

УДК 621.642.02:539.4

ГРНТИ 30.19.29

На правах рукописи



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)

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург

2018 г.

Работа выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт».

Научный руководитель: доктор технических наук, доцент
Цуканов Виктор Владимирович

Официальные оппоненты: доктор технических наук
Титова Татьяна Ивановна, генеральный директор НИЦ
ООО «ТК «ОМЗ-Ижора»

кандидат технических наук
Шахназаров Карэн Юрьевич, доцент кафедры
материаловедения и технологии художественных изделий
ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский горный университет»

Ведущая организация: **Институт металлургии и материаловедения им.
А.А. Байкова РАН (ИМЕТ РАН)**

Защита диссертации состоится «13» июня 2018 г. в 11⁰⁰ часов на заседании диссертационного совета Д411.006.01 при Федеральном государственном унитарном предприятии «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И.В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» по адресу: 191015, Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, д. 49.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» и на сайте: <http://dissovet.crismprometey.ru/ThesisDetails.aspx?id=23>

Автореферат разослан «__» _____ 2018 г.

Ученый секретарь диссертационного совета Д411.006.01

Заслуженный деятель науки РФ,

доктор технических наук, профессор



В.А. Малышевский

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

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 нормативной документации требования по ограничению вредных примесей (в первую очередь фосфора и серы), низкий уровень минимально допустимого значения ударной вязкости KCU^{+20} , отсутствие ограничения верхнего предела уровня прочности (и, как следствие, снижение вязкости и хладостойкости при значительном превышении регламентируемых значений временного сопротивления и предела текучести). Эти особенности не могут гарантировать безаварийную эксплуатацию баллонов в условиях воздействия низких температур, и в большинстве случаев обусловлены технологическими процессами производства своего времени.

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 и предотвращения роста зерна аустенита вследствие проявления структурной наследственности, характерной для данных марок стали, 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. Из их трудов и трудов других ученых следует, что управление структурой металла при производстве изделий осуществляется на основе определения оптимальных параметров термомеханического воздействия: температуры начала и окончания деформации, степени деформации (особенно на завершающем выносе), режимов предварительной термообработки.

Основной операцией окончательной 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.

Проблема структурообразования для особенностей сквозного производства изделий типа баллонов ВВД не решена, поскольку 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.

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 (1274МПа), введен контроль ударной вязкости на образцах с острым надрезом при температуре минус 50°С. 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 сопротивления 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 конференции «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.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертации, направленной на повышение эксплуатационной надежности баллонов ВВД, сформулированы цели и задачи исследований, показана научная новизна и практическая значимость работы, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе приведен литературный обзор, часть которого посвящена анализу технологии производства, требований к материалу и условий эксплуатации баллонов ВВД. Рассмотрены случаи выхода из строя баллонов ВВД, проанализирован характер разрушения баллонов. Во второй части литературного обзора обобщены известные данные по влиянию термомодеформационных параметров на размер структурных составляющих, а также данные по влиянию размера структурных составляющих и продуктов превращения остаточного аустенита на сопротивляемость разрушению. В

третьей части обзора рассмотрены возможности совершенствования технологических процессов производства, способствующих повышению эксплуатационной надежности баллонов ВВД, а также возможность применения новой стали. Сформулированы цели и задачи исследования.

Во второй главе приведены исследуемые составы известных марок стали 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА, а также составы разработанных перспективных марок стали. Представлены методы имитации технологических процессов производства с помощью высокоскоростного дилатометра DIL 805 и пластометрического комплекса GLEEBLE 3800, методы исследования кинетики превращения аустенита, методы комплексных исследований структуры металла, включая EBSD-анализ, просвечивающую и растровую электронную микроскопию, оптическую металлографию. Проведен анализ и сравнение методов определения количества остаточного аустенита и характера его распределения. Описаны стандартные методы определения механических характеристик металла баллонов (испытание на растяжение и ударный изгиб), а также определения характеристик сопротивления разрушению: определение характеристик трещиностойкости, склонности к коррозионному растрескиванию под напряжением.

В третьей главе показано, что температура нагрева при деформации трубной заготовки и закове горловин не должна превышать 1230-1240°C. В противном случае после всех этапов производства (включая предварительную и окончательную термообработку) наблюдается снижение ударной вязкости KCU^{+20} ниже уровня, регламентируемого нормативной документацией (рисунок 1). Закалка с более высокой температуры, а также повышение температуры отпуска незначительно влияют на изменение уровня ударной вязкости металла заготовки, перегретой выше 1240°C.

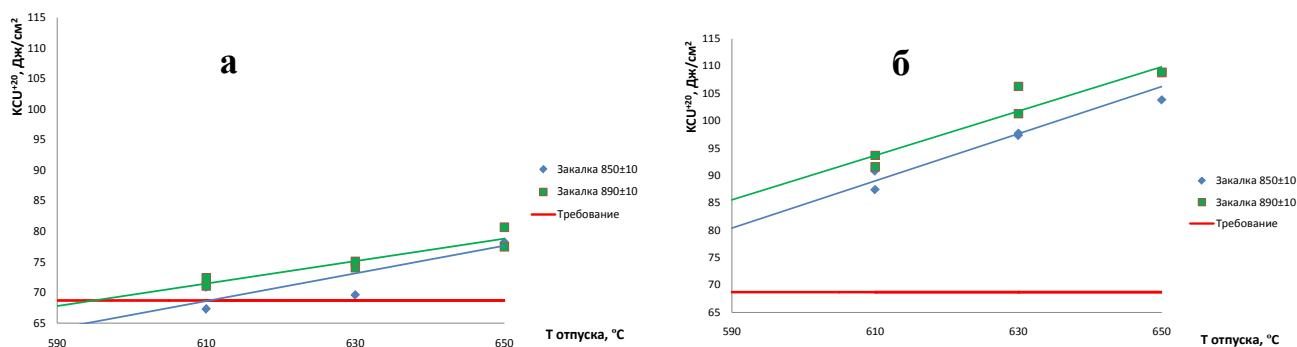


Рисунок 1 – Зависимость изменения уровня ударной вязкости KCU^{+20} от температуры закалки и отпуска металла заготовок, нагретых до 1250-1260°C (а) и 1230-1240°C (б)

