

CCT diagram plotting based on the numerical analysis of dilatometric tests results

I. V. Teplukhina¹, V. M. Golod², A. S. Tsvetkov^{1,2,†}

†a.s.tsvetkov@gmail.com

¹NRC “Kurchatov institute” — CRISM “Prometey”, 49 Shpalernaya str., St. Petersburg, 191015, Russia

²SPbPolyTechU, 29 Polytehnicheskaya str., St. Petersburg, 195251, Russia

This paper considers the issues related to plotting of continuous cooling transformation (CCT) phase diagram based on the dilatometric test results. The numerical data processing algorithm for uniform analysis of the dilatometric curves is developed and implemented. Computing of the phase transformation ranges and coefficient of thermal expansion (CTE) were made in Microsoft Excel. Numerical algorithm contains determination of the critical points as the deviation dots from linear approximation function of the monotonous segment of experimental curve which is extrapolated to the start (or finish) of the phase transformation. Method of CCT diagram plotting based on the quantitative analysis of CTE during austenite continuous cooling is proposed. CTE quantitative evaluation of austenite and its decomposition products were accomplished by the analysis of linear approximation function of monotonous segment of dilatometric curve. Dependence of the CTE values on the range of cooling rates were used to define the phase transformation ranges on the CCT diagram. Obtained CTE dependence clearly defines critical cooling rate (CCR) as an intersection point of functions, describing austenite CTE changes with cooling rates and austenite- ferrite mixture. Point of intersection was found by solving the system of functions equations. Confirmation and clarification of results, based on the numerical analysis of the dilatometric curves, could be done as usual, using metallographic analysis and microhardness testing. The application of the developed numerical algorithm for dilatometric curves provides opportunity to unify dilatometric test analysis and to improve the accuracy of the CCT diagram plotting.

Keywords: CTE, critical points, phase transformation ranges, critical cooling rate, CCT diagram.

УДК: 669.1.017:669.112.2

Построение диаграмм распада переохлажденного аустенита в стали на основе численного анализа результатов дилатометрических испытаний

Теплухина И. В.¹, Голод В. М.², Цветков А. С.^{1,2,†}

¹НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей», ул. Шпалерная, 49, Санкт-Петербург, 191015, Россия

²ФГАОУ ВО «СПбПУ», ул. Политехническая, 29, Санкт-Петербург, 195251, Россия

В настоящей работе рассмотрены вопросы, связанные с построением термокинетических диаграмм (ТКД) распада аустенита стали на основе результатов дилатометрических испытаний. Разработан и опробован численный алгоритм обработки экспериментальных данных, реализованный авторами в программной среде Microsoft Excel. Разработанный алгоритм позволяет единообразно, в автоматическом режиме, обрабатывать экспериментальные результаты дилатометрических испытаний, определять температуры начала (t_n) и конца (t_k) фазовых превращений, их границы и значения температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) аустенита и продуктов распада аустенита. Предложен способ построения ТКД на основе количественного анализа ТКЛР при непрерывном охлаждении аустенита. Количественная оценка ТКЛР аустенита и продуктов его распада была проведена на основании анализа линейных функций аппроксимации монотонных участков дилатометрических кривых. Для определения границ фазовых превращений на ТКД были использованы зависимости ТКЛР от скорости охлаждения, которые позволяют однозначно определить критическую скорость охлаждения как точку пересечения функции, описывающей изменение ТКЛР аустенита от скорости охлаждения, и функции, описывающей изменение ТКЛР смеси аустенита и феррита, путем решения системы уравнений. При этом исследования микроструктуры образцов после проведения дилатометрических испытаний, а также исследование их твердости могут служить дополнительными инструментами, подтверждающими и уточняющими результаты, полученные с применением численных методов анализа дилатометрических кривых. Предложенный способ численной обработки результатов дилатометрических испытаний позволяет существенно повысить точность построения ТКД и уменьшить погрешность, связанную со способом обработки дилатометрических кривых.

Ключевые слова: ТКЛР, критические точки, границы фазовых превращений, критическая скорость закалки, ТКД.

