рисунок 6.2 – Термокинетическая диаграмма превращения аустенита в стали
25ХНМФА

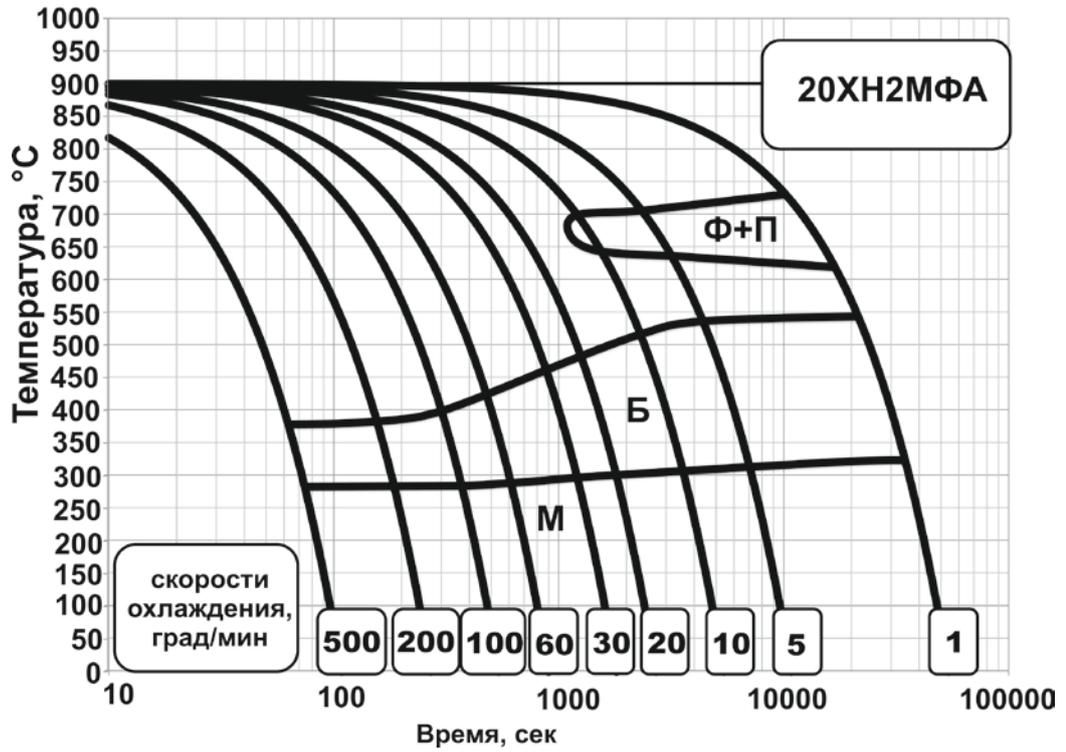


Рисунок 6.3 – Термокинетическая диаграмма превращения аустенита в стали 20ХН2МФА

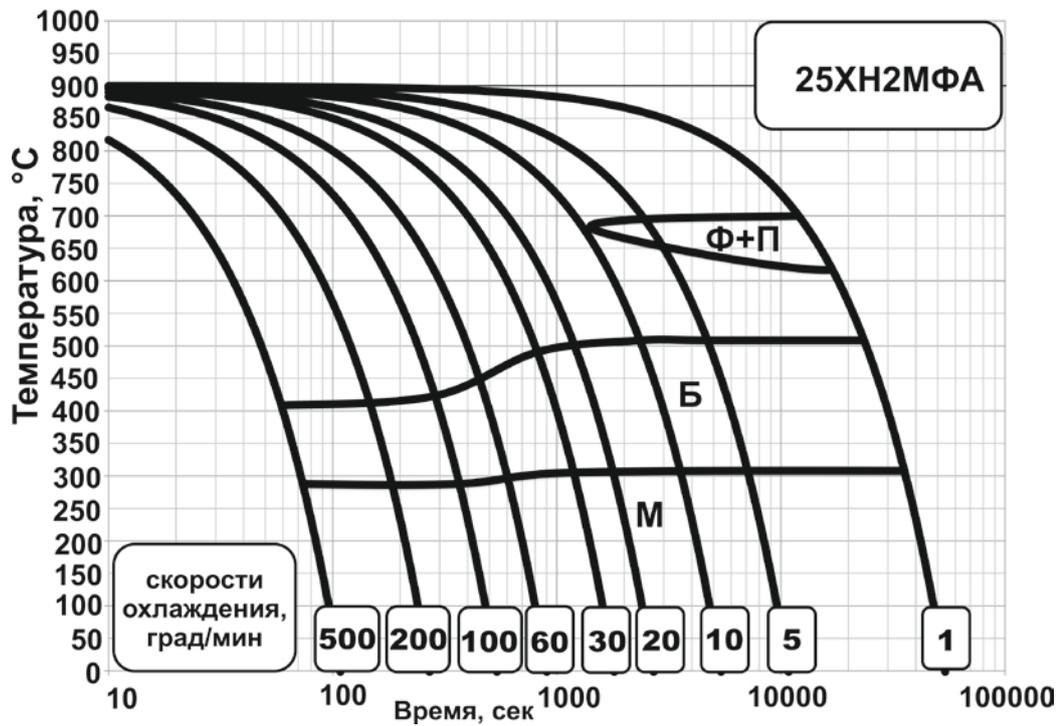


Рисунок 6.4 – Термокинетическая диаграмма превращения аустенита в стали 25ХН2МФА

6.3 Режимы предварительной и окончательной термообработки опытных составов стали

В главе 1 было отмечено, что согласно литературным данным [2, 4] наиболее эффективным способом измельчения исходного крупного аустенитного зерна в стали Cr-Ni-Mo-V композиции является ферритно-перлитное превращение на этапе предварительной термической обработки. В таком случае каждое аустенитное зерно разбивается на множество феррито-перлитных колоний, каждая из которых при последующей окончательной термической обработке становится структурным элементом мартенсито-бейнитной структуры.

На основании [50, 64], а также учитывая возможность протекания диффузионного превращения в опытных сталях Cr-2Ni-Mo-V композиции (рис. 6.1-6.4), с целью измельчения размера структурных составляющих заготовок в качестве предварительной термообработки был применен отжиг при температуре выше A_{c3} на 150-180°C с последующим замедленным охлаждением и высоким отпуском (рисунок 6.5).

На получаемую в итоге структуру влияют два ключевых механизма, отсутствующие в стали типа 35ХНЗМФА:

1) После окончания деформации без охлаждения на этапе копежа (1) или изотермической выдержке при температуре порядка 650°C происходит диффузионное превращение аустенита, т.е. происходит частичная разбивка первичного аустенитного зерна;

2) Во время выдержки в интервале температур диффузионного превращения (7) происходит аустенитно-перлитное превращение, способствующее измельчению структурных составляющих, и удалению водорода или его более равномерного распределения.

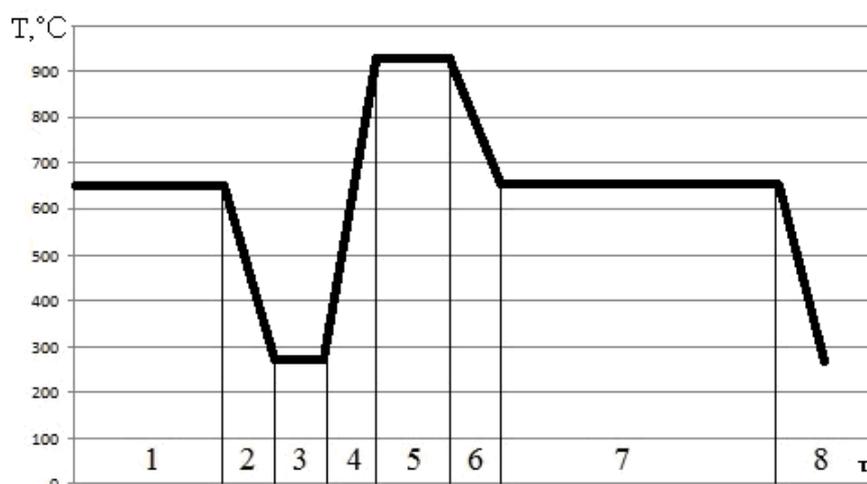


Рисунок 6.5 – Схема предварительной термообработки заготовок из стали опытных составов. 1 – этап копежа; 2, 8 – замедленное охлаждение на выдвинутой подине; 3 – переохлаждение до температуры 250-300°C; 4 – нагрев до интервала температуры рекристаллизации; 5 – выдержка в аустенитной области в диапазоне температуры рекристаллизации; 6 – замедленное охлаждение; 7 – выдержка в диапазоне диффузионного превращения

Остальные этапы соответствуют аналогичным этапам при предварительной термообработке заготовок из стали типа 35ХНЗМФА:

- замедленное охлаждение (2, 8) и выдержка (3) при температуре 250-300°C для дегазации по водороду;
- рекристаллизация первичного аустенитного зерна (5);

Также стоит отметить, что в отличие от стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА после нагрева до интервала температур рекристаллизации отсутствует необходимость замедленного охлаждения с целью получения бейнитной структуры и последующего ее отпуска для снижения твердости перед механической обработкой. Это упрощает предварительную термообработку, а также позволяет снизить затраты на нее.

По результатам определения критических точек опытных сталей и построения ТКД были назначены режимы окончательной термообработки, представленные в таблице 6.2.