При исследовании микроструктуры металла образцов (рисунок 2), вырезанных из заготовки, перегретой до 1250-1260°C при деформации и подвергшейся штатной термической обработке 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 бывших аустенитных зерен. При исследовании металла образцов, вырезанных из заготовки, нагретой до 1230-1240°C при деформации и подвергшейся штатной термообработке, таких границ не выявлено.

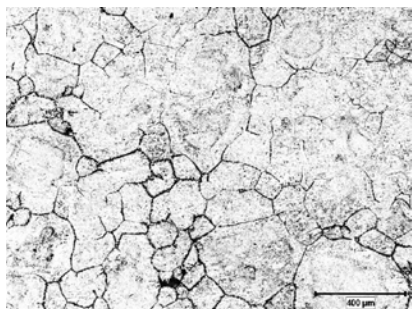


Рисунок 2 – Микроструктура металла заготовки после штатной термообработки перегретой перед деформацией до температуры 1250-1260°C

В результате исследования кинетики процесса рекристаллизации с помощью пластометрического комплекса GLEEBLE 3800 установлено, что для стали марки 38ХНЗМФА при предшествующей деформации температурный диапазон измельчения исходного перегретого зерна составляет $940 \pm 20^\circ\text{C}$. Выше этой температуры начинается интенсивный рост зерна.

Исследование влияния температуры окончания деформации при последнем проходе на микроструктуру металла 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.

Рекомендован режим предварительной термической обработки с нагревом и выдержкой в интервале температур рекристаллизации $940 \pm 20^\circ\text{C}$ с последующим замедленным охлаждением до 250°C , затем – на воздухе. Такой режим позволяет избежать восстановления крупного исходного зерна после деформации и получить равномерную измельченную структуру бейнита различной морфологии (преимущественно – нижнего) в металле трубной заготовки и мартенсита в металле баллона ВВД после закалки.

Исследование образцов из металла баллона, произведенного по усовершенствованной технологии, и образцов из металла баллонов, произведенных по существующей технологии, показало, что применение рекомендованных термомеханических параметров и режимов термообработки позволяет повысить дисперсность структурных составляющих (рисунок 3 и 4). Для выявления аустенитных зерен проводили травление в вакуумной камере дилатометра DIL 805 ($p \approx 10^{-5}$ тор) с нагревом до температуры 950°C и выдержкой 250 с. Скорость нагрева и охлаждения образцов составляла $5^{\circ}/\text{с}$. Средний размер аустенитного зерна металла баллонов, произведенных по существующей технологии (рисунок 3а) равен 23 мкм, что соответствует номеру G7 ГОСТ 5639. При этом максимальный размер зерна достигает 88,3 мкм. Средний размер зерна аустенита металла баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии (рисунок 3б) 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 (рисунок 4).

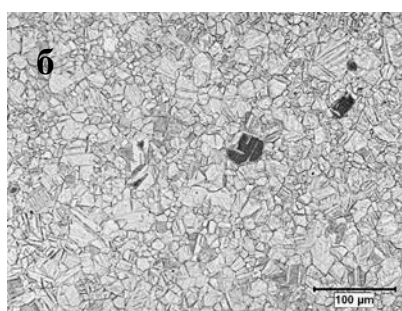
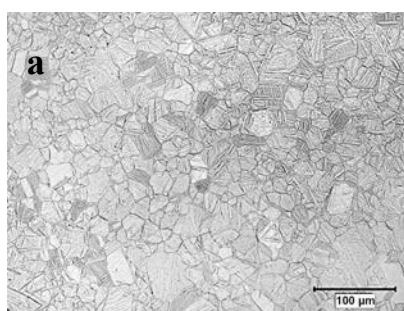


Рисунок 3 – Микроструктура металла баллона после вакуумного травления, произведенного: а – по существующей технологии; б – по усовершенствованной технологии

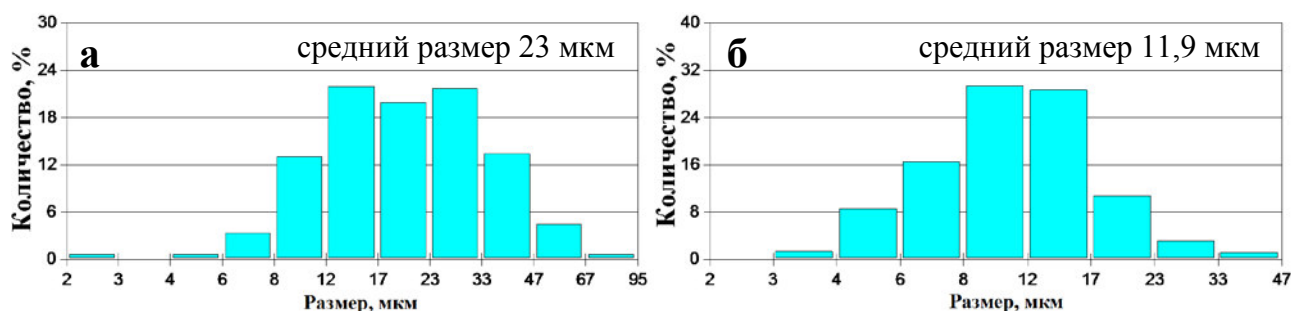


Рисунок 4 – Распределение размера аустенитных зерен в структуре металла баллонов после окончательной термообработки: а – произведенного по существующей технологии; б – произведенного по усовершенствованной технологии

