

# УДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДИКИ АНАЛІЗУ ТЕРМОКІНЕТИЧНИХ ДІАГРАМ ФАЗОВИХ ПЕРЕТВОРЕНЬ МЕТАЛУ ЗВАРНИХ ШВІВ ВИСОКОМІЦНИХ НИЗЬКОЛЕГОВАНИХ СТАЛЕЙ

В.А. Костін, В.В. Жуков

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Запропоновано нову удосконалену методику визначення критичних температур фазових перетворень у високоміцних низьколегованих сталях та їх зварних з'єднаннях, яка полягає у апроксимуванні залежності коефіцієнту теплового розширення від температури та відокремлення структурного перетворення від теплового розширення. Для детального визначення особливостей перетворення у металі швів високоміцних низьколегованих сталей запропоновано використати кінетичні параметри перетворення: об'ємний ефект перетворення ( $S$ ), максимальне значення інтенсивності перетворення ( $V_{\max}$ ), температуру максимальної інтенсивності перетворення ( $T_p$ ). Бібліогр. 12, табл. 1, рис. 8.

*Ключові слова:* діаграма розпаду аустеніту; фазові перетворення; критичні температури; автоматичне зварювання; метал шва; порошкові інокулятори; мікроструктура

Для побудови термокінетичних діаграм розпаду переохолодженого аустеніту використовують дилатометричний метод. Дилатометричний метод засновано на вимірюванні зміни об'єму твердого тіла при зовнішньому впливі (тепла, тиску, магнітного поля) [1]. Для сталі дилатометричний метод дозволяє визначити критичні температури фазових перетворень, пов'язаних з перебудовою кристалічної решітки при нагріванні та охолодженні металу в ході технологічного процесу. Для визначення критичних температур дилатометричні дані представляють у вигляді залежності зміни лінійного розміру зразка від температури (рис. 1, а). Криву, що відповідає за зміну об'єму в залежності від температури, називають дилатограмою.

Зміна об'єму при фазовому перетворенні обумовлена перебудовою кристалічної решітки металу [2]. Визначення критичних температур фазових перетворень полягає у встановленні температурних точок на дилатограмі, у яких на фоні ефекту теплового розширення металу спостерігається зміна об'єму за рахунок структурно-фазового перетворення. Для визначення критичних температур фазових перетворень до умовно лінійних ділянок дилатограми, що відповідає різним фазам, проводять дотичні [3]. Температури, при яких залежність відхиляється від дотичних, свідчать про початок або закінчення перетворення.

Однак метод дотичних має ряд недоліків, серед яких мала чутливість визначення критичних тем-

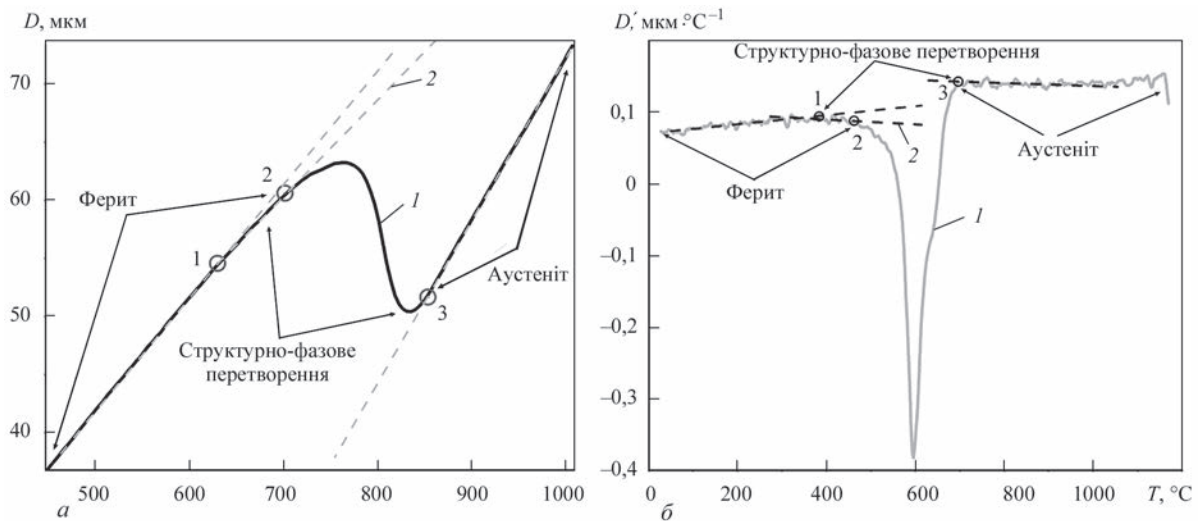


Рис. 1. Залежності дилатометричних даних від температури (а) та першої похідної дилатометричних даних (б) від температури: 1 — дилатометричні дані; 2 — дотичні; точки 1–3 — критичні температури перетворення

В.А. Костін — <https://orcid.org/0000-0002-2677-4667>, В.В. Жуков — <https://orcid.org/0000-0002-3358-8491>

© В.А. Костін, В.В. Жуков, 2021

ператур в залежності від вибору температурного інтервалу для проведення дотичної [4] (рис. 1, а).