1. Введение

В современном энергомашиностроении для изготовления корпусов реакторов атомных энергетических установок используются крупногабаритные стальные заготовки с заданным уровнем механических характеристик. При этом максимальную на данный момент толщину 660 мм под термическую обработку, имеют заготовки фланцевых частей корпуса и крышки реактора. Следует отметить, что безопасность корпусов реакторов в течение всего срока эксплуатации обеспечивается не только исходными механическими и служебными свойствами реакторной стали, темпом деградации ее механических и служебных характеристик под воздействием облучения и рабочей температуры, но и металлургическим качеством металла, однородностью механических характеристик по объему заготовок [1]. Окончательное формирование свойств стальных заготовок происходит при термической обработке, состоящей, как правило, из закалки и отпуска.

Разработка технологического процесса термической обработки, обеспечивающего получение заданного уровня механических свойств и их однородности по объему заготовки, требует достоверных сведений об основных характеристиках обрабатываемых сталей. Кроме химического состава к таким характеристикам относятся данные о положении критических точек и кинетике распада переохлажденного аустенита [2,3], на основании которых, в частности, решаются вопросы прокаливаемости заготовок. От прокаливаемости применяемой стали и возможности обеспечения диапазона скоростей охлаждения при закалке, в котором происходит образование однородной структуры, зависит получение заданных механических свойств во всем объеме заготовки, что является, как указывалось выше, одной из составляющих безопасности изделия при эксплуатации [1,4,5].

Одной из характеристик прокаливаемости стали является критическая скорость закалки (верхняя — соответствующая началу диффузионного превращения, и нижняя — соответствующая концу диффузионного превращения). Наиболее важной является верхняя критическая скорость, соответствующая началу диффузионного превращения, именуемая обычно просто критической скоростью закалки. Чем она меньше, тем больше толщина заготовки, в которой формируется бейнитная структура при отсутствии равновесного феррита при закалке, обеспечивающая требуемые свойства для заготовок корпусов реакторов. Появление феррита в структуре крайне нежелательно, так как приводит к повышению исходной критической температуры хрупкости и снижению предела текучести, а при значительных содержаниях — и предела прочности металла термообрабатываемой заготовки.

Качественную и количественную оценки превращений, протекающих в стали при охлаждении, дают термокинетические диаграммы (ТКД) распада переохлажденного аустенита стали, построение которых основано на результатах обработки dilatометрических испытаний.

За рубежом единый подход к изучению превращений переохлажденного аустенита и оформлению термокинетических диаграмм отражен в стандарте ASTM A 1033, который, имея лишь рекомендательный характер, по сути определяет правила обработки результатов dilatометрических испытаний. Отечественные рекомендации, зафиксированные на уровне «стандартных» требований, в настоящее время отсутствуют. Использование единого методического подхода к обработке экспериментальных результатов крайне важно для получения достоверных данных по кинетике распада аустенита в сталях [6].

В большинстве случаев, независимо от способа регистрации температуры, изменения длины образца и времени в процессе проведения dilatометрических испытаний, определение критических точек в стали производят графическим способом — путем проведения касательной к прямолинейному участку dilatометрической кривой в области, соответствующей началу или окончанию фазового превращения. Однако, как показано в [7,8], при таком способе существует проблема вариативности проведения касательных и, следовательно, определения критических точек в стали (Рис. 1). При этом с наибольшей вариативностью происходит определение критической скорости закалки (Рис. 2). Кривая, соответствующая началу выделения диффузионного феррита, по «носику» которой и определяется критическая скорость закалки, проводится исследователем по полученным критическим точкам без опоры на какие-либо методические рекомендации. Отсутствие единой методики определения критической скорости закалки приводит к тому, что две ТКД, построенные для одной и той же марки стали, могут существенно различаться. Так, в работе [9] скорость охлаждения, при которой начинается выделение феррита в стали типа 15X2МФА-А, используемой для изготовления крупногабаритных заготовок, была определена как $0,15^\circ\text{C}/\text{с}$, тогда как в работе [10] — $0,04^\circ\text{C}/\text{с}$.

Следует отметить, что существуют и расчетные методы построения ТКД и определения критических точек в стали [11,12]. Однако в их основе всегда лежат данные, полученные экспериментально, а построенные ТКД, как правило, требуют валидации, так как при использовании расчетных методов не учитываются факторы, влияющие на прокаливаемость стали, например, загрязненность металла неметаллическими включениями, размер зерна аустенита, химическая неоднородность и др.