Таблица 6.2 – Режимы окончательной термообработки опытных составов стали

Маркировка	Режим термообработки
20ХНМФА	Закалка 900-920°С 1ч, вода Отпуск 580-590°С 3 ч, воздух
25ХНМФА	Закалка 880-900°С 1ч, масло Отпуск 570-580°С 3 ч, воздух
20ХН2МФА	Закалка 850-870°С 1ч, вода Отпуск 580-590°С 3 ч, воздух
25ХН2МФА	Закалка 850-870°С 1ч, масло Отпуск 580-590°С 3 ч, воздух

6.4 Определение механических характеристик перспективных сталей

Результаты определения механических характеристик металла образцов, вырезанных в продольном направлении, приведены в таблице 6.3. Анализируя и сравнивая полученные результаты с результатами испытания образцов, вырезанных из баллона ВВД, изготовленного по усовершенствованной технологии (таблица 5.1 , глава 5), можно заключить:

- металл всех опытных составов обеспечивает требуемый НТД уровень прочностных характеристик, пластичности и твердости и с запасом превосходит требуемый уровень ударной вязкости;
- металл образцов из стали 20ХНМФА с самым низким содержанием углерода и никеля обладает наименьшим уровнем ударной вязкости среди опытных составов и в то же время значительно уступает по уровню ударной вязкости KCV^{50} металлу баллона из стали марки 35ХНЗМФА (уровень ударной вязкости KCV^{+20} сопоставим);

Таблица 6.3 – Механические свойства стали опытных составов

Состав	Режим т.о.	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	Ψ , %	КСУ ⁺²⁰ , Дж/см ²	КСV ⁺²⁰ , Дж/см ²	КСV ⁻⁵⁰ , Дж/см ²	НВ
20ХНМФА	З. 900-920°С О. 580-590°С	<u>1139-1194</u> 1159	<u>1015-1125</u> 1081	<u>11,8-15,3</u> 13,2	<u>49,9-66,3</u> 62,1	-	<u>80,0-127,4</u> 104,1	<u>55,0-63,7</u> 58,8	<u>337-360</u> 350
25ХНМФА	З. 880-900°С О. 570-580°С	<u>1157-1198</u> 1184	<u>1091-1138</u> 1123	<u>11,0-14,0</u> 13,0	<u>60,1-63,5</u> 61,8	<u>106,9-112,8</u> 109,7	-	<u>59,4-69,0</u> 64,5	<u>357-371</u> 365
20ХН2МФА	З. 850-870°С О. 580-590°С	<u>1137-1171</u> 1152	<u>1077-1111</u> 1087	<u>12,3-16,8</u> 14,3	<u>65,4-68,9</u> 67,1	-	<u>101,6-126,3</u> 116,2	<u>90,9-106,7</u> 98,6	<u>340-368</u> 355
25ХН2МФА	З. 850-870°С О. 580-590°С	<u>1128-1204</u> 1154	<u>986-1134</u> 1083	<u>12,7-15,5</u> 14,2	<u>60,0-65,1</u> 62,9	<u>115,6-130,9</u> 122,8	-	<u>83,7-91,8</u> 87,8	<u>333-374</u> 359
35ХНЗМФА (усов. техн.)	З. 840-860°С О. 600-610°С О. 610-620°С	<u>1128-1176</u> 1148	<u>1009-1058</u> 1035	<u>16,0-18,5</u> 17,0	<u>55,0-62,0</u> 58,0	<u>93,1-122,5</u> 113,8	<u>87,2-129,4</u> 101,8	<u>65,7-92,1</u> 79,2	<u>331-352</u> 341
Требования НТД		1128-1275	981-1128	11	-	68,7	-	-	331-415
ПРИМЕЧАНИЯ:	1. В числителе приведен диапазон изменения, в знаменателе – среднее значение.								
	2. Результаты получены при испытании не менее 6 образцов по каждому виду испытаний.								
	3. Определение механических характеристик осуществлялось на образцах, вырезанных параллельно оси прокатки.								

– металл образцов из стали 25ХНМФА незначительно превосходит металл образцов из стали 20ХНМФА по уровню прочностных характеристик, что связано с большим содержанием углерода и меньшей температурой отпуска, а также по уровню ударной вязкости, что объясняется большим содержанием никеля в стали. Однако значительно уступает по уровню ударной вязкости KCV^{-50} металлу баллона из стали марки 35ХНЗМФА, уровень ударной вязкости KCV^{+20} сопоставим. Более низкое значение KCV^{-50} , по-видимому, связано со значительно меньшим содержанием никеля относительно стали марки 38ХНЗМФА, который является главным элементом, повышающим хладостойкость стали;

– металл образцов из стали 20ХН2МФА значительно превосходит металл образцов из стали 20ХНМФА и 25ХНМФА по уровню ударной вязкости KCV^{-50} , что явно связано с большим содержанием никеля относительно стали 20ХНМФА. В тоже время металл образцов из стали 20ХН2МФА превосходит по уровню ударной вязкости KCV^{+20} KCV^{-50} и металл баллона из стали марки 35ХНЗМФА. Особо стоит отметить тот факт, что высокий уровень ударной вязкости стали 20ХН2МФА достигается после проведения закалки и однократного отпуска, в то время как для стали 35ХНЗМФА необходим двукратный отпуск после закалки;

– сталь 25ХН2МФА содержит большее количество углерода и меньше – никеля относительно стали 20ХН2МФА вследствие чего обладает меньшим уровнем ударной вязкости, но при этом превосходит по уровню ударной вязкости KCV^{+20} и KCV^{-50} сталь 35ХНЗМФА. Как и в предыдущем случае, высокие показатели ударной вязкости достигаются после проведения закалки и однократного отпуска.

По результатам определения параметра KCV были построены кривые зависимости уровня ударной вязкости от температуры и проведено сравнение хладостойкости металла баллона из стали марки 35ХНЗМФА и двух наиболее перспективных сталей 20ХН2МФА и 25ХН2МФА (рисунок 6.6). Видно, что разработанные стали с запасом превосходят по хладостойкости сталь марки 35ХНЗМФА.

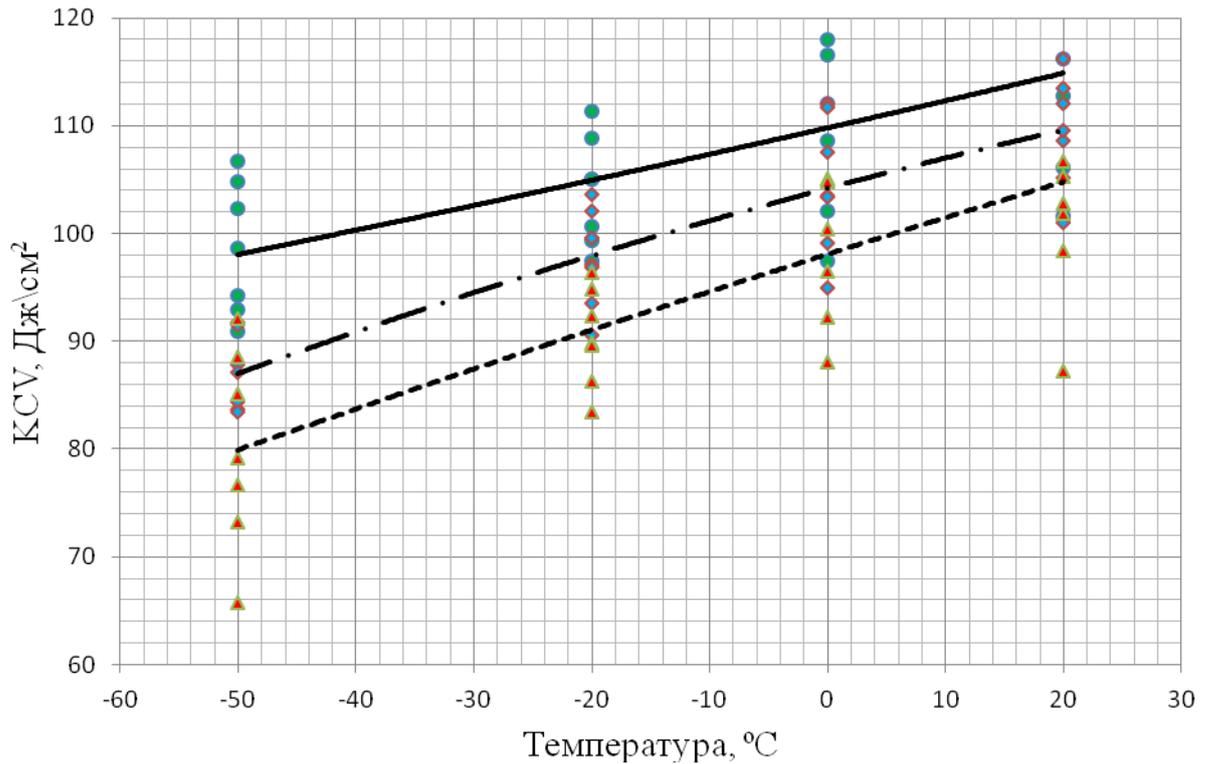


Рисунок 6.6 – Зависимость значений ударной вязкости стали 20ХН2МФА (—), 25ХН2МФА (---), 35ХН3МФА (-·-·-) от температуры испытаний

Таким образом, исходя из полученных результатов сравнения механических характеристик металла баллонов ВВД и металла образцов из опытных сталей можно констатировать, что металл образцов из перспективной стали типа 20ХН2МФА/25ХН2МФА при обеспечении требуемых характеристик прочности и пластичности превосходит по уровню ударной вязкости металл баллонов из стали типа 35ХН3МФА, произведенных по усовершенствованной технологии. При этом опытная сталь содержит меньшее количество никеля и углерода, а высокий уровень свойств достигается после проведения закалки и однократного отпуска.

6.5 Исследование структуры металла заготовок из опытных сталей

Микроструктура образцов из стали опытных составов (рисунок 6.7) практически идентична и представляет собой мелкодисперсный отпускаемый мартенсит, размер пакетов соответствует номеру G10 по ГОСТ 5639.