Для уточнення методу дотичних використовують метод диференційного аналізу дилатометричних даних [5], суть якого полягає у тому, що визначення критичних температур методом дотичних проводять на графіку залежності першої похідної зміни розміру зразка від температури. Однак цей метод також відзначається варіабельністю у визначенні критичних температур (рис. 1, б). Збільшення температурного інтервалу для проведення дотичної знижує варіабельність у визначенні місця прилягання дотичної до дилатограми і, відповідно, у визначенні температури початку (чи закінчення) перетворення аустеніту на фоні термічного розширення сталі при зміні температури. У довідковій літературі значення коефіцієнтів термічного розширення сталей приводиться для ряду інтервалів температур. У роботі [6] відзначається, що при визначенні коефіцієнта термічного розширення сталі температурний інтервал достатньо обрати приблизно 50 °С. Однак залежність коефіцієнту термічного розширення сталі від температури не є лінійною залежністю і використання лінійної функції (дотичної) не відповідає самому фізичному явищу термічного розширення твердих тіл [7].

Визначення температур фазових перетворень у високоміцних низьколегованих сталях (ВМНЛ) та їх зварних з'єднаннях є достатньо складною задачею, що безпосередньо впливає на вибір режимів зварювання, термообробки і, як наслідок, на мікроструктуру та механічні властивості металу швів.

Мета даної роботи — удосконалення методики визначення критичних температур фазових перетворень та параметрів перетворення, які безпосередньо впливають на структурно-фазовий склад та механічні властивості металу швів високоміцних низьколегованих сталей.

**Матеріали та методика досліджень.** В роботі представлені результати досліджень структурних перетворень металу зварних з'єднань високоміцної низьколегованої сталі 14ХГНДЦ, у метал шва якої вводили порошки модифікатори різних сполук — нітриди, карбіди і оксиди різних металів (TiC, TiN, SiC, VC, NbC, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, ZrO<sub>2</sub>). Модифікування рідкого металу здійснювали за допомогою зварювання, шляхом використання порошкових зварювальних дротів, в сердечник яких були закладені частки необхідного складу. Особливістю використання запропонованої технології зварювання для модифікування рідкого металу є необхідність захисту порошоків, що вводяться, від прямого впливу зварювальної дуги для запобігання їх повного розплавлення або випаровування. У зв'язку з цим використовували технологію введення порошоків зварювальних дротів у відносно

холодну частину зварювальної ванни з температурою близько 1600...1800 °С, яка була нижче температури плавлення більшості частинок.

Було виконано стикові зварні з'єднання листів сталі 14ХГНДЦ товщиною 20 мм на постійному струмі зворотної полярності. Зварювання виконували у середовищі захисних газів Ar + 18 % CO<sub>2</sub> з використанням порошкового дроту Св-08 діаметром 1,6 мм з коефіцієнтом заповнення 18 %. Загальний вміст модифікаторів TiC, TiN, SiC, VC, NbC, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, ZrO<sub>2</sub> складав 0,09 %. Зварювання проводили на постійному струмі зворотної полярності 240...250 А, напрузі 31...32 В, швидкості зварювання 10...12 м/год, тепловкладенні 26...28 Дж/см.

Характер структурних перетворень в металі швів, модифікованих порошками, вивчали методом імітації термодформаційних циклів зварювання з використанням комплексу Gleeble 3800 (DSI, США), що був оснащений швидкодіючим дилатометром [8]. Зразки нагрівали у вакуумній камері до температури 1170 °С, а потім охолоджували за термічним циклом, характерним для автоматичного дугового зварювання під флюсом зі швидкостями 5, 10, 17, 30, 45 °С/с в інтервалі температур 600...500 °С.

Відомо, що теплоємність та теплове розширення твердих тіл пов'язані прямо пропорційно в деякому інтервалі температур [9]. Підходи при апроксимуванні залежності теплоємності від температури можуть бути використані для теплового розширення. Емпірична залежність теплоємності від температури може бути виражена поліномом непарних ступенів [10, 11]:

$$C(T)_\alpha = a_0 + a_1T + a_2T^3 + a_3T^5; \quad (1)$$

$$C(T)_\gamma = b_0 + b_1T + b_2T^3 + b_3T^5, \quad (2)$$

де  $C(T)_\alpha$ ,  $C(T)_\gamma$  — теплоємність фериту чи аустеніту;  $T$  — температура;  $a_i$ ,  $b_i$  — константи. Для апроксимування залежності, що описує характер теплового розширення фериту чи аустеніту, було використано подібну залежність (рис. 2).

Температури початку і кінця перетворення аустеніту не несуть повного уявлення про характер та кінетику перетворення. Це пов'язано з тим, що перетворення починається із зародків рекристалізації, з сегрегаційних мікроділянок, неметалевих включень або фазових виділень, границь зерен, що не відповідає усередненому складу металу шва.

