



СОДЕРЖАНИЕ

Магнитные методы

- О.А. Булычев, С.А. Шлеенков, В.М. Сенюв, А.С. Шлеенков, Л.А. Полежаев.** Установка УМД-104М для контроля насосно-компрессорных труб повторного применения 3
- М.Л. Шур, А.П. Новослугина, Я.Г. Смородинский.** Магнитное поле дефекта произвольной формы в плоскопараллельной пластине 14
- М.Б. Ригмант, М.К. Корх, Д.И. Давыдов, Д.А. Шишкин, Ю.В. Корх, А.П. Ничипурук, Н.В. Казанцева.** Методы выявления мартенсита деформации в аустенитно-ферритных сталях 28

Вихретоковые методы

- Р.А. Саврай, А.В. Макаров, Э.С. Горкунов, Л.Х. Коган, Н.Н. Соболева, И.Ю. Малыгина, А.Л. Осинцева.** Вихретоковый контроль усталостной деградации при контактном нагружении NiCrBSi покрытий, полученных методом газопорошковой лазерной наплавки 43

Акустические методы

- А.Н. Смирнов, В.И. Данилов, Е.А. Ожиганов, В.В. Горбатенко, В.В. Муравьев.** Зависимость локальных деформаций и полей внутренних напряжений от способа сварки конструкционной стали ВСтЗсп. 1. Влияние способа сварки на механические характеристики и параметры акустической эмиссии стали ВСтЗсп. 59
- Я. Ванг, С.Д. Чен, С.Д. Лю, Х.К. Ху.** Оптимальный вейвлетный базис для вейвлетного преобразования сигналов акустической эмиссии при разрушении бетона 68

МЕТОДЫ ВЫЯВЛЕНИЯ МАРТЕНСИТА ДЕФОРМАЦИИ В АУСТЕНИТНО-ФЕРРИТНЫХ СТАЛЯХ

*М.Б. Ригмант, М.К. Корх, Д.И. Давыдов, Д.А. Шишкин,
Ю.В. Корх, А.П. Ничипурук, Н.В. Казанцева*

Исследованы структура и магнитные свойства образцов из аустенитно-ферритной стали, подвергнутой холодной пластической деформации с предварительной выдержкой в жидком азоте. Изучена практическая применимость различных методов выявления и визуализации фазы мартенсита деформации. Использован ряд широко применяемых в современной структурографии методов: оптическая, электронная, атомно- и магнитно-силовая микроскопии, рентгеноструктурный анализ, магнитные методы, а также метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD).

Ключевые слова: аустенит (А), феррит (Ф), мартенсит (М), микроскопия, петля магнитного гистерезиса.

ВВЕДЕНИЕ

Данная статья является продолжением цикла работ, в которых авторы исследуют связь магнитных свойств со структурой и фазовым составом образцов из аустенитных и аустенитно-ферритных хромоникелевых сталей с целью разработки новых методов магнитного неразрушающего контроля эксплуатационных свойств ответственных деталей и механизмов в производственных условиях [1–4]. Эксплуатационные свойства изделий из сталей аустенитного и аустенитно-ферритного класса определяются не только легированием, но в значительной степени зависят также от структуры и фазового состава, которые могут изменяться в процессе эксплуатации изделия. Появление определенного процента фазы феррита (α -фаза) в хромоникелевых сталях часто допустимо, а во многих случаях (в частности при изготовлении дуплексных сталей) является необходимым. Это позволяет обеспечить требуемый уровень эксплуатационных свойств — при работе изделия в агрессивных средах, в условиях низких и высоких температур [5–13]. В процессе эксплуатации, конструирования или ремонта, при воздействии высоких или низких температур и пластических деформаций происходит образование фазы мартенсита деформации (α' -фаза) вследствие распада аустенита ($\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение). Содержание феррита при этом остается неизменным. Появление мартенситной фазы (при статическом или динамическом деформировании) может напрямую влиять на степень охрупчивания сталей, особенно в зонах концентрации напряжений. Поэтому зная процентное содержание фазы мартенсита деформации, можно оценить степень охрупчивания изделий из аустенитных сталей [2, 7].

Михаил Борисович Ригмант, канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. 378-36-10. E-mail: rigmant@imp.uran.ru

Михаил Константинович Корх, младший научный сотрудник Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. 378-36-12. E-mail: KorkhMK@imp.uran.ru

Денис Игоревич Давыдов, канд. техн. наук, старший научный сотрудник Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. 378-37-11. E-mail: Davidov@imp.uran.ru

Денис Александрович Шишкин, научный сотрудник Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. 378-38-73. E-mail: Shishkin@imp.uran.ru

Юлия Владимировна Корх, канд. техн. наук, научный сотрудник Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. 378-36-97. E-mail: Korkh@imp.uran.ru

Александр Петрович Ничипурук, доктор техн. наук, зав. лабораторией магнитного структурного анализа Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. (343) 374-44-90. E-mail: nichip@imp.uran.ru

Наталья Васильевна Казанцева, доктор физ.-мат. наук, ведущий научный сотрудник Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН. Тел. 378-37-46. E-mail: Kazantseva@imp.uran.ru

Для двухфазных аустенитных сталей, содержащих помимо основной фазы аустенита, дополнительно фазу феррита или фазу мартенсита, за последние 50 лет разработаны различные методы фазового анализа [5, 14—18]. Приоритет в данном направлении традиционно имеют магнитные методы. Это обусловлено тем, что в отличие от парамагнитного аустенита фазы феррита и мартенсита деформации являются ферромагнитными. Для определения процентного содержания феррита или мартенсита в аустенитном материале достаточно измерить и сравнить намагниченность насыщения исследуемого материала, содержащего некий процент феррита или мартенсита, с намагниченностью насыщения этих фаз в чистом виде. При этом используются следующие выражения:

$$\% \Phi = \left(\frac{J_x^\Phi}{J_{100\%}^\Phi} \right) \cdot 100 \% ; \quad (1)$$

$$\% M = \left(\frac{J_x^M}{J_{100\%}^M} \right) \cdot 100 \% , \quad (2)$$

где $\% \Phi$ — процентное содержание феррита в исследуемом материале; J_x^Φ — намагниченность насыщения исследуемой стали, содержащей феррит в количестве x %; $J_{100\%}^\Phi$ — намагниченность насыщения исследуемой стали, содержащей максимально возможное (100 %) количество феррита при данном химическом составе; $\% M$ — процентное содержание мартенсита в исследуемом материале; J_x^M — намагниченность насыщения исследуемой стали, содержащей мартенсит в количестве x %; $J_{100\%}^M$ — намагниченность насыщения исследуемой стали, содержащей максимально возможное (100 %) количество мартенсита при данном химическом составе.

