

УДК 620.18:620.16

DOI: 10.17223/00213411/63/11/57

Н.А. ПОПОВА¹, Е.Л. НИКОНЕНКО^{1,2}, Н.В. АБАБКОВ^{3,4}, А.Н. СМЕРНОВ^{3,4}

ВЛИЯНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ СТАЛИ 12Х1МФ *

Методом просвечивающей электронной дифракционной микроскопии проведено исследование образцов стали 12Х1МФ, подвергнутых различной продолжительной эксплуатации: на неотработанном образце, после длительной эксплуатации без разрушения образца и после длительной эксплуатации, доведенной до разрушения образца. Для каждого образца определен фазовый состав и изучено изменение морфологии структуры. Установлено, что эксплуатация стали приводит к разрушению пластинчатого перлита и интенсивной фрагментации феррита, к перераспределению карбидной составляющей и к упругому искажению кристаллической решетки.

Ключевые слова: сталь, морфология, фазовый состав, феррит, перлит, карбидная частица, параметры тонкой структуры.

Введение

Проблема обеспечения надежности материала различных конструкций сохраняет свою актуальность многие годы. В последнее время она становится все острее в результате снижения ресурса конструкций из-за деградации материала в процессе эксплуатации, приводящей к необходимости упрочнения и разработке рекомендаций по продлению срока службы при его длительном использовании. Эта проблема вызывает все больший интерес многих исследователей. Для ее решения необходимо изучение закономерностей накопления повреждений и выявление преимущественных механизмов разрушения, поскольку необратимые изменения структуры материала при его длительной эксплуатации могут приводить к интенсификации всех процессов зарождения и накопления дефектов. Кроме того, изменение структуры материала увеличивает риск преждевременного разрушения, поэтому возникает необходимость оценки вероятности разрушения и установления взаимосвязи статистических характеристик материала с механизмами разрушения. Обеспечение безопасности конструкций предполагает сохранение механических свойств материала в течение всего периода эксплуатации. Однако действующее напряжение [1–6], коррозионная среда [1, 7], циклические нагрузки [2, 8], остаточные напряжения [9], температура [10–13], дефекты, возникшие в процессе эксплуатации [14], приводят к изменению таких свойств. Имеющиеся в литературе данные касаются, в основном, изменения механических свойств в результате эксплуатации. На изменение параметров тонкой структуры, накопление дефектов и внутренних напряжений, оказывающих существенное влияние на упрочнение и трещинообразование материала в процессе его эксплуатации, в литературе практически не обращается внимание. В связи с этим цель настоящей работы – исследование влияния структурно-фазового состояния и внутренних напряжений в стали 12ХН1МФ после различной продолжительности эксплуатации. Основное внимание уделено количественным изменениям фазового состава и тонкой структуры стали.

Материал и методы исследования

Исследование проведено на образцах стали 12Х1МФ (химический состав, согласно ГОСТу 20072-74, представлен в табл. 1), подвергнутых различной продолжительности эксплуатации: 1) на неотработанном образце (образец, не подвергнутый эксплуатации); 2) после длительной эксплуатации без разрушения образца (срок эксплуатации 263 000 ч); 3) после длительной эксплуатации, доведенной до разрушения образца (срок эксплуатации 360 000 ч).

Изучение структуры и фазового состава стали проводилось методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии на тонких фольгах с применением электронного микроскопа ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Рабочее увеличение в колонне микроскопа составляло 25 000 крат. В результате исследований для каждого образца была проведена класси-

* Работа выполнена в рамках госзадания Минобрнауки России № FEMN-2020-0004 и при финансовой поддержке гранта Президента РФ для поддержки молодых кандидатов наук МК-1084.2020.8.

фикация морфологических признаков структуры, определены фазовый состав матрицы стали и список присутствующих фаз, а также места их локализации и рассчитаны следующие параметры тонкой структуры: объемные доли структурных составляющих стали P_V ; плотность распределения и объемные доли карбидных частиц; скалярная ρ и избыточная ρ_{\pm} плотности дислокаций; кривизна-кручение кристаллической решетки χ ; амплитуда внутренних напряжений σ . Количественные параметры тонкой структуры определены как в каждой структурной составляющей стали, так и в целом по каждому образцу. Все полученные данные обрабатывали статистически.

