

Панов Д.О., Спивак Л.В. Исследование распада переохлажденного аустенита конструкционной стали с использованием дилатометрии высокого разрешения // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. – 2020. – Т. 22, № 1. – С. 5–14. DOI: 10.15593/2224-9877/2020.1.01

Panov D.O., Spivak L.V. Study of the transformation of supercooled austenite of steel using high-resolution dilatometry. *Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science*, 2020, vol. 22, no. 1, pp. 5–14. DOI: 10.15593/2224-9877/2020.1.01

ВЕСТНИК ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение
Т. 22, № 1, 2020

Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science
<http://vestnik.pstu.ru/mm/about/inf/>

DOI: 10.15593/2224-9877/2020.1.01
УДК 669.018.29-047.58

Д.О. Панов¹, Л.В. Спивак²

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Россия

²Пермский государственный национальный исследовательский университет, Пермь, Россия

**ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПАДА ПЕРЕОХЛАЖДЕННОГО АУСТЕНИТА КОНСТРУКЦИОННОЙ
СТАЛИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИЛАТОМЕТРИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ**

Развитие методов экспериментального исследования фазовых превращений, в том числе дилатометрии высокого разрешения, позволяет фиксировать быстроидущие процессы, в каждый момент времени с достаточно высокой точностью определять параметры состояния исследуемого образца и выявлять относительно слабые эффекты от процессов в материале, что требует разработки новых подходов к анализу полученных данных. Разработанная методика анализа первой производной дилатограммы показала хорошие результаты при анализе процессов в межкритическом интервале температур, происходящих при непрерывном нагреве конструкционных сталей, что делает перспективным ее применение для исследования процессов при охлаждении. Таким образом, статья посвящена исследованию распада переохлажденного аустенита конструкционной стали 30ХГСА с использованием дилатометрии высокого разрешения и последующим анализом дилатометрических данных. Дополнительно в работе использовали калориметрический, металлографический и дюрOMETрический анализ. Предложенная методика анализа дилатометрических данных процесса распада переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении, заключающаяся в анализе первой производной дилатограммы с разложением на составляющие пики, позволяет разделить объемные эффекты от различных фазовых превращений и разделить выявленные процессы по температурной шкале. С использованием нового метода анализа дилатометрических данных исследованы процессы распада переохлажденного аустенита в промышленной стали 30ХГСА при охлаждении со скоростями от 0,15 до 100 °С/с и построена новая термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита, где разделены области всех выявленных превращений. Установлено хорошее соответствие результатов, полученных с использованием предложенных подходов к дилатометрическому анализу, и данных калориметрического, металлографического и дюрOMETрического анализа.

Ключевые слова: дилатометрия, термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита, калориметрия, феррит, феррито-карбидная смесь, бейнит, мартенсит, сталь, фазовые превращения, дюрOMETрический анализ.

D.O. Panov¹, L.V. Spivak²

¹Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation

²Perm State National Research University, Perm, Russian Federation

**STUDY OF THE TRANSFORMATION OF SUPERCOOLED AUSTENITE
OF STEEL USING HIGH-RESOLUTION DILATOMETRY**

The development of methods for experimental research of phase transformations, including high resolution dilatometry, allows to estimate fast processes in each moment of time, to determine the state of the test specimen with high accuracy and to detect relatively weak effects from processes in the investigated material. So requires the development of new approaches to the analysis of the data. The new method of analysis of the first derivative of the dilatogram showed good results in the analysis of processes in the intercritical temperature range during continuous heating of steels, which makes its application promising for the study of processes during cooling. Thus, the article is devoted to the study of the transformation of supercooled austenite in steel 30XGSA using high-resolution dilatometry and subsequent analysis of dilatometric data. Additionally, calorimetry, metallography and hardness testing were used in the current work. The proposed method of analysis of the dilatometric data of the transformation of supercooled austenite during continuous cooling, which consists in the analysis of the first derivative dilatogram with decomposition into components peaks, allows to separate volume effects from different phase transformations and to split the identified processes on the temperature scale. Using a new method of analysis of dilatometric data, the processes of decomposition of supercooled austenite in steel 30XGSA under cooling with velocities from 0.15 to 100 °C/s were studied and a new continuous cooling transformation diagram was constructed, where the regions of all noticed transformations were separated. A good agreement between the results obtained using the proposed approaches to dilatometry and the data of calorimetry, metallography and hardness testing results was established.

Keywords: dilatometry, continuous cooling transformation diagram, calorimetry, ferrite, ferrite-carbide mixture, bainite, martensite, steel, phase transformations, hardness testing.

Введение

Уровень развития современных методов экспериментального исследования фазовых превращений позволяет фиксировать быстроидущие процессы, в каждый момент времени с достаточно высокой точностью определять параметры состояния исследуемого образца и выявлять относительно слабые эффекты от процессов в материале [1]. В настоящее время при исследовании фазовых превращений в сплавах железа при термической обработке практически невозможно обойтись без использования дилатометрии [2–4], в том числе дилатометрии высокого разрешения. Следует отметить, что данные дилатометрических измерений содержат большое количество информации о фазовых и структурных превращениях, так как все происходящие процессы в материале имеют объемный эффект, который можно выделить при их анализе.

По мере развития методологии дилатометрических исследований для определения положения критических точек по дилатограммам сначала применяли метод двух касательных [5], когда за критическую температуру принимали точку пересечения касательных к участкам до и после перегиба дилатограммы. По мере повышения разрешающей способности метода широкое распространение получил метод касательной [6, 7], в соответствии с которым за критическую температуру принимали точку отрыва касательной от линейного участка дилатограммы до или после превращения. Применение математического анализа дилатограмм позволило использовать первую производную дилатограммы для определения положения критических точек [8, 9], что заметно увеличило точность выявления положения критических точек. Помимо этого, анализ дилатограмм позволил установить, что фазовое превращение в стали на первой производной дилатограммы присутствует в виде пика, площадь которого равна объемному эффекту превращения [10]. Использование дилатометрии высокого разрешения для исследования фазовых превращений в ряде работ позволило определить, что первая производная дилатограммы, как правило, имеет сложную структуру и является суперпозицией нескольких пиков от различных превращений, происходящих в исследуемом материале [7, 9, 11]. Так, исследование процесса образования аустенита при непрерывном нагреве с использованием анализа пиков первой производной дилатограммы позволило обнаружить стадийность процесса аустенитизации сталей с исходной феррито-перлитной структурой [12], исходной бейнитно-ферритной структурой [7] и исходной мартенситной структурой [13]. Причем обнаружен-

ные в этих работах стадии аустенитизации частично накладываются друг на друга, т.е. развиваются одновременно в определенном температурном интервале, но в различных микрообъемах исследуемого материала. Понимание стадийности аустенитизации в межкритическом интервале температур (МКИТ) позволило получить при неполной закалке lamellarную многофазную структуру с сочетанием высокого уровня прочности и ударной вязкости [14]. В исследовании [15] выделение и последующий учет пика от процесса рекристаллизации на первой производной дилатограммы нагрева холоднодеформированной стали позволили значительно повысить точность результатов количественного дилатометрического анализа.