В четвертой главе было определено количество остаточного аустенита после различных вариантов термообработки в стали марок 35ХНЗМФА и 38ХНЗМФА всеми доступными методами: магнитным, рентгеноструктурным, EBSD-анализом, а также методом дифракции нейтронов. Установлено: в стали указанных марок после закалки остается от 3 до 12% непревращенного аустенита; после закалки и высокого отпуска –

не более 1,3 %, после закалки и двукратного высокого отпуска – не более 1,0% (при определении всеми методами). Показано, что подавляющая часть остаточного аустенита распадается при отпуске стали. Повторный отпуск практически не влияет на количество остаточного аустенита. С помощью EBSD-анализа было показано, что остаточный аустенит располагается по границам пакетов мартенсита (рисунок 5).

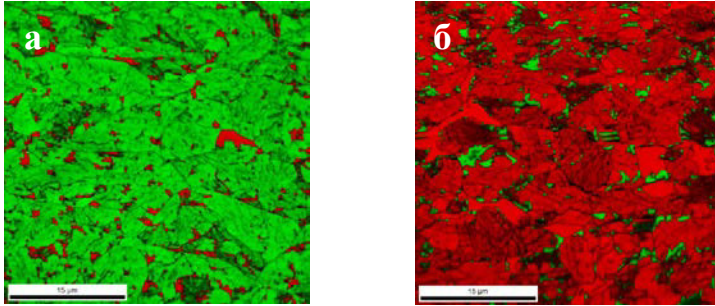


Рисунок 5 – Распределение остаточного аустенита в структуре образца из стали марки 38ХНЗМФА после закалки: а – аустенит отмечен красным, его количество 10,1 %; б – аустенит отмечен зеленым, его количество 9,0 %

Исследования кинетики превращения остаточного аустенита в процессе высокого отпуска методом высокотемпературного рентгеноструктурного фазового анализа показало, что остаточный аустенит не претерпевает превращения на этапе отпускного нагрева и выдержки при температуре отпуска, а претерпевает превращение при охлаждении с температуры отпуска. На рисунке 6 представлена схема обработки при высокотемпературном рентгеноструктурном фазовом анализе с указанием точек, в которых определялся фазовый состав. В конце выдержки при аустенитизации (1) количество аустенита равно 100 % , после закалки (2) равно 3 %, в конце выдержки при температуре отпуска (3) равно 3 % и после охлаждения с температуры отпуска (4) равно 0 %. При изменении длительности выдержки при температуре отпуска с 4 часов до 15 минут получен идентичный результат.

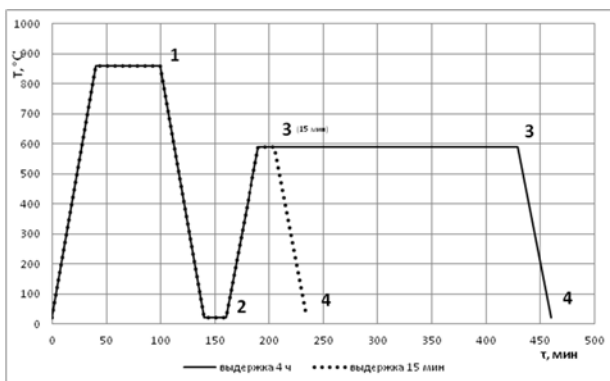


Рисунок 6 – Схема обработки при проведении высокотемпературного рентгеноструктурного фазового анализа:
— выдержка при отпуске 4 часа;
- - - выдержка при отпуске 15 мин

С целью установления закономерности превращения остаточного аустенита и возможности управления этим процессом было проведено большое количество опытов с использованием высокоскоростного дилатометра DIL 805A/D. В результате было установлено, что в части образцов (независимо от состава) остаточный аустенит не

превращается при нагреве до температуры отпуска (рисунок 7а) и выдержке при этой температуре, что ранее было показано при рентгеноструктурном анализе. Превращение остаточного аустенита происходит при охлаждении с температуры отпуска в интервале температур 250-300°C (рисунок 7б). Это связано с ликвацией химического состава в пределах заготовки и образцов, в основном – углерода. Обогащенный углеродом остаточный аустенит не распадается на этапе нагрева до отпуска, однако в процессе выдержки часть избыточного углерода выделяется в виде карбидов, мартенситная точка, таким образом, повышается и становится возможным превращение остаточного аустенита во вторичный мартенсит.

