

С. В. Бобирь, д.т.н, с.н.с., ORCID 0000-0003-0119-3935

І.Ю. Приходько, д.т.н, с.н.с., зав. відділом, ORCID 0000-0001-5651-8106

Д.В. Лошкарев, провідний інженер ORCID 0000-0003-3817-7840

Інститут чорної металургії ім. З.І. Некрасова НАН України

С.С. Захарчук, зав. лаб., ORCID 0000-0002-0862-9060

ПрАТ «Новокраматорський машинобудівний завод»

П.В. Крот, к.т.н., ад'юнкт-проф. ORCID 0000-0002-3347-3862

Вроцлавський університет науки та технологій (Польща)

АНАЛІЗ КІЛЬКОСТІ ЗАЛИШКОВОГО АУСТЕНИТУ В СТРУКТУРІ СТАЛЕВИХ ВАЛКІВ ДЛЯ ЛИСТОВОЇ ПРОКАТКИ

Анотація. Кількість залишкового аустеніту в мартенситних валкових сталях є важливим технологічним параметром термічної обробки, що впливає на експлуатаційні властивості валків. Але визначення його кількості в валкових сталях є складною і не до кінця вирішеною науково-технічною задачею. Мета роботи полягала в порівняльному аналізі кількості залишкового аустеніту в структурі валків з легованих сталей рентгеноструктурним, ультразвуковим методами та методом металографії. Аналіз мікроструктур показує, що навіть для однієї марки сталі металографічно визначити процентний вміст залишкового аустеніту дуже складно. Однак якісна відмінність мікроструктур за вмістом світлої фази - аустеніту, підтверджує результати рентгеноструктурного аналізу. Кореляції між вмістом аустеніту в зразках і їх твердістю не встановлено. Встановлено, що рентгеновський метод, заснований на порівнянні інтенсивностей ліній α - і γ - фази заліза, завищує значення кількості залишкового аустеніту в деяких зразках з валкових сталей. Результати аналізу залишкового аустеніту за швидкістю ультразвуку показали кращу збіжність. Кількість залишкового аустеніту, розраховані за зразком з нержавіючої сталі (100% γ -Fe), мали знижені значення (2,6-4,5%). Найбільш точні результати за кількістю залишкового аустеніту дало використання встановленої регресійної залежності з обраним еталоном (2,7-7,8%). Така залежність отримана при швидкості звуку в аустеніті ~ 4000 м / с. Визначено, що застосування ультразвукового методу дозволяє досить оперативно і точно визначати вміст залишкового аустеніту в зразках валкових сталей.

Ключові слова: залишковий аустеніт, сталеві валки, структура, металографія, рентгеноструктурний аналіз, ультразвуковий метод

Посилання для цитування: *Бобирь С.В., Захарчук С.С., Приходько І.Ю., Крот П.В., Лошкарев Д.В.* Аналіз кількості залишкового аустеніту в структурі сталевих валків для листової прокатки. //«Фундаментальні та прикладні проблеми чорної металургії». – 2020. - Вип.34. – С. 256-264. (In Ukrainian). DOI 10.52150/2522-9117-2020-34-256-264

Сучасний стан питання

Кількість залишкового аустеніту в мартенситних валкових сталях є важливим технологічним параметром термічної обробки, що впливає на експлуатаційні властивості валків. Визначення його кількості в валкових сталях на даний момент є складною і до кінця не вирішеною науково-технічною задачею.