Структурно-фазове перетворення починається з зародків рекристалізації та поширюється з деякою швидкістю, що в цілому обумовлена дифузією вуглецю, на яку впливають такі фактори, як щільність дислокацій, розмір зерна, швидкість охолодження та ін. Формування нових структурно-фазових елементів відбувається з наростанням інтенсивності

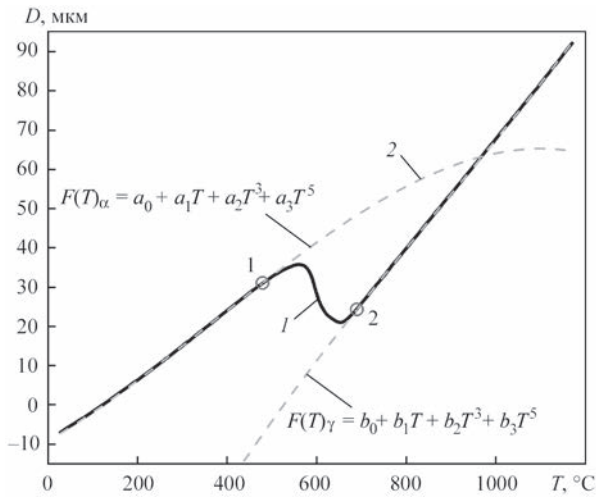


Рис. 2. Апроксимування залежності термічного розширення фериту  $F(T)_\alpha$  та аустеніту  $F(T)_\gamma$ ; 1 — дилатометричні дані; 2 — емпірична температурна залежність теплового розширення

(умовної швидкості) перетворення, яке обумовлено появою нових центрів рекристалізації і збільшенням площі фронту рекристалізації. Після досягнення максимального значення інтенсивність перетворення знижується. Так само структурно-фазовий перехід характеризується певною величиною деформації, обумовленою перебудовою кристалічної решітки в ході перетворення. Ця величина називається об'ємним ефектом перетворення.

Для визначення об'ємного ефекту перетворення з урахуванням постійної зміни коефіцієнту термічного розширення металу на графіку першої похідної зміни розміру зразка від температури в температурному інтервалі перетворення було запропоновано вимірювати площу, що обмежена з одного боку кривою дилатометричних даних, а з іншого — лінією, що виражає поступову зміну коефіцієнту термічного розширення (рис. 3).

Інтенсивність перетворення — це порівняльний параметр, який показує на скільки зміна розміру зразка, що відбувається за рахунок перебудови

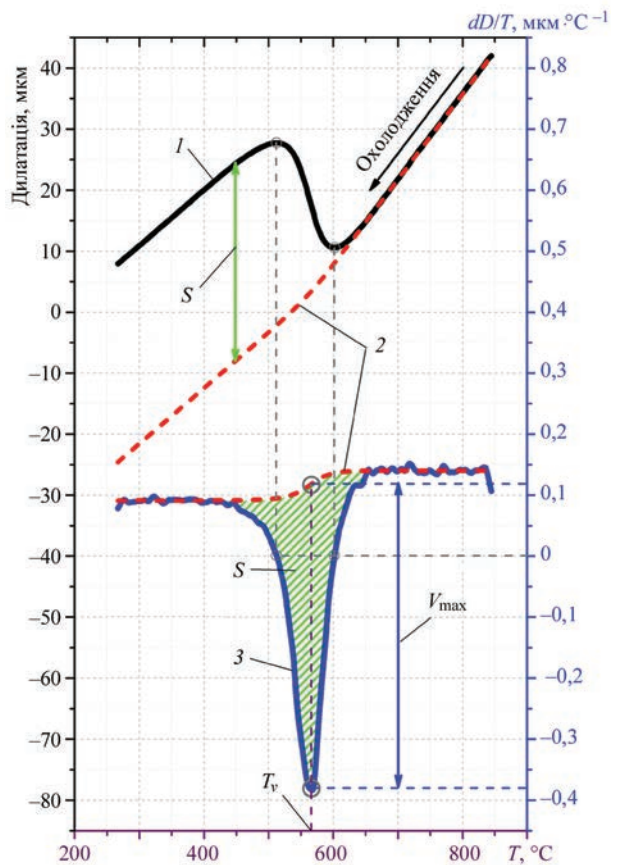


Рис. 3. Кінетичні параметри перетворення  $S$ ,  $V_{\max}$ ,  $T_v$ : 1 — дилатограма; 2 — зміна коефіцієнту термічного розширення; 3 — перша похідна дилатограми

кристалічної решітки, відрізняється від зміни розміру зразка, що відбувається в наслідок теплового розширення металу.

Параметрами інтенсивності перетворення є об'ємний ефект перетворення  $S$ , максимальне значення інтенсивності перетворення  $V_{\max}$ , температура максимальної інтенсивності перетворення  $T_v$  (рис. 3).

Критичні температури початку і кінця структурно-фазового перетворення не дають повну інформацію про характер перетворення (рис. 4).