Значения $J_{100\%}^\Phi$ и $J_{100\%}^M$ оказываются близки друг другу с точностью до единиц процентов, так как за магнетизм в аустенитных сталях отвечает либо кубическая (ОЦК) α -фаза железа, либо лишь немного отличающаяся от кубической тетрагональная (ОЦТ) α' -фаза того же железа [7, 12]. По этой причине в тех случаях, когда в аустенитном материале содержатся и феррит, и мартенсит деформации, метод измерения намагниченности насыщения позволяет оценить лишь суммарное процентное содержание ферромагнетиков. По величине намагниченности насыщения невозможно определить, какую часть от общего количества ферромагнитных фаз составляет феррит (Φ), а какую мартенсит деформации (M).

Для решения данной задачи авторами статьи ранее была разработана новая методика определения процентного содержания феррита и мартенсита деформации при их одновременном присутствии в парамагнитной матрице аустенита. Данная методика подробно описана авторами в [4].

В кратком изложении предложенная методика представляет собой следующее.

После изучения различных магнитных свойств феррита и мартенсита в качестве основного параметра была выбрана дифференциальная магнитная восприимчивость (χ_{dif}). Такой выбор был обусловлен тем, что в тех случаях, когда в материале присутствуют феррит и мартенсит, на кривой зависимости χ_{dif} от величины намагничивающего поля (H) имеются либо два максимума, либо максимум и перегиб. Применяв аппроксимацию функцией Лоренца, авторы «восстановили» исходный вид зависимостей $\chi_{\text{dif}}(H)$ для каждой из ферромагнитных фаз, присутствующих в материале. Площадь под кривой $\chi_{\text{dif}}(H)$ является, по сути, намагниченностью, а намагниченность материала прямо пропорциональна содержанию в нем ферромагнитных включений.

Все это позволило, используя систему уравнений, связывающих между собой намагниченность фаз и их содержание в материале, с высокой точностью определить процентное содержание феррита и мартенсита деформации при их одновременном содержании в составе аустенитной хромоникелевой стали.

Недостатком методики было то, что для моделирования ситуации, когда в аустенитном материале содержатся две ферромагнитные фазы, использовали так называемые «составные» образцы, то есть в измерительную катушку помещали два двухфазных образца одинакового размера: первый состоял из аустенита и феррита, второй — из аустенита и мартенсита деформации. Для уточнения предложенной методики и проведения дальнейших исследований необходимо было изготовить трехфазный материал, в котором аустенит, феррит и мартенсит деформации находятся в объеме одного образца.

Для получения трехфазного материала (А + Ф + М) была выбрана двухфазная аустенитно-ферритная сталь, которую подвергали холодному деформированию (прокатке, после выдержки в жидком азоте при $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$). При этом происходил распад аустенита с образованием мартенсита деформации ($\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение) [12, 13]. Основным исходным материалом для изготовления образцов была выбрана литая хромоникелевая жаропрочная высоколегированная сталь 08X21H6M2T с содержанием углерода 0,073 %, хрома 20 % и никеля 5 % (старое название 0X21H6M2T или ЭП 54).

Выбор хромоникелевой стали был обусловлен тем, что исходя из структурной диаграммы Шеффлера (рис. 1), при содержании 20—22 % хрома и 5—7 % никеля возможно одновременное устойчивое присутствие фаз аустенита, феррита и мартенсита [5].

Кроме того, в настоящее время изготавливается множество марок duplexных (аустенитно-ферритных) сталей с таким же или близким процентным содержанием никеля и хрома, что делает весьма актуальными исследования по выявлению образующегося в данных сталях мартенсита деформации [8, 9]. Выбранная авторами сталь аустенитно-ферритного класса применяется в промышленности при изготовлении теплообменников, трубопроводов, арматуры и других изделий, работающих при температурах до $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Сталь 08X21H6M2T широко используют и за рубежом, ее аналоги: 329 и 32 900 в США, X2CrNiMoN225 в Германии и SU329J1 в Японии [8,10].

После деформирования образцы были исследованы различными методами структуроскопии и фазового анализа для подтверждения того, что в их составе действительно появился мартенсит деформации. Ниже приведены результаты этих исследований, а также оценка применимости использованных методик для выявления мартенсита деформации.

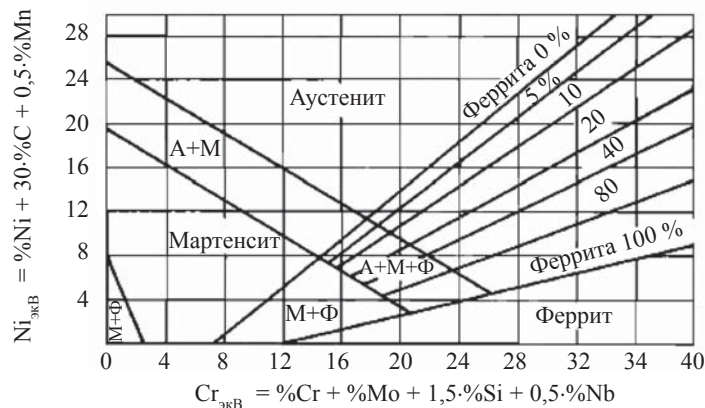


Рис. 1. Структурная диаграмма Шеффлера.

1. ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКИ ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Образцы

Все образцы вырезали из одного слитка стали 08X21H6M2T методом электроискровой резки, что позволило избежать перегрева и деформации, которые возникают при резке металла на обычных токарно-фрезерных станках. Размеры образцов: 8'8'70 мм.

Далее образцы подвергали холодной деформации прокаткой на валках холодной прокатки в отделе прецизионной микроскопии ИФМ УрО РАН. Один образец был продеформирован на 25 %, второй — на 35. Перед каждым деформационным воздействием образцы охлаждали жидким азотом ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$), что должно было способствовать переходу $g \rightarrow \alpha'$ при последующем деформационном воздействии [12].

Для проведения микроструктурных исследований поверхности образцов были подвергнуты шлифовке, а затем электрополировке.

МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

Магнитные методы

Для проведения исследований магнитных свойств, структуры и фазового состава образцов как в исходном состоянии, так и после деформации были использованы следующие методики.

Измерение намагниченности насыщения образцов проводили на установке баллистического типа, содержащей в качестве намагничивающего устройства электромагнит с максимально возможным полем в зазоре полюсов 20 кА/см. Относительная погрешность измерений не превышала $\pm 3\%$.

Предельные петли магнитного гистерезиса измеряли на вибрационном магнитометре LakeShore 7407 в магнитных полях до 15 кА/см в отделе магнитных измерений ИФМ УрО РАН. Измерения проводили при комнатной температуре на частоте 82 Гц, амплитуда вибраций составляла 1,5 мм. Относительная погрешность измерений — не более $\pm 1\%$.

Оптическая микроскопия

Микроструктурные оптические исследования проводили с использованием микроскопов ЭПИТИП, NEOPHOT-3, а также оптического модуля атомно-силового микроскопа SOLVER-NEXT.

Электронная микроскопия

Исследование микроструктуры проводили также методами электронной сканирующей и просвечивающей микроскопии в Испытательном центре нанотехнологий и перспективных материалов ИФМ УрО РАН с помощью сканирующего микроскопа JSM 6490 с приставками для энергодисперсионного и волнового микроанализа Oxford Inca и просвечивающего электронного микроскопа JEM-200CX.

EBSD-микроанализ

Для оценки фазового состава был также использован сравнительно новый метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) с автоматическим индентификацией Кикучи-картин [19]. В этом методе микроструктурного анализа образец, наклоненный на 70° , помещали в растровый электронный микроскоп и исследуемую поверхность подвергали пошаговому сканированию «от точки к точке». Обратно рассеянные дифрагированные электроны формируют дифракционную Кикучи-картину. Эти дифракционные картины оцифровывали и автоматически индентифицировали. На основе данных о сканируемой поверхности генерировали данные о характере зеренной структуры, спектре разориентировок и текстуре.

Атомно- и магнитно-силовая микроскопия

Образцы были также исследованы методами атомно- и магнитно-силовой микроскопии на автоматизированном сканирующем зондовом микроскопе Солвер Некст (Solver Next). Атомно-силовая микроскопия — один из самых современных методов исследования локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением (до 0,2—0,3 нм).

В данной работе атомно-силовой микроскоп использовали для получения изображений (топографии) поверхности образцов, позволяющих оценить фазовый состав материала, а также для визуализации магнитных силовых линий (магнитно-силовая методика) на поверхности, то есть получения изображений пространственного распределения сил магнитного взаимодействия зонда, покрытого ферромагнитным материалом, с образцом на субмикронном масштабе.

Рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурный анализ был выполнен с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-3 (излучение $\text{Cu } k_\alpha$) в отделе электронной микроскопии ИФМ УрО РАН.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исходный материал исследуемой двухфазной стали имеет аустенитно-ферритный фазовый состав, что подтверждается результатами оптической и электронно-сканирующей микроскопии (рис. 2*а, б*). Видно, что фаза феррита располагается по границам аустенита и имеет сглаженные и плавные очертания формы.

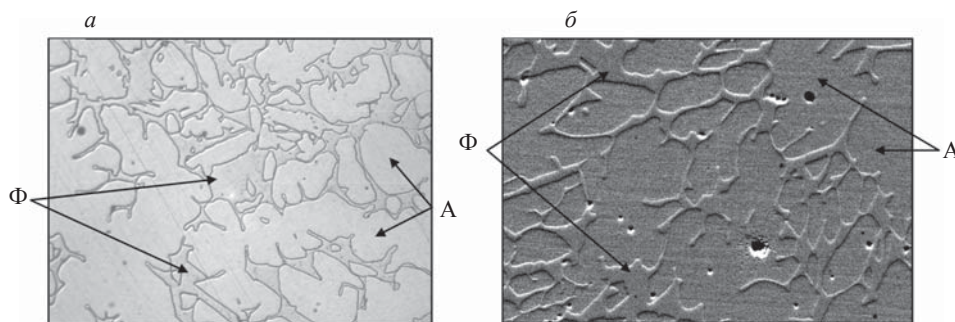


Рис. 2. Результаты оптической микроскопии, увеличение $\times 500$ (*а*); результаты электронно-сканирующей микроскопии, увеличение $\times 2000$ (*б*).

Первым этапом исследований стала оценка процентного содержания ферромагнитных фаз в исходном и деформированных образцах. В таблице приведены результаты измерения намагниченности насыщения и значения процентного содержания ферромагнитных фаз (определенные по формулам 1 и 2) в образцах до и после деформаций.

Намагниченность и содержание ферромагнитных фаз в образцах до и после деформации

Образец	% деформации	Намагниченность, кА/м (Гс)	Общее содержание ферромагн. фаз, %
№ 1 (исх.)	0	165	16
№ 2	25	383	37
№ 3	35	505	49

Как видно из таблицы, у недеформированного образца (№ 1) содержание феррита составляет 16 %. После деформирования у образцов № 2 и 3 намагниченность насыщения существенно возросла. Отсюда можно сделать предположение, что в них произошел распад части аустенита с образованием дополнительной ферромагнитной фазы. По мнению авторов, эта фаза является мартенситом деформации. Для обоснования этого утверждения, а также для изучения магнитных свойств и структуры образовавшейся фазы был проведен ряд исследований с привлечением различных методик.