В роботі [1] проводили зіставлення чутливості різних методів, що застосовуються для визначення залишкового аустеніту (ОА) в виробничих умовах на зразках сталі 10X12H3M2ФА після гарту з 1050 ° С і відпуску до 560 ° С (час відпуску до декількох десятків годин). Вивчення зразків проводили методами оптичної металографії (травлення на мікроструктуру, збільшення до 500, мікроскоп НЕОРНОТ), магнітної феритометрії (об'ємний метод, феритометр ФЦ-2), електронної мікроскопії (ПЕМ) (мікроскоп JEM-100В, метод реплік) і рентгеноструктурного аналізу (дифрактометр JEOL, $\lambda\text{CuK}\alpha$). Вторинні фази (карбіди, нітриди) виділяли електролітично. Мікроструктура зразків складала в основному відпущений мартенсит. Загальна кількість вторинних фаз визначалася ваговим методом після електролітичного виділення анодних виділень. Залишковий аустеніт визначали методом рентгеноструктурного аналізу за методикою, викладеною в роботах [2,3]. Зйомка проводилася з двох граней зразка паралельних і перпендикулярних осі злитка. Співвідношення інтенсивностей дифракційних ліній (110) $\alpha\text{-Fe}$ і (111) $\gamma\text{-Fe}$, отриманих з різних граней, практично не розрізнялися, від 3% в загартованому зразку до 0,5% в відпущеному. На рис. 1 приведена дифрактограма зразка з малим вмістом залишкового аустеніту 0,5%. Накладення піків вторинних фаз на пік мартенситу може привести до появи деякої систематичної помилки при визначенні долі $\gamma\text{-Fe}$, але навіть в разі максимального вмісту вторинних фаз систематичною помилкою, зумовленою накладенням дифракційних ліній, можна знехтувати. Поправку (до 1%) на об'ємну частку карбідів і нітридів можна не вносити.

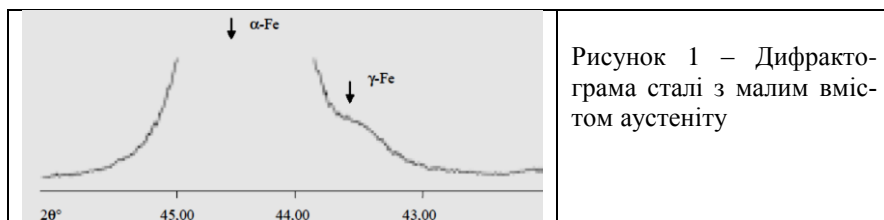


Рисунок 1 – Дифрактограма сталі з малим вмістом аустеніту

Для металографічного виявлення аустеніту застосовували водно-спиртовий розчин хлорної міді в соляній кислоті, який залишає світлим

«Фундаментальні та прикладні проблеми чорної металургії». – 2020. – Випуск 34
 «Fundamental'nye i prikladnye problemy černoj metallurgii». – 2020. – Vypusk 34
 «Fundamental and applied problems of ferrous metallurgy». – 2020. – Collection 34

аустеніт [4]. Раніше застосування даного травника дозволило авторам визначити вміст залишкового аустеніту в валковій сталі 60X2C2MФ в кількості 1,23%.

Виявити присутність залишкового аустеніту методами магнітної феритометрії і оптичної мікроскопії важко як в загартованих, так і в відпущених зразках, так як в дрібнодисперсній структурі відпущеного мартенситу складно ідентифікувати частинки розміром близько 1 мкм.

В роботі [5] випробований метод визначення залишкового аустеніту за допомогою ультразвукового датчика. Встановлено, що при вимірюванні швидкості УЗ з похибкою 0,05% за часом приходу імпульсного сигналу, вміст аустеніту визначається з похибкою 1%. Даний метод є досить точним, але вимагає калібрування за еталонними зразками.

Вважається, що метод рентгеноструктурного аналізу є найбільш точним методом, що дозволяє визначити невеликі кількості (~ 13%) залишкового аустеніту в мартенситних сталях. Однак, відносна похибка визначення залишкового аустеніту становить ~ 50% на межі чутливості рентгеноструктурного методу. Заміна γ CuKa (найбільш поширене випромінювання в заводській практиці) на випромінювання хрому може трохи підвищити розділення ліній мартенситу і аустеніту, але істотного впливу на чутливість і точність вимірювань не робить.