Таблица 1

Химический состав стали 12X1МФ (в вес. %)

C	V	Si	Cu	Mo	Mn	Ni	Cr	P	S	Fe
0.08–1.15	0.15–0.30	0.17–0.37	≤ 0.20	0.25–0.35	0.40–0.70	≤ 0.30	0.90–1.20	≤ 0.025	≤ 0.025	Остальное

Фазовый анализ проводился по изображениям, подтвержденным микродифракционными картинками и темнопольными изображениями, полученными в соответствующих рефлексах. Линейные размеры и скалярная плотность дислокаций определялись методом секущей по стандартным методикам. Избыточная плотность дислокаций $\rho_{\pm} = \rho_+ - \rho_-$ (ρ_+ и ρ_- – плотность соответственно положительно и отрицательно заряженных дислокаций) измерялась локально по градиенту разориентировки (или по кривизне-кручению кристаллической решетки χ) [15]. Кривизна-кручение кристаллической решетки χ идентифицировалась по наличию в материале изгибных экстинкционных контуров и определялась согласно работе [15]. При определении внутренних напряжений σ было выявлено два вида напряжений: 1) напряжение сдвига (или «леса» дислокаций) σ_d – поля напряжений, создаваемые дислокационной структурой [16], и 2) дальнodelствующие напряжения σ_d – моментные (или локальные) напряжения, возникающие в тех местах материала, в которых присутствует избыточная плотность дислокаций ρ_{\pm} , т.е. когда $\rho_{\pm} = \rho_+ - \rho_- \neq 0$ [16].

Структурно-фазовое состояние стали в неотработанном образце

Фазовый состав

Проведенные исследования показали, что в неотработанном образце матрица стали представляет собой α -фазу – твердый раствор углерода и легирующих элементов в α -Fe с ОЦК-кристаллической решеткой. Морфологическими составляющими α -фазы являются пластинчатый перлит и феррит (рис. 1). Пластинчатый перлит, объемная доля (P_V) которого составляет 35 %, присутствует в виде зерен (или участков зерен), в которых цементитные пластины оказываются либо частично, либо практически полностью разрушенными (рис. 1, а). Средний размер частиц цементита в перлите составляет 40×600 нм, общая объемная доля – 9.2 %.

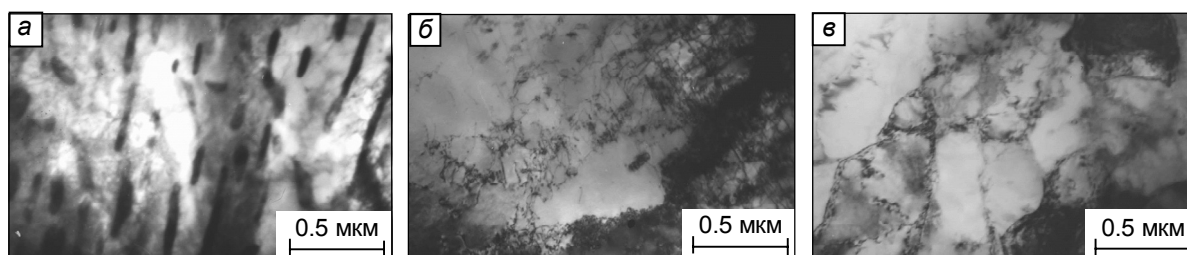


Рис.1. Типы морфологических составляющих в стали 12X1МФ: а – пластинчатый перлит; б – нефрагментированный феррит; в – фрагментированный феррит

Зерна феррита присутствуют в нефрагментированном (рис. 1, б) и фрагментированном виде (рис. 1, в). Как известно, фрагментированная структура – это результат далеко зашедшей перестройки дислокационной структуры [15, 17, 18]. Большинство границ фрагментов представляют собой не дислокационные образования, а разориентированные границы межзеренного типа.

Объемная доля нефрагментированного феррита – 30 %, фрагментированного – 35 %. Зерна нефрагментированного феррита представляют собой феррито-карбидную смесь, т.е. внутри зерен на дислокациях находятся мелкие (~ 20 нм) частицы карбида типа $M_{23}C_6$, обладающего ГЦК-

кристаллической решеткой. Объемная доля этого карбида в нефрагментированном феррите составляет 0.38 %.