Оптическая микроскопия

Результаты оптической микроскопии деформированного образца № 2 приведены ниже.

Фотография микроструктуры на рис. 3а получена на микроскопе ЭПИТИП при увеличении $\times 500$, на рис. 3б — на микроскопе НЕОРНОТ-3 при увеличении $\times 300$, на рис. 3в — на оптическом модуле атомно-силового микроскопа SOLVER-NEXT при увеличении $\times 200$.

На рис. 3в (при наименьшем увеличении, но большей зоне визуализации) хорошо видно, что в исследуемом материале присутствуют как зоны с большей степенью деформации, которые выглядят как вытянутые тонкие «ветви» феррита, так и практически не деформированные участки в виде округлых «гроздьев» феррита. Дальнейшие исследования показали, что распад аустенита в основном происходит в зонах с повышенной деформацией.

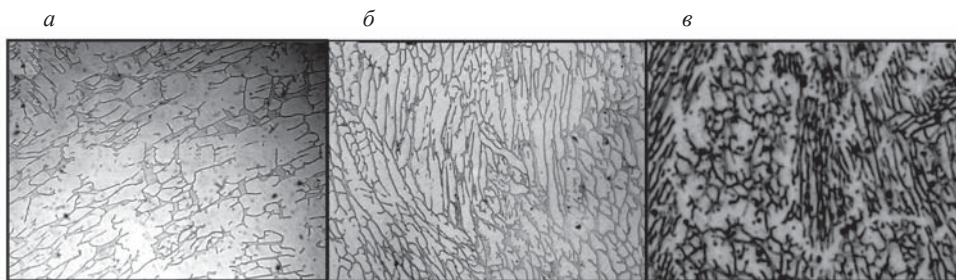


Рис. 3. Результаты оптической микроскопии образца № 2 (деформация 35 %).

Данные, полученные с помощью оптической микроскопии, не позволяют утверждать, что в деформированном материале произошел переход $\gamma \rightarrow \alpha'$. Фаза мартенсита деформации не регистрируется визуально даже при максимальном увеличении, доступном на данных микроскопах.

Электронно-микроскопический анализ

На рис. 4 приведены снимки микроструктуры исследуемой стали (образец № 2), полученные с помощью растрового электронного микроскопа. Видно, что после деформирования при температуре жидкого азота (-196°C) фаза феррита приобретает вытянутую форму.

При съемке с помощью растрового электронного микроскопа не удается явно выделить мартенситную фазу, что, вероятно, связано с размерным фактором. Параметры кристаллической решетки, при малом содержании углерода ($<0,1\%$), у фаз феррита и мартенсита деформации различаются на тысячные или сотые доли [12, 13]. Тем не менее на рис. 4б при большом увеличении ($\times 20\,000$) в аустенитной области видна некая игольчатая структура (светлые вкрапления на фоне серого аустенита), которую можно идентифицировать как фазу мартенсита деформации.

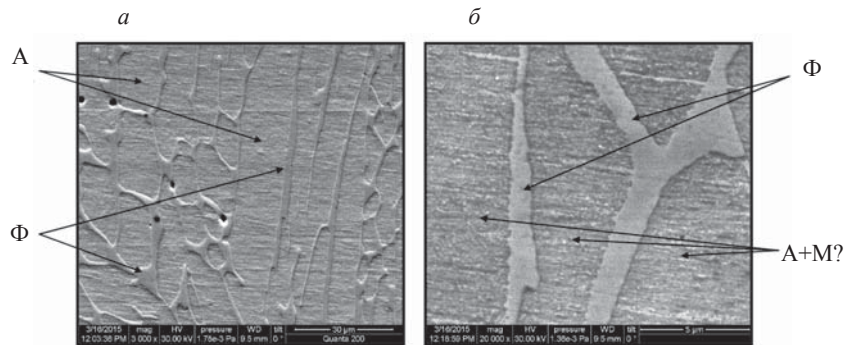


Рис. 4. Структура деформированного образца при увеличении:
a — $\times 3000$; *б* — $\times 20\,000$.

Для более обоснованного утверждения о том, что в структуре исследуемой стали после деформирования появилась дополнительная фаза мартенсита, были проведены исследования микроструктуры (на фольгах толщиной < 70 мкм) с помощью просвечивающего электронного микроскопа (рис. 5—7).

На рис. 5 приведена микроструктура стали в исходном двухфазном состоянии. Можно видеть большие зерна аустенита и вытянутые прослойки феррита, формирующиеся по границам аустенитных зерен (рис. 5*a, б*).

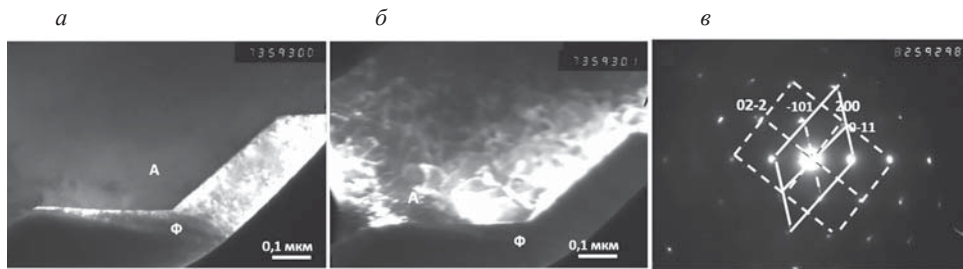


Рис. 5. Структура стали в исходном состоянии, ПЭМ:
a — темнопольное изображение в рефлексе (0—11) феррита; *б* — темнопольное изображение в рефлексе (200) аустенита; *в* — микроэлектроннограмма к *a, б*, ось зоны $[011]_{\text{ГЦК}}/\frac{1}{2} [111]_{\text{ОЦК}}$.

На рис. 6 представлена структура стали образца № 2 после деформации. На снимках видны характерные разориентированные пластины мартенсита, между которыми сохраняется остаточный аустенит.