У зв'язку з цим, **мета роботи** полягала в порівняльному аналізі кількості залишкового аустеніту в структурі валків з легованих сталей рентгеноструктурним, ультразвуковим методами та методом металографії.

Матеріал і методика досліджень.

У даній роботі рентгеноструктурний аналіз наданих зразків валкових сталей виконували на дифрактометрі ДРОН-2,0 в мідному випромінюванні з монохроматором по режиму:

$V = 30$ кВ; $I = 10$ мА; $V_{\text{лічильника}} = 2^\circ / \text{хв}$; $V_{\text{стр}} = 600$ мм / год. Співвідношення α - і γ - фаз визначали за формулою [6]:

$$V\gamma = \frac{I\gamma(111) / P\gamma(111) \times 100}{[I\alpha(110) / P\alpha(110) + I\gamma(111) / P\gamma(111)]} \quad (1)$$

де $I\gamma(111)$ – інтегральна інтенсивність інтерференційної лінії (111) γ -фази;

$P\gamma(111)$ – фактор повторюваності для лінії (111);

$I\alpha(110)$ – інтегральна інтенсивність інтерференційної лінії (110) α -фази;

$P\alpha(110)$ – фактор повторюваності для лінії (110).

Визначення кількості залишкового аустеніту виконували також з використанням ультразвукового датчика УТ-1 та штангельциркуля електронного 3474 ЖТС 150 мм.

Результати визначення залишкового аустеніту рентгенівським методом наведені в Табл. 1.

-Таблиця 1.

Результати визначення вмісту залишкового аустеніту в зразках

№ п/п	Зразок	Марка сталі і ТО	I α (110)	I γ (111)	Кількість γ -Fe, %	Твердість, HRC
1	1-1	60X2CMФ	19	0,75	2,56	62,0
2	1-2	60X2CMФ	22	0,75	1,70	
3	2-1	60X2CMФ	19	1,50	5,00	48,5
4	2-2	60X2CMФ	22	2,00	5,70	
5	3	80X3MФ	12	9,00	33,3	57,5
6	4	80X5MФ	30	4,00	7,80	59,0
7	7	X37CrMoV5-1 Нормалізація	20	1,70	5,36	53,5
8	8	X37CrMoV5-1 Гарт+відпуск 450°C	30	3,5	7,21	52,5
9	9	X37CrMoV5-1 Гарт+відпуск 540°C	15	0,45	1,96	54,0

Зразки №1-1, 1-2 і №2-1, 2-2 є крайніми ділянками двох довгих проб, узятих по радіусу в глибину валка (рис. 2). Для однієї і тієї ж марки сталі 60X2CMФ, відмінності між зразками становлять близько 3,5%, а на глибині до 40 мм валка - не більше 1%, що цілком прийнятно.

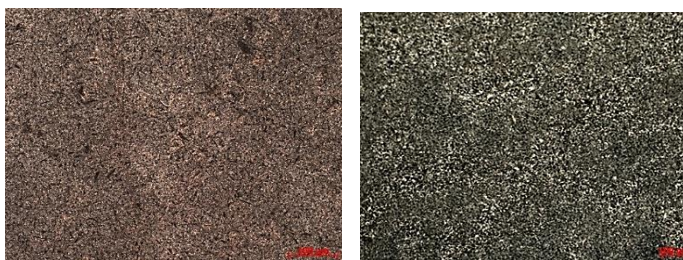


Рисунок 2 – Мікроструктури сталі 60X2CMФ

У зразках №3 сталі 80X3MФ і №4 сталі 80X5MФ спостерігається найбільший відсоток залишкового аустеніту, 33,3% і 7,8% відповідно, що є неприпустимим для валків (рис. 3). Кількість залишкового аустеніту в зразку №3 значно більше, але при меншому вмісті хрому, що не характер-

но для легованих сталей і може бути пов'язано з тим, що зразок №3 піддавався загартуванню з температури аустенізації на 50°C вищої, ніж зразок №4. Це призвело до підвищення стійкості аустеніту до розпаду при переохолодженні.