Описанный выше подход к анализу процесса аустенитизации при нагреве в МКИТ показал свою эффективность, что позволяет говорить о его перспективности для изучения процессов распада переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении [16]. По результатам дилатометрических исследований процесса распада переохлажденного аустенита, как правило, строят диаграммы распада, которые содержат информацию о температурно-временных границах различных превращений при охлаждении [17, 18]. Однако диаграммы распада переохлажденного аустенита одной и той же марки стали, полученные различными научными коллективами, могут существенно отличаться [19, 20], что обусловлено не только разным плавочным составом исследуемых сталей, но и различием в используемых методах измерения, точности используемого оборудования и методиках анализа результатов. Таким образом, целью данной работы является исследование распада переохлажденного аустенита конструкционной стали с использованием дилатометрии высокого разрешения и последующим анализом дилатометрических данных.

Материалы и методики

В качестве материала для демонстрации предлагаемого в данной статье подхода выбрана сталь 30ХГСА промышленной выплавки со следующим химическим составом, мас. %: 0,32 С; 0,92 Cr; 0,87 Mn; 1,06 Si; 0,06 Ni; 0,005 Mo; 0,026 Al; 0,16 Cu. Предварительная термическая обработка заключалась в печном нагреве до температуры 900 °С, выдержке в течение 30 мин и последующем охлаждении вместе с печью.

Дилатометрические измерения проводили на закалочном дилатометре Linsels R.I.T.A. L78, оснащенном индукционным датчиком продольного перемещения Schaevitz HR 100 (MC). Термические циклы осуществляли в среде газообразного гелия высокой

чистоты марки 6.0 (по ТУ 0271-001-45905715–02, чистота 99,9999 %). В качестве охлаждающей среды также использовали газообразный гелий высокой чистоты марки 6.0, который подавали на образцы под различным давлением. Исследуемые цилиндрические образцы имели диаметр 3 мм и высоту 10 мм. На исследуемый образец методом электроконтактной сварки на сварочном агрегате HotSpot II приваривали концы предварительно откалиброванной термопары К-типа (Ni–NiCr), что позволило непосредственно во время измерения фиксировать температуру образца. Нагрев исследуемых образцов проводили со скоростью 1,5 °C/с до температуры 900 °C, с выдержкой в течение 10 мин, с последующим непрерывным охлаждением со скоростями от 0,17; 0,67; 3, 5, 10, 30, 60 или 100 °C/с до температуры 30 °C.

Калориметрические исследования проводили на дифференциальном сканирующем калориметре STA-449 Jupiter при нагреве со скоростью 0,67 °C/с до температуры 900 °C, выдержке 10 мин и последующем охлаждении со скоростью 0,67 °C/с в среде аргона чистотой 99,998 %. Исследуемые цилиндрические образцы имели диаметр и высоту 3 мм.

Анализ дилатограмм проводили путем получения первых производных дилатограмм ($d(\Delta L)/dT$) с последующим разложением на пики с использованием программы Fituk [21]. Анализ ДСК-кривой также проводили с использованием программы Fituk. Для анализа процесса образования феррита, феррито-карбидной смеси (ФКС) и бейнита использовали кривые Гаусса с асимметрией, для анализа процесса образования мартенсита – кривые Пирсона с асимметрией. Коэффициент детерминации (R-квадрат) во всех случаях анализа данных находился на уровне 0,95 или выше. Объемную долю продуктов превращения определяли по доле площади соответствующего пика от общей площади профиля первой производной дилатограммы.

ДюрOMETрический анализ проводили на дилатометрических образцах с использованием твердомера ПМТ-3 по методу восстановленного отпечатка. В процессе измерения в поверхность микрошлифа вдавливали четырехгранную алмазную пирамиду с квадратным основанием при нагрузке 50 г в течение 10 с, далее определяли среднее значение длин диагоналей отпечатка. Твердость образца определяли как среднее арифметическое четырех измерений. Полуширина доверительного интервала при оценке микротвердости образцов находится в пределах 10 % от среднего значения измеренной величины.

Металлографические исследования проводили на микрошлифах, приготовленных из обработанных по заданным режимам дилатометрических

образцов, с использованием светового инвертированного микроскопа Olympus GX 51 при увеличении до 1000 крат. Количественный фазовый анализ проводили по методу сетки [22]. Полуширина доверительного интервала при оценке доли структурных составляющих находится в пределах 7 % от среднего значения полученного значения.

Результаты исследований и их обсуждение

Исходное состояние

Микроструктура стали 30ХГСА после предварительной термической обработки представлена на рис. 1. Исследуемая сталь после предварительной термической обработки состоит из избыточного феррита и феррито-карбидной смеси (ФКС). Избыточный феррит представлен в виде полиэдрических зерен, которые по результатам количественного металлографического анализа занимают 48 % поверхности шлифа. Колонии ФКС расположены группами внутри исходных аустенитных зерен, имеют пластинчатое строение и занимают 52 % поверхности микрошлифа.

