

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ПЕТРА ВЕЛИКОГО
ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ МАТЕМАТИКИ И МЕХАНИКИ
КАФЕДРА «МЕХАНИКА И ПРОЦЕССЫ УПРАВЛЕНИЯ»

ДИССЕРТАЦИЯ
на соискание степени МАГИСТРА

Тема: *Комплексный подход к изучению фазового состава и морфологии дисперсных выделений в высокопрочных сталях при отпуске*

Выполнил студент гр.63602/3
Руководитель, к.х.н., доц.
Соруководитель, к.ф.-м.н., доц.

Матвиенко А.Н.
Петров С.Н.
Золоторевский Н.Ю.

Содержание

- Постановка задачи
- Введение
- Полученные результаты
- Выводы

Постановка задачи

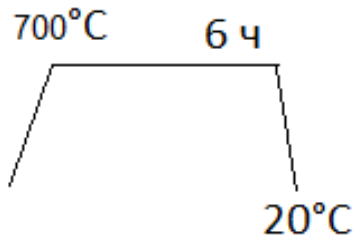
- Разработка комплексного подхода к решению проблем анализа фазового состава и морфологии дисперсных выделений в жаропрочных высокохромистых сталях для решения различных металлургических задач;
- Разработка методик приготовления образцов для исследований методом малоуглового рассеяния;
- Исследование дисперсных выделений на примере стали 15X12ВНМФ взаимодополняющими методами.

Введение

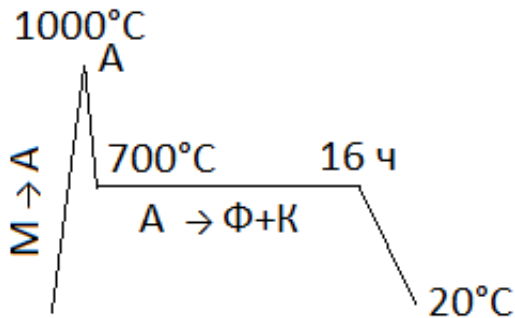
Набор используемых методов для исследования фазового состава и морфологии дисперсных выделений

- - оптическая металлография,
- - метод рентгеновской дифрактометрии, РСА,
- - метод малоуглового рассеяния, МУР,
- - метод просвечивающей электронной микроскопии,
- - метод нейтронной дифракции.

Режимы термообработки



Исходное состояние – отжиг при температуре 700°C длительностью 6 часов

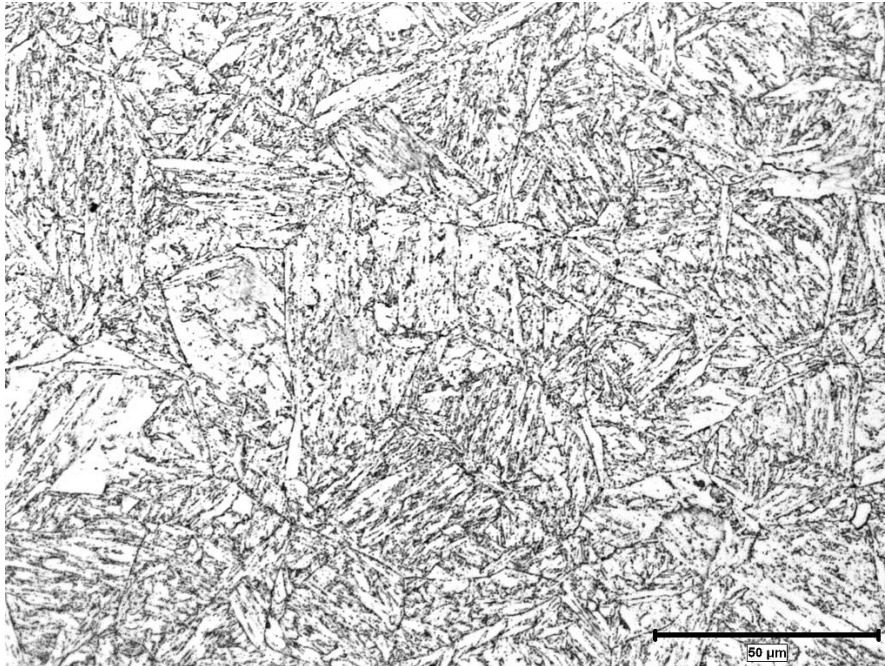


Режим 1 – быстрый нагрев в dilatометре до 1000°C, кратковременная выдержка, подстуживание до 700°C и выдержка при этой температуре в течение 16 ч.