У зразках № 7,8,9 стали марки X37CrMoV5-1, що пройшли різні режими термообробки, та мікроструктура яких приведена на рис. 4, спостерігається зміна кількості залишкового аустеніту з 7,21% при нормалізації до 1,96% після гарту і високого відпуску.

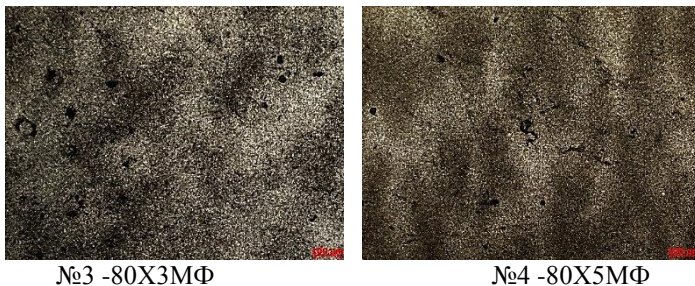


Рис. 3. Мікроструктури сталей 80X3MФ та 80X5MФ



Рис. 4. Мікроструктури зразків сталі X37CrMoV5-1

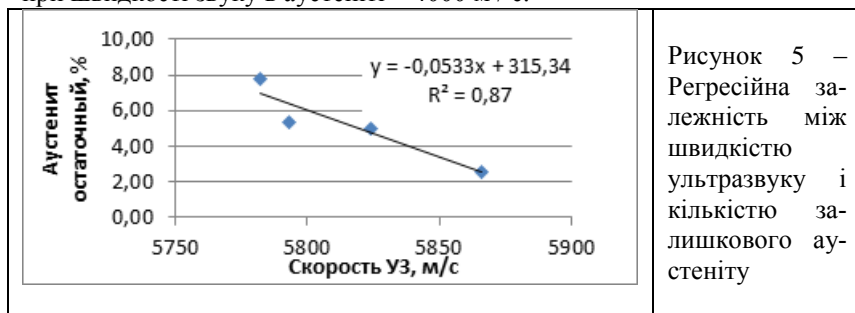
Аналіз мікроструктур показує, що навіть для однієї марки сталі металографічно визначити процентний вміст залишкового аустеніту дуже складно. Однак якісна відмінність мікроструктур за вмістом світлої фази - аустеніту, підтверджує результати рентгеноструктурного аналізу.

Кореляції між вмістом аустеніту в зразках і їх твердістю не встановлено. Найбільшу твердість - 62,0 HRC мали зразки сталі 60X2CMФ з партії 1, найменшу - 48,5 HRC - зразки сталі 60X2CMФ з партії 2. Сталь 80X3MФ, незважаючи на встановлений рентгенівським методом значний вміст аустеніту в структурі - 33,3%, мала високу твердість - 57,5 HRC. Це свідчить про те, що використаний рентгенівський метод завищує значення кількості аустеніту в зразках з цих сталей.

Результати аналізу залишкового аустеніту за швидкістю ультразвуку в зразку наведені в таблиці 2. У цій таблиці наведено кількість аустеніту, пораховані за зразком з нержавіючої сталі (100% γ -Fe) і за встановленою регресійною залежністю (рис. 5).

Дані 1 в таблиці 2 показують, що кількість аустеніту, розрахована з використанням як еталон нержавіючої сталі, занижена (2,6-4,5%).

Найбільш точні результати по визначенню кількості залишкового аустеніту, дає використання встановленої регресійної залежності, де в якості еталону був використаний один із зразків - 1.1. Така залежність виходить при швидкості звуку в аустеніті ~ 4000 м / с.