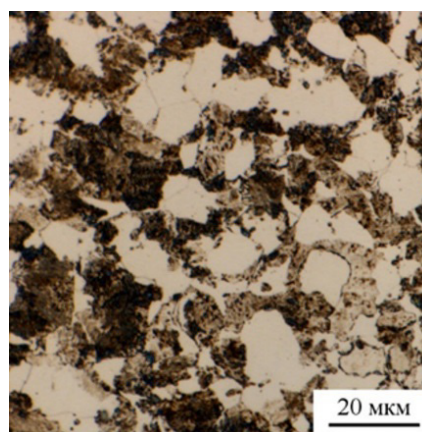


Рис. 1. Структура стали 30ХГСА в исходном состоянии

Дилатометрические и металлографические исследования

Критические точки при нагреве были определены по методике [23], которая позволяет учитывать одновременно дилатометрический и термический эффект превращения при нагреве. Средние значения критических точек A_{C1} и A_{C3} составили 747 ± 3 и 838 ± 4 °C соответственно.

Все реализованные скорости охлаждения по характеру происходящих превращений аустенита, определенных по дилатограммам, можно разделить на три группы: первая группа – от 0,17 до 1 °C/с, когда происходит распад переохлажденного аустенита в верхней части температурного интервала

охлаждения (рис. 2, а); вторая группа – от 3 до 30 °С/с, когда превращение развивается практически во всем интервале температур охлаждения (рис. 2, б); третья группа – от 60 до 100 °С/с, когда превращение происходит в нижней части температурного интервала охлаждения (рис. 2, в). Для детального анализа наблюдаемых на дилатограммах фазовых превращений при непрерывном охлаждении и определения температурных интервалов их развития получали первую производную дилато-

граммы охлаждения и проводили ее разложение на составляющие пики.

При охлаждении со скоростями из первой группы, в том числе со скоростью 0,67 °С/с, на профиле первой производной дилатограммы охлаждения присутствуют вершины трех пиков от различных процессов (рис. 3, а). При дальнейшем анализе первой производной установлено, что эти процессы в определенном температурном интервале частично накладываются друг на друга (рис. 3, б).

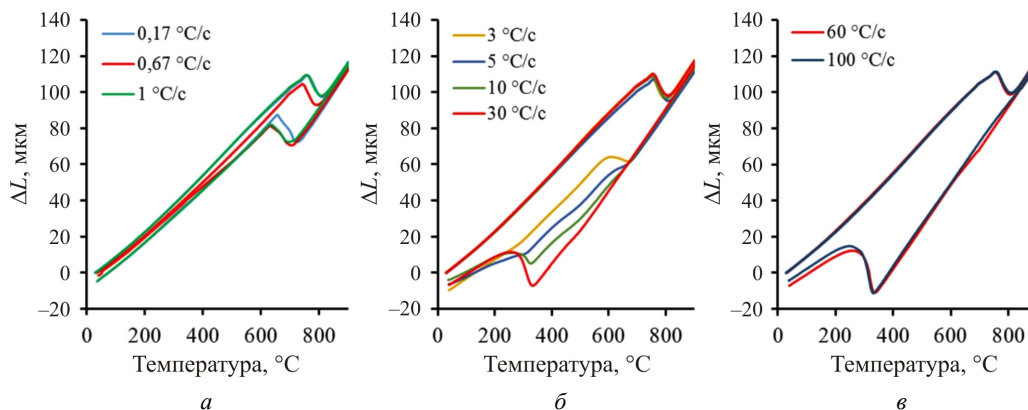


Рис. 2. Дилатограммы стали 30ХГСА, обработанной по режиму нагрева со скоростью 1,5 °С/с до температуры 900 °С с выдержкой 10 мин и последующим охлаждением со скоростями: а – 0,17; 0,67; 1 °С/с; б – 3, 5, 10, 30 °С/с; в – 60, 100 °С/с

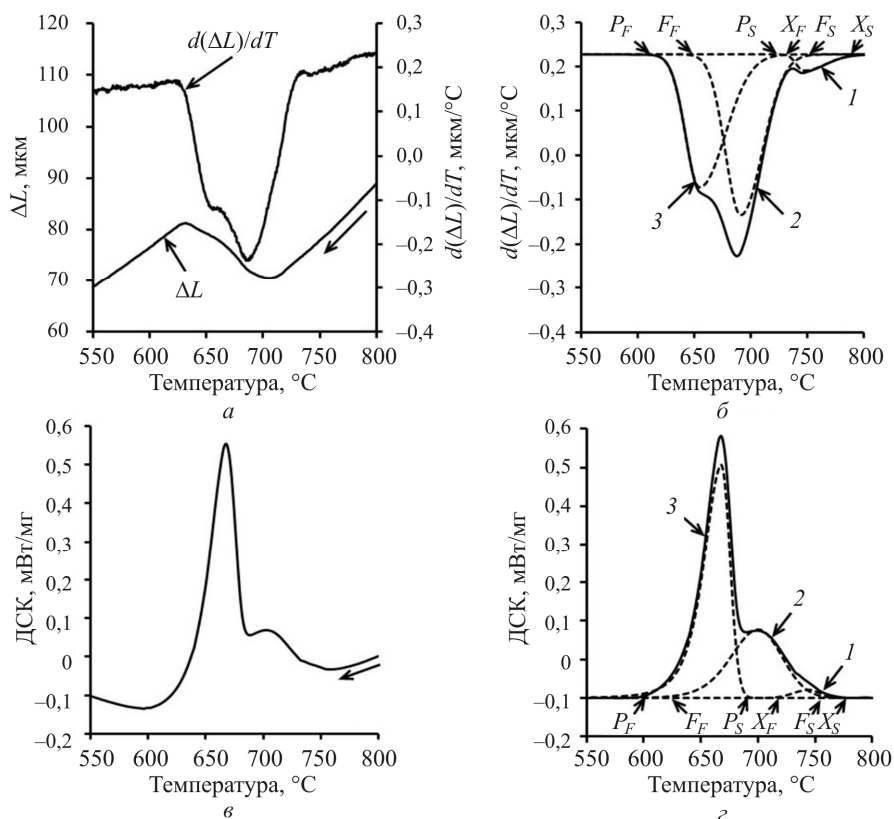


Рис. 3. Результаты дилатометрического (а, б) и калориметрического анализа (в, г) стали 30ХГСА, полученные при охлаждении со скоростью 0,67 °С/с: а – дилатограмма (ΔL) и первая производная дилатограммы ($d(\Delta L)/dT$); б – схема разложения первой производной дилатограммы ($d(\Delta L)/dT$) на составляющие пики; в – ДСК-кривая; г – схема разложения ДСК-кривой на составляющие пики