Влияние деформации также обнаружено и в ферритных областях, на снимках можно видеть фрагментацию внутри ферритных областей (рис. 7).

Следует особо отметить, что несмотря на значительный процент деформации с предварительным воздействием низких температур, в структуре феррита не наблюдается фазовых изменений. Таким образом, количество ферритной фазы после деформации в исследуемых образцах остается неизменным, а рост намагниченности насыщения (по сравнению с недеформированным образцом) обусловлен только мартенситом деформации, появляющимся в результате распада аустенита.

Исследования структуры материала методом ПЭМ показали, что после холодной деформации в исследуемом двухфазном материале появляется третья фаза (мартенсит деформации). Однако используя данную методику, невозможно количественно оценить содержание различных фаз в материале.

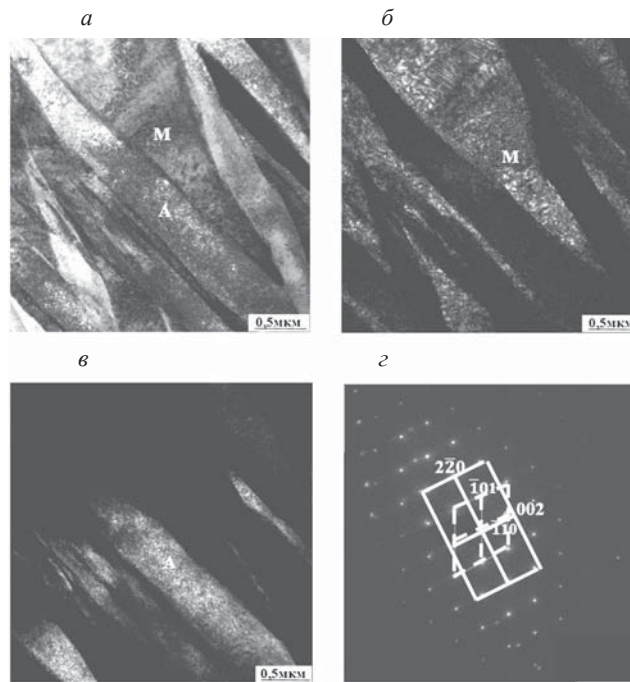


Рис. 6. Микроструктура стали после деформации, ПЭМ:
a — светлопольное изображение; *б* — темнопольное изображение в рефлексе (-110) α' -мартенсита (ОЦТ); *в* — темнопольное изображение в рефлексе (002) аустенита; *г* — микроэлектроннограмма к *a—в*, ось зоны $[111]M \parallel [110]A$.

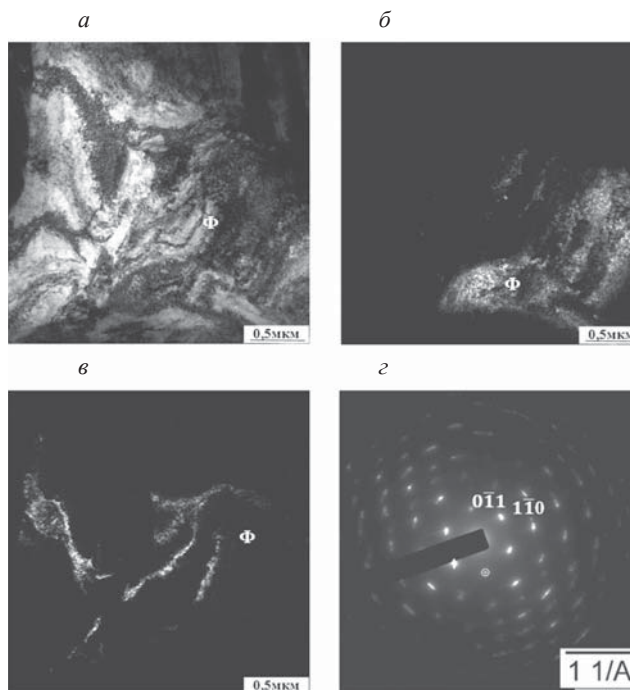


Рис. 7. Микроструктура стали после деформации, ферритная область, ПЭМ:
a — светлопольное изображение; *б* — темнопольное изображение ферритной области, полученное в рефлексе $(0-11)$; *в* — темнопольное изображение фрагмента, разориентация $\sim 3^\circ$; *г* — микроэлектроннограмма к *a—в*, ось зоны $[110]OЦК$.

Сложность также представляет изготовление образцов, особенно для просвечивающей электронной микроскопии. К тому же при использовании просвечивающей методики контролируется очень малая площадь исследуемого объекта.

Рентгеноструктурный анализ

На рис. 8 приведена дифрактограмма стали в исходном состоянии (верхняя кривая) и после деформации (нижняя).

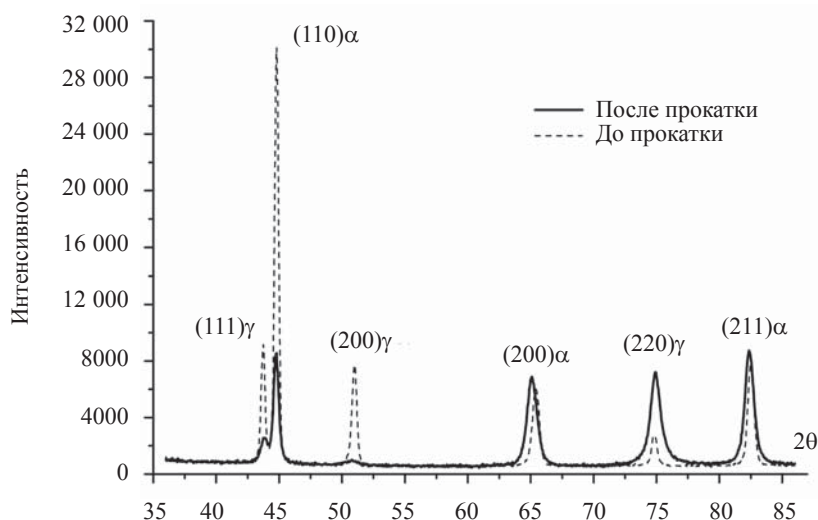


Рис. 8. Дифрактограммы исследованной стали (феррит 16 %) до и после деформации.