Таблиця 2 – Результати визначення вмісту залишкового аустеніту в зразках ультразвуковим методом

Зразок	D из, мм	D уз, мм	100(Дуз-Диз)/Диз	HRC	V уз, м/с	Кількість γ -Fe ¹ , %	Кількість γ -Fe ² , %
1	9,18	9,39	2,288	62,0	5866	2,6	2,7
2	7,27	7,49	3,026	38,5	5824	3,4	4,9
3	5,00	5,20	4,000	57,5	5769	4,5	7,8
4	5,04	5,23	3,770	59,0	5782	4,3	7,2
7	5,04	5,22	3,571	53,5	5793	4,0	6,6
8	4,97	5,12	3,018	52,5	5824	3,4	4,9
9	4,98	5,14	3,213	54,0	5813	3,6	5,5
10	0,68	1,28	88,235		3188	100	-

1 – Кількість аустеніту, розраховане за зразком - зразок 10 (нержавіюча сталь);

2- Кількість аустеніту, розраховане по регресійній залежності (рис 5).

Як видно з даних таблиці 2, ультразвуковий метод визначення залишкового аустеніту дав прийнятні його значення для зразків 3 і 4 - 7,8 і 7,2% відповідно.

Таким чином, застосування ультразвукового методу дозволяє досить оперативно і точно визначати вміст залишкового аустеніту в зразках валкових сталей.

Висновки.

1. Результати аналізу залишкового аустеніту рентгенівським методом можуть завищувати його кількість в зразках валкових сталей.
2. Застосування ультразвукового методу дозволяє досить оперативно і точно визначати вміст залишкового аустеніту в зразках валкових сталей.
3. Найбільш точні результати по визначенню кількості залишкового аустеніту, дає використання встановленої регресійної залежності, де в якості еталону був використаний один із зразків.

Перелік посилань

1. Korneyev A.Ye. (2006). Opredeleniye kolichestva ostatochnogo austenita v stalyakh martensitnogo klassa [Determination of the amount of retained austenite in steels of the martensitic class]. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov [Plant Laboratory. Diagnostics of materials]*, 2006, Vol. 72, 2, 34-35. [In Russian].
2. Kagan A.S., Kraush L.S. & Kapurin A.A. (1985). Metodika kolichestvennogo opredeleniya ostatochnogo austenita v teksturirovannoy stali [Method of quantitative determination of retained austenite in textured steel]. *Zavodskaya laboratoriya [Plant Laboratory]*, 1985, Vol. 51, 2, 57-58. [In Russian].
3. Korneyev A.Ye. (2002). Opredeleniye kolichestva ostatochnogo austenita v podshipnikovykh stalyakh [Determination of the amount of retained austenite in bearing steels]. *Zavodskaya laboratoriya [Plant Laboratory]*, 2002, Vol. 68, 6, 26-28. [In Russian].
4. Smitlz K. Dzh. (1980). *Metally. Spravochnik [Metals. Handbook]*. Moskva: Metallurgiya, 1980, 447. [In Russian].
5. Krasavin V.V. (1998). Ultrazvukovoy metod kontrolya ostatochnogo austenita v instrumentalnykh stalyakh tipa KH12 [Ultrasonic method of control of retained austenite in tool steels of X12 type]. *Zavodskaya laboratoriya [Plant Laboratory]*, 1998, 9, 41-44. [In Russian].
6. Determination of Volume Retained Austenite by X-Ray Diffraction. (2006). *Lambda Technologies. Diffraction notes*. Cincinnati, OH: Lambda Research, Inc., 2006, 33, 1-3.

Reference

1. Korneyev A.Ye. (2006). Opredeleniye kolichestva ostatochnogo austenita v stalyakh martensitnogo klassa [Determination of the amount of retained austenite in