Первый пик находится в интервале температур от 788 до 730 °С (X_S и X_F соответственно). Предположительно, первый пик обусловлен выделением избыточного феррита в наиболее неоднородных и дефектных микрообъемах, однако объемный эффект от этого процесса относительно небольшой и не превышает нескольких процентов. Второй пик в данном случае соответствует выделению большей части избыточного феррита (Φ) в интервале от 757 до 647 °С (F_S и F_F соответственно), а третий – образованию феррито-карбидной смеси (ФКС) в интервале от 724 до 615 °С (P_S и P_F соответственно). Калориметрический анализ также подтверждает присутствие трех процессов в данных условиях (рис. 3, *в* и *г*). По данным калориметрического анализа, $X_S = 774$ °С; $X_F = 720$ °С; $F_S = 764$ °С; $F_F = 630$ °С; $P_S = 695$ °С; $P_F = 580$ °С, что свидетельствует об удовлетворительном соответствии друг другу результатов определения температур начала и окончания фазовых превра-

щений дилатометрическим и калориметрическим анализом. Разница в полученных значениях температуры обусловлена отличием в методике определения температуры непосредственно в процессе измерения этими двумя методами. Так, при дилатометрических измерениях термopара фиксирует температуру исследуемого образца, а при калориметрических – температуру площадки, на которой расположен тигель с образцом, поэтому тепловые эффекты превращения могут приводить к некоторому отклонению реальной температуры образца от фиксируемой термopарой. В структуре в результате охлаждения стали после полной аустенитизации со скоростью 0,67 °С/с наблюдаются области избыточного феррита и области ФКС (рис. 4, *а*). При сопоставлении результатов количественного металлографического анализа с данными дилатометрического анализа установлено хорошее соответствие результатов этих двух методов (таблица).

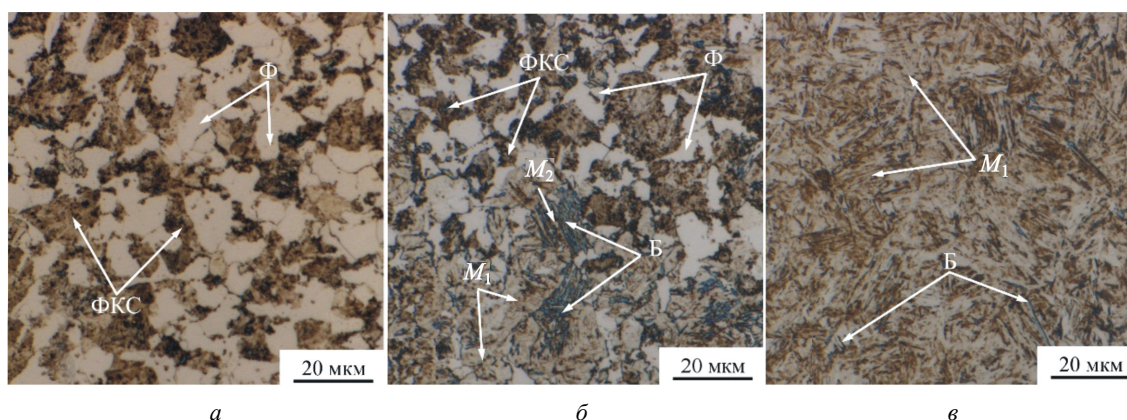


Рис. 4. Микроструктура стали 30ХГСА после непрерывного охлаждения после полной аустенитизации со скоростями: *а* – 0,67; *б* – 3; *в* – 100 °С/с

Результаты количественного металлографического и дилатометрического анализа процесса распада переохлажденного аустенита стали 30ХГСА

№ п/п	Скорость охлаждения, °С/с	Доля феррита, %	Доля ФКС, %	Доля бейнита, %	Доля мартенсита, %
1	0,17	55 / 54	44 / 45	н/о / н/о	н/о / н/о
2	0,67	53 / 51	47 / 46	н/о / н/о	н/о / н/о
3	1	51 / 49	49 / 49	н/о / н/о	н/о / н/о
4	3	26 / 22	32 / 34	18 / 21	24 / 21 (19 % в/т + 2 % н/т)
5	5	17 / 18	14 / 17	29 / 26	40 / 37 (32 % в/т + 5 % н/т)
6	10	12 / 13	<1 / <1	27 / 25	61 / 62 (52 % в/т + 10 % н/т)
7	30	5 / 5	н/о / н/о	18 / 19	77 / 76
8	60	<1 / <1	н/о / н/о	<1 / н/о	99 / >99
9	100	н/о / н/о	н/о / н/о	<1 / н/о	99 / 100

Примечание: в числителе – результаты количественного металлографического анализа; в знаменателе – количественного дилатометрического анализа. Обозначения: н/о – не обнаружено; в/т – высокотемпературный; н/т – низкотемпературный.