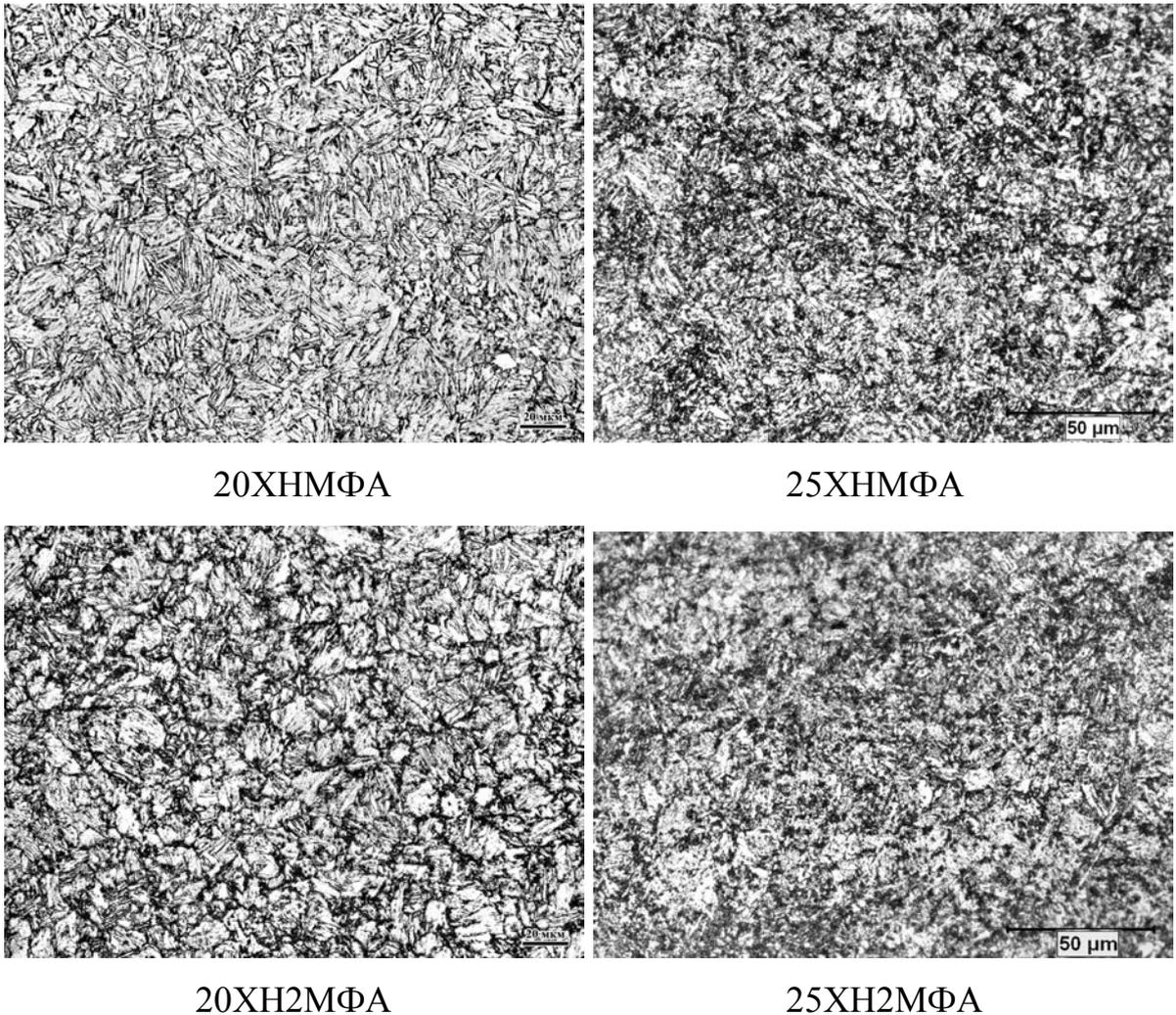


Рисунок 6.7. Микроструктура образцов из разработанных сталей.

На рисунке 6.8 для сравнения представлена структура металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии, из стали марок 38XH3MΦA и 35XH3MΦA. Структура металла баллона, произведенного по существующей технологии, представляет собой отпускаемый мартенсит с размером структурных составляющих, соответствующих номеру G8 по ГОСТ

5639. Структура металла баллона, произведенного по усовершенствованной технологии, также представляет собой отпускаемый мартенсит с размером пакетов, соответствующих номеру G9 по ГОСТ 5639.

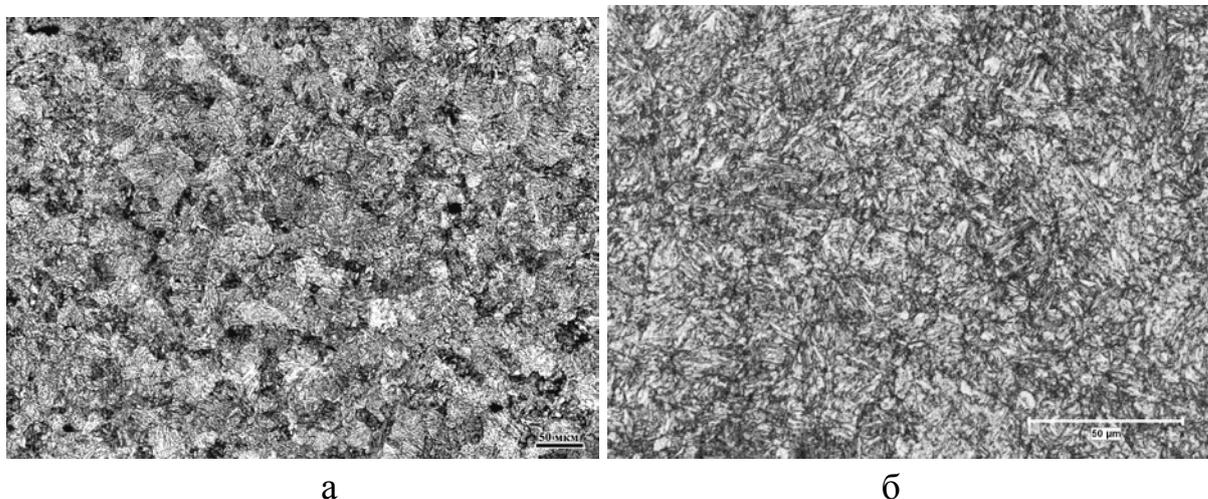


Рисунок 6.8. Микроструктура: а – металла баллона, произведенного по существующей технологии, из стали марки 38ХНЗМФА; б – металла баллона, произведенного по усовершенствованной технологии, из стали марки 35ХНЗМФА.

Фрактографическое исследование изломов образцов, испытанных на ударный изгиб показало:

– изломы образцов всех опытных сталей, испытанных при температуре 20°C, имеют одинаковый характер вязкого разрушения, которое, в основном, проходит по зерну (рисунок 6.9);

– изломы образцов всех опытных сталей, испытанных при температуре минус 50°C (рисунок 6.10), можно охарактеризовать как смешанные или квазихрупкие – разрушение проходит как по границам зерен, так и по зерну, помимо вязких участков присутствуют фасетки квазискола. На рисунке 6.10 б особенно хорошо видна фасетка квазискола на границе зерна. На рисунке 6.10 в видны трещины деформационной природы, расположенные под углом порядка 45° относительно зерна. Причиной раскрытия данных трещин, по-видимому, являются цепочки неметаллических включений;

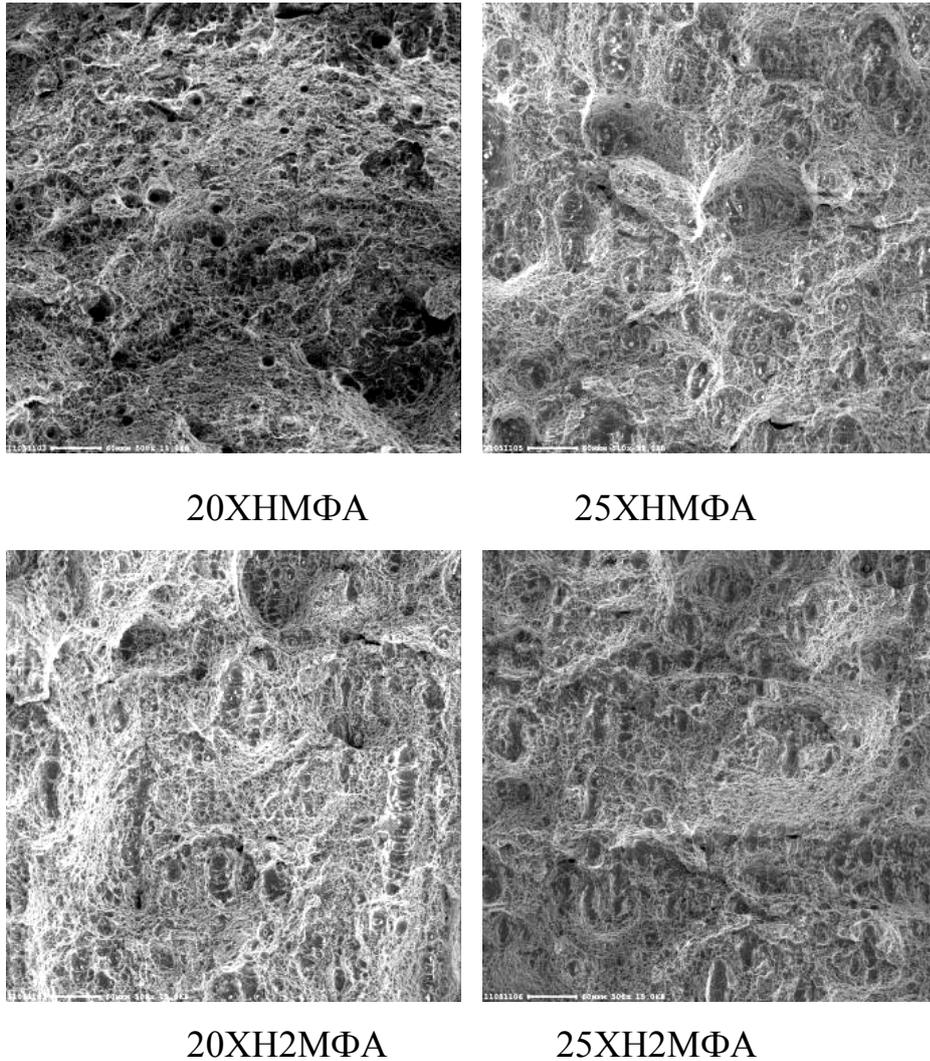


Рисунок 6.9 – Изломы образцов из опытных сталей, испытанных при температуре 20°C, x500

– излом образца из стали марки 35ХН3МФА при температуре испытания 20°C имеет вязкий характер разрушения (рисунок 6.11а), излом образца из стали марки 35ХН3МФА, испытанного при температуре минус 50°C, как и в случае опытных сталей, можно охарактеризовать как квазихрупкий с разрушением как по границам зерен, так и по зернам (рисунок 6.11б).