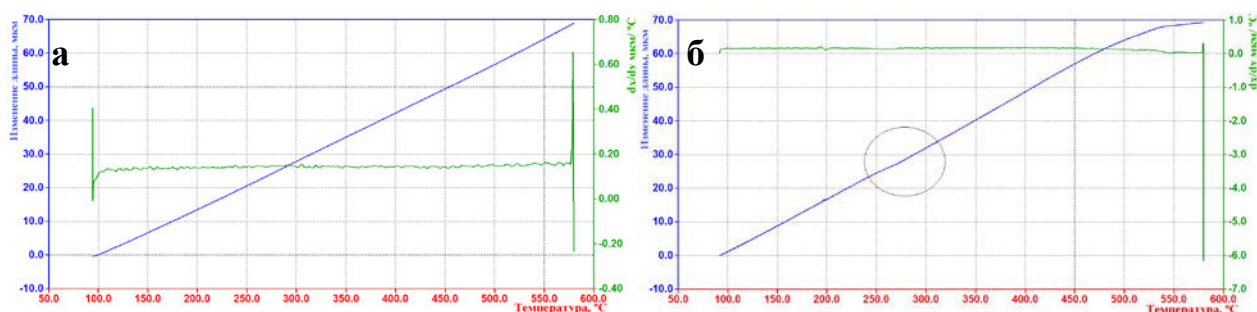


Рисунок 7 – Фрагменты дилатограммы, соответствующие: а – нагреву до температуры отпуска (превращение не наблюдается); б – охлаждению с температуры отпуска (превращение в диапазоне 250-300°C)

В то же время для другой части образцов установлена противоположная закономерность. На рисунке 8а 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. О чем свидетельствует производная от изменения длины образца по температуре (рисунок 8а) – заметны два конкурирующих процесса: уменьшение размера, вызванное выделением углерода, и увеличение размера, вызванное превращением остаточного аустенита в α -фазу (предположительно нижний бейнит). Превращения остаточного аустенита при охлаждении с температуры отпуска не происходит (рисунок 8б).

В результате исследования тонкой структуры таких образцов было установлено:

- после закалки (850°C, масло) структура металла состоит преимущественно из речного мартенсита, содержание которого составляет 90-95% (рисунок 9а). По границам рек в мартенсите обнаружены прослойки остаточного аустенита толщиной 20-40 нм (рисунок 9б). Другой компонентой структуры металла закаленных образцов, объёмная доля которой составляет 5-10%, является мартенсит самоотпуска;

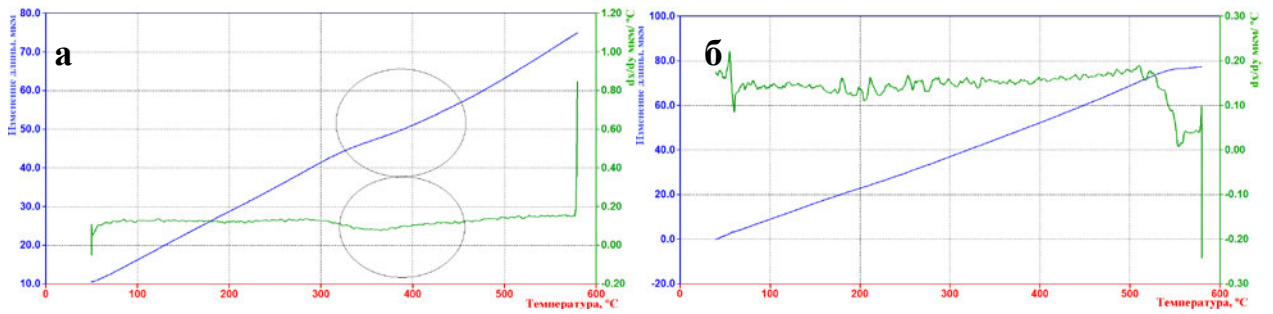


Рисунок 8 – Фрагменты дилатогаммы, соответствующие: а – нагреву до температуры отпуска (превращение в диапазоне 325-425°С); б – охлаждению с температуры отпуска (превращение не наблюдается)

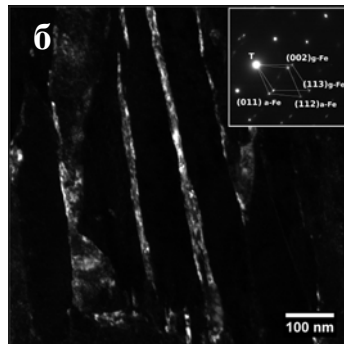
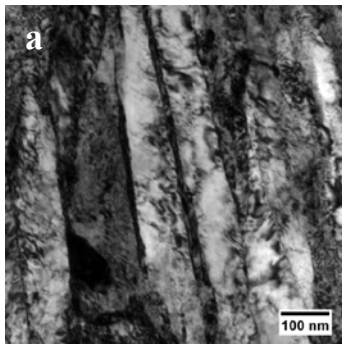


Рисунок 9 – Тонкая структура образца из стали марки 38ХНЗМФА после закалки: а – речный мартенсит; б – темнопольное изображение прослоек остаточного аустенита по границам реек мартенсита

- после однократного отпуска при 610°С закаленных образцов на месте прослоек остаточного аустенита по границам реек в речном мартенсите происходит формирование вытянутых продолговатых частиц цементита (Fe_3C) и α -фазы (рисунок 10а). Размер частиц варьируется в диапазоне от 50 до 400 нм при среднем размере 160 нм;

- после двукратного отпуска при 610°С закаленной стали карбиды цементита Fe_3C по границам в речном мартенсите приобретают более округлую форму, при этом уменьшаясь в размерах: диапазон находится в пределах от 25 до 210 нм при среднем размере 60 нм (рисунок 10б).