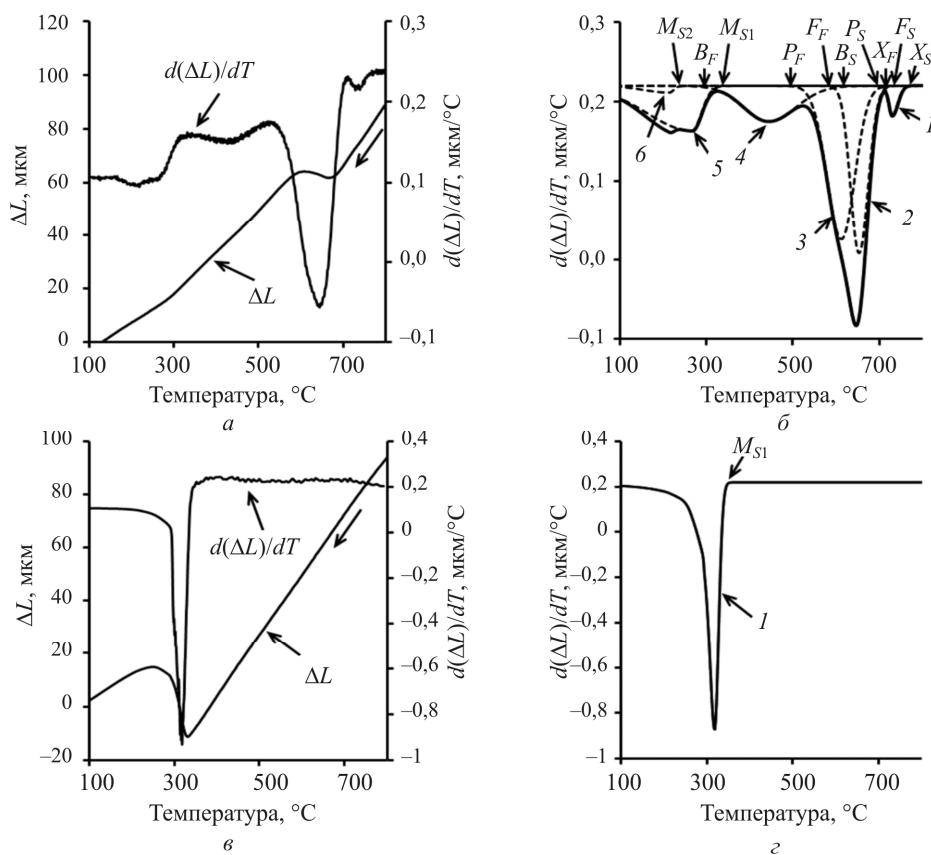


Рис. 5. Результаты дилатометрического анализа стали 30XГСА: а, в – дилатограммы (ΔL) и первые производные дилатограмм ($d(\Delta L)/dT$), полученные при охлаждении со скоростями 3 и 100 °C/c соответственно; б, г – схема разложения первых производных дилатограмм ($d(\Delta L)/dT$), полученных при охлаждении со скоростями 3 и 100 °C/c соответственно

Охлаждение со скоростями из второй группы, в том числе со скоростью 3 °C/c, вызывает появление на первой производной дилатограммы шести пиков (рис. 5, а и б). Самый высокотемпературный процесс (первый пик) с небольшой объемной долей (2 %) в интервале температур от 765 до 711 °C (X_S и X_F соответственно), по-видимому, соответствует первому пику, обнаруженному при анализе данных первой группы скоростей охлаждения (см. рис. 3, б). Наиболее четко выраженный пик на первой производной дилатограммы является суперпозицией двух пиков – выделения избыточного феррита (второй пик) и образования ФКС (третий пик). Эти процессы в определенном температурном интервале происходят одновременно, но в различных микрообъемах исследуемого образца и составляют 22 и 34 % от общего объема превращения соответственно (см. таблицу). Четвертый пик соответствует бейнитному превращению, которое происходит в интервале температур от B_S до B_F с объемным эффектом превращения, равным 21 %, и частично накладывается на интервал образования ФКС в верхней части температурной шкалы и на мартенситное превращение в нижней части темпе-

ратурной шкалы. В области мартенситного превращения при охлаждении со скоростью 3 °C/c наблюдается расщепление пика мартенситного превращения на два отдельных пика. Первый процесс в мартенситной области (пятый пик) начинается при температуре $M_{S1} = 329$ °C и происходит с объемным эффектом порядка 19 % и при этом происходит преимущественно в высокотемпературной части данной области. Этот пик соответствует образованию преимущественно высокотемпературного мартенсита (M_1) в крупных областях переохлажденного аустенита (рис. 4, б). Второй процесс в области мартенситного превращения (шестой пик) начинается при температуре $M_{S2} = 237$ °C, развивается с относительно малым объемным (2 %) эффектом, и, вероятно, этот мартенсит (M_2) образуется в областях аустенита вблизи бейнитного феррита, стабильность которого к превращению несколько выше из-за большей дисперсности и обогащения углеродом. Микроструктура образцов после охлаждения со скоростью 3 °C/c соответствует данным дилатометрического анализа и состоит из дисперсной смеси различных структурных составляющих (см. рис. 4, б): феррита (Ф), ФКС и бейнита (Б),

при этом видны два типа мартенситных областей: первые (M_1) – обособленные и крупные; вторые (M_2) – дисперсные, ограниченные иглами бейнитного феррита. Следует отметить, что по результатам количественного анализа dilatометрических данных и металлографических изображений (см. таблицу) обнаружено, что с увеличением скорости охлаждения во втором интервале скоростей (3–10 °C/c) наблюдается уменьшение доли феррита и ФКС в структуре и возрастание содержания мартенсита. Причем, по данным dilatометрии, возрастает содержание мартенсита и первого (M_1) и второго (M_2) типа. Содержание бейнита изменяется немонотонно с максимумом после охлаждения со скоростями 5–10 °C/c.

В случае анализа данных измерений, полученных при охлаждении со скоростями из третьей группы, в том числе 100 °C/c, на dilatограммах присутствуют перегибы, характерные для мартенситного превращения [24]. На первой производной dilatограммы непрерывного охлаждения со скоростью

100 °C/c можно достоверно выделить только один пик мартенситного превращения (рис. 5, в и з). По данным металлографического анализа, в структуре преобладает мартенсит с небольшим количеством бейнитных игл (<1 %). Однако на данный момент не представляется возможным отдельно выделить путем dilatометрического анализа эффект от бейнитного превращения с объемной долей менее 1 %.

Построение диаграммы распада переохлажденного аустенита

По результатам проведенного исследования процессов распада переохлажденного аустенита промышленной 30ХГСА, в том числе с использованием dilatометрии высокого разрешения и последующим анализом dilatограмм, построена термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита (рис. 6). Следует отметить, что профиль этой термокинетической диаграммы близок к профилю полученной ранее изотермической диаграммы [25].