По результатам фрактографического исследования образцов можно сделать вывод о том, что разработанные стали во всем диапазоне температур испытаний имеют идентичные стали 35ХН3МФА изломы. При этом по результатам металлографического исследования структуры образцов видно, что разработанные стали имеют меньший размер структурных составляющих.

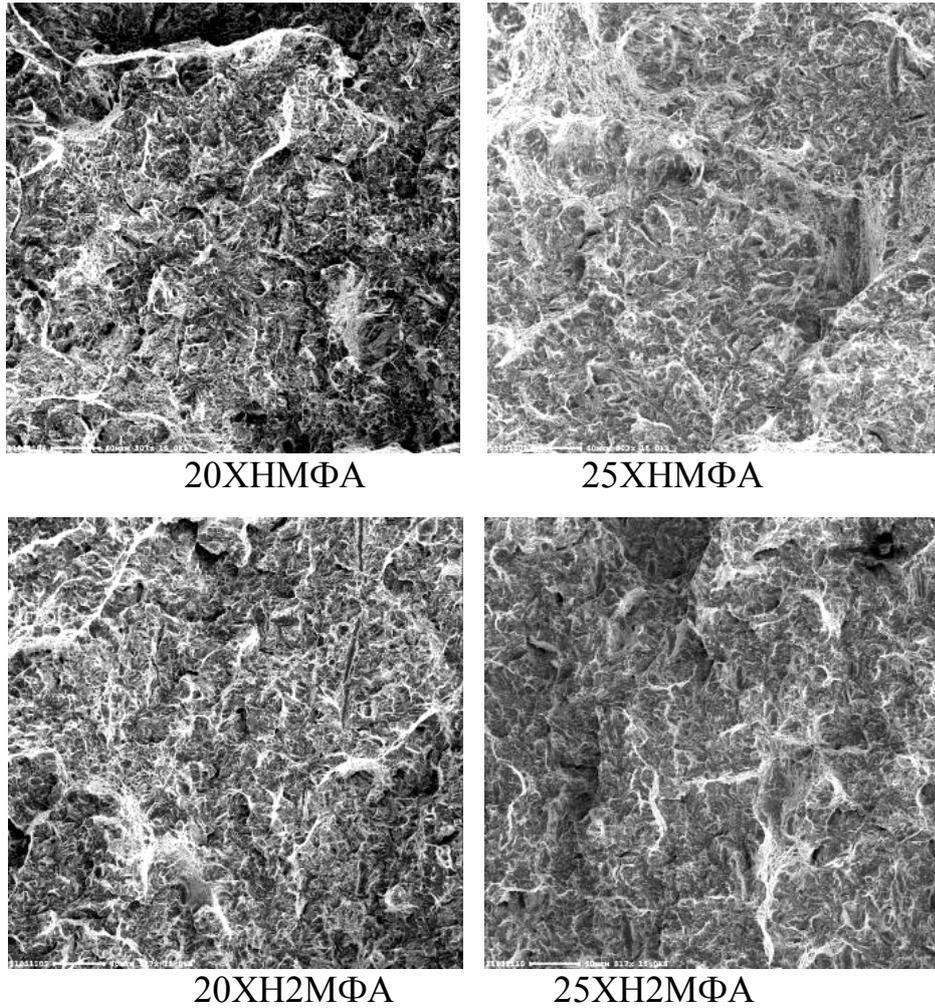


Рисунок 6.10 – Изломы образцов из опытных сталей, испытанных при температуре минус 50°C, x500

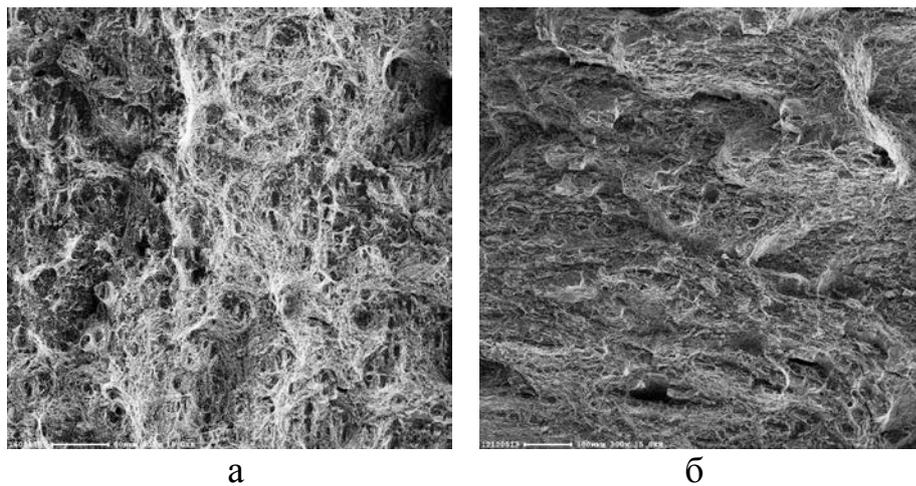


Рисунок 6.11 – Изломы образцов из стали 35ХН3МФА, испытанных при температуре: а – 20°C ;б – минус 50°C, x300

Таким образом, опытные стали с содержанием никеля 2,30-2,80 % превосходят по уровню ударной вязкости во всем диапазоне температур испытаний применяемые в настоящее время стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА за счет большей дисперсности структурных составляющих. Опытные стали с содержанием никеля 1,50-2,00 % обладают уровнем ударной вязкости при комнатной температуре, сопоставимым со сталью 35ХНЗМФА. При минимальной температуре испытания – минус 50°С их уровень ударной вязкости уступает на 10-30% уровню ударной вязкости стали 35ХНЗМФА, что объясняется низким содержанием никеля – главного элемента, повышающего хладостойкость.

6.6 Определение количества остаточного аустенита в перспективных сталях

Определение количества остаточного аустенита проводили на образцах из стали составов 20ХН2МФА и 25ХН2МФА после закалки, обладающих наилучшим комплексом свойств и содержащих наибольшее количество аустенитообразующих элементов среди разработанных сталей. Исследование проводили с помощью рентгеноструктурного фазового и EBSD анализа.

В таблице 6.4 представлены результаты определения количества остаточного аустенита. На рисунке 6.12 приведены карты EBSD анализа.

Таблица 6.4 – Количество остаточного аустенита в перспективных сталях

Состав	Режим термообработки	Кол-во остаточного аустенита, %		
		Рентгенострукт. анализ		EBSD
		ASTM	RIR	
20ХН2МФА	Закалка 850-870°С	0,0	0,0	0,13
25ХН2МФА	Закалка 850-870°С	0,7	0,7	0,14

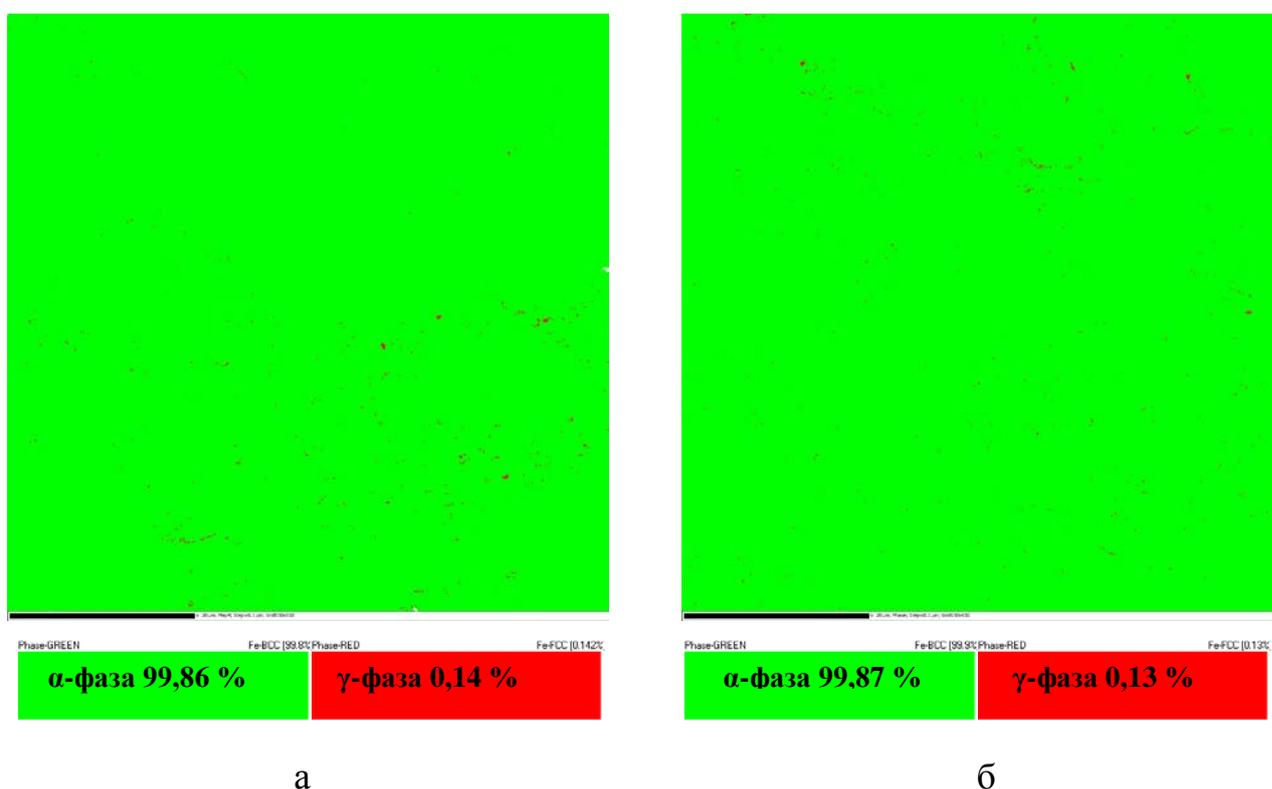


Рисунок 6.12. Распределение остаточного аустенита (красные точки) в структуре после закалки стали состава: а – 25ХН2МФА; б – 20ХН2МФА.

Установлено, что наиболее перспективные разработанные стали содержат <1% остаточного аустенита после закалки. По причине низкого содержания остаточного аустенита определение его количества после закалки и отпуска не проводили.