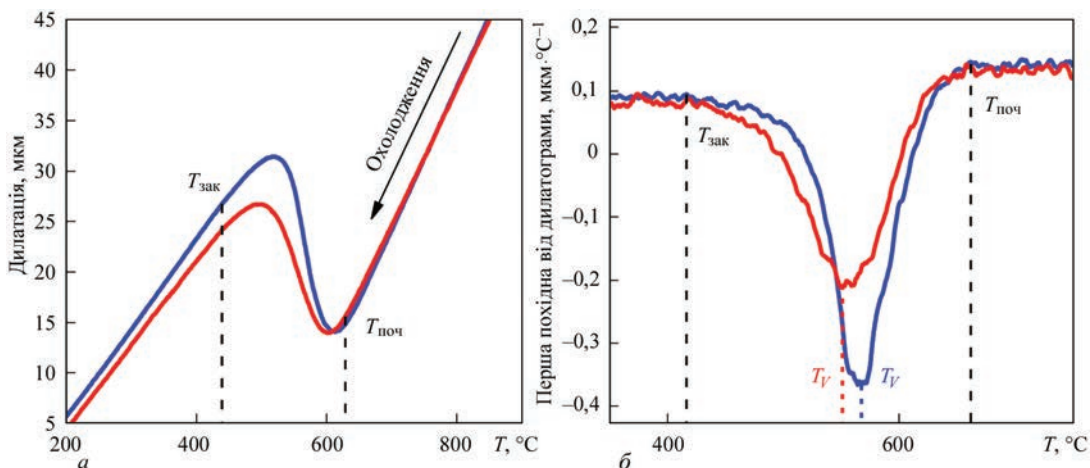


Рис. 4. Особливості зміни кінетики фазових перетворень металу швів: а — дилатограма; б — перша похідна дилатограми

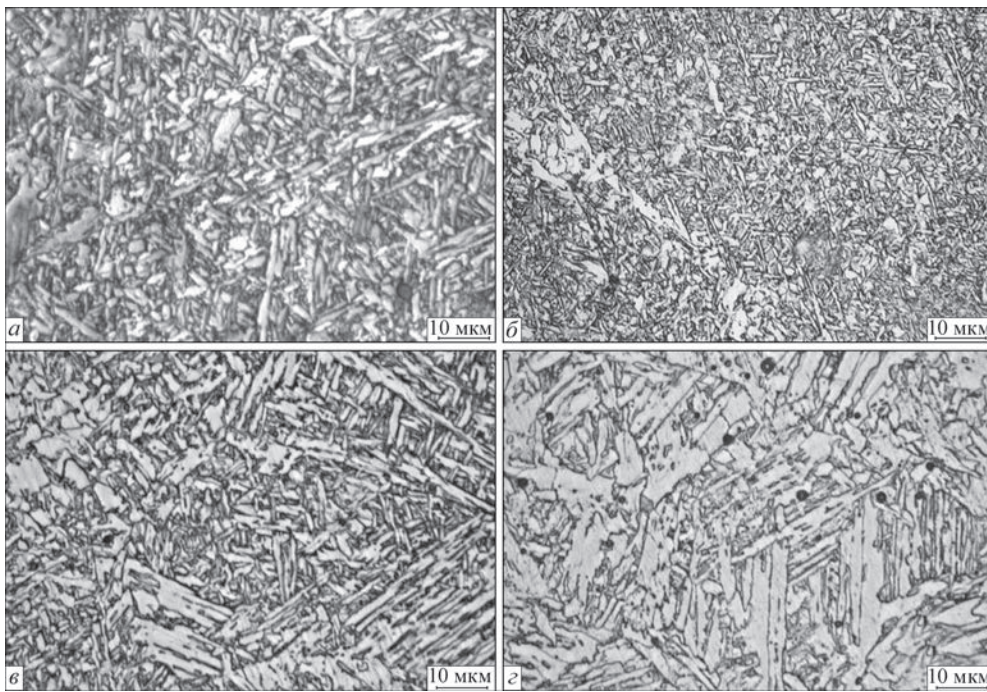


Рис. 5. Мікроструктура металу дослідних швів, модифікованих порошками: *a* — без модифікатора; *б* — TiN; *в* — SiC; *г* — ZrO<sub>2</sub>

Як видно з наведених результатів, хоча температура початку ( $T_{\text{поч}}$ ) та закінчення ( $T_{\text{зак}}$ ) фазових перетворень у двох різних зразках однакові, характер перетворення, частка фаз, що формується, та, відповідно, температура максимальної інтенсивності перетворення ( $T_v$ ) буде різною.

Температурний початок формування нової фази обумовлено такими факторами, як хімічний склад металу, ступінь переохолодження, розмір і склад неметалевих включень, розмір аустенітного зерна. Параметр  $T_v$  більш точно відображає характер перетворення, коли в перетворення залучено максимальну кількість металу. Температура максимальної інтенсивності є більш корисною, коли необхідно порівняти, як деякі фактори впливають на температуру перетворення, мікроструктуру та механічні властивості металу швів.