Во фрагментированном феррите также присутствуют частицы такого карбида, причем как внутри фрагментов, так и на их границах. Частицы, расположенные на дислокациях внутри фрагментов, обладают округлой формой. Их средний размер такой же, как и в нефрагментированном феррите ($d = 20$ нм), объемная доля – 0.1 %. Частицы, расположенные на границах фрагментов, крупнее. Их средний размер составляет $d = 40$ нм, объемная доля – 1.49 %, т.е. значительно больше, чем объемная доля карбидов, расположенных внутри фрагментов.

Дислокационная структура и внутренние напряжения

Дислокационная структура как в перлите, так и в феррите (в нефрагментированном и внутри фрагментов) представлена плотными дислокационными сетками. Средняя величина скалярной плотности дислокаций (ρ) в каждой морфологической составляющей структуры, а также в целом по материалу приведена в табл. 2. Видно, что во всех морфологических составляющих матрицы величина ρ имеет близкое значение и тем не менее наибольшее значение ρ имеет нефрагментированный феррит, наименьшее – фрагментированный.

Таблица 2

Средние количественные параметры тонкой структуры в различных морфологических составляющих матрицы стали 12Х1МФ в неотработанном образце

Морфологическая составляющая	Средние количественные параметры тонкой структуры					
	$P_V, \%$	$\rho, \text{см}^{-2}$	$\rho_{\pm}, \text{см}^{-2}$	$\chi, \text{см}^{-1}$	$\sigma_L, \text{МПа}$	$\sigma_d, \text{МПа}$
Перлит	35	$2.78 \cdot 10^{10}$	$1.28 \cdot 10^{10}$	320	335	225
Нефрагментированный феррит	30	$2.94 \cdot 10^{10}$	$1.64 \cdot 10^{10}$	410	340	255
Фрагментированный феррит	35	$2.25 \cdot 10^{10}$	$1.78 \cdot 10^{10}$	445	300	265
В целом по материалу	100	$2.64 \cdot 10^{10}$	$1.56 \cdot 10^{10}$	390	325	250

Особенностью α -матрицы в неотработанном образце является наличие значительной кривизны-кручения кристаллической решетки (χ), о чем свидетельствует присутствие во всех морфологических составляющих материала изгибных экстинкционных контуров [15]. Выполненные измерения показали (табл. 1), что наименьшей величиной χ обладает перлитная составляющая матрицы стали. В нефрагментированном и фрагментированном ферритах величины χ близки, однако во фрагментированном феррите величина χ имеет большее значение.

В результате проведенных исследований было установлено, что экстинкционные контуры, присутствующие во всех морфологических составляющих структуры, не связаны с четко выраженными источниками напряжений. Поэтому следует сделать вывод, что измеряемая величина χ в неотработанном образце стали 12Х1МФ связана, в основном, с собственной дислокационной структурой. Кроме того, данные по χ свидетельствуют о том, что во всех морфологических составляющих $\rho_{\pm} \geq 0.5\rho$ (табл. 2). Наличие величины ρ_{\pm} означает, что дислокационная структура поляризована (или, по-другому, заряжена) особенно в локальных участках. Поляризация дислокационной структуры привела к формированию внутренних дальнедействующих (моментных) напряжений [15], амплитуда которых также приведена в табл. 2. Необходимо подчеркнуть, что такие напряжения существуют только в локальных местах (создаваемых дислокационным зарядом) и не охватывают весь материал.

Из табл. 2 следует, что самыми высокими значениями ρ_{\pm} и σ_d обладает фрагментированный феррит. Это означает, что дислокационная структура внутри фрагментов сильно поляризована, т.е. большинство присутствующих во фрагментах дислокаций оказываются избыточными. Субструктурный возврат, происходящий при формировании этой структуры, привел к существенной аннигиляции дислокаций разного знака внутри каждого фрагмента, сохранив при этом избыточную плотность дислокаций.

По данным ρ была рассчитана амплитуда внутренних напряжений сдвига (напряжений, создаваемых дислокационной структурой, т.е. дислокациями «леса») σ_L [15]. Полученные значения также представлены в табл. 2.

Таким образом, поля локальных напряжений обусловлены не только собственной дислокационной структурой (σ_L), но и заряженной дислокационной структурой (σ_d). Как следует из табл. 1, самые низкие количественные параметры ρ и σ_L оказались во фрагментированном феррите, самые

высокие – в перлите. Тем не менее во фрагментированном феррите, как и во всем материале, выполняются условия: $\rho > \rho_{\pm}$ и $\sigma_c > \sigma_d$. Это означает, что изгиб-кручение (искажение) кристаллической решетки в неотработанном образце стали 12Х1МФ носит чисто пластический характер, который не приводит к образованию микротрещин в материале [15].