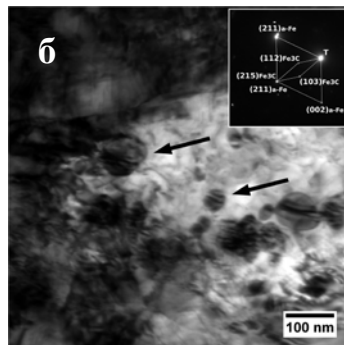
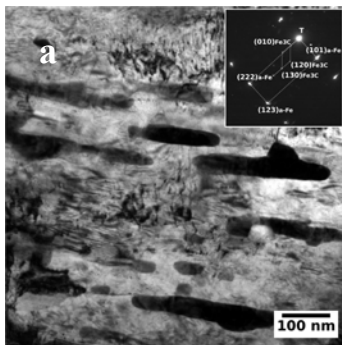


Рисунок 10 – Карбидные частицы Fe_3C по границам реек мартенсита в стали 38ХНЗМФА: а – после однократного отпуска; б – после двукратного отпуска

Получение после отпуска структуры, состоящей из отпущенного мартенсита и продуктов превращения остаточного аустенита, способствует снижению ударной вязкости и хладостойкости (таблица 1). Это связано с тем, что такие продукты

превращения (смесь карбидов и α -фазы) представляют собой хрупкие прослойки между рейками и/или пакетами мартенсита, а также на границах бывших аустенитных зерен.

Плотность дислокаций в закалённом состоянии составляет $6,2 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в речном 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 речном мартенсите и $2,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ в мартенсите самоотпуска.

Таблица 1 – 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	≥ 980	$\geq 11,0$	-	$\geq 68,7$	-	-

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 (таблица 1).

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. При исследовании продуктов превращения остаточного аустенита было установлено, что кратковременный первый отпуск при 610°C оказывает идентичное отпуску по штатному режиму влияние на происходящие процессы: выделение вытянутых карбидов типа Fe₃C на месте прослоек остаточного аустенита средним размером 190 нм (рисунок 11 а). Второй отпуск при 610°C по штатному режиму приводит к уменьшению среднего размера выделившихся

карбидных частиц до 80 нм и изменению формы – с вытянутой на глобулярную с растворением заостренных концов (рисунок 11 б). Термообработка по такому режиму позволит получить идентичный термообработке по штатному режиму комплекс свойств, получив экономический эффект за счет снижения времени выдержки при термообработке.

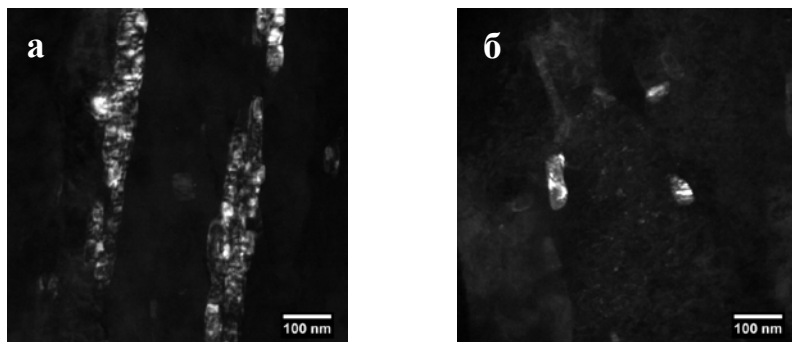


Рисунок 11 – Карбидные частицы Fe_3C по границам реек мартенсита в стали 38XN3MFA: а – после однократного кратковременного отпуска; б – после кратковременного и повторного штатного отпуска

В пятой главе по результатам определения сопротивляемости металла распространению трещины методом статического изгиба (рисунок 12) показано, что работа развития трещины A_p металла баллона, произведенного по существующей технологии, уже при температуре $0^\circ C$ практически отсутствует, что обуславливает высокую вероятность хрупкого разрушения при отрицательной температуре эксплуатации.

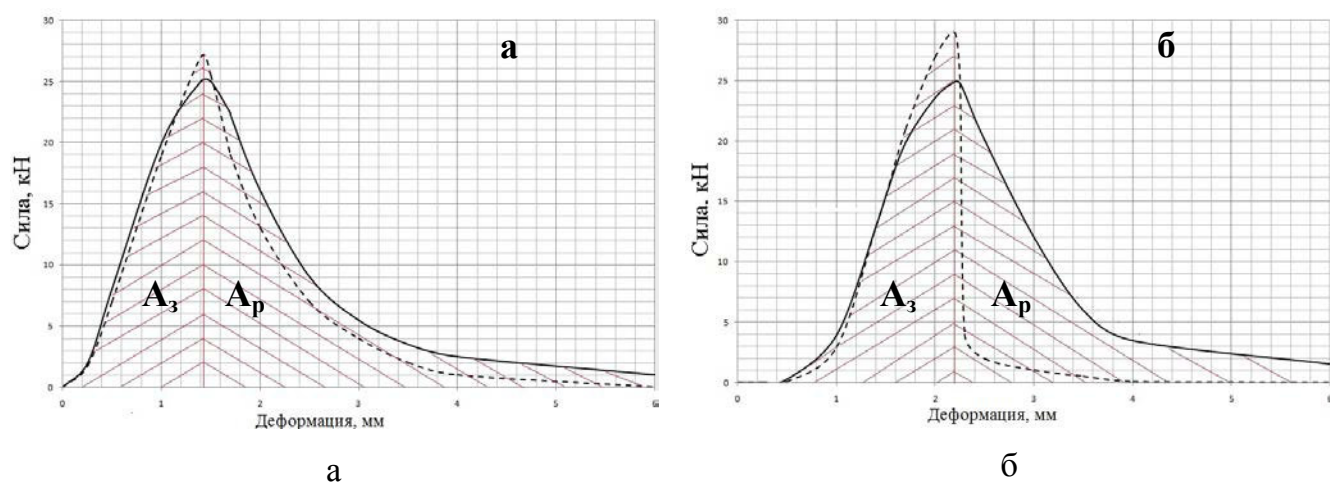


Рисунок 12 – Сравнение диаграмм «нагрузка-прогиб» металла баллонов, произведенных по существующей (----) и усовершенствованной технологии (—) $T_{исп}$: а – $20^\circ C$; б – $0^\circ C$. A_3 – работа зарождения трещины, A_p – работа развития трещины

Приведенные в таблице 1 механические свойства металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии демонстрируют: 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 ударную вязкость KCV^{-50} металла баллона, произведенного по существующей технологии.