Известно, что фазовые превращения сопровождаются изменением температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) [13–15]. Так, средний ТКЛР для структурных составляющих, представленный в литературе [15], варьируется от $11,5 \cdot 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}$ для мартенсита и $14,5 \cdot 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}$ для феррита, до $23,0 \cdot 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}$ для аустенита. В виду того, что значения ТКЛР структурных составляющих среднелегированной конструкционной стали бейнитного класса различаются, авторы настоящей работы предлагают оригинальный способ опреде-

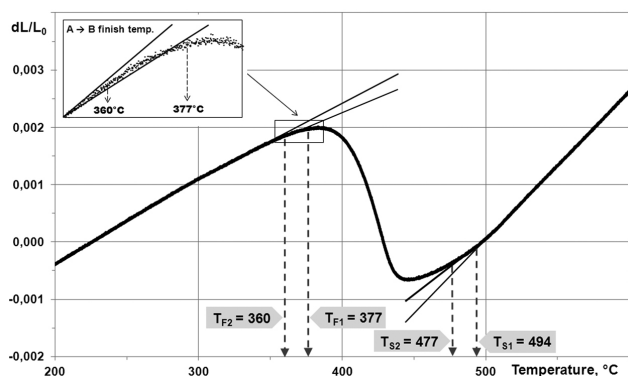


Рис. 1. Вариативность определения критических точек фазовых превращений.

Fig. 1. Versions of the phase transformations critical points determination.

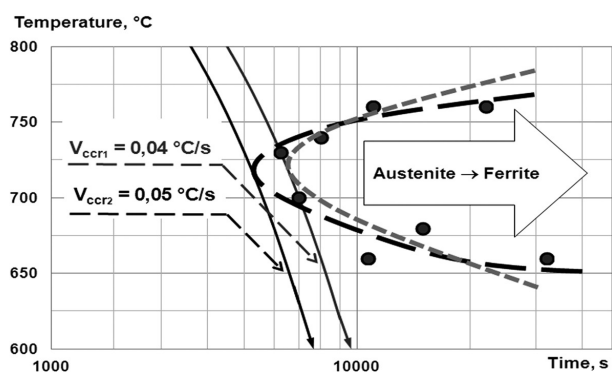


Рис. 2. Вариативность определения критической скорости закалки.

Fig. 2. Versions of the critical cooling rate determination.

ления границ фазовых превращений и критической скорости закалки в стали при построении ТКД на основе количественного анализа ТКЛР аустенита при охлаждении. Представленный в настоящей статье способ был опробован на стали марки 15X2МФА-А мод. А, применяемой для изготовления крупногабаритных заготовок для корпусов атомных реакторов.

2. Материал для исследования и методика испытаний

Дилатометрическое исследование было проведено на образцах, изготовленных из крупногабаритной заготовки из стали марки 15X2МФА-А мод. А состава: С — 0,17%, Мп — 0,37%, Cr — 2,82%, Ni — 0,38%, Мо — 0,75%, Si — 0,26%, V — 0,26% (плавочный химический состав).

Дилатометрические кривые снимались на дилатометре Linseis L78 RITA на образцах диаметром 3 мм и длиной 10 мм. Температура аустенизации образцов составляла 1000 °С, выдержка при температуре аустенизации — 20 минут, скорости охлаждения варьировались в диапазоне от 0,01 до 50,0 °С/с. При каждой скорости испытывалось минимум по 2 образца.

3. Результаты исследований и их обсуждение

3.1. Определение критических точек фазовых превращений

Определение температурных границ фазовых превращений проводили, используя для обработки дилатометрических кривых численный алгоритм, реализованный авторами в программной среде Microsoft Excel. Алгоритм определения температур начала (или окончания) фазовых превращений заключался в численном определении точки отклонения экспериментальных данных от линейной функции аппроксимации монотонного участка, экстраполированного в сторону начала превращения (или в сторону окончания, в случае определения точки конца превращения).

3.2. Определение границ фазовых превращений при построении ТКД

Количественную оценку ТКЛР аустенита и продуктов его распада производили на основании анализа линейных функций аппроксимации монотонных участков дилатометрических кривых. Построенная зависимость позволяет определить границы превращений (Ф + Б, Б, Б + М) в низкотемпературной области термокинетической диаграммы (Рис. 3).

Следует отметить, что исследования микроструктуры образцов после проведения дилатометрических испытаний, а также исследование их твердости могут служить дополнительными инструментами, подтверждающими и уточняющими границы фазовых превращений на ТКД.

3.3. Определение критической скорости

Построенные зависимости ТКЛР позволяют однозначно определить критическую скорость охлаждения как точку пересечения функции, описывающей изменение ТКЛР аустенита, и функции, описывающей изменение ТКЛР смеси аустенита и феррита от скорости охлаждения (Рис. 3).