**Результати досліджень.** Мікроструктура металу дослідних швів, модифікованих порошками різного типу (карбідами, нітридами та оксидами), приведена на рис. 5.

Застосування порошоків нітриду титану (TiN) призводить до підвищення частки внутрізеренного та полігонального фериту (рис. 5, б) до 50 %, що несприятливо позначається на величині ударної в'язкості металу швів вже при відносно високій температурі випробувань (40 Дж/см<sup>2</sup>).

Використання порошоків оксидів TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, MgO (рис. 5, г) сприяє формуванню дисперсної структури голчастого фериту (від 30 до 90 %), який, як відомо, дозволяє отримати в металі зварних швів більш сприятливе поєднання високої міцності і ударної в'язкості, особливо при вкрай низьких температурах випробувань (-40... -60 °С).

З метою з'ясування сприятливого впливу порошоків оксидів TiO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub>, MgO на структуру та механічні властивості металу досліджених швів, в порівнянні з впливом карбідних порошоків та сполук на основі титану, було вивчено кінетику перетворення аустеніту і побудовано термокінетичні діаграми.

Аналіз отриманих результатів показав (рис. 6), що розпад аустеніту в металі швів, модифікованих оксидними частинками, відбувається при температурах вищих на 50...75 °С (рис. 6, а), ніж при модифікуванні карбідними частинками або сполуками на основі титану.

Залежність температури перетворення від швидкості охолодження показує зниження температури перетворення для всіх досліджених зразків. Слід зазначити, що модифікування частинками ZrO<sub>2</sub> і MgO призводить до підвищення температури перетворення, і в цілому значення температур перетворення для оксидних модифікаторів MgO, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> знаходяться вище, ніж для карбідних частинок SiC, VC, NbC. Найнижчі значення температури перетворення спостерігаються для зразка, модифікованого нітридом титану (TiN) (рис. 6, а, б).

Разом з тим аналіз отриманих результатів ще раз показав, що немає прямої залежності між температурами початку та кінця перетворення, часткою структурних складових та механічними властивостями (таблиця) металу швів високоміцних низьколегованих сталей, модифікованих різними частинками.

Використовуючи запропоновану методику, було проаналізовано вплив температури максимальної інтенсивності перетворення ( $T_v$ ) на структурно-фазовий склад та механічні властивості металу модифікованих швів (рис. 7).

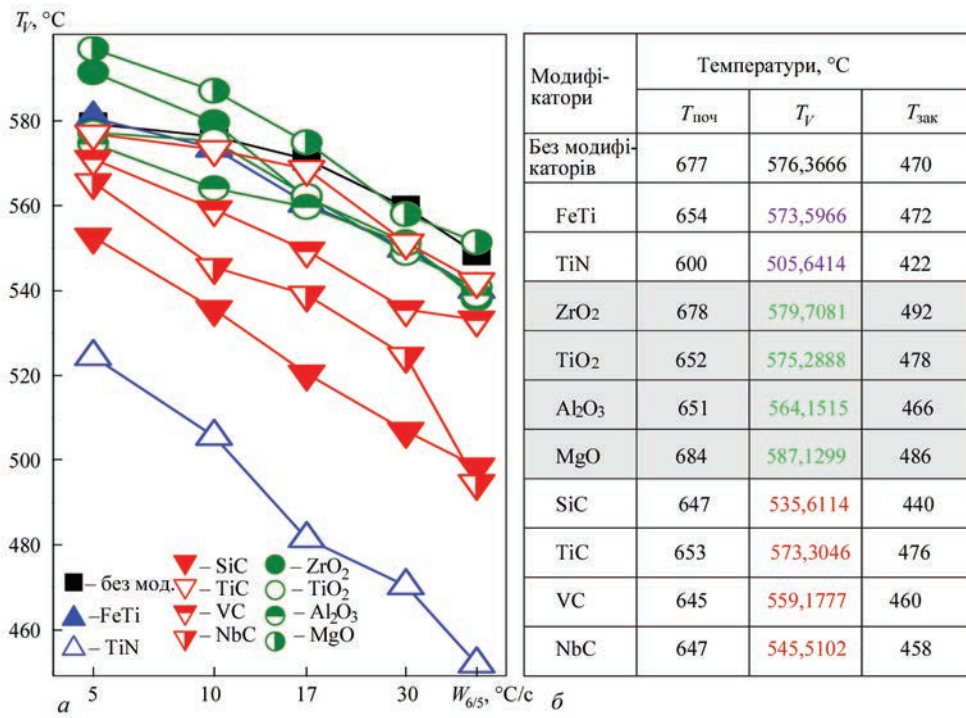


Рис. 6. Вплив модифікаторів на термкінетичні діаграми розпаду аустеніту (а) та температури перетворень (б) металу швів

Встановлено, що для швів, модифікованих оксидними і карбідними частинками, існує чітка залежність співвідношення частки структурних складових (феритних/бейнітних) від значень температури максимальної інтенсивності перетворення (T<sub>v</sub>) аустеніту (рис. 7, а). Разом з тим вплив сполук на основі титану відрізняється від загальної залежності.