По результатам определения количества остаточного аустенита после закалки можно утверждать, что влияние продуктов его превращения на механические и эксплуатационные характеристики минимально.

Выводы по главе 6

1. Разработанные составы стали полностью удовлетворяют требованиям технических условий к металлу баллонов ВВД, а также требованиям и рекомендациям, изложенным в главе 5.

2. Снижение содержания никеля в опытных сталях позволяет получить диффузионное феррито-перлитное превращение на этапе предварительной термической обработки, что способствует измельчению структурных составляющих при термообработке по сравнению с металлом баллонов из стали типа 35ХНЗМФА, произведенных по усовершенствованной технологии.

3. За счет эффективного измельчения структурных составляющих в процессе ПТО достигается требуемый уровень прочностных свойств и высокий уровень ударной вязкости в диапазоне температур эксплуатации баллонов ВВД. Механические свойства всех разработанных сталей полностью удовлетворяют требованиям НТД.

4. Составы 20ХНМФА и 25ХНМФА с содержанием никеля 1,50-2,00 % обладают уровнем ударной вязкости при комнатной температуре, сопоставимым со сталью типа 38ХНЗМФА. При минимальной температуре испытания – минус 50°С уровень ударной вязкости сталей 20ХНМФА и 25ХНМФА уступает на 10-30% уровню ударной вязкости стали 35ХНЗМФА. Данные результаты объясняются низким содержанием никеля – главного элемента, повышающего хладостойкость.

5. Составы 20ХН2МФА и 25ХН2МФА с содержанием никеля 2,30-2,80 % превосходят по уровню ударной вязкости сталь марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА во всем диапазоне температур испытаний, при этом высокий уровень ударной вязкости опытной стали достигается после проведения закалки и однократного отпуска, в отличие от стали 35ХНЗМФА, требующей двукратного отпуска.

6. Изломы образцов из стали опытных составов с содержанием никеля 2,30-2,80 % имеют сопоставимый характер разрушения во всем диапазоне температур испытаний со сталью типа 38ХНЗМФА.

7. Разработан и опробован оптимальный состав стали: 0,20-0,28 % С, $\leq 0,35$ % Si, , 1,15-1,70 % Cr +Mo, 2,60-3,40 % Ni+Mn, 0,10-0,15 % V, $\leq 0,012$ % S, $\leq 0,012$ % P.

8. Установлено, что наиболее перспективные стали 20ХН2МФА и 25ХН2МФА содержат <1% остаточного аустенита после закалки. Таким образом,

влияние продуктов его превращения на механические и эксплуатационные характеристики минимально.

9. Рекомендуемый режим предварительной обработки: копеж в интервале температур феррито-перлитного превращения ($\sim 650^{\circ}\text{C}$), последующий отжиг с нагревом в диапазоне температур рекристаллизации ($\sim 930-960^{\circ}\text{C}$) с охлаждением до температуры феррито-перлитного превращения ($\sim 650^{\circ}\text{C}$) и выдержкой при данной температуре. Рекомендуемый режим окончательной термообработки: закалка $850-870^{\circ}\text{C}$ в масло, отпуск $580-590^{\circ}\text{C}$ с охлаждением на воздухе.

10. Разработанная сталь 20ХН2МФА и 25ХН2МФА позволяет не только обеспечить повышение хладостойкости, но и снизить себестоимость баллонов ВВД за счет снижения содержания дорогостоящего никеля, а также сокращения длительности предварительной термообработки и применения однократного отпуска при окончательной термообработке.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

В части усовершенствования технологии производства баллонов ВВД:

1. Установлено влияние перегрева при горячей деформации заготовки баллона на механические свойства и влияние режимов горячей пластической деформации на завершающей стадии на формирование структуры металла. Показано, что перегрев заготовки выше 1240°C приводит к неисправимому последующей термообработкой снижению ударной вязкости ниже допустимого уровня, а завершение деформации выше интервала температур рекристаллизации (выше 960°C) – к формированию неравномерной структуры аустенита.

2. Показано, что завершение деформации ниже интервала температур рекристаллизации (в диапазоне $880-940^{\circ}\text{C}$) и последующий отжиг с нагревом и выдержкой в интервале температур рекристаллизации $940\pm 20^{\circ}\text{C}$ способствует измельчению аустенитного зерна на 48%: средний размер зерна уменьшается с 23 мкм до 11,9 мкм.

3. В результате качественного и количественного исследования остаточного аустенита установлено, что в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА количество остаточного аустенита после закалки составляет 3-12%. Остаточный аустенит распадается на смесь карбидов и α -фазы или превращается во вторичный мартенсит в процессе отпуска, что приводит к снижению хладостойкости и трещиностойкости металла. Это связано с тем, что продукты превращения (вытянутые частицы цементита или вторичный мартенсит) представляют собой хрупкие прослойки между рейками и/или пакетами мартенсита, а также на границах бывших аустенитных зерен.

4. Показано, что применение двукратного отпуска при температуре $580-610^{\circ}\text{C}$ после закалки способствует изменению формы карбидов с пластинчатой на глобулярную и уменьшению их размеров, обеспечивая повышение уровня ударной вязкости и сопротивляемости разрушению баллонов из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА.

5. Рекомендации по горячему деформированию, предварительной и окончательной термообработке внесены в технологическую документацию на производство баллонов ВВД и заготовок для них, что подтверждено актом внедрения. Изготовленные в условиях ЗАО «ВМЗ «Красный Октябрь» из стали марки 35ХНЗМФА по усовершенствованной технологии баллоны ВВД значительно превосходят по уровню ударной вязкости, хладостойкости, работе развития трещины и трещиностойкости металла в коррозионной среде баллоны, произведенные по существующей технологии.

В части корректировки требований к материалу баллонов ВВД:

6. Показано, что существующие требования НТД не гарантируют безопасной эксплуатации баллонов ВВД. На основе исследования характеристик разрушения металла баллонов ВВД на воздухе и в коррозионной среде в техническую документацию введены ограничения по верхнему значению прочностных характеристик, обеспечивающие требуемую трещиностойкость в коррозионной среде, установлена норма уровня ударной вязкости, определяемой на образцах с острым надрезом при температуре минус 50°С. Для решения проблемы расхождения свойств, полученных на образцах-свидетелях и на самом металле баллона, введен контроль твердости металла баллона и образцов-свидетелей с нормой 331-415 НВ.

С учетом данных в работе рекомендаций и ужесточения требований к характеристикам металла баллонов разработан проект современных технических условий «Баллоны стальные бесшовные для осушенного и неосушенного воздуха и азота на P_p 39,2 МПа (400 кг/см²).

7. Установлено, что в металле баллонов может реализоваться механизм коррозионного растрескивания под напряжением при значении $\beta < 0,65$.

Металл баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, полностью удовлетворяет новым предъявляемым ужесточенным требованиям и не склонен к коррозионному растрескиванию под напряжением как по предложенному критерию $\beta \geq 0,65$, так и по критерию полной нечувствительности $\beta \geq 0,85$.

В части применения новой стали для баллонов ВВД:

8. Разработан состав экономнолегированной хладостойкой стали марок 20ХНМФА, 25ХНМФА, 20ХН2МФА, 25ХН2МФА. Показано, что при снижении содержания углерода и никеля при использовании рациональной схемы предварительной термообработки, обеспечивается заданный уровень прочностных характеристик и повышенный уровень ударной вязкости и хладостойкости (в том числе благодаря низкому содержанию остаточного аустенита и, как следствие, отсутствию охрупчивающего влияния продуктов его превращения): стали 25ХН2МФА и 20ХН2МФА, превосходят во всем диапазоне температур испытания по уровню ударной вязкости применяемые в настоящее время сталь марок 35ХН3МФА и 38ХН3МФА на 11-25 %. Применение новой стали позволит уменьшить себестоимость баллонов за счет снижения содержания никеля и сокращения длительности термообработки – заданный комплекс свойств достигается после проведения закалки и однократного отпуска.

9. Для эффективного измельчения размера структурных составляющих и получения высокого комплекса свойств баллонов из перспективных сталей рекомендованы следующие режимы термообработки:

– предварительная термообработка – рекристаллизационный отжиг с нагревом и выдержкой при температуре выше критической точки A_{c3} на 150-180°C с последующей выдержкой в диапазоне диффузионного феррито-перлитного превращения;

– окончательная термообработка – закалка 850-870°C и однократный отпуск 580-590°C.

Список литературы

1. Мороз Л.С. Механика и физика деформаций и разрушения материалов. – Л.: Машиностроение, 1984. – 225 с.
2. Садовский В.Д. Структурная наследственность в сталях. – М.: Металлургия, 1973. – 208 с.
3. Развитие идей академика В. Д. Садовского: Сборник трудов. Под ред. Филиппова М. А., Калетиной Ю. В. – Екатеринбург: ИФМ УрО РАН, 2008. – 409 с.
4. Металловедение и термическая обработка стали. Справ. изд. – 3-е изд., перераб. и доп. В 3-х т. Т. II. Основы термической обработки. Под ред. Бернштейна М.Л., Рахштадта А.Г. – М.: Металлургия, 1983. – 368 с.
5. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М.: МИСиС, 2005. – 432 с.
6. Quispe A., Medina S. F., Gomez M., Chaves J. Influence of austenite grain size on recrystallisation–precipitation interaction in a V-microalloyed steel // Materials Science and Engineering A. – 2007, Issues 1–2. – pp. 11–18.
7. Bhadeshia H.K.D.H. Bainite in steels. Transformations, Microstructure and Properties 2nd ed. – IOM Communications Ltd, 2001, 454 p.
8. Krauss G. Tempering of martensite in carbon steels. Phase Transformations in Steels: Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques (Ed.: E. Pereloma and D.V. Edmonds). – Woodhead Publishing, 2012. – pp. 126-150.
9. Калетин А. Ю. Влияние остаточного аустенита на структуру и свойства конструкционных сталей после высокого отпуска. Автореф. дис... кандидата техн. наук. 05.16.01. Челябинск, 1985 г. – 19 с.
10. Калетин А.Ю., Счастливец В.М. Карева Н.Т. и др. Охрупчивание конструкционной стали с бейнитной структурой при отпуске // ФММ. – 1983. – Т. 56, вып. 2. – с. 366-371.