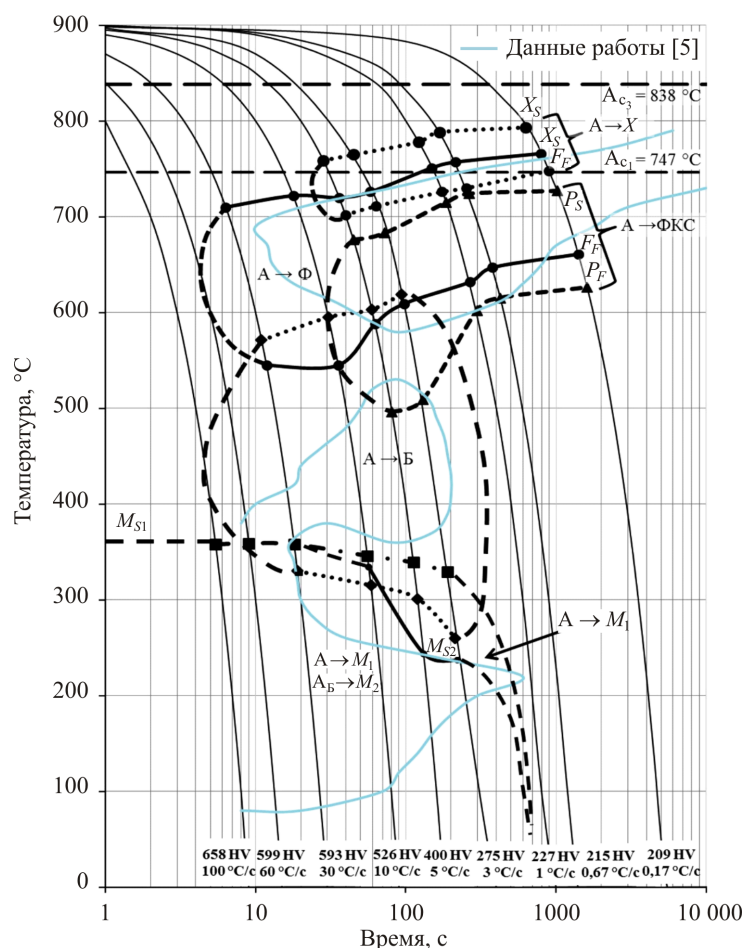


Рис. 6. Термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита стали 30ХГСА: А – аустенит; X – продукт высокотемпературного превращения с малым объемным эффектом; Ф – феррит; ФКС – феррито-карбидная смесь; Б – бейнит; А_Б – аустенит, стабилизированный при бейнитном превращении; M₁ – мартенсит, образовавшийся из крупных аустенитных участков; M₂ – мартенсит, образовавшийся из стабилизированного при бейнитном превращении аустенита

На построенной диаграмме показано, что охлаждение со скоростями в интервале от 0,17 до 1 °C/c приводит к превращению с образованием избыточного феррита и ФКС в температурных интервалах, которые частично накладываются друг на друга. В высокотемпературной области происходит превращение ($A \rightarrow X$) с незначительным объемным эффектом (не более 3 %), при этом распад аустенита происходит, по-видимому, с образованием феррита в наиболее дефектных и неоднородных областях. При более высоких скоростях охлаждения область высокотемпературной стадии смещается вниз и при охлаждении со скоростью 10 °C/c вырождается, т.е. становится ниже уровня чувствительности использованного измерительного оборудования. Далее наблюдается образование феррита ($A \rightarrow \Phi$) со значительно большим объемным эффектом, однако скорость охлаждения оказывает аналогичное влияние на данный процесс.

Охлаждение со скоростями в интервале от 3 до 30 °C/c приводит к последовательному развитию превращений с образованием избыточного феррита ($A \rightarrow X$ и $A \rightarrow \Phi$), ФКС ($A \rightarrow \text{ФКС}$), бейнита ($A \rightarrow B$) и двух типов мартенсита – в крупных областях переохлажденного аустенита ($A \rightarrow M_1$) и в дисперсных областях аустенита, претерпевшего неполное бейнитное превращение ($A_B \rightarrow M_2$). При этом температура начала образования второго типа мартенсита (M_2) при увеличении скорости охлаждения возрастает, что обусловлено снижением степени обогащения углеродом аустенита (A_B), находящегося вблизи пластин бейнитного феррита.

При охлаждении со скоростями 60–100 °C/c развивается превращение преимущественно в высокотемпературной части мартенситного интервала ($A \rightarrow M_1$), однако в структуре встречается незначительное количество (<1 %) игл бейнитного феррита. Следует отметить, что на диаграмме не обозначены температуры окончания (остановки) мартенситного превращения, так как это превращение заканчивается при близких к комнатной температурах, что существенно усложняет точное определение данной характеристики.

Уровень твердости исследуемой стали при увеличении скорости охлаждения непрерывно увеличивается (см. рис. 6). Причем наблюдается скачок твердости при появлении бейнита и мартенсита в структуре с 234 до 301 HV после охлаждения со скоростями 1 и 3 °C/c соответственно. Наибольший уровень твердости (658 HV) в данной работе получен после охлаждения стали со скоростью 100 °C/c.

При сопоставлении результатов настоящего исследования распада переохлажденного аустенита стали 30ХГСА при непрерывном охлаждении с дан-

ными, полученными другими авторами [5] с использованием традиционных подходов (см. рис. 6), следует отметить их принципиальную непротиворечивость. Однако использование дилатометрии высокого разрешения и новых подходов к анализу дилатометрических данных позволило разделить области образования избыточного феррита и ФКС, обнаружить и учесть при построении диаграммы эффект наложения различных превращений друг на друга, в том числе бейнитного превращения на образование ФКС и мартенситное превращение, провести количественный анализ дилатометрических данных с определением доли различных продуктов превращения аустенита в структуре, что показало хорошее соответствие с данными металлографического, калориметрического и дюрOMETрического анализа.

Выводы

1. Предложенная методика анализа результатов дилатометрических измерений процесса распада переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении, заключающаяся в анализе первой производной дилатограммы с разложением на составляющие пики, позволяет разделить объемные эффекты от различных фазовых превращений и определить объемную долю продуктов выявленных превращений в структуре исследуемой стали. Помимо этого, границы полученных пиков показывают температурные интервалы соответствующих превращений и дают возможность обозначить положение каждого превращения на диаграмме.

2. С использованием предложенной методики анализа дилатометрических данных изучены процессы распада переохлажденного аустенита в промышленной стали 30ХГСА и построена термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита.