Встановлено, що з підвищенням температури перетворення знижуються показники міцності (рис. 7, б), підвищуються значення ударної в'язкості (рис. 7, в) і пластичності металу швів (рис. 7, г). Виняток становлять зразки, модифіковані карбідом ніобію (NbC) і нітридом титану (TiN). Для обох зразків характерно зниження показників міцності і пластичності при відносно низькому значенні температури максимальної інтенсивності перетворення аустеніту.

Узагальнені результати впливу модифікування на кінетику фазових перетворень представлено на рис. 8.

Механічні властивості металу дослідних швів ВМНЛ сталей

На графіках представлені залежності об'ємного ефекту (S) і величини максимальної інтенсивності (V<sub>max</sub>) перетворення від температури максимальної інтенсивності перетворення (T<sub>v</sub>) при швидкостях охолодження, що досліджувалися.

Встановлено, що модифікатори одного типу (карбіди, оксиди, сполуки на основі титану) подібним чином впливають на параметри перетворення та формують окремі ізольовані ділянки. Так, наприклад, карбідні модифікатори SiC, TiC, VC, NbC встановлюють майже лінійну залежність між температурою максимальної інтенсивності перетворення та об'ємним ефектом. На підставі цього можна зробити висновок, що карбідні модифікатори, що розчинюються в металі шва, змінюють склад твердого розчину і тим самим впливають на характер структуроутворення.

Модифікатори	σ <sub>b</sub>	σ <sub>0,2</sub>	δ	ψ	KCV, Дж/см <sup>2</sup> при T, °C			
	МПа				%			
Без модифікаторів	693,0	605,0	14,5	48,4	97,0	87,0	75,0	53,0
TiC	716,0	644,0	19,0	63,0	—	—	85,0	73,0
TiN	712,0	580,0	5,3	14,7	55,0	47,0	40,0	—
SiC	726,0	650,0	21,0	62,0	85,0	72,0	65,0	61,0
VC	780,0	706,0	14,0	56,0	57,0	55,0	52,0	—
NbC	544,0	594,0	3,0	5,75	44,0	35,0	24,0	—
TiO <sub>2</sub>	708,7	636,4	19,3	56,7	84,6	71,7	60,0	50,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	728,2	621,4	17,5	54,4	82,1	58,3	50,4	35,8
MgO	644,5	586,0	18,6	59,9	102,9	—	69,2	60,0
ZrO <sub>2</sub>	621,6	532,2	19,5	65,0	119,6	—	72,9	64,6