По результатам сравнения характеристик сопротивляемости разрушению и ударной вязкости металла баллонов, произведенных по существующей и усовершенствованной технологии, 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.

По результатам определения склонности к коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН) металла баллонов с различным уровнем прочностных характеристик (рисунок 13) показано, что с повышением предела текучести трещиностойкость в коррозионной среде β^1 резко падает.

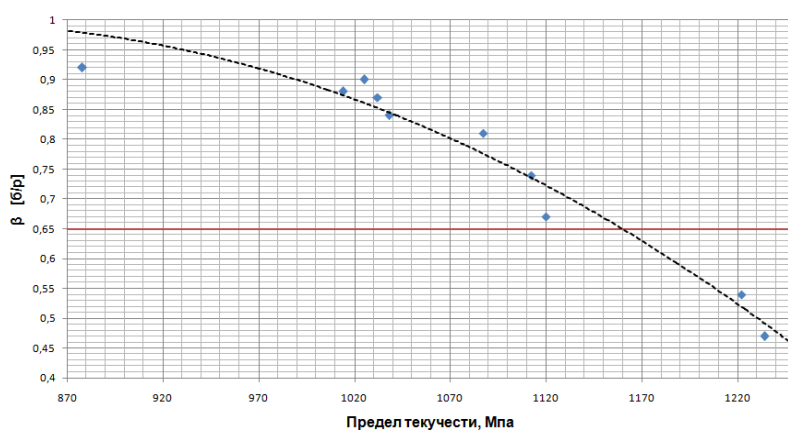


Рисунок 13 – Результаты испытаний образцов, вырезанных из баллонов с различным уровнем предела текучести, в коррозионной среде

При освидетельствовании баллонов с длительным сроком эксплуатации на них возможно наличие язвенных повреждений глубиной до 2 – 3 мм, следовательно, дефект, по крайней мере, глубиной до 5 мм не должен приводить к началу процесса коррозионного растрескивания под напряжением. Принимая во внимание, что темп язвенной коррозии неизвестен, размер дефекта следует принять с некоторым запасом. Тогда для действующего при рабочем давлении напряжения 500 МПа, требование к параметру трещиностойкости в коррозионной среде по формуле: $K_I = 1,12\sigma\sqrt{\pi a}$, где K_I – параметр трещиностойкости, σ –

¹ β - отношение разрушающих нагрузок в коррозионной среде и на воздухе

напряжение, a – размер дефекта, 1,12 – коэффициент, учитывающий форму трещины и конструкцию баллона

$$K_{I_{ssc}} \geq 70 \text{ МПа} \sqrt{\text{м}}.$$

Используя связь полученной величины $K_{I_{ssc}}$ с имеющимися параметрами разрушающих нагрузок на воздухе, получено, что уровень $K_{I_{ssc}} \geq 70 \text{ МПа} \sqrt{\text{м}}$ обеспечивается при $\beta \geq 0,65$. Данная величина β соответствует пределу текучести не более 1150 МПа (рисунок 13). Таким образом, в результате выполненных исследований предложено верхнее ограничение по пределу текучести (1128 МПа) и временному сопротивлению (1274 МПа).

Основываясь на ограничении верхнего значения временного сопротивления в нормативную документацию введен контроль твердости металла баллона и образцов-свидетелей с нормой 331-415 НВ. Данные значения получены из установленной корреляция твердости НВ с временным сопротивлением для стали марки 38ХНЗМФА: $\sigma_B = 2,51 \cdot \text{НВ} + 237,08^2$.

Для обеспечения предотвращения нестабильного хрупкого разрушения при неизвестном размере дефекта, учитывая минимальную толщину стенки баллона, принятую равной 19 мм, и значение максимально допустимого предела текучести, получено, что значение параметра трещиностойкости по формуле:

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

, где $\sigma_{0,2}$ – предел текучести, t – толщина стенки баллона.

$K_{Ic} \geq 112 \text{ МПа} \sqrt{\text{м}}$. На основе установленной корреляции³ этот уровень K_{Ic} обеспечивается при значении уровня ударной вязкости $KCV \geq 38 \text{ Дж/см}^2$. Таким образом, контроль ударной вязкости должен осуществляться на образцах с острым надрезом при минимальной температуре эксплуатации – минус 50°C с нормой $KCV^{50} \geq 38 \text{ Дж/см}^2$.

По результатам статистического анализа (рисунки 14 и 15) механических характеристик произведенных по усовершенствованной технологии (с учетом данных в работе рекомендаций: температура нагрева при деформации в интервале 1230-1240°C,

² 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.