Список литературы

1. Application of dilatometric analysis to the study of solid – solid phase transformations in steels / C. Garet'a de Andre's, F.G. Caballero, C. Capdevila, L.F. Ivarez // Materials Characterization. – 2002. – Vol. 48. – P. 101–111.
2. In-situ determination of austenite and martensite formation in 13Cr₆Ni₂Mo supermartensitic stainless steel / A. Bojack, L. Zhao, P. Fr. Morris, J. Sietsma // Materials Characterization. – 2012. – Vol. 71. – P. 77–86.
3. Growth of austenite from as-quenched martensite during intercritical annealing in an Fe-0.1C-3Mn-1.5Si alloy / R. Wei, M. Enomoto, R. Hadian, H.H.S. Zurob, G.R. Purdy // Acta Materialia. – 2013. – No. 61. – P. 697–707.
4. Dilatometric analysis of austenite decomposition considering the effect of non-isotropic volume change / D.-W. Suh, C.-S. Oh, H.N. Han, S.-J. Kim // Acta Materialia. – 2007. – Vol. 55. – P. 2659–2669.

5. Романов П.В., Радченко В.П. Превращение аустенита при непрерывном охлаждении стали: Атлас термохимических диаграмм. – Новосибирск: Изд-во Сиб. отд. АН СССР, 1960. – 230 с.
6. Farahat A.I.Z. Dilatometry determination of phase transformation temperatures during heating of Nb bearing low carbon steels // *J. of Materials Processing Technology*. – 2008. – Vol. 204. – P. 365–369.
7. Calculation of austenite formation kinetics of copper-bearing steel during continuous heating / D. Li, Y. Min, X. Wu // *J. of Iron and Steels Research. International*. – 2010. – No. 1. – P. 62–66.
8. Effect of heating rate on ferrite recrystallization and austenite formation of cold-roll dual phase steel / P. Li, J. Li, Q. Meng, W. Hu, D. Xu // *J. of Alloys and Compounds*. – 2013. – No. 578. – P. 320–327.
9. Oliveira F.L.G., Andrade M.S., Cota A.B. Kinetics of austenite formation during continuous heating in a low carbon steel // *Materials Characterization*. – 2007. – No. 58. – P. 256–261.
10. Черепин В.Т. Экспериментальная техника в физическом металловедении. – Киев: Техника, 1968. – 280 с.
11. Son Y.I., Lee Y.-K., Park K.-T. Reverse transformation of ferrite and pearlite to austenite in an ultrafine-grained low-carbon steel fabricated by severe plastic deformation // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2006. – Vol. 37a. – P. 3161–3164.
12. Pawlowski B. Determination of critical points of hypoeutectoid steels // *Archives of Metallurgy and Materials*. – 2012. – Vol. 57, iss. 4. – P. 957–962.
13. Panov D.O., Smirnov A.I. Features of austenite formation in low-carbon steel upon heating intercritical temperature range // *Physics of Metals and Metallography*. 2017. – Vol. 118 (11). – P. 1081–1090.
14. Межкритическая закалка низкоуглеродистой стали с получением дисперсной многофазной структуры / Д.О. Панов, Т.Ю. Барсукова, А.И. Смирнов, Е.Н. Орлова, Ю.Н. Симонов // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2017. – № 4 (77). – С. 6–18.
15. Dilatometric study on the recrystallization and austenization behavior of cold-rolled steel with different heating rates / G. Liu, J. Li, S. Zhang, J. Wang, Q. Meng // *J. of Alloys and Compounds*. – 2016. – Vol. 666. – P. 309–316.
16. Способ оценки дилатометрических исследований фазовых превращений в сплавах железа: пат. 2639735 Рос. Федерация: МПК G01N 25/02 (2006.01) G01N 33/20 (2006.01) СПК G01N 25/02 (2006.01) G01N 33/206 (2006.01) / Симонов Ю.Н., Панов Д.О.; заяв. и патентобл. ФГБОУ ВПО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет». – Заявл. 03.10.2016; опублик. 22.12.2017, Бюл. № 36. – 8 с.
17. Ryzhkov M.A., Popov A.A. Methodological aspects of plotting of thermokinetic diagrams of transformation of supercooled austenite in low-alloy steels // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2011. – Vol. 52, no. 11–12. – P. 612–616.
18. Maisuradze M.V., Yudin Y.V., Ryzhkov M.A. Numerical simulation of pearlitic transformation in steel 45KHSMF // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2015. – Vol. 56, no. 9–10. – P. 512–516.
19. Pastor A., Valles P., Medina S.F. Study of phase transformations in steel X38CrMoV5-1 using dilatometry and differential thermal analysis // *Steel Research International*. – 2017. – Vol. 88, iss. 4. – P. 1–7.
20. Briki J., Ben Slima S. A new continuous cooling transformation diagram for AISI M4 high-speed tool steel // *J. of Materials Engineering and Performance*. – 2008. – Vol. 17, iss. 6. – P. 864–869.
21. Wojdyr M. Fityk: a general-purpose peak fitting program // *J. of Applied Crystallography J. Appl. Cryst.* – 2010. – Vol. 43. – P. 1126–1128.
22. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1976. – 270 с.
23. Способ определения температур фазовых превращений в металлических материалах: пат. 2561315 Рос. Федерация: МПК G01N 25/02 (2006.01) / Симонов Ю.Н., Панов Д.О.; заяв. и патентобл. ФГБОУ ВПО «Пермский национальный исследовательский политехнический университет». – Заявл. 22.05.2014; опублик. 27.08.2015, Бюл. № 24. – 7 с.
24. Microstructural and mechanical properties of low-carbon ultra-fine bainitic steel produced by multi-step austempering process / H. Mousalou, S. Yazdani, B. Avisahan, N. Parvini Ahmadi, A. Chabok, Y. Pei // *Materials Science & Engineering A*. – 2018. – Vol. 734. – P. 329–337.
25. Formation of structure and properties of carbide-free bainite in steel 30KHGSA / D.O. Panov, Y.N. Simonov, P.A. Leont'ev, M.N. Georgiev, A.Y. Kaletin // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2016. – Vol. 58, no. 1. – С. 71–75.