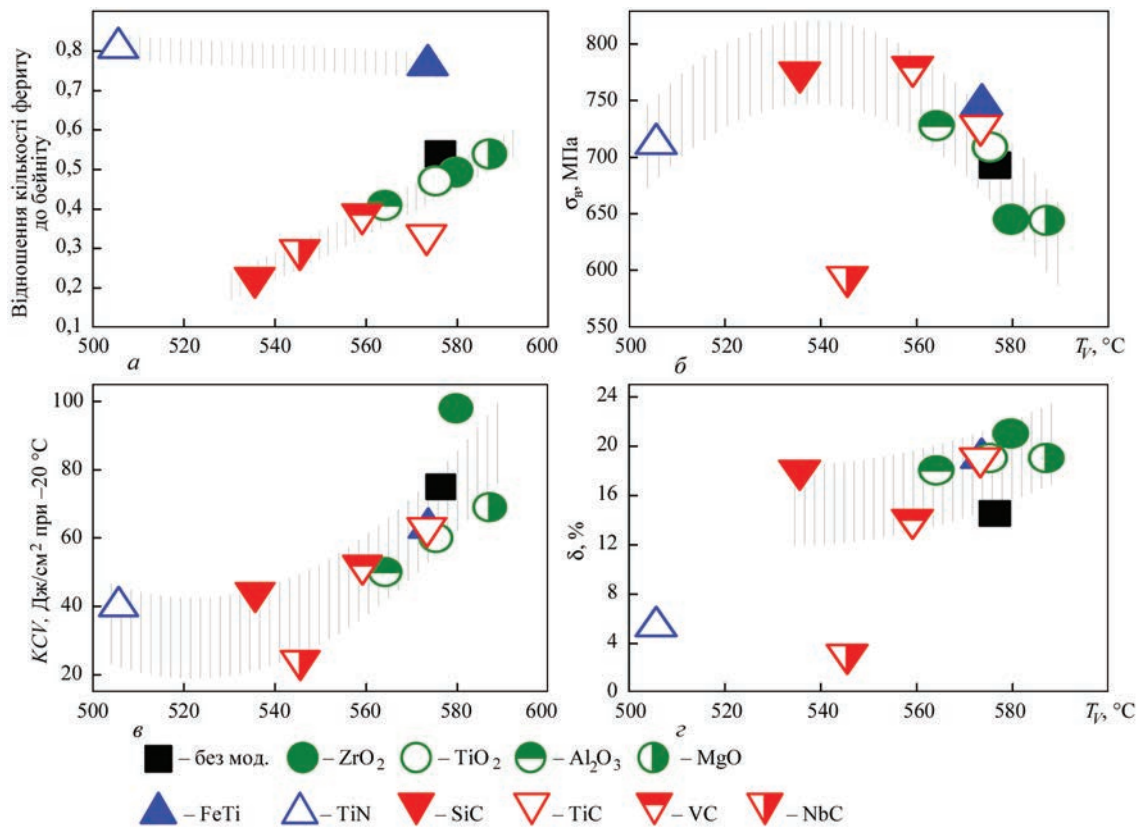


Рис. 7. Вплив температури максимальної інтенсивності перетворення ( $T_v$ ) на структурно-фазовий склад та механічні властивості металу модифікованих швів: а — відношення кількості феритних/бейнітних складових; б — межа міцності; в — ударна в'язкість  $KCV_{-20}$ ; г — пластичність

Для швів, модифікованих сполуками на основі титану та оксидними модифікаторами, спостерігається відхилення значень кінетичних параметрів перетворення. Це підтверджує, що сформовані в результаті модифікування неметалеві вclusions і фазові виділення, а також зміна морфології неметалевих вclusions впливають на умови формування вторинної структури зварних швів ВМНЛ сталей для цих типів модифікаторів.

Зміна швидкості охолодження металу швів обумовлює зміну часу перебування металу в високотемпературній області перетворення, впливає на дифузійні процеси та призводить до зміни температури перетворення і структурно-фазового складу металу.

Температура перетворення аустеніту і структурно-фазовий склад визначаються, головним чином, хімічним складом і швидкістю охолодження металу швів (факторами, що впливають на дифузію вуглецю), тому об'ємний ефект і максимальна інтенсивність перетворення змінюються пропорційно зміні температури перетворення.

## Висновки

1. Запропоновано методику оцінки параметрів кінетики перетворення через визначення величини максимальної інтенсивності, температури макси-

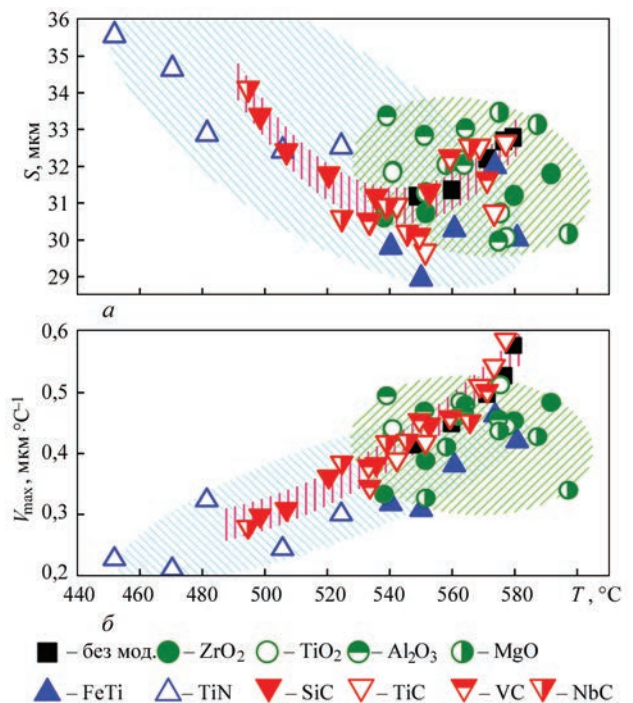


Рис. 8. Вплив модифікування на кінетику перетворення у металі швів ВМНЛ сталей: а — об'ємний ефект перетворення; б — максимальна інтенсивність перетворення

мальної інтенсивності та об'ємного ефекту перетворення, що дозволяє встановити особливості

впливу різного типу модифікаторів на кінетику фазового перетворення металу швів ВМНЛ сталей.

2. Встановлено, що температура максимальної інтенсивності перетворення може служити універсальним параметром, що характеризує зміну температури перетворення при модифікуванні металу зварних швів ВМНЛ сталей.

3. Встановлено, що оксидні модифікатори чинять комплексний вплив на процеси структуроутворення. Встановлено, що для підвищення пластичності та ударної в'язкості металу швів слід використовувати зварювальні дроти, модифіковані порошками  $ZrO_2$ , а для підвищення міцності —  $Al_2O_3$ .