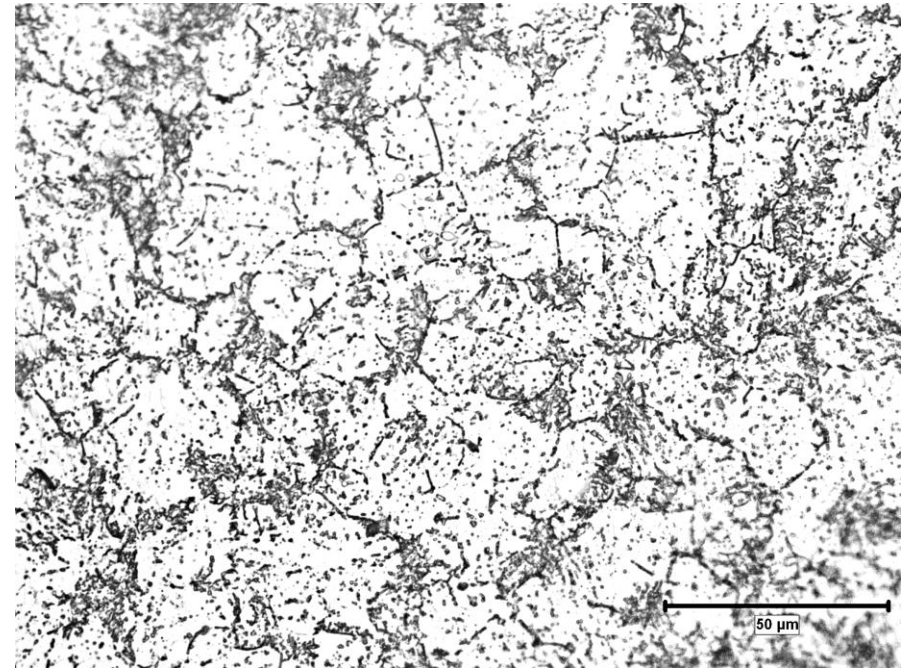
Оптическая металлография

Жаропрочная высокохромистая сталь 15X12ВНМФ

а

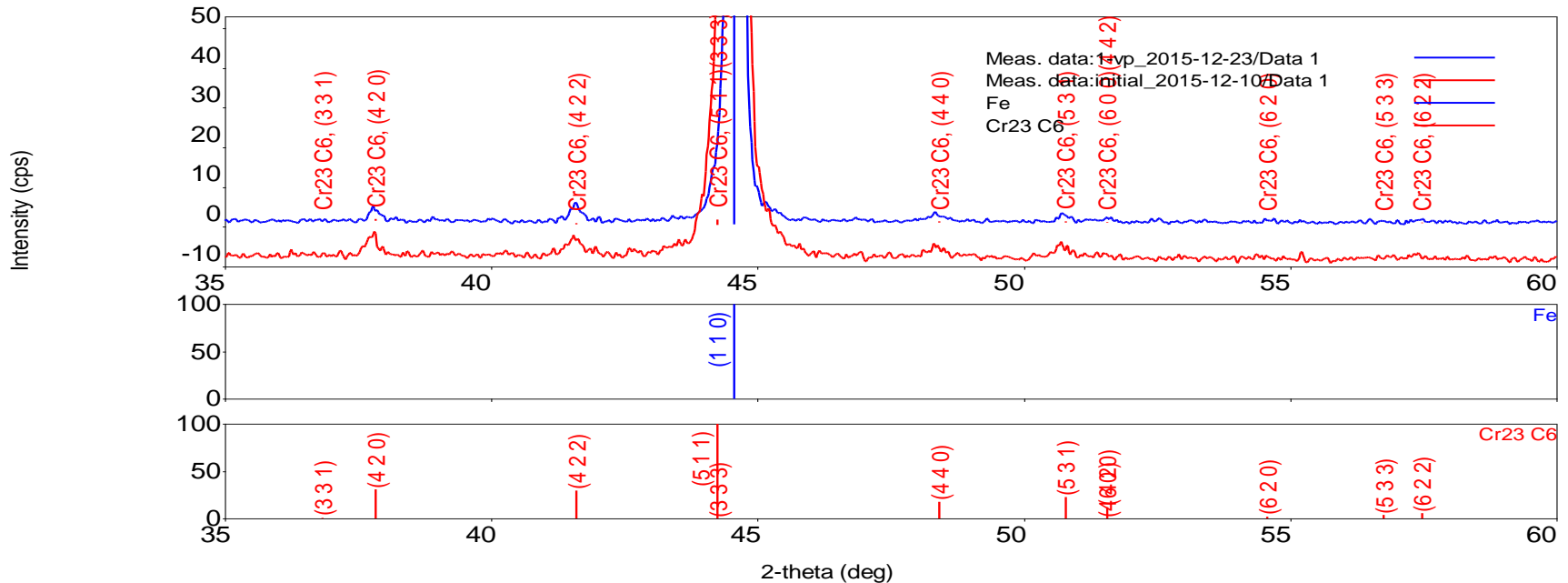


б



Микроструктуры стали а) в исходном состоянии (мартенситно-ферритном) и