11. Калетин А.Ю., Кутьин А.Б., Гербих Р.Р. Длительный высокий отпуск стали 38ХНЗМФА с бейнитной структурой: 1. Карбидообразование и структурные превращения // ФММ. – 1986. – Т. 61, вып. 5. – с. 915-921.

12. Тихонова И.В., Гринберг Е.М., Маркова Е.В.. Влияние химического состава на количество остаточного аустенита и склонность стали к вторичной закалке // Известия ТулГУ. Технические науки. – 2012. – вып. 1 – с. 111-120.

13. Гринберг Е.М., Алексеев А.А., Новикова Е.Ю., Яровицкая А.А., Галкин А.Ф. Влияние условий охлаждения на уровень остаточных напряжений и перераспределение углерода в аустените и мартенсите при закалке среднеуглеродистых сталей // Известия ТулГУ. Технические науки. – 2015. – вып. 12 – с. 104-111.

14. Счастливец В.М., Калетина Ю.В., Фокина Е.А., Калетин А.Ю. Влияние скорости охлаждения на количество остаточного аустенита при бейнитном превращении // Физика металлов и металловедение. – 2014. – том 115, № 10, с. 1052-1063.

15. Счастливец В.М., Калетина Ю.В., Фокина Е.А., Калетин А.Ю. О роли остаточного аустенита в структуре легированных сталей и влиянии на него внешних воздействий // Физика металлов и металловедение. – 2014. – том 115, № 9, – с. 962-976.

16. Pacyna J. Dilatometric investigations of phase transformations at heating and cooling of hardened, unalloyed, high-carbon steels // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2011. – Vol. 46, issue 1 – pp. 7-17.

17. Захаренко Ю. В., Зиза А. И., Ильин А. В., Цуканов В. В.. Повышение эксплуатационной надежности баллонов воздуха высокого давления Часть 1. Определение требований к характеристикам металла, обеспечивающим безопасность эксплуатации // Металлообработка. – 2017. – № 4 (100) – с. 29-36.

18. Fatigue strength analysis of Offshore Steel Structures. Recommended Practice. // DNV-RP-C203 – October 2001.

19. ГОСТ 4543-2016Metalлопродукция из конструкционной легированной стали. Технические условия.

20. ТУ 14-3-883-79 Баллоны стальные объемом 400 л рабочим давлением 400 кгс/см².

21. Зиза А.И., Ильин А.В., Цуканов В.В. Корректировка нормативных требований и совершенствование режима термообработки с целью повышения хладостойкости металла сосудов высокого давления // Сборник трудов 11 международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии (СММТ`2015)». – СПб.: Издательство Политехнического университета, 2015 г. – с. 589-602.

22. Захаренко Ю. В., Зиза А. И., Ильин А. В., Цуканов В. В. Повышение эксплуатационной надежности баллонов воздуха высокого давления Часть 2. Усовершенствование режима термообработки металла баллонов, обеспечивающего повышение характеристик сопротивления разрушению // Металлообработка. – 2017. – № 4 (100). – с. 37-45.

23. Parkins R.M. Significance of pits, crevices, and cracks in environment-sensitive crackgrowth // Material Science and Technology. – 1985. – vol. 1. – pp. 480-486.

24. Зиза А.И., Ильин А.В., Цуканов В.В. Совершенствование режимов термообработки с целью повышения хладостойкости изделий судового машиностроения // Материалы XIII молодежной научно-технической конференции «Взгляд в будущее – 2015». – СПб.: ОАО «ЦКБ МТ «Рубин», 2015. – с. 128-141.

25. Rahbar Ranji A., Zakeri A.H. Mechanical properties and corrosion resistance of normal strength and high strength steels in chloride solution // Journal of Naval Architecture and Marine Engineering. – 2010. – No. 7. – pp. 93-100.

26. Lu B.T., Luo J.L. Relationship Between Yield Strength and Near-Neutral pH Stress Corrosion Cracking Resistance of Pipeline Steels – An Effect of Microstructure // Corrosion. – 2006. – vol. 62, No. 2. – pp. 129-140.

27. Давиденков Н.Н. Динамическая прочность и хрупкость металлов. – Киев: Наукова думка, 1981. – 704 с.

28. Ильин А.В., Леонов В.П. Обеспечение конструктивно-технологической прочности судов и морских технических сооружений // *Материалы для судостроения и морской техники. Т. I. Справ. в 2 т. под ред. И.В. Горынина.* – СПб.: НПО «Профессионал», 2009. – с. 593-769.

29. Конструкционные материалы: Справочник / Арзамасов Б.Н., Брострем В.А., Буше Н.А. и др.; Под общ. ред. д.т.н. Б.Н. Арзамасова. – М.: Машиностроение, 1990. – 688 с.

30. Смирнов М.А., Окишев К.Ю., Ибрагимов Х.М., Корягин Ю.Д. *Материаловедение: Учебное пособие. Ч. 1.* – Челябинск: ЮУрГУ, 2005. – 139 с.

31. Солнцев Ю.П., Ермаков Б.С., Слепцов О.И. *Материалы для низких и криогенных температур: Энциклопедический справочник.* – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2008. – 768 с.

32. Morris J.W. On the Ductile-Brittle Transition in Lath Martensitic Steel // *ISI International.* – 2011. – Vol. 51. No. 10. – pp. 1569-1575.

33. Петч Н.Дж., Давиденков Н.Н. *Разрушение материалов // Успехи физики металлов. Т. 2./Пер. с англ.* – М.: Металлургиздат, 1958. – с. 7-68.

34. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. *Физические основы тугоплавких металлов.* – Киев: Наукова Думка, 1975. – 296 с.

35. Morito S., Saito H., Ogawa T., Furuhashi T., Maki T. Effect of Austenite Grain Size on the Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Low Carbon Steels // *ISI International.* – 2005. – Vol. 45, № 1 – pp. 91-94.

36. Орыщенко А.С., Хлусова Е.И., Голосиенко С.А. Принципы легирования и требования к технологическим процессам производства высокопрочных корпусных сталей нового поколения // *Вопросы материаловедения.* – 2014. – № 2 (78). – с. 9-25.

37. Рыбин В.В., Малышевский В.А., Семичева Т.Г. Развитие теории вторичного твердения при создании высокопрочных корпусных сталей // *Вопросы материаловедения* – 2005. – № 2 (42). – с. 55-68.

38. Morsdorf L., Tasan C.C., Ponge D., Raabe D. 3D structural and atomic-scale analysis of lath martensite: Effect of the transformation sequence // *Acta Materialia*. – 2015. Vol. 95 – pp. 366–377.
39. Suikkanen P. Development and processing of low carbon bainitic steels. – University of Oulu. – 2009. – 484 p.
40. Lambert-Perlade A., Gourgues A.F., Pineau A. Austenite to bainite phase transformation in the heat-affected zone of a high strength low alloy steel // *Acta Materialia*. – 2004. – Vol. 52 – pp. 2337–2348.
41. Hwang B., Lee C. G., Kim S.J. Low-Temperature Toughening Mechanism in Thermomechanically Processed High-Strength Low-Alloy Steels // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2011. – Vol. 42A. – pp. 717-728.
42. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть 2. Деформация. – М.: МИСиС, 1997. – 527 с.
43. Hutchinson B., Hagström J., Karlsson O., Lindell D., Tornberg M., Lindberg F., Thuvander M. Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5% C) // *Acta Materialia*. – 2011. – Vol. 59. – pp. 5845–5858.
44. Kennett S.C., Krauss G., Findley K.O. Prior austenite grain size and tempering effects on the dislocation density of low-C Nb–Ti microalloyed lath martensite // *Scripta Materialia*. – 2015. – Vol. 107 – pp. 123–126.
45. Morris J.W. The Influence of Grain Size on the Mechanical Properties of Steel. // In Proceedings of the International Symposium on Ultrafine Grained Steels, Fukuoka, Japan, 20–22 September 2001; Takaki, S., Maki, T., Eds. – Iron and Steel Institute of Japan: Tokyo, Japan. – 2001. – pp. 34–41.
46. Мешков Ю.Я. Физические основы разрушения и стальных конструкций. – Киев: Наукова думка, 1981. – 240 с.
47. Карзов Г.П., Марголин Б.З., Швецова В.А. Физико-механическое моделирование процессов разрушения. – С-Пб.: Политехника, 1993. – 391 с.
48. Нотт Дж. Ф. Основы механики разрушения. Пер. с англ. – М.: Metallurgia, 1978. – 256 с.

49. Лободюк В.А., Эстрин Э.И. Мартенситные превращения. – М.: Физматлит, 2009. – 352 с.
50. Цуканов В.В. Современные стали и технологии в энергомашиностроении. – С-Пб.: Профессионал, 2014. – 464 с.
51. Meshkov Yu., Pereloma E.. The effect of heating rate on reverse transformation in steels. Phase transformation in steels: Fundamentals and Diffusion-Controlled Transformations (Ed.: E. Pereloma and D.V. Edmonds). – Woodhead Publishing, 2012. – pp. 581-618.
52. Nakada N., Tsuchiyama T., Takaki S. and Hashizume S. Variant Selection of Reversed Austenite in Lath Martensite // ISIJ International. – 2007. – Vol 47, № 10. – pp. 1527-1532.
53. Счастливец В.М., Кутьин А.Б., Смирнов М.А. Исправление структуры и изломов перегретой стали. – УрОРАН, 2003. – с. 190.
54. Счастливец В.М. Некоторые особенности структурных и фазовых превращений в высоколегированных судостроительных сталях // Вопросы материаловедения. – 2006. – № 1(45). – с. 20-24.
55. Чернов Д.К. Избранные труды по металлургии и металловедению. – М.: Наука, 1983. – 448 с.
56. Д.К. Чернов и наука о металлах. Сборник статей. Под ред. Н.Т. Гудцова. – Л.: Металлургиздат, 1950. – 563 с.
57. Дьяченко С.С. Наследственность при фазовых превращениях: механизм явления и влияние на свойства // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2000. – № 4 – с. 14-19.
58. Дьяченко С.С. Образование аустенита в железоуглеродистых сплавах. – М.: Металлургия, 1982. – 128 с.
59. Бармина И.Л., Легостаев Ю.Л., Малышевский В.А. и др. Структурная наследственность в малоуглеродистой хромоникельмолибденовой стали // Вопросы судостроения, серия Металловедение. – 1999. – вып.39, – с. 3-10.
60. Otsuka K., Ren X. Martensitic transformations in nonferrous shape memory alloys // Materials Science and Engineering: A. – 1999. Volumes 273–275.– pp. 89-105.