### Список літератури

1. Черепин В.Т. (1968) *Экспериментальная техника в физическом металловедении*. Киев, Техніка.
2. Гуляев А.П. (1986) *Металловедение*. Учебник для вузов. 6-е изд. перераб. и доп. Москва, Metallurgiya.
3. Селиванова О.В., Полухина О.Н., Хотинов В.А., Фарбер В.М. (2017) *Современные методы исследования полиморфных превращений в сталях*. Екатеринбург, Издательство Уральского университета.
4. Теплухина И.В., Голод В.М., Цветков А.С. (2018) Построение диаграмм распада переохлажденного аустенита в стали на основе численного анализа результатов dilatометрических испытаний. *Письма о материалах*, 8(1), 37–41.
5. Motyčka P., Kövér M. (2012) Evaluation methods of dilatometer curves of phase transformations. *Proc. of 2nd Inter. Conf. on Recent Trends in Structural Materials — COMAT 2012 (21–22.11, 2012, Plzeň, Czech Republic)*.
6. Журавлев Л.Г., Филатов В.И. (2004) *Физические методы исследования металлов и сплавов*. Челябинск, Издательство ЮУрГУ.
7. Новикова С.И. (1976) *Тепловое расширение твердых тел*. Москва, Наука.
8. Григоренко Г.М., Костин В.А., Орловский В.Ю. (2008) Современные возможности моделирования превращений аустенита в сварных швах низколегированных сталей. *Автоматическая сварка*, 3, 31–34.
9. Ашкрофт Н., Мермин Н. (2013) *Физика твердого тела*. Т. 2. Учебное пособие по физике. Москва.
10. Киттель Ч. (1978) *Введение в физику твердого тела*. Москва, Наука.
11. (1998) *Физическая энциклопедия*. Т. 5. Стробоскопические приборы. Яркость. Прохоров А.М., Алексеев Д.М. и др. (ред.). Большая рос. энциклопедия.
12. Гладштейн Л.И., Риваненок Т.Н., Христов А.В. (2008) Дилатометрический анализ кинетики полиморфного превращения при нагреве стали. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*, 74(6), 36–39.

### References

1. Cherepin, V.T. (1968) *Experimental engineering in physical metals science*. Kiev, Tekhnika [in Russian].
2. Gulyaev, A.P. (1986) *Metals science: Manual for higher education instit.* 6<sup>th</sup> Ed. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
3. Selivanova, O.V., Polukhina, O.N., Khotinov, V.A., Farber, V.M. (2017) *Modern methods for investigation of polymorphous transformations in steels*. Ekaterinburg, Izd-vo Ural. Un-ta [in Russian].
4. Teplyukhina, I.V., Golod, V.M., Thvetkov, A.S. (2018) Plotting diagrams of overcooled austenitedecomposition in steel on the base of numerical analysis of dilatometric testing results. *Pisma o Materialakh*, 8(1), 37–41 [in Russian].
5. Motyčka, P., Kövér, M. (2012) Evaluation methods of dilatometer curves of phase transformations. In: *Proc. of 2<sup>nd</sup> Inter. Conf. on Recent Trends in Structural Materials — COMAT 2012 (21–22.11, 2012, Plzeň, Czech Republic)*.
6. Zhuravlev, L.G., Filatov, V.I. (2004) *Physical methods of investigation of metals and alloys*. Chelyabinsk, YuUrGU [in Russian].
7. Novikova, S.I. (1976) *Thermal expansion of solids*. Moscow, Nauka [in Russian].
8. Grigorenko, G.M., Kostin, V.A., Orlovsky, V.Yu. (2008) Current capabilities of simulation of austenite transformations in low-alloyed steel welds. *The Paton Welding J.*, 3, 22–24.
9. Ashcroft, N., Mermin, N. (2013) *Solid state physics*. Vol. 2: Manual on physics. Moscow [in Russian].
10. Kittel, Ch. (1978) *Introduction to solid state physics*. Moscow, Nauka [in Russian].
11. (1998) *Encyclopedia*. Vol. 5: Stroboscopic devices. Brightness. Ed. by A.M. Prokhorov, D.M. Alekseev et al. Big Russian encyclopedia [in Russian].
12. Gladshstein, L.I., Rivanenok, T.N., Khristov, A.V. (2008) Dilatometric analysis of kinetics of polymorphous transformations in heating of steel. *Zavod. Laboratoriya. Diagnostika Materialov*, 74(6), 36–39 [in Russian].

## IMPROVEMENT OF THE PROCEDURE OF ANALYSIS OF THERMOKINETIC DIAGRAMS OF PHASE TRANSFORMATIONS IN METAL OF HIGH-STRENGTH LOW-ALLOY STEEL WELDS

V.A. Kostin, V.V. Zhukov

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

A new improved procedure is proposed for studying critical temperature phase transformations in high-strength low-alloy steels and their welded joints, which consists in approximation of the dependence of thermal expansion factor on temperature and separation of structural transformation from thermal expansion. For detailed determination of the features of transformations in the metal of welds of high-strength low-alloy steels it is proposed to use kinetic parameters of transformation: volume effect of transformation ( $S$ ), maximum value of transformation intensity ( $V_{max}$ ), temperature of maximum intensity of transformations ( $T_V$ ). Ref. 12, Tabl. 1, Fig. 8.

*Key words:* diagram of austenite decomposition; phase transformations; critical temperatures; automatic welding; weld metal; powder inoculators, microstructure

Надійшла до редакції 22.01.2021