В исходном состоянии присутствуют линии двух фаз: ГЦК-аустенита и ОЦК-феррита. После деформации интенсивность линии (200) ГЦК практически достигает интенсивности самой сильной линии структуры (111) ГЦК, что может свидетельствовать о формировании текстуры прокатки в стали. Тетрагональное расщепление линий ОЦК-фазы не обнаружено, линии ГЦК-фазы смещены в сторону малых углов.

Несмотря на широкое применение методов рентгеновского контроля в области фазового анализа, в данном случае не удастся разделить на дифрактограмме пики мартенсита и феррита (200) α и в явном виде выявить фазу мартенсита. Это связано с близостью параметров кристаллических решеток феррита и мартенсита деформации в материале исследуемой стали.

EBSD-микроанализ структуры

На рис. 9а представлена обзорная структура, полученная с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), на рис. 9б — расшифровка рис. 9а с использованием EBSD-анализа.

Темные, сравнительно широкие, полосы внутри светлых областей аустенита на рис. 9а соответствуют дифракционному отражению от намагниченного феррита.

На основании анализа полученных картин можно сказать, что EBSD-методика позволяет с большой долей уверенности судить о наличии в структуре материала исследуемой стали, по крайней мере двух различных фаз.

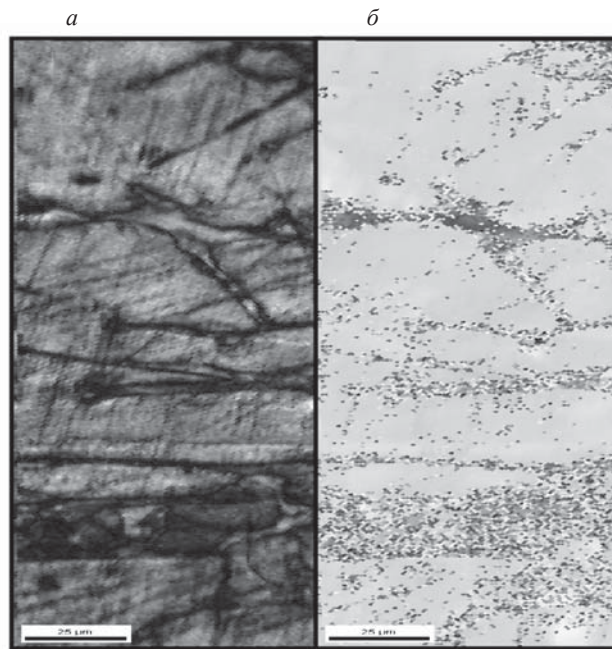


Рис. 9. Результаты EBSD-анализа:
а — обзорная; *б* — высокоразрешающая Кикучи картина.

В нашем случае — фаз аустенита и феррита, однако оценить содержание деформационного мартенсита из-за близости параметров решетки фаз Ф и М не представляется возможным.

Магнитно-силовая микроскопия

С помощью сканирующего зондового микроскопа были построены изображения топографии поверхности различных участков образцов, а также магнитно-силовые изображения данных участков. Изображения получали в бесконтактном режиме с помощью двухпроходной методики, которая позволяет визуализировать неоднородность магнитных сил, действующих на зонд со стороны образца, при этом исключается влияние рельефа поверхности образца на результаты магнитно-силового сканирования. При регистрации изменений фазы колебаний магнитного зонда формируется изображение распределения z -составляющей градиента магнитных сил по поверхности образца.

На рис. 10*а* приведено изображение топографии двухфазного образца до деформации с 16-процентным содержанием феррита, его магнитно-силовое изображение показано на рис. 10*б* (расстояние, на котором измеряли дальнедействующие магнитные силы, составляло $dZ = 150$ нм от поверхности образца в каждой точке сканирования).

На рис. 10*б* видны темные крупные зерна парамагнитного аустенита, которые однородны по интенсивности. В отличие от них ферромагнитный феррит, располагающийся в межзеренных границах, характеризуется сложной магнитной доменной структурой с контрастной периодически изменяющейся интенсивностью. Крупнее межзеренная граница между аустенитом и ферритом показана на рис. 11.

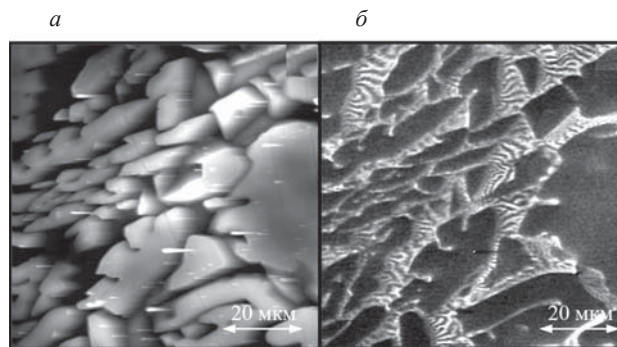


Рис. 10. Топография (а) и магнитно-силовое изображение (б) участка поверхности двухфазного образца с содержанием 16 % феррита до деформации.

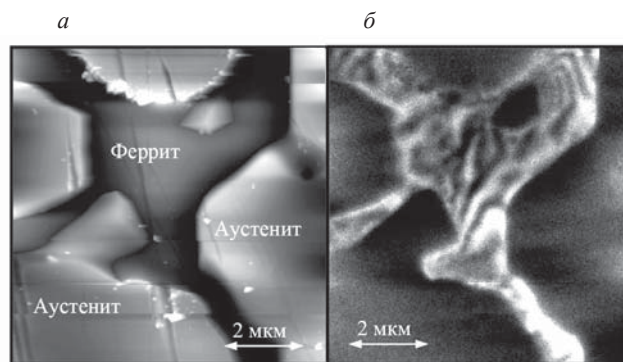


Рис. 11. Топография (а) и магнитно-силовое изображение (б) участка межзеренной границы для двухфазного недеформированного образца с содержанием 16 % феррита.