б) после нагрева по режиму 1 (феррито-перлитном).

Рентгеноструктурный фазовый анализ



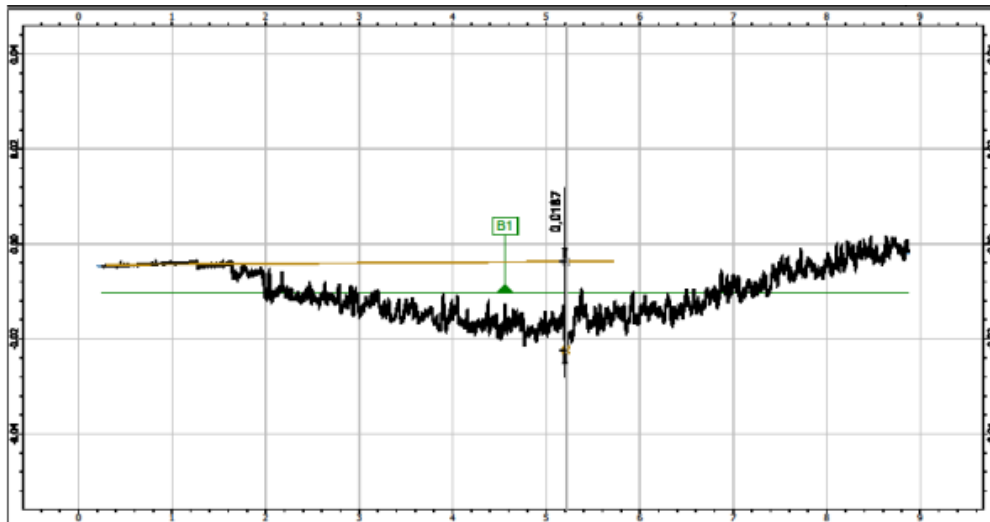
Участок дифракционного спектра образца стали 15X12ВНМФ в исходном состоянии и после выдержки по режиму 1