Влияние длительной эксплуатации на структурно-фазовое состояние стали

Фазовый состав

Проведенные исследования показали, что эксплуатация стали не приводит к изменению морфологических составляющих α -фазы – независимо от продолжительности и(или) условий эксплуатации в матрице стали в различных количествах присутствуют пластинчатый перлит и нефрагментированный и фрагментированный ферриты. Однако, если в необработанном образце все морфологические составляющие присутствуют примерно в равных долях, то в образцах после эксплуатации их соотношение изменяется: по мере эксплуатации пластинчатый перлит постепенно исчезает (разрушается) и после длительной эксплуатации, доведенной до разрушения, в структуре не обнаруживается (рис. 2, а). Преобладающая доля в матрице стали после эксплуатации – это фрагментированный феррит.

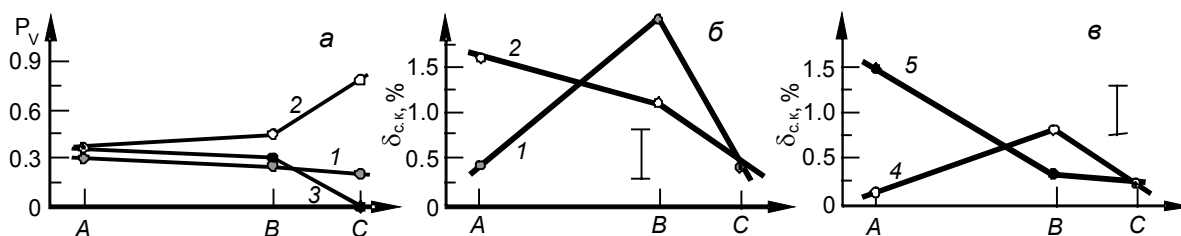


Рис. 2. Изменения по мере увеличения продолжительности эксплуатации стали 12Х1МФ: а – объемных долей морфологических составляющих матрицы (P_v); б – объемных долей карбидов типа $M_{23}C_6$ ($\delta_{c,k}$) внутри морфологических составляющих; в – объемных долей карбидов типа $M_{23}C_6$ внутри и на их границах фрагментированного феррита (кр. 1 – нефрагментированный феррит, кр. 2 – фрагментированный феррит, кр. 3 – пластинчатый перлит, кр. 4 – карбиды внутри фрагментов, кр. 5 – карбиды на их границах). А – неотработанный образец, В – образец после длительной эксплуатации без разрушения, С – после длительной эксплуатации, доведенной до разрушения образца

Проведенные исследования показали, что по мере эксплуатации стали происходят изменения в карбидной подсистеме размеров карбидных частиц, плотности их распределения и объемной доли, при этом форма частиц остается неизменной. Так, в перлите эксплуатация стали приводит к уменьшению как размеров частиц цементита, так и плотности их распределения, причем уменьшение продольных размеров частиц происходит более интенсивно, чем поперечных. Это свидетельствует о том, что в процессе эксплуатации происходят разрушение частиц цементита путем их дробления скользящими дислокациями [19] и их растворение за счет оттока атомов углерода из карбидной фазы (цементита) на дефекты кристаллической решетки феррита [20].

В нефрагментированной структуре, как отмечалось выше, в неотработанном образце присутствуют карбидные частицы фазы типа $M_{23}C_6$. Эксплуатация приводит к тому, что вначале наблюдается коагуляция карбидных частиц, так как их размеры увеличиваются, а плотность распределения уменьшается. Затем, как и в цементите, за счет оттока атомов углерода происходит их растворение. Об этом свидетельствует уменьшение размеров частиц и плотности их распределения. В результате объемная доля этой фазы вначале увеличивается, а затем уменьшается (рис. 2, б, кривая 1).