При магнитно-силовой микроскопии образцов, подвергнутых холодной деформации, исследовали как сильнодеформированные области этих образцов («ветви» феррита вытянуты и прижаты друг к другу), так и области с меньшей степенью деформации («ветви» феррита образуют округлые структуры).

Из рис. 12 видно, что в слабдеформированных участках трехфазных образцов магнитные неоднородности внутри аустенитных зерен не наблюдаются. На топографическом (рис. 12а) и магнитно-силовом (рис. 12б) изображениях виден лишь ферромагнитный феррит между зерен парамагнитного аустенита.

На рис. 13а приведены результаты топографии деформированного участка поверхности трехфазного образца.

Здесь (как и ранее для недеформированного образца) видны только две фазы: темные полосы феррита вокруг светлых областей аустенита. Но на магнитно-силовом изображении (рис. 13б) в аустените появляются плотно упакованные параллельные вытянутые магнитные структуры, которые не могут быть не чем иным, как мартенситом деформации.

Таким образом, методом магнитно-силовой микроскопии были получены изображения магнитной доменной структуры трехфазного материала, две фазы которого являются ферромагнетиками.

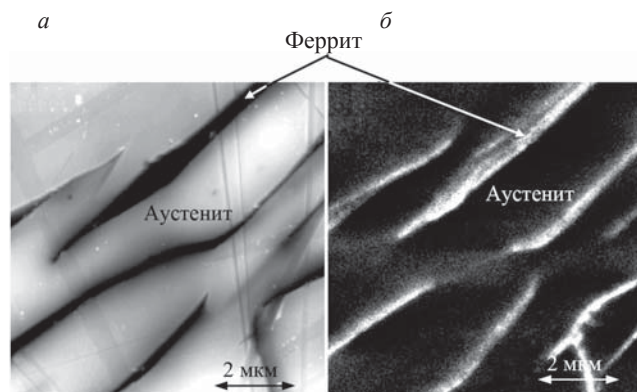


Рис. 12. Топография (а) и магнитно-силовое изображение (б) недеформированной области в трехфазном образце.

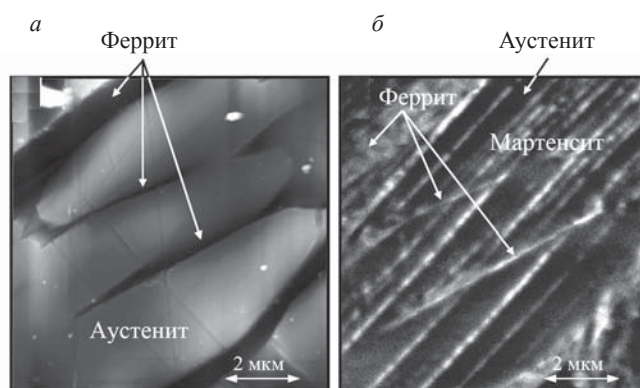


Рис. 13. Топография (а) и магнитно-силовое изображение (б) участка поверхности для трехфазного образца (аустенит-феррит-мартенсит) после деформации образца с содержанием 16 % феррита.

Исследования магнитных свойств образцов по предельным петлям магнитного гистерезиса

Измерения на вибрационном магнитометре подтвердили, что намагниченность насыщения деформированного материала существенно возрастает по сравнению с недеформированным. Построение петель магнитного гистерезиса (рис. 14) позволяет не только качественно, но и количественно оценить рост намагниченности насыщения деформированных образцов по сравнению с исходным и далее при помощи формул (1) и (2), зная исходное содержание феррита, вычислить процент мартенсита деформации в исследуемом материале.

По измеренным петлям гистерезиса можно оценить влияние деформации на форму петли (коэрцитивную силу, остаточную намагниченность и т.д.). Из рис. 15 видно, что коэрцитивная сила деформированного материала увеличилась по сравнению с недеформированным более чем в два раза.

Рост значения коэрцитивной силы свидетельствует о том, что в материале появилась дополнительная магнитожестькая фаза. Коэрцитивная сила деформированных образцов составила около 40 А/см, что может быть объяснено наличием в материале магнитожестького мартенсита помимо магнитомягкого феррита с коэрцитивной силой 12—15 А/см.

Таким образом, при измерениях предельных петель гистерезиса возможна не только качественная, но и количественная оценка фазового состава трехфазной хромоникелевой стали.

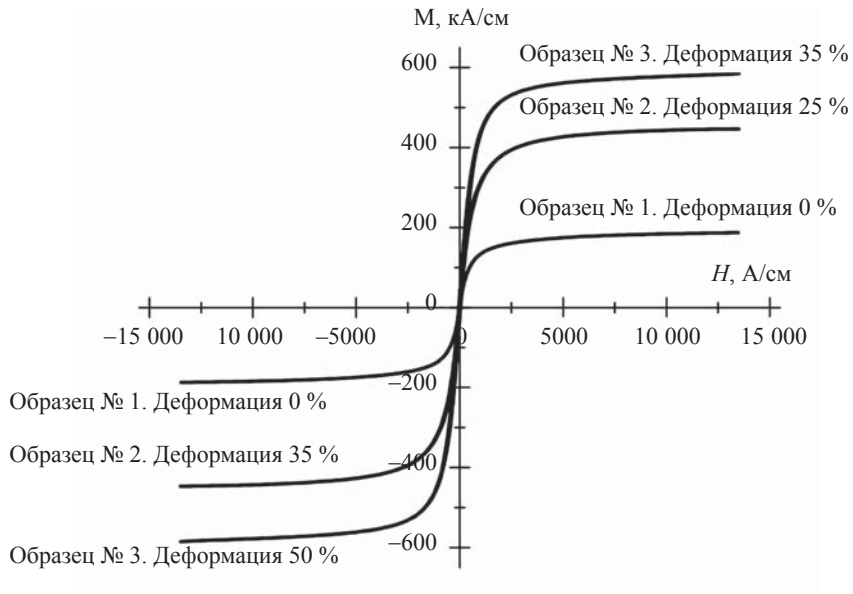


Рис. 14. Предельные петли магнитного гистерезиса исследуемых образцов.