Фазовый состав: α -Fe и $Me_{23}C_6$, значимых различий не выявлено

Изготовление образцов методом ионного травления



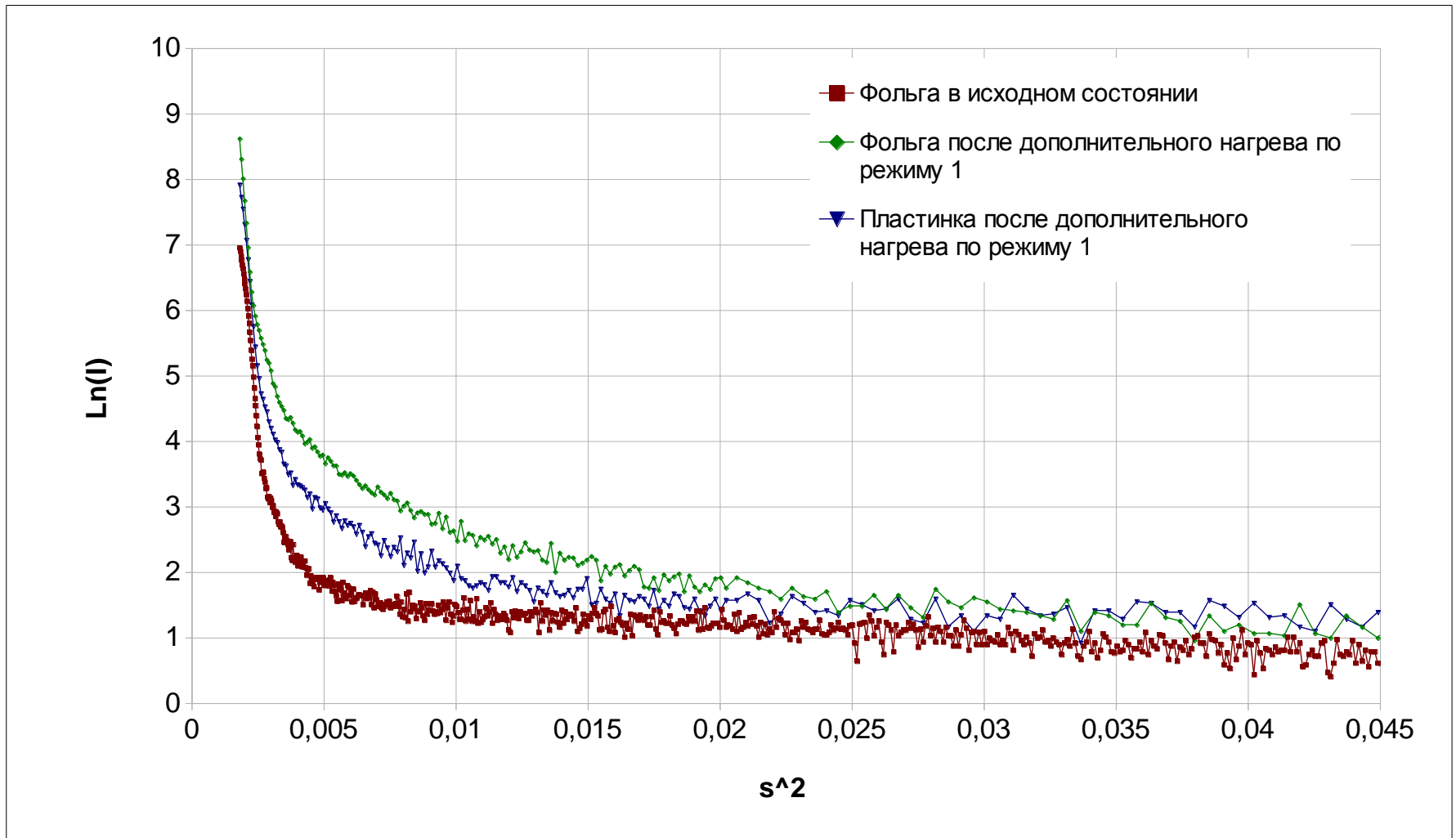
Установке PECS (Precision Etching Coating System) – установка для прецизионного травления и нанесения покрытий.