61. Цуканов В.В., Калинин Г.Ю. Фазовые и структурные превращения в стали и обоснование режимов термической обработки крупногабаритных заготовок в машиностроении. Учебное пособие. – СПб.: ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», 2012. – 128 с.

62. Middleton C.J., Form G.W. Direct Observation of an Austenite Memory Effect in Low-Alloy Steels // Met. Science. – 1975. – Vol. 9, №12. – pp. 521-528.

63. Зиза А.И. Совершенствование режимов термообработки стали типа 35ХНЗМФА с целью повышения хладостойкости // Молодежная научно-техническая конференция «Инновации молодых», Санкт-Петербург, 11 нояб., 2014. – СПб.: ОАО «СПМБМ «Малахит». – № 3, 2015. с. 91-97.

64. Цуканов В.В., Зиза А.И. Совершенствование режимов термообработки стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с целью повышения сопротивляемости хрупкому разрушению. Исследование превращения остаточного аустенита // Вопросы материаловедения. – 2015. – №2 (82). – с. 9-16.

65. Фридман Я.Б., Гордеева Т.А., Зайцев А.М. Строение и анализ изломов металлов. – М.: Машгиз, 1960. – 128 с.

66. Кудря А.В. Роль разномасштабных структур в обеспечении пластичности и вязкости структурно-неоднородных сталей // МиТОМ.– 2005. – №5. – с. 18-23.

67. Дурынин В. А., Цуканов В. В. Усовершенствование режимов предварительной термической обработки поковок из сталей композиции Cr-Ni-Mo-V и Cr-Ni-Mo и рекомендации по окончательной термообработке // Вопросы материаловедения. – 2009. – № 3(59) – с. 85-95.

68. Эфрон Л.И., Морозов Ю.Д., Голи-Оглу Е.А. Влияние режимов контролируемой прокатки на структуру и свойства микролегированных сталей для труб большого диаметра // Metallurg. – 2011. №1. – с. 69-74.

69. Гуляев А.П. Металловедение. Учебник для вузов. 6-е изд., перераб. и доп. – М.: Металлургия, 1986. – 544 с.

70. Коджаспиров Г.Е., Рыбин В.В., Апостолопулос Х. Роль мезоструктуры при термомеханической обработке металлических материалов // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2007. – №1 (619). – с. 30-34.

71. Марочник сталей и сплавов. Сорокин В.Г., Волосникова А.В., Вяткин С.А. и др. под общ. ред. Сорокина В.Г. – М.: Машиностроение, 1989. – 640 с.

72. *Металловедение и термическая обработка стали.* Справ. изд. – 3-е изд., перераб. и доп. В 3-х т. Т. I. Методы испытаний и исследования. Под ред. Бернштейна М.Л., Рахштадта А.Г. – М.: Metallurgiya, 1983. – 352 с.

73. Ежов А.А., Герасимова Л.П. Разрушение металлов. – М.: Наука, 2014. – 400 с.

74. Бокштейн Б.С. Диффузия в металлах. – М.: Metallurgiya, 1978. – 246 с.

75. Цуканов В.В., Зиза А.И. Исследование превращений остаточного аустенита при отпуске высокопрочной стали Cr-Ni-Mo-V композиции // *Сборник трудов. Международная научно-практическая конференции «Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханики – 2017».* – Санкт-Петербург, Санкт-Петербургский горный университет. –2017. – с. 372.

76. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р. И. Превращение в железе и стали. – М.: Наука, 1977. – 238 с.

77. Счастливец В.М., Артемова Т.В. Сопоставление ориентационных соотношений аустенит-мартенсит и аустенит-бейнит в сталях // *ФММ.* – 1973. – т. 36, вып. 6. – с. 1316-1319.

78. Садовский В.Д., Фокина Е.А. Остаточный аустенит в закаленной стали. – М.: Наука, 1986. – 112 с.

79. Садовский В.Д., Малышев К.А., Сазонов Б.Г. Фазовые и структурные превращения при нагреве стали. – Свердловск: Metallurgizdat, 1954. – 183 с.

80. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. – М.: Metallurgiya, 1978. – 392 с.

81. Ozevedo A.L., Galvao Silva E. Mossbauer. Study of Retained Austenite in Low C Low Alloy Steel // *Scripta Metallurgica.* – 1978. – Vol. 12, № 2. – pp. 1381-1387.

82. Гудремон Э. Специальные стали. Пер. с немецкого под редакцией чл.-корр. АН СССР А.С. Займовского и канд. техн. наук М.Л. Бернштейна. Том первый. – М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1959. – 952 с.

83. Горынин И.В., Рыбин В.В., Карзов Г.П., Филимонов Г.Н., Грекова И.И., Цуканов В.В. и др. Создание и совершенствование сталей для корпусов атомных энергетических установок с водой под давлением // Вопросы материаловедения. – 1999. – № 3 (20). – с. 63-85.

84. Цуканов В.В., Цыганко Л.К., Шандыба Г.А., Зиза А.И. Влияние легирования и термической обработки на характеристики литейной коррозионностойкой азотсодержащей стали аустенитного класса // Вопросы материаловедения. – 2015. – № 1(81). – с. 7-11.

85. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. – М.: МИСИС. 1999. – 408 с.

86. Завьялов А.С., Гольдштейн Л.Я., Сенченко М.И. О природе отпускной хрупкости // Металловедение, Сб. статей, № 1. – Л.: Судпромгиз, 1957.–с. 127-141.

87. Малышевский В.А., Правдина Н.Н., Рыбин В.В. и др. О природе охрупчивания низкоуглеродистой хромоникельмолибденовой стали при отпуске в интервале температур 300-500°C // Проблемы прочности. –1984. – №4. – с. 55-61.

88. Семичева Т.Г., Хлусова Е.И., Шерохина Л.Г. Процессы карбидообразования и хрупкость при отпуске судостроительной стали // Вопросы материаловедения. – 2005. – № 2(42). – с. 69-78.

89. Меськин В.С. Основы легирования стали. Серия "Выдающиеся ученые ИТМО". – СПб: СПбГУИТМО, 2002. – 236 с.

90. Утевский Л.М., Гликман Е.Э., Карк Г.С. Обратимая отпускная хрупкость стали и сплавов железа. – М.: Металлургия, 1987. – 222 с.

91. Тихонцева Н.Т., Софрыгина О.А., Жукова С.Ю., Пышминцев И.Ю., Битюков С.М. Исследование обратимой отпускной хрупкости современных конструкционных сталей // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2012. – №5. – с. 60-64.

92. Трефилов В.И. Роль типа межзатомной связи при хрупком разрушении // Физическая природа разрушения металлов. – Киев: Наукова думка, 1965.–с. 22-54.
93. Штремель М.А., Кудря А.В. Сталь на рубеже столетий. Под ред. Ю.С. Карабасова. – М.: МИСиС, 2001. – 445 с.
94. Никольс Р. Конструирование и технология изготовления сосудов давления. Пер. с англ. – М.: Машиностроение, 1975. – 464 с.
95. Штремель М.А., Горохов Л.С., Кудря А.В. и др. Факторы качества сталей, выплавленных на первородной шихте // МиТОМ. – 1990. – №7 – с. 2-6.
96. Кудря А.В. Неоднородность структуры и вязкость металла крупных поковок // МиТОМ. – 1999. – №4. – с. 49-52.
97. Corrosion. ASM Handbook volume 13. – ASM International, 1992. – 3455 p.
98. Родионова И.Г., Бакланова О.Н., Филиппов Г.А., Реформатская И.И., Подобаев А.Н., Зинченко С.Д., Филатов М.В., Ефимов С.В., Тишков В.Я., Голованов А.В., Столяров В.И., Емельянов А.В., Кузнецова Е.Я. Роль неметаллических включений в ускорении процессов локальной коррозии металлоизделий из углеродистых и низколегированных сталей // Metallurg. – 2005. – № 4. – с. 58-61.
99. Цуканов В.В., Цыганко Л.К., Шандыба Г.А., Зиза А.И. Возможность обеспечения повышения уровня прочности и вязкости стали Cr-Ni-Mo-V композиции при снижении содержания углерода и степени легирования // Тяжелое машиностроение. – 2013. – № 6-7. – с. 26-31.
100. Филимонов Г.Н., Цуканов В.В., Грекова И.И., Морозов А.М., Николаев В.А., Теплухина И.В., Дюков В.В.. О роли термической обработки в обеспечении высокого уровня механических и эксплуатационных свойств стали для крупногабаритных заготовок корпусов реакторов АЭУ // Вопросы материаловедения. – 2005. – № 2(42). – с. 79-92.
101. Perttula J. S., Karjalainen L.P. Recrystallisation rates in austenite measured by double compression and stress relaxation methods // Materials Science and Technology.– 1998. –Vol. 14, № 7. – pp. 626-630.

102. Зисман А.А., Сошина Т.В., Хлусова Е.И. Выявление бывших аустенитных зерен и анализ кинетики метадинамической рекристаллизации аустенита низкоуглеродистой стали в условиях горячей прокатки // Письма о материалах. – 2012. – т. 2. с. 3-8.

103. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физико-аналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения. Справ. Б.К. Барахтин, А.М. Немец; Под. ред. Б.К. Барахтина – СПб.: НПО «Профессионал», 2006. – 490 с.

104. James J. D., Spittle J. A., Brown S. G. R., Evans R. W. A review of measurement techniques for the thermal expansion coefficient of metals and alloys at elevated temperatures // Measurement science and technology. – 2001. – № 12. – pp. 1–15.

105. Сошина Т.В., Зисман А.А., Хлусова Е.И. Выявление бывших зерен аустенита методом термического травления при имитации ТМО низкоуглеродистых сталей // Metallurg. – 2013. – №2. – с. 63-70.