Во фрагментированной структуре частицы карбидной фазы типа $M_{23}C_6$ в неотработанном образце в основном находятся на границах фрагментов, внутри фрагментов объемная доля этой фазы мала (рис. 2, в). Эксплуатация стали оказывает такое же влияние на изменение объемной доли этой фазы внутри фрагментов, как и в нефрагментированном феррите: вначале объемная доля карбидной фазы увеличивается, затем уменьшается (рис. 2, в, кривая 4). На границах фрагментов эксплуатация приводит к растворению частиц $M_{23}C_6$ – постоянно уменьшаются как размеры частиц, так и плотность их распределения. Объемная доля карбидов также уменьшается (рис. 2, в, кривая 5), и в разрушенном при эксплуатации образце (в точке С на рис. 2, в) объемная доля карбид-

ной фазы внутри и на границах фрагментов одинакова. Суммарная объемная доля карбидов фазы $M_{23}C_6$ во фрагментированной структуре по мере эксплуатации уменьшается (рис. 2, б, кривая 2).

Дислокационная структура и внутренние напряжения

Дислокационная структура во всем материале, как и в неотработанном образце, представлена плотными дислокационными сетками. Исследования показали, что эксплуатация стали вначале приводит к увеличению, а затем к уменьшению скалярной плотности дислокаций как в каждой морфологической составляющей матрицы, так и в целом по материалу. Значения скалярной и избыточной плотности дислокаций постепенно сближаются и в разрушенном образце практически совпадают (рис. 3, а). Это означает, что все дислокации в материале оказываются избыточными.

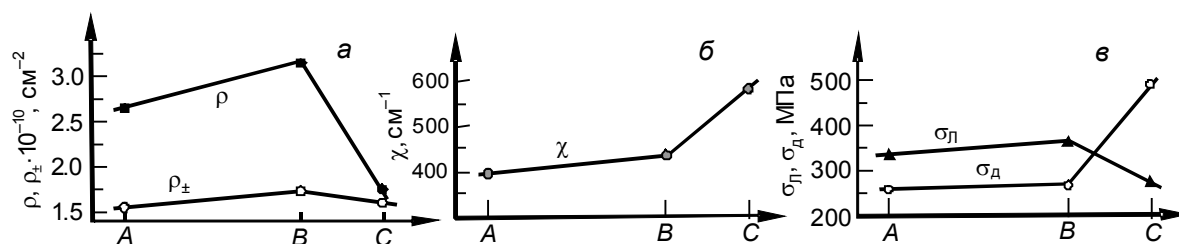


Рис. 3. Изменения по мере увеличения продолжительности эксплуатации стали 12Х1МФ: а – скалярной (ρ) и избыточной (ρ_{\pm}) плотности дислокаций; б – амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки (χ); в – амплитуды внутренних напряжений ($\sigma_{\text{л}}$ – напряжений, создаваемых дислокационной структурой; $\sigma_{\text{д}}$ – локальных напряжений). А – неотработанный образец, В – образец после длительной эксплуатации без разрушения, С – после длительной эксплуатации, доведенной до разрушения образца

Эксплуатация на начальном этапе слабо влияет на изменение амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки во всех морфологических составляющих структуры. Однако длительная эксплуатация приводит к резкому увеличению χ во фрагментированном феррите, что объясняется появлением упругой составляющей $\chi_{\text{упр}}$. Амплитуда кривизны-кручения кристаллической решетки во фрагментированном феррите становится равной $\chi = \chi_{\text{пл}} + \chi_{\text{упр}}$. А так как объемная доля фрагментированного феррита в образце после длительной эксплуатации, доведенной до его разрушения, составляет основную часть ($\sim 80\%$) матрицы стали, то и в целом по материалу величина χ резко возрастает (рис. 3, б) и также становится равной $(\chi_{\text{пл}} + \chi_{\text{упр}})$. Причем, как показали выполненные оценки, $\chi_{\text{пл}}$ больше $\chi_{\text{упр}}$ практически в 2.5 раза. В результате амплитуда внутренних локальных напряжений $\sigma_{\text{д}}$, полностью определяемая величиной χ , становится также равной $\sigma_{\text{д}} = \sigma_{\text{д}}^{\text{пл}} + \sigma_{\text{д}}^{\text{упр}}$ и оказывается в 1.8 раза больше внутренних напряжений сдвига $\sigma_{\text{л}}$, определяемых дислокационной структурой (рис. 3, в), что и является причиной разрушения образца.