Профилограмма после 55 циклов,
Образец утонился на 10 мкм

Всего сделано **307** циклов

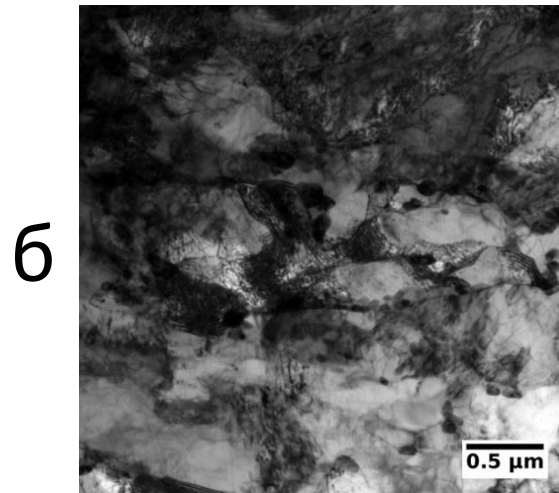
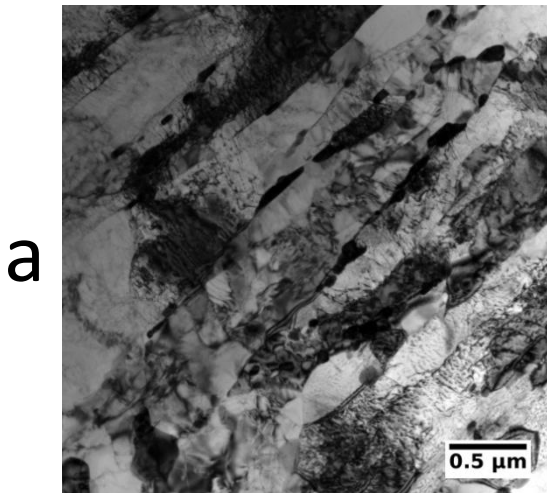
Малоугловое рассеяние (МУР)



Диффузные кривые рассеяния образцов стали 15X12ВНМФ в исходном состоянии и после нагрева по режиму 1 в виде фольги (зеленая кривая) и утоненной пластины (синяя кривая), представленные в координатах $\lg i(s) - s^2$

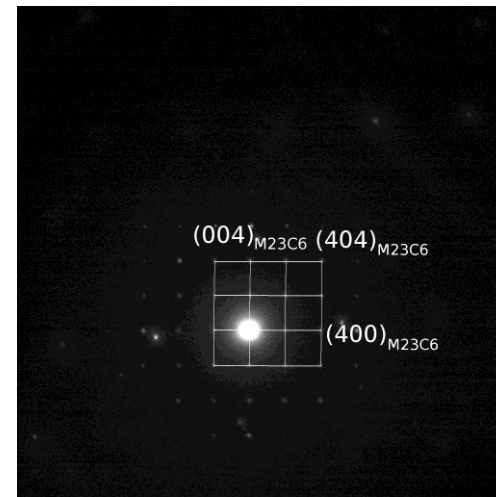
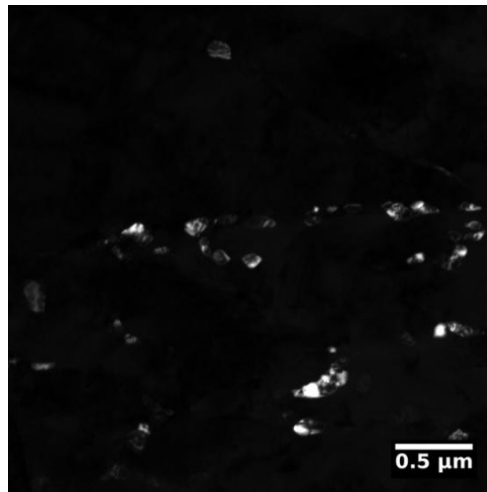
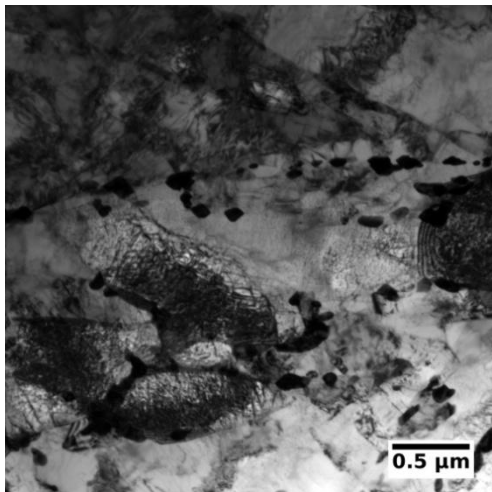
Просвечивающая электронная микроскопия