Критическая скорость была определена решением системы уравнений аппроксимирующих функций: линейной (общий вид: $y = kx + b$), описывающей ТКЛР аустенита, и экспоненциальной (общий вид: $y = b \cdot e^{-kx}$), представляющей ТКЛР смешанной структуры, состоящей из феррита и аустенита.

3.4. Построение термокинетической диаграммы распада аустенита

С применением описанного алгоритма обработки дилатометрических кривых была построена ТКД распада аустенита стали 15X2МФА-А мод. А (Рис. 4), которая дает представление о положении критических точек, кинетике распада переохлажденного аустенита и критической скорости для металла конкретного химического

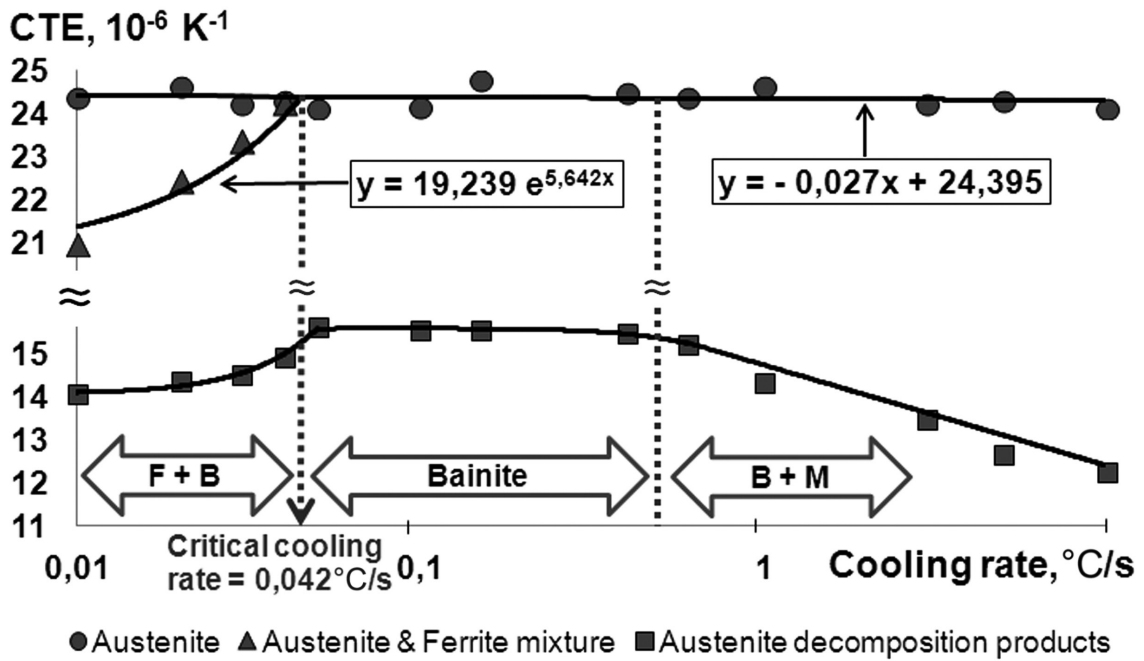


Рис. 3. Зависимость изменения значений ТКЛР аустенита и продуктов его распада от скорости охлаждения (определения критической скорости закалки и границ фазовых превращений).
 Fig. 3. Dependence of the CTE values of austenite and its decomposition products from the cooling rates (determination of the critical cooling rate and phase transformation ranges).