References

1. Garet'a de Andre's C., Caballero F.G., Capdevila C., Ivarez L.F. Application of dilatometric analysis to the study of solid – solid phase transformations in steels. *Materials Characterization*, 2002, vol. 48, pp. 101–111.
2. Bojack A., Zhao L., Morris P. Fr., Sietsma J. In-situ determination of austenite and martensite formation in 13Cr6Ni2Mo supermartensitic stainless steel. *Materials Characterization*, 2012, vol. 71, pp. 77–86.
3. Wei R., Enomoto M., Hadian R., Zurob H.H.S., Purdy G.R. Growth of austenite from as-quenched martensite during intercritical annealing in an Fe-0.1C-3Mn-1.5Si alloy. *Acta Materialia*, 2013, no. 61, pp. 697–707.
4. Suh D.-W., Oh C.-S., Han H.N., Kim S.-J. Dilatometric analysis of austenite decomposition considering the effect of non-isotropic volume change. *Acta Materialia*, 2007, vol. 55, pp. 2659–2669.
5. Romanov P.V., Radchenko V.P. Prevrashchenie auzenita pri nepreryvnom okhlazhdenii stali: Atlas termokhimicheskikh diagram [Austenite transformation with continuous steel cooling]. Novosibirsk: Izdatelstvo Sibirskogo otdelenii. AN SSSR, 1960, 230 p.
6. Farahat A.I.Z. Dilatometry determination of phase transformation temperatures during heating of Nb bearing low carbon steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, vol. 204, pp. 365–369.
7. Li D., Min Y., Wu X. Calculation of austenite formation kinetics of copper-bearing steel during continuous heating. *Journal of Iron and Steels Research. International*, 2010, no. 1, pp. 62–66.
8. Li P., Li J., Meng Q., Hu W., Xu D. Effect of heating rate on ferrite recrystallization and austenite formation of cold-roll dual phase steel. *Juornal of Alloys and Compounds*, 2013, no. 578, pp. 320–327.

9. Oliveira F.L.G., Andrade M.S., Cota A.B. Kinetics of austenite formation during continuous heating in a low carbon steel. *Materials Characterization*, 2007, no. 58, pp. 256–261.
10. Cherepin V.T. Eksperimental'naiia tekhnika v fizicheskom metallovedenii [Experimental technique in physical metal science]. Kiev: Tekhnika, 1968, 280 p.
11. Son Y.I., Lee Y.-K., Park K.-T. Reverse transformation of ferrite and pearlite to austenite in an ultrafine-grained low-carbon steel fabricated by severe plastic deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A.*, 2006, vol. 37a, pp. 3161–3164.
12. Pawlowski B. Determination of critical points of hypoeutectoid steels. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2012, vol. 57, iss. 4, pp. 957–962.
13. Panov D.O., Smirnov A.I. Features of austenite formation in low-carbon steel upon heating intercritical temperature range. *Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118 (11), pp. 1081–1090.
14. Panov D.O., Barsukova T.Iu., Smirnov A.I., Orlova E.N., Simonov Iu.N. Mezkhriticheskaia zakalka nizkouglerodistoi stali s polucheniem dispersnoi mnogofaznoi struktury [Intercritical hardening of low-carbon steel with disperse multiphase structure]. *Obrabotka metallov (tekhnologiia, oborudovanie, instrumenty)*, 2017, no. 4 (77), pp. 6–18.
15. Liu G., Li J., Zhang S., Wang J., Meng Q. Dilatometric study on the recrystallization and austenization behavior of cold-rolled steel with different heating rates. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, vol. 666, pp. 309–316.
16. Simonov Iu.N., Panov D.O. Sposob otsenki dilatometricheskikh issledovaniy fazovykh prevrashchenii v splavakh zheleza [Method to evaluate dilatometric research of phase transformations in iron alloys]. Patent Rossiiskaia Federatsiia, no. 2639735 (2017).
17. Ryzhkov M.A., Popov A.A. Methodological aspects of plotting of thermokinetic diagrams of transformation of supercooled austenite in low-alloy steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 52, no. 11–12, pp. 612–616.
18. Maisuradze M.V., Yudin Y.V., Ryzhkov M.A. Numerical simulation of pearlitic transformation in steel 45KHSMF. *Metal Science and Heat Treatment*, 2015, vol. 56, no. 9–10, pp. 512–516.
19. Pastor A., Valles P., Medina S.F. Study of phase transformations in steel X38CrMoV5-1 using dilatometry and differential thermal analysis. *Steel Research International*, 2017, vol. 88, iss. 4, pp. 1–7.
20. Briki J., Ben Slima S. A new continuous cooling transformation diagram for AISI M4 high-speed tool steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2008, vol. 17, iss. 6, pp. 864–869.
21. Wojdyr M. Fityk: a general-purpose peak fitting program. *Journal of Applied Crystallography*, 2010, vol. 43, pp. 1126–1128.
22. Saltykov S.A. Stereometricheskaia metallografiia [Stereometric metallography]. Moscow: Metallurgii, 1976, 270 p.
23. Sposob opredeleniia temperatur fazovykh prevrashchenii v metallicheskiikh materialakh [Method for determining the temperature of phase transformation in metallic materials]. Patent Rossiiskaia Federatsiia no. 2561315 (2015).
24. Mousalou H., Yazdani S., Avishan B., Parvini N. Ahmadi, Chabok A., Pei Y. Microstructural and mechanical properties of low-carbon ultra-fine bainitic steel produced by multistep austempering process. *Materials Science & Engineering A.*, 2018, vol. 734, pp. 329–337.
25. Panov D.O., Simonov Y.N., Leont'ev P.A., Georgiev M.N., Kaletin A.Y. Formation of structure and properties of carbide-free bainite in steel 30KHGSA. *Metal Science and Heat Treatment*, 2016, vol. 58, no. 1, pp. 71–75.

Получено 18.10.2019

Опубликовано 25.03.2020

Сведения об авторах

Панов Дмитрий Олегович (Пермь, Россия) – старший научный сотрудник, кандидат технических наук, доцент кафедры металловедения, термической и лазерной обработки металлов Пермского национального исследовательского политехнического университета; e-mail: dimmak-panov@mail.ru.

Спивак Лев Волькович (Пермь, Россия) – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики конденсированного состояния Пермского национального исследовательского политехнического университета; e-mail: lspivak2@mail.ru.

About the authors

Dmitry O. Panov (Perm, Russian Federation) – Senior Researcher, Ph.D. in Technical Sciences, Associate Professor, Department of Metal Science, Thermal and Laser Processing of Metals, Perm National Research Polytechnic University; e-mail: dimmak-panov@mail.ru.

Lev V. Spivak (Perm, Russian Federation) – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Department of Condensed State Physics, Perm State National Research University; e-mail: lspivak2@mail.ru.