Исходное состояние – отжиг при температуре 700°С
длительностью 6 часов



Тонкая структура образца стали 15X12ВНМФ в исходном состоянии:
(а) — светлопольное изображение структуры речного мартенсита (90%),
(б) – структура гранулярного бейнита (10%).

ПЭМ (исходное состояние)



Элементный состав дисперсных частиц:

Элемент		V(K)	Cr(K)	Mn(K)	Fe(K)	Ni(K)	Mo(K)	W(L)
Содержание, ат. %	Частица	0.23	25.08	2.78	69.95	0.75	1.18	0.00
	Матрица	0.00	11.73	1.54	86.15	0.46	0.10	0.00

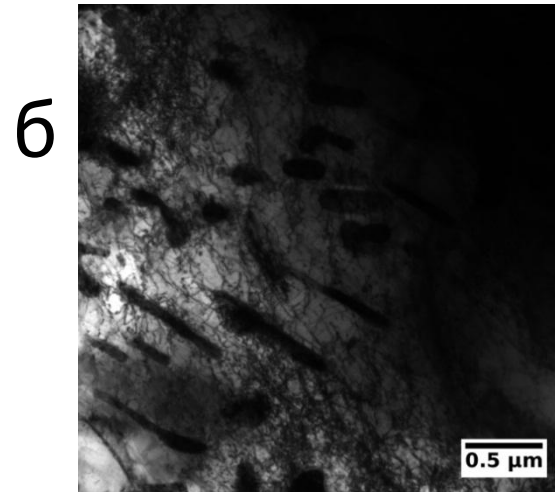
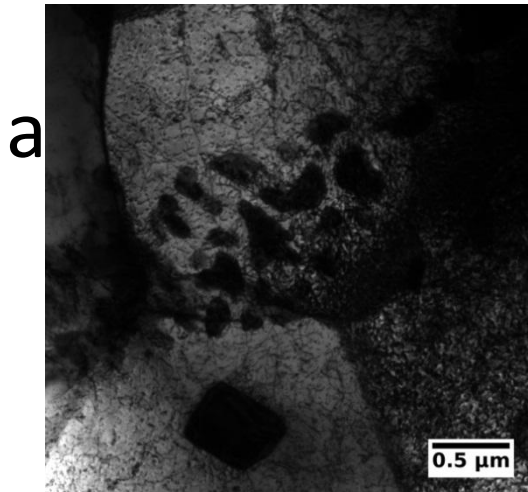
Результаты идентификации фазы по 5 рефлексам:

Формула	Тип решётки	Параметры решётки				Погрешность	
		a, Å	b, Å	c, Å	β, °	Δd	Δφ
(Fe,Cr) ₂₃ C ₆	ГЦК	10,62				6,1%	1,0°