³ Обеспечение конструктивно-технологической прочности судов и морских технических сооружений. А.В. Ильин, В.П. Леонов. // Материалы для судостроения и морской техники. Т I. Справ. в 2 т. под ред. И.В. Горынина. СПб.: НПО «Профессионал», 2009. с. 593-769

окончание деформации в интервале 880-940°C, нагрев и выдержка при температуре 940 ± 20°C на этапе предварительной термообработки, применение двукратного отпуска после закалки) 206-ти баллонов в сопоставлении с 108-ю баллонами производства 1987-1991 гг. и 153-я баллонами производства 2003-2004 гг. установлено, что предел текучести 97 % баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, находится на оптимальном уровне 1020 – 1140 МПа. Для баллонов, произведенных в 1987-1991 гг., максимальное превышение предела текучести по отношению к требованиям составило 160 - 200 МПа (15 % баллонов), для баллонов производства 2003 – 2004 гг. таких баллонов 65 %. Только для 2,9 % баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, значение ударной вязкости KCU^{+20} находится на нижнем уровне. В то же время 22,2 и 14,3 % баллонов производства 1987-1991 гг. и 2003 – 2004 гг. по существовавшей технологии соответственно имеют значения ударной вязкости на нижнем уровне. При этом 90,9 % баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, имеют превышение нормативного уровня ударной вязкости KCU^{+20} более 20 Дж/см², в то время как такой запас ударной вязкости имеют 50,9 % баллонов производства 1987 – 1991 гг. и 46,4 % баллонов производства 2003-2004 гг.

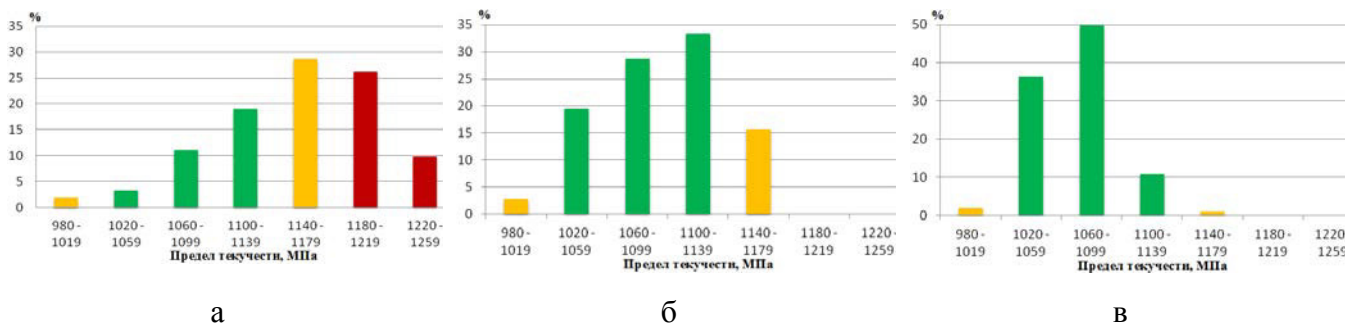


Рисунок 14 – Распределение значений предела текучести металла: а – для 153-х баллонов производства 2003-2004 гг.; б – для 108-и баллонов производства 1987 – 1991 гг., в – для 208-и баллонов производства 2012-2014 гг.

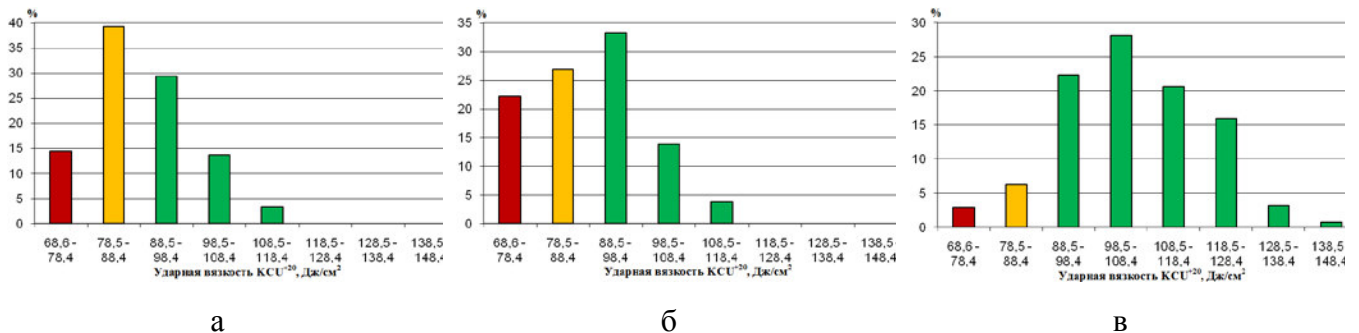


Рисунок 15 – Распределение значений ударной вязкости KCU^{+20} : а – для 153-х баллонов производства 2003-2004 гг.; б – для 108-и баллонов производства 1987-1991 гг., в – для 208-и баллонов производства 2012-2014 гг.

Показано, что металл баллонов, произведенных по усовершенствованной технологии, не склонен к КРН: параметр β находится в диапазоне 0,85-0,86. В металле баллонов, произведенных по существующей технологии, может реализоваться коррозионное растрескивание под напряжением: параметр β находится в диапазоне 0,52-0,74.

В шестой главе на основе обобщения экспериментальных и литературных данных разработан состав экономнолегированной стали для баллонов ВВД, содержащей 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.

На основе исследований кинетики превращения аустенита в перспективной стали рекомендован режим предварительной термообработки после деформации: копеж в интервале температур феррито-перлитного превращения ($\sim 650^\circ\text{C}$), переохлаждение до $250-300^\circ\text{C}$, последующий отжиг с нагревом в диапазоне температур рекристаллизации ($\sim 930-960^\circ\text{C}$) с охлаждением до температуры диффузионного феррито-перлитного превращения ($\sim 650^\circ\text{C}$) и выдержкой при данной температуре. Такой режим позволяет измельчить зерно аустенита за счет феррито-перлитного превращения. Также данный режим позволяет значительно сократить продолжительность предварительной термообработки. Это связано с тем, что для заготовок из стали марок 35ХН3МФА и 38ХН3МФА (в которых феррито-перлитное превращение не достижимо в реальных условиях охлаждения) необходимо замедленное охлаждение с температуры отжига для получения бейнитной структуры и последующий длительной отпуск для снижения твердости перед механической обработкой заготовок.