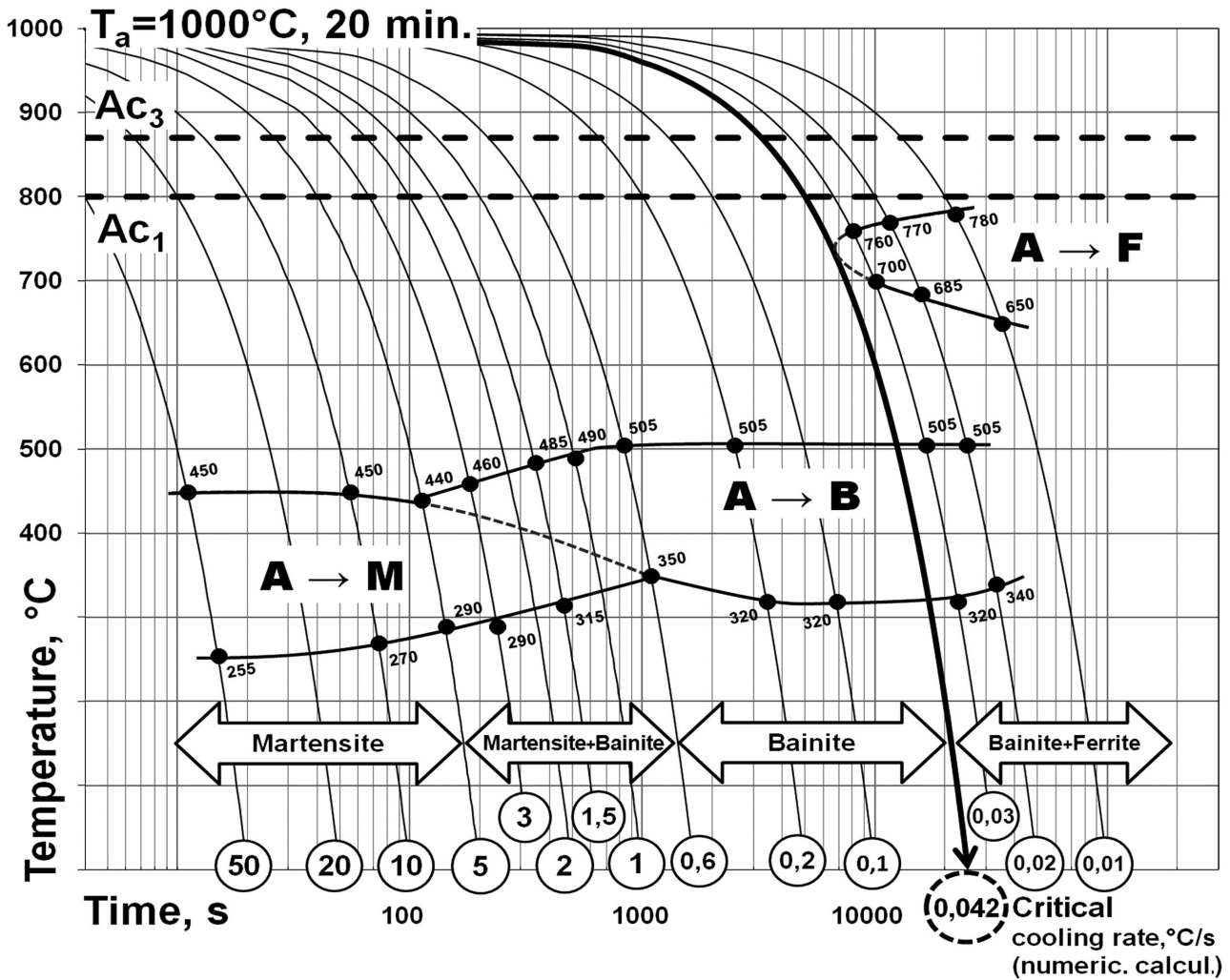


Рис. 4. Термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита стали 15X2MFA-A мод. А.
 Fig. 4. CCT diagram of steel 15H2MFA-A grade A.

состава, с определенной загрязненностью неметаллическими включениями и размером зерна, зависящем от технологииковки, термообработки и др.

Как правило, содержание легирующих элементов в марке стали имеет регламентированные пределы (верхний и нижний) в соответствии с нормативной документацией на сталь. Плавки одной и той же марки стали (особенно крупнотоннажные) могут иметь различия в химическом составе в пределах марочного, различаться загрязненностью неметаллическими включениями, размером зерна, иметь ликвационные неоднородности и др. В связи с этим, положение критических точек, границы фазовых превращений и критическая скорость могут различаться от плавки к плавке, т. е. иметь некоторый разброс. Поэтому для получения достоверных сведений о положении критических точек и критической скорости закалки для исследуемой марки стали необходимо определять эти параметры с учетом разброса экспериментальных данных. Только в этом случае можно получить наиболее полное представление о кинетике и характере распада аустенита исследуемой марки стали, которые могут быть использованы для разработки технологии термической обработки крупногабаритных заготовок.