Исследуемая частица является карбидом типа **(Fe,Cr)₂₃C₆**, размер частиц 90нм

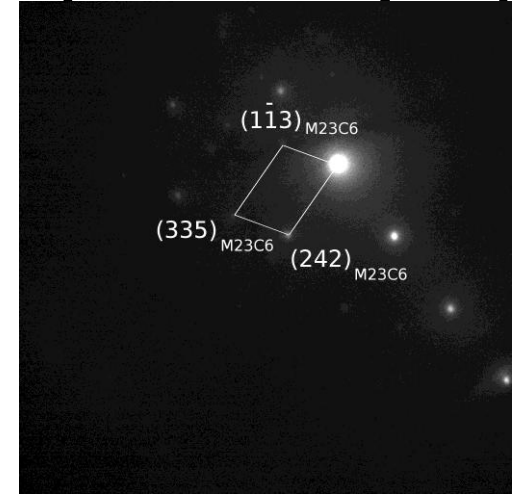
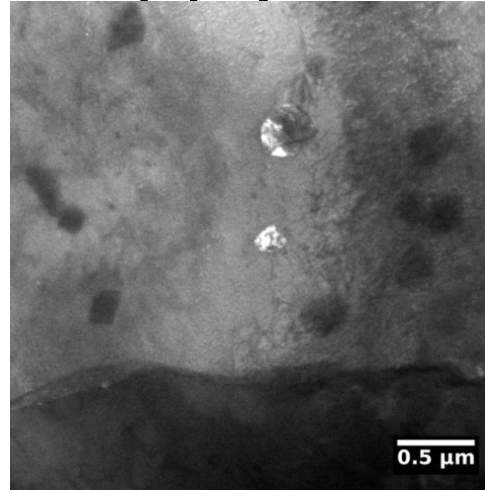
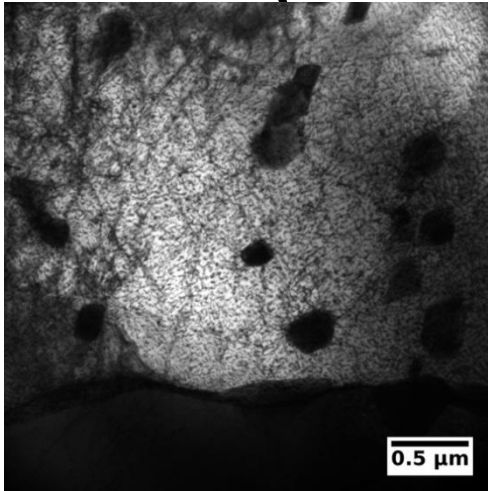
Просвечивающая электронная микроскопия

Режим 1 – быстрый нагрев в дилатометре до 1000°C, кратковременная выдержка, подстуживание до 700°C и выдержка при этой температуре в течение 16 ч.



Тонкая структура образца стали 15X12ВНМФ после выдержки по режиму 1:
(а) – полигональный феррит (90-95%),
(б) – перлитоподобный бейнит (5-10%).

ПЭМ (после выдержки по режиму 1)