Заключение

В результате исследований, проведенных методом просвечивающей электронной микроскопии, установлено, что длительная эксплуатация стали приводит, во-первых, к разрушению пластинчатого перлита и интенсивной фрагментации феррита, во-вторых, к полному разрушению цементита и перераспределению и разрушению карбидов типа $M_{23}C_6$ и, в-третьих, к упругому искажению кристаллической решетки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Кузеев И.Р., Закирничный Г.Е., Закирова Л.Ф. // МиТОМ. – 2009. – № 9. – С. 39–42.
- Ботвина Л.Р., Будueva В.Г., Остапенко А.А. и др. // Деформация и разрушение материалов. – 2013. – № 12. – С. 28–35.
- Ботвина Л.Р., Демина Ю.А., Петрова И.М. и др. // Машиностроение и инженерное образование. – 2015. – № 4(45). – С. 27–34.
- Сыромятникова А.С., Гуляева Е.М., Алексеева К.И. // Деформация и разрушение материалов. – 2016. – № 4. – С. 42–44.
- Тихомирова Е.А., Рыбников А.И., Гецов Л.Б. // МиТОМ. – 2017. – № 1(739). – С. 33–38.
- Демченко М.В., Кузеев И.Р. // Нанотехнологии в строительстве. – 2018. – Т. 10. – № 4. – С. 39–56.
- Пачурин Г.В., Кузьмин Н.А., Гончарова Д.А. и др. // Сборка в машиностроении, приборостроении. – 2019. – № 9. – С. 396–401.

8. Петрова И.М., Гадолина И.В., Ботвина Л.Р. и др. // Зав. лаб. Диагностика материалов. – 2011. – Т. 77. – № 1. – С. 58–61.
9. Никифорчин Г.Н., Цирульник О.Т., Звирко О.И. и др. // Зав. лаб. Диагностика материалов. – 2013. – Т. 79. – № 9. – С. 48–55.
10. Горынин И.В., Тимофеев Б.Т. // Вопросы материаловедения. – 2011. – № 1(65). – С. 41–59.
11. Константинов В.М., Пучков Э.П., Галимский А.И. // Ползуновский альманах. – 2014. – № 2. – С. 41–44.
12. Пачурин Г.В. // Фундаментальные исследования. – 2014. – № 1. – С. 18–23.
13. Getsov L., Rybnikov A., Semenov A., et al. // Mater. Tehnol. – 2015. – V.49. – No. 5. – P. 773–778.
14. Крюков И.И., Рыбников А.И., Можайская Н.В. и др. // Газотурбинные технологии. – 2015. – № 2(129). – С. 32–37.
15. Конева Н.А., Козлов Э.В. // Изв. вузов. Физика. – 1991. – Т. 34. – № 3. – С. 56–70.
16. Штремель М.А. Прочность сплавов. Дефекты решетки. – М.: Металлургия, 1982. – 280 с.
17. Козлов Э.В., Попова Н.А., Кабанина О.В. и др. Эволюция фазового состава, дефектной структуры, внутренних напряжений и перераспределение углерода при отпуске литой конструкционной стали. – Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2007. – 177 с.
18. Козлов Э.В., Попова Н.А., Конева Н.А. // Известия РАН. Сер. физич. – 2004. – Т. 68. – № 10. – С. 1419–1428.
19. Белоус М.В., Васильев М.А., Косячков А.А. и др. // Металлофизика. – 1982. – Т. 4. – № 2. – С. 86–91.
20. Гаврилюк В.Г. Распределение углерода в стали. – Киев: Наукова думка, 1987. – 207 с.

Поступила в редакцию 08.06.2020.

¹ Томский государственный архитектурно-строительный университет,
г. Томск, Россия

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
г. Томск, Россия

³ Кузбасский государственный технический университет им Т.Ф. Горбачева,
г. Кемерово, Россия

⁴ ООО «Кузбасский центр сварки и контроля», г. Кемерово, Россия

Попова Наталья Анатольевна, к.т.н., ст. науч. сотр. ТГАСУ, e-mail: natalya-popova-44@mail.ru;

Никоненко Елена Леонидовна, к.ф.-м.н., доцент, доцент ТГАСУ, доцент НИ ТПУ, e-mail: vilatomsk@mail.ru;

Абабков Николай Васильевич, к.т.н., доцент, доцент КузГТУ, ведущ. инженер ООО «Кузбасский центр сварки и контроля», e-mail: n.ababkov@rambler.ru;

Смирнов Александр Николаевич, д.т.н., профессор, профессор КузГТУ, директор ООО «Кузбасский центр сварки и контроля», e-mail: galvas.kem@gmail.com.