4. Выводы

В представленной работе рассмотрены вопросы, связанные с построением термокинетических диаграмм распада аустенита стали при непрерывном охлаждении. Разработан и реализован численный алгоритм, который дает возможность единообразно производить обработку дилатометрических испытаний и определять температуры начала и конца фазовых превращений. Предложен способ определения границ фазовых превращений, а также критической скорости закалки на основе количественного анализа значений температурного коэффициента линейного расширения аустенита и продуктов его распада от скорости охлаждения. При этом традиционные для металловедения микроструктурные исследования и измерения микротвердости могут служить дополнительными инструментами, подтверждающими полученные численными методами результаты.

Предложенный способ определения критических точек и границ фазовых превращений в стали при непрерывном охлаждении позволяет существенно повысить точность построения термокинетических диаграмм распада аустенита в сталях, являющихся одной из составляющих информационной базы для компьютерного прогнозирования структурообразования при термической обработке и разработки технологических процессов, обеспечивающих получение заданного уровня механических свойств в заготовках больших толщин.

Литература/References

1. I.V. Teplukhina, A.S. Tsvetkov, O.Y. Zaytseva. Metall technology. 3, 17–30 (2016). (in Russian) [И.В. Теплухина, А.С. Цветков, О.Ю. Зайцева. Технология металлов. 3, 17–30 (2016).]
2. G.P. Anastasiadi, S.Yu. Kondratyev, M.V. Sil'nikov. SPbGPU journal. 2 (243), 99–113 (2016). (in Russian) [Г.П. Анастасиади, С.Ю. Кондратьев, М.В. Сильников. Научно-технические ведомости СПбГПУ. 2 (243), 99–113 (2016)]. DOI: 10.5862/JEST.243.11
3. V.M. Salganik, D.N. Chikishev, E.B. Pozhidaeva, D.G. Nabatchikov. Metallurgist. 59, 766–773 (2015). DOI: 10.1007/s11015-016-0172-3
4. A. Grajcar, W. Zalecki, P. Skrzypczyk, A. Kilarski, A. Kowalski, S. Kolodziej. J Therm Anal Calorim. 118, 739–748 (2014). DOI: 10.1007/s10973-014-4054-2
5. I. V. Teplukhina, V.I. Bogdanov, O.Yu. Zaitseva, E.I. Shamrai, A. S. Tsvetkov. Metallurgist, 61 (9–10), January, 787–793 (2018). DOI: 10.1007/s11015-018-0565-6
6. M. A. Ryzhkov, A. A. Popov. Metal Science and Heat Treatment. 52, 612–616 (2011). DOI: 10.1007/s11041-011-9329-7
7. A. Kamyabi-Gol, D. Herath, P.F. Mendez. Canadian Metallurgical Quarterly. 1 (56), 85–93 (2017). DOI: 10.1080/00084433.2016.1267903
8. J. Pacyna. Archives of Metallurgy & Materials. 4 (59), 1679–1683 (2014). DOI: 10.2478/amm-2014-0284
9. I. V. Teplukhina, G. N. Filimonov, V. V. Tsukanov. Problems of Material Science. 2 (42), 79–92 (2005). (in Russian) [И.В. Теплухина, Г.Н. Филимонов, В.В. Цуканов. Вопросы материаловедения. 2 (42), 79–92 (2005).]
10. G.P. Karzov, B.Z. Margolin, I.V. Teplukhina, V.A. Piminov. Atomnaya energiya. 1 (121), 25–36 (2016). (in Russian) [Г.П. Карзов, Б.З. Марголин, И.В. Теплухина, В.А. Пиминов. Атомная энергия. 1 (121), 25–36 (2016).]
11. M.V. Maisuradze, Yu.V. Yudin, M.A. Ryzhkov. Metal Science and Heat Treatment. 56, 512–516 (2015). DOI: 10.1007/s11041-015-9791-8
12. X. Li, A. P. Miodownik, N. Sanders, J-Ph. Schille. Materials World. May, 21–23 (2002).
13. M. Long, Z. Dong, D. Chen, X. Zhang, L. Zhang. Ironmaking & Steelmaking. 4 (42), 282–289 (2015). DOI: 10.1179/1743281214Y.0000000227
14. G. Xu, P. Deng, G. X. Wang, L. F. Cao, F. Liu. Ironmaking & Steelmaking. 8 (40), 613–618 (2013). DOI: 10.1179/1743281212Y.0000000079
15. B. G. Livschitz. Physical properties of metals and alloys. Textbook. Moscow, Metallurgy. (1980) 320 p. (in Russian) [Б. Г. Лившиц. Физические свойства металлов и сплавов. М: Металлургия, 1980. 320 с.]