- steels of the martensitic class]. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov [Plant Laboratory. Diagnostics of materials]*, 2006, Vol. 72, 2, 34-35. [In Russian].
2. Kagan A.S., Kraush L.S. & Kapyrin A.A. (1985). Metodika kolichestvennogo opredeleniya ostatochnogo austenita v teksturirovannoy stali [Method of quantitative determination of retained austenite in textured steel]. *Zavodskaya laboratoriya [Plant Laboratory]*, 1985, Vol. 51, 2, 57-58. [In Russian].
 3. Korneyev A.Ye. (2002). Opredeleniye kolichestva ostatochnogo austenita v podshipnikovykh stalyakh [Determination of the amount of retained austenite in bearing steels]. *Zavodskaya laboratoriya [Plant Laboratory]*, 2002, Vol. 68, 6, 26-28. [In Russian].
 4. Smitlz K. Dzh. (1980). *Metally. Spravochnik [Metals. Handbook]*. Moskva: Metallurgiya, 1980, 447. [In Russian].
 5. Krasavin V.V. (1998). Ultrazvukovoy metod kontrolya ostatochnogo austenita v instrumentalnykh stalyakh tipa KH12 [Ultrasonic method of control of retained austenite in tool steels of X12 type]. *Zavodskaya laboratoriya [Plant Laboratory]*, 1998, 9, 41-44. [In Russian].
 6. Determination of Volume Retained Austenite by X-Ray Diffraction. (2006). *Lambda Technologies. Diffraction notes*. Cincinnati, OH: Lambda Research, Inc., 2006, 33, 1-3.

S.V. Bobir, Ph.D., Senior Research, ORCID 0000-0003-0119-3935

I.Yu. Prikhodko, Ph.D., Senior Research, Head department, ORCID 0000-0001-5651-8106

D.V. Loshkarev, chief engineer of ORCID 0000-0003-3817-7840

Iron and Steel Institute named after Z.I. Nekrasov of the NAS of Ukraine

S.S. Zakharchuk, Head of Lab., ORCID 0000-0002-0862-9060

PJSC "Novokramatorsk Machine-Building Plant"

P.V. Krot, Ph.D., Associate Professor ORCID 0000-0002-3347-3862

Wroclaw University of Science and Technology (Poland)

Analysis of the amount of retained austenite in the structure of steel rolls for sheet rolling

Summary. The amount of residual austenite in martensitic roll steels is an important technological parameter of heat treatment, which affects the performance properties of the rolls. But determining its amount in roll steels is a complex and not fully solved scientific and technical problem. The aim of the work was to comparatively analyze the amount of residual austenite in the structure of alloy steel rolls by X-ray diffraction, ultrasonic methods and metallography analysis. However, the qualitative difference of microstructures in the content of the light phase - austenite, confirms the results of X-ray diffraction analysis. No correlation was found between the austenite content in the samples and their hardness. It was found that the X-ray method, based on the comparison of the intensities of the α - and γ -phase lines of iron, overestimates the value of the

amount of residual austenite in some samples of roll steels. The results of the analysis of residual austenite by ultrasound rate showed better convergence. The amounts of residual austenite, calculated on the sample of stainless steel (100% γ -Fe), had reduced values (2.6-4.5%). The most accurate results on the amount of residual austenite gave the use of the established regression dependence with the selected standard (2.7-7.8%). This dependence is obtained at the speed of sound in austenite ~ 4000 m / s. It is determined that the application of the ultrasonic method allows to determine the content of residual austenite in the samples of roll steels quite quickly and accurately.

Key words: residual austenite, steel rolls, structure, metallography, X-ray diffraction analysis, ultrasonic method

For citation: *Bobyry' S.V., Zakharchuk S.S., Prykhod'ko I.YU., Krot P.V., Loshkarev D.V. Analiz kil'kosti zalyshkovoho austenitu v strukturі stalevykh valkiv dlya lystovoyi prokatky. [Analysis of the amount of residual austenite in the structure of steel rolls for sheet rolling.]. «Fundamental'nye i prikladnye problemy černoј metallurgii».[Fundamental and applied problems of ferrous metallurgy] 2020, 34. 256-264. [in Ukrainian]. DOI 10.52150/2522-9117-2020-34-256-264*

*Стаття надійшла до редакції збірника 5.11.20 року,
пройшла внутрішнє і зовнішнє рецензування
(Протокол засідання редакційної колегії збірника №3 от 22 грудня 2020 року)*