Средний размер аустенитного зерна в образцах из разработанной стали, термообработанных по рекомендуемому режиму (закалка $850-870^\circ\text{C}$ в масло, отпуск $580-590^\circ\text{C}$ с охлаждение на воздухе), равен 11,5 мкм (рисунок 16а). Микроструктура металла образцов представляет собой отпущенный мартенсит (рисунок 16б).

Исследование металла заготовок, термообработанных по рекомендуемым режимам, показало, что при обеспечении требуемого уровня прочности, ударная вязкость перспективных сталей 20ХН2МФА и 25ХН2МФА превосходит ударную вязкость металла баллонов из стали 35ХН3МФА, произведенных по усовершенствованной технологии (рисунок 17). При этом 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.

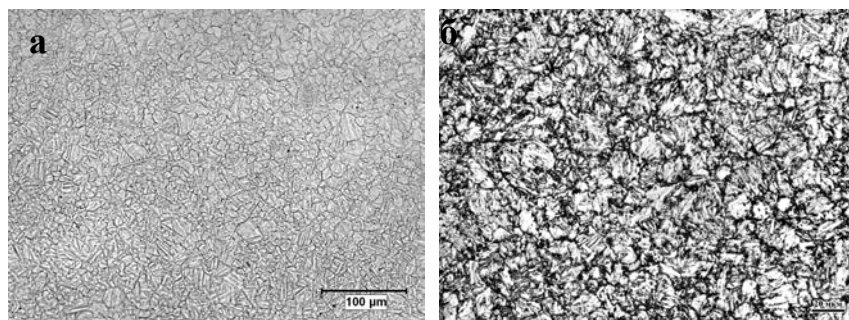


Рисунок 16 – Микроструктура заготовки из стали 20XН2МФА после окончательной термообработки: а – оценка аустенитного зерна после вакуумного травления⁴; б – травление в 4% растворе азотной кислоты

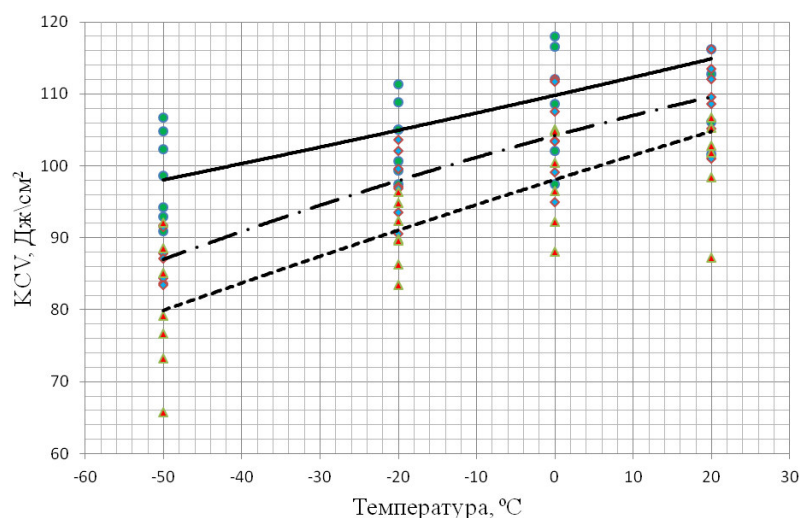


Рисунок 17 – Зависимость значений ударной вязкости стали 20XН2МФА (—), 25XН2МФА (— · —), 35XН3МФА (·····) от температуры испытаний

Разработанная сталь позволяет не только обеспечить повышение хладостойкости, но и снизить себестоимость баллонов ВВД за счет снижения содержания дорогостоящего никеля, сокращения длительности предварительной термообработки и применения однократного отпуска после закалки.

Основные выводы и результаты работы

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

⁴ Травление в вакуумной камере дилатометра DIL 805A/d ($p \approx 10^{-5}$ тор) с нагревом до температуры 950°C и выдержкой 250 с.

интервала температур рекристаллизации (выше 960°C) – к формированию неравномерной структуры аустенита.

2. Показано, что завершение деформации ниже интервала температур рекристаллизации (в диапазоне 880-940°C) и последующий отжиг с нагревом и выдержкой в интервале температур рекристаллизации 940±20°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°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°C. 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.

Основное содержание диссертации отражено в 11 печатных работах.

1. Зиза А.И., Цуканов В.В., Цыганко Л.К., Шандыба Г.А.. 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.

2. Зиза А.И., Цуканов В.В.. 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.

3. Зиза А.И., Цуканов В.В.. 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.

4. 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.

5. 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. – с. 589-602.

6. Зиза А.И. Совершенствование режимов термообработки стали типа 35ХНЗМФА с целью повышения хладостойкости // **Молодежная научно-техническая**

конференция «Инновации молодых» Санкт-Петербург 11 нояб., 2014 ОАО «СПМБМ «Малахит». – 2015. – № 3. – с. 91-97.

7. Зиза А.И., Цуканов В.В.. 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, 2017 г. с. 372.

8. Зиза А.И., Захаренко Ю.В., 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.

9. Зиза А.И., Захаренко Ю.В., 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.

10. Ziza A. I. and 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 287. – 2017. <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/287/1/012015>

11. 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.