106. ASTM E 975-13 Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation.

107. Боуэн Д.К., Таннер Б.К. Высокорастворимая рентгеновская дифрактометрия и топография. Пер. И. Шульпина, Т. Аргунова. – СПб.: Наука, 2002. – 256 с.

108. Hurley P.J., Humphreys F.J. The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy // Acta Materialia. – 2003. – № 51. – pp. 1087–1102.

109. Brockhouse B. N. Slow neutron spectroscopy and the grand atlas of the physical world // Review of Modern Physics. – 1995.– vol. 67, № 4. – pp. 735-751.

110. Ullemeyer K., Spalhoff P., Heinitz J., Isakov N.N., Nikitin A.N., Weber K.. The SKAT texture diffractometer at the pulsed reactor IBR2 at Dubna: experimental layout and first measurements // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 1998. – Vol. 412, – pp. 80–88.

111. T. Lychagina, A. Zisman, E. Yashina, D. Nikolaev. Directly verifiable neutron diffraction technique to determine retained austenite in steel. *Advanced Engineering Materials*. – 2017. doi: 10.1002/adem.201700559. <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/adem.201700559/full>
112. Рыбин В.В., Рубцов А.С., Нестерова Е.В. Метод одиночных рефлексов (ОР) и его применение для электронно-микроскопического анализа дисперсных фаз // *Заводская лаборатория* – 1982. – №5. – с. 21-26.
113. Воробьев Р.А., Сорокина С.А., Ермилин А.С. Влияние дендритной ликвации на структуру и механические свойства горячедеформированных труб из стали 38ХНЗМФА // *МиТОМ*. – 2016. – № 3 (729). – с. 3-7.
114. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов. Справочное пособие. Том II. Методы исследования механических свойств металлов. Под общ. ред. чл.-корр. АН СССР А.Г.Туманова. – М.: Машиностроение, 1974. – 320 с.
115. ГОСТ 9.903-81 Единая система защиты от коррозии и старения. Стали и сплавы высокопрочные. Методы ускоренных испытаний на коррозионное растрескивание.
116. ГОСТ 25.506-85. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении.
117. Борисов И.А. Влияние перегрева на текстуру и зерно роторной стали // *МиТОМ*. – 2010. – № 7 (661). – с. 3-9.
118. Miao C. L., Shang C. J., Zhang G. D., Subramanian S. V. Recrystallization and strain accumulation behavior of high Nb-bearing line pipe steel in plate and strip rolling. *Mater. Sci. Eng. A* . – 2010 Vol. 527. – pp. 4985-4992.
119. Ziza A. I., Tsukanov V. V. Optimization of Thermal and Deformation Effect during Plastic Deformation and Thermal Treatment of Hot Rolled Heavy Wall Pipes Made of Medium Carbon Martensitic Steel // *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. – 2017. <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/287/1/012015>

120. Попов А.А., Попова Л.Е. Изотермические и термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита. – М.: Metallurgiya, 1965. – 496 с.
121. Попова Л.Е., Попов А.А. Диаграммы превращения аустенита в сталях и бета-растворах титана: Справочник термиста. – М.: Metallurgiya, 1991. – 503 с.
122. Попов А.А. Фазовые превращения в металлических сплавах. – М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1963. – 312 с.
123. Edmonds D.V., He K., Miller M. K., Rizzo F., Clarke A., Matlock D., Speer J.G. Microstructural Features of Quenching and Partitioning: A New Martensitic Steel Heat Treatment // Materials Science Forum – 2007. – Vol. 539. – pp. 4819-4825.
124. Зиза А.И., Михайлов М.С., Цуканов В.В., Лычагина Т.А., Николаев Д.И. Исследование превращений остаточного аустенита при отпуске высокопрочной стали Cr-Ni-Mo-V композиции// Письма о материалах. – 2018. – №2. – с. 146-151.
125. Pawłowski B., Bała P., Dziurka R. Improper Interpretation of Dilatometric Data for Cooling Transformation in Steels // Archives of Metallurgy and Materials. – 2014 – Vol. 59, Issue 3. – pp. 1159-1161.
126. Chenand J.H., Cao R. Micromechanisms of cleavage fracture of metals. – Elsevier, 2015. – 486 p.
127. Менделеева О.Л., Иваницкий Н.И. Конструкционные TRIP/TWIP-стали // Литьё и металлургия. – 2009. – №4 (53). – с. 179-183.
128. Speera J., Matlocka D.K., De Cooman B.C., Schrothc J.G.. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation // Acta Materialia. – 2003– Vol. 51, Issue 9. – pp. 2611-2622.
129. Крамаров М.А., Крошкин А.А.. Влияние уровня прочности на сопротивляемость хрупким разрушениям и чувствительность к трещине среднеуглеродистых легированных сталей. Металловедение. Сборник статей № 13. – Л.: Судостроение, 1969. – с. 3-9.

130. Gupta C., Dey G.K., Chakravartty J.K. et al. A study of bainite transformation in a new CrMoV steel under continuous cooling conditions // *Scripta Materialia*. – 2005. – Vol. 53. – pp. 559–564.

131. Hell J.C., Dehmas M., Allain S. et al. Microstructure – Properties Relationships in Carbide-free Bainitic Steels // *ISIJ International*. – 2011. – Vol. 51, No. 10. – pp. 1724–1732.

132. Цуканов В.В., Зиза А.И. Совершенствование режимов термообработки стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА с целью повышения сопротивляемости хрупкому разрушению. Применение двукратного отпуска // *Вопросы материаловедения*. – 2015. – №3 (83). – с. 7-13.

133. Microstructure evolution during tempering of martensitic Fe–C–Cr alloys at 700°C. Z. Hou, R. P. Babu, P. Hedstro, J. Odqvist. *Journal of Materials Science*. May 2018, Volume 53, Issue 9. – pp 6939–6950.

134. Голубь С.А., Кучерявых Г.Г., Леонов В.П. Контроль уровня механических свойств металла баллонов высокого давления с использованием замеров твердости // *Вопросы материаловедения*. – 2008. – № 4 (56). – С. 116-123.

135. Справочник по коэффициентам интенсивности напряжений под ред. Ю.Мураками в 2-х т. Т.2. –М: Мир, 1990. – 942 с.

136. Костин С.К. Коррозионное растрескивание в морской воде высокопрочных сталей различного структурно-фазового состава. Дис... кандидата техн. наук. 05.16.09 Санкт-Петербург, 2018 – 223 с.

137. Нормы расчета на прочность оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок (ПНАЭ Г-7-002-86). – М: Энергоатомиздат, 1989. – 525с.

138. Rana M.D., Selines R.J. Structural integrity assurance of high-strength steel gas cylinders using fracture mechanics // *Eng. Fract. Mech.* – 1988. – Vol. 30, № 6. – pp. 877-894.

139. Золоторевский В.С. Механические свойства металлов. – М.: МИСИС, 1998. – 400 с.

140. Материаловедение: Учебник для высших технических учебных заведений. Арзамасов Б.Н., Сидорин И.И., Косолапов Г.Ф. и др. Под общ. ред. Арзамасова Б.Н. – 2-ое изд. испр. и доп. – М.: Машиностроение, 1986 г. – 384 с.
141. Солнцев Ю.П., Титова Т.И. Стали для Севера и Сибири. – СПб.: ХИМИЗДАТ, 2002. – 352 с.
142. Гольдштейн М.И., Фарбер В.М. Дисперсионное упрочнение стали. – М.: Metallurgy, 1979. – 208 с.
143. Gingell A.D.B., Bhadeshia H.K.D.H., Jones D.G., Mawella K.J.A. Carbide precipitation in some secondary hardened steels // Journal of materials science. – 1997. – Vol. 32, Issue 18. – pp. 4815-4820.
144. Рыбин В.В., Малышевский В.А., Хлусова Е.И. Высокопрочные свариваемые улучшаемые стали. – СПб: Издательство Политехнического университета, 2016. – 212 с.
145. Чернышов Е.А., Романов А.Д., Романова Е.А. Высокопрочные судостроительные стали и сплавы // Metallurg. – 2016. – № 2. – с. 59-62.
146. Чернышов Е.А., Романов А.Д., Романова Е.А. Судостроительные стали серии НУ // Черные металлы. – 2014. – №8. – с. 27-31.
147. Крамаров М.А. Исследование сопротивлению распространению трещин и склонности к хрупкому разрушению конструкционных улучшаемых сталей. Автореф. дис. ... канд. техн. наук. – Л., 1971.
148. Титовец Ю.Ф., Золоторевский Н.Ю., Самойлов А.И., Hribernig G., Pichrer A. Исследование влияния хрома на микроструктуру и кинетику бейнитного превращения в низколегированных сталях // Вопросы материаловедения. – 2006. – №3(47). – с. 5-12.
149. Хлусова Е.И. Фазовые превращения, структура и оценка упрочнения судостроительной стали нормальной, повышенной и высокой прочности // Вопросы материаловедения. – 2004. – №2(38). – с. 5-23.
150. Хлусова Е.И. Карбидные превращения при отпуске низкоуглеродистых судостроительных сталей и их влияние на механические свойства // Вопросы материаловедения. – 2004. – № 2(38). – с. 24-36.

Приложение А**УТВЕРЖДАЮ****Директор по технологии и качеству****АО «ВМЗ «Красный Октябрь»****С.В. Петров**

2016 г.

АКТ

Внедрение результатов диссертационной работы Зизы А.И. на тему «Разработка технологических методов повышения характеристик сопротивления разрушению металла баллонов ВВД из высокопрочных сталей Cr-Ni-Mo-V композиции».

Настоящий акт составлен в том, что результаты диссертационной работы Зизы А.И. внедрены в процессе совершенствования технологии производства баллонов ВВД из стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА по ТУ 14-3-883-79.

Металл баллонов ВВД, произведенных по усовершенствованной технологии, обладает высоким комплексом механических свойств, включая хладостойкость и трещиностойкость при минимальной температуре эксплуатации – минус 50 °С.

По усовершенствованной технологии изготовлено и поставлено свыше 700 баллонов ВВД.

Главный металлург**И. М. Ховратович**