Элементный состав дисперсных частиц

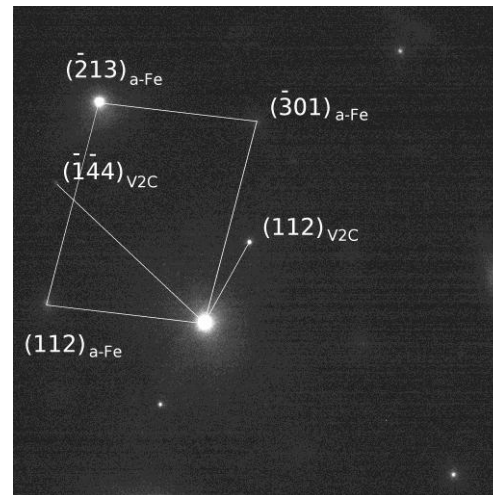
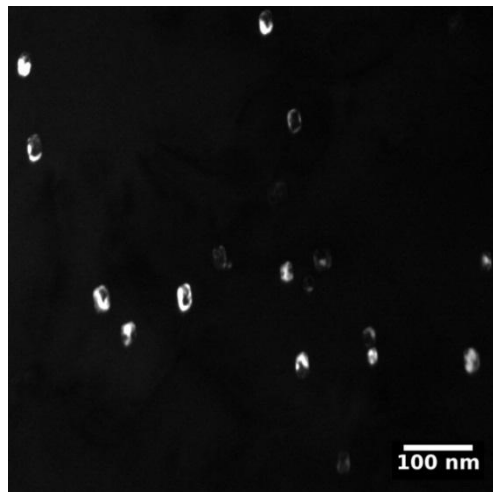
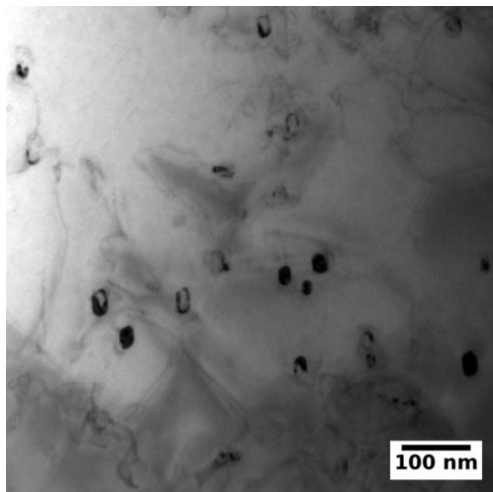
Элемент		V(K)	Cr(K)	Mn(K)	Fe(K)	Ni(K)	Mo(K)	W(L)
Содержание, ат. %	Частица	1.47	35.77	3,63	56,19	0.53	1.63	0.74
	Матрица	0.04	11.98	1.80	85.21	0.40	0.31	0.24

Результаты идентификации фазы по 6 рефлексам

Формула	Тип решётки	Параметры решётки				Погрешность	
		a, Å	b, Å	c, Å	β, °	Δd	Δφ
(Fe,Cr) ₂₃ C ₆	ГЦК	10,62				3,2%	0,7°

Частицы
Me₂₃C₆
размером
250-300нм

ПЭМ (после выдержки по режиму 1)



Элементный состав дисперсных частиц:

Элемент		V(K)	Cr(K)	Mn(K)	Fe(K)	Ni(K)	Mo(K)	W(L)
Содержание, ат. %	Частица 1	2.45	12.82	1.70	82.12	0.68	0.00	0.19
	Частица 2	2.21	12.15	1.70	82.53	0.82	0.33	0.24
	Матрица	0.05	11.74	1.54	85.86	0.67	0.16	0.22

Частицы
типа V_2C
размером 25-30нм

Результаты идентификации фазы по 5 рефлексам:

Формула	Тип решётки	Параметры решётки				Погрешность	
		a, Å	b, Å	c, Å	β , °	Δd	$\Delta\phi$
V_2C	Орторомбическая	4,58	5,74	5,04		1,9%	1,8°

Результаты комплексного исследования дисперсных частиц в исходном состоянии и после дополнительного нагрева

1. Оптическая металлография выявила различия в их микроструктуре;
2. Методом рентгеноструктурного анализа определен фазовый состав, одинаковый для обоих образцов;
3. Методом малоуглового рассеяния в диапазоне размеров 10-90 нм в образце после дополнительного нагрева по режиму 1 зафиксировано наличие дисперсных выделений средним размером 29 нм;
4. Методом просвечивающей электронной микроскопии исследована тонкая структура образцов в исходном состоянии и после выдержки по режиму 1, и выявлены различия в фазовом составе и размерах содержащихся дисперсных выделений.

Выводы

- Разработан и опробован комплексный подход к исследованию дисперсных выделений, реализованный на примере стали 15X12ВНМФ;
- Разработана методика изготовления пластин для малоуглового рассеяния методом ионного травления, обеспечивающих получение информации с представительного участка размером 1,5-2 мм;
- На основании проведенного комплексного исследования достоверно установлено, что в стали 15X12ВНМФ при изотермической выдержке в 700°C 16 ч происходит значительный рост карбида $Me_{23}C_6$ (размер частиц увеличивается в 3 раза) и формируются мелкодисперсные частицы ванадия размером 25-30 нм.

Спасибо за внимание!