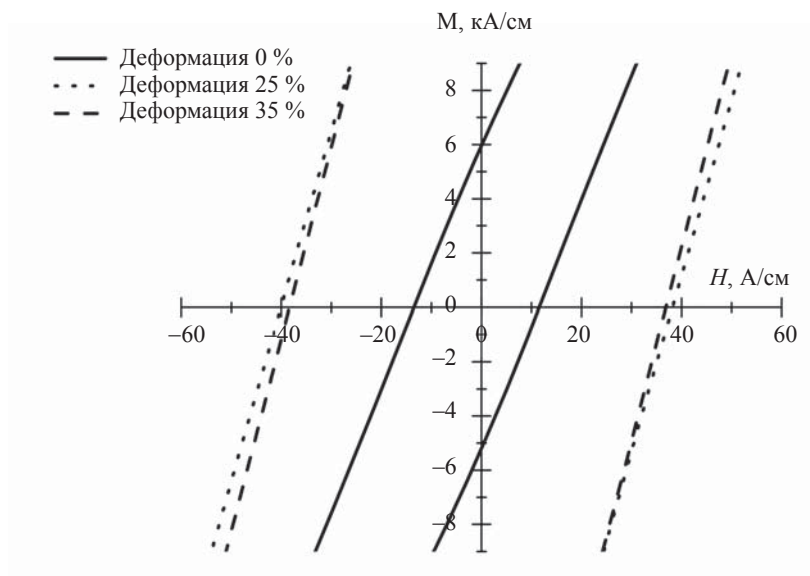


Рис. 15. Участок предельных петель гистерезиса в области магнитных полей, сравнимых с коэрцитивной силой.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В процессе выполнения данной работы был проведен большой объем исследований структуры материала образцов аустенитно-ферритных хромоникелевых сталей до и после пластического деформирования. К анализу структуры и фазового состава изучаемых материалов были привлечены различные современные методы исследований.

Согласно результатам исследований, в данном случае некоторые общепринятые методики фазового анализа оказались неприменимы даже для выявления наличия мартенсита деформации, не говоря уже о его количественной оценке в исследуемом материале.

Методами микроструктурного анализа было показано, что при пластической деформации двухфазной хромоникелевой стали после низкотемпературной обработки ниже точки деформационного мартенситного превращения происходят процессы распада аустенита и развиваются фазовые переходы с образованием фазы мартенсита деформации.

С помощью магнитно-силовой микроскопии удалось визуализировать выделение в двухфазном аустенито-ферритном материале однодоменных кластеров третьей фазы — наноразмерного мартенсита деформации.

Показано, что магнитные методы контроля фазового состава хромоникелевых сталей и сплавов имеют ряд преимуществ перед большинством современных методов фазового анализа: большая глубина контролируемой зоны изделия, отсутствие строгих требований к состоянию поверхности объекта контроля. Кроме того, измерение параметров предельных петель магнитного гистерезиса (намагниченности насыщения, коэрцитивной силы) позволяет не только с уверенностью утверждать, что после холодного деформирования часть аустенита совершает $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение с образованием мартенсита деформации, но и оценить количество этого мартенсита.

Авторы выражают благодарность за методическую помощь члену-корреспонденту РАН В.В. Сагардзе, а также сотрудникам института, оказавшим помощь в проведении экспериментальных исследований, А.М. Пацелову и Е.Ю. Сажиной.

Результаты исследований, представленные в подразделах «Оптическая микроскопия», «Электронно-микроскопический анализ», «Рентгеноструктурный анализ», «EBSD-микроанализ структуры» раздела 2, получены в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Диагностика», № 01201463329).

Результаты исследований, представленные в подразделах «Магнитно-силовая микроскопия», «Исследования магнитных свойств по петлям магнитного гистерезиса» раздела 2, получены за счет средств Российского научного фонда (проект № 15-12-00001).

Институт физики металлов
имени М.Н. Михеева
УрО РАН
г. Екатеринбург

Поступила в редакцию
6 июля 2015 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ригмант М.Б., Горкунов Э.С., Пономарев В.С., Чернова Г.С. Измеритель содержания ферритной фазы ферритометр ФМ-3 ИФМ. — Дефектоскопия, 1996, № 5, с. 78—83.
2. Ригмант М.Б., Гладковский С.В., Горкунов Э.С., Матафонов П.П., Смирнов С.В. О возможности магнитного неразрушающего контроля упруго-пластических деформаций в сталях с метастабильным аустенитом. — Контроль. Диагностика, 2000, № 9, с. 62—63.
3. Ригмант М.Б., Ничипурук А.П., Худяков Б.А. и др. Приборы для магнитного фазового анализа изделий из аустенитных коррозионно-стойких сталей. — Дефектоскопия, 2005, № 11, с. 3—14.

4. Ригмант М.Б., Ничипурук А.П., Корх М.К. Возможность раздельного измерения количества феррита и мартенсита деформации в трехфазных сталях аустенитного класса магнитным методом.— Дефектоскопия, 2012, № 9, с. 10—23.
5. Меринов П.Е. Спецификатор различий в национальных стандартах различных стран. В сб. «Неразрушающие методы контроля». Под ред. Кершенбаума. — М.: Центр «Наука и техника», 1995, т. 3, с. 68—128.
6. Fachr D. Stress-and strain-induced formation of martensite and effects on strength and ductility of metastable austenitic stainless steels.— Met. Trans. 2, 1971, p. 1883—1892.
7. Меринов П.Е., Мазепа А.Г. Определение мартенсита деформации в сталях аустенитного класса магнитным методом. — Заводская лаборатория, 1997, № 3, с. 47—49.
8. Шлямнев А.П., Свистунова Т.В., Лапшина О.Б. и др. Коррозионностойкие, жаростойкие и высокопрочные стали и сплавы: справочник. Центр науч.-исслед. ин-т черной металлургии им. И.П. Бардина, Некоммерч. партнерство «Спецметаллы». — М.: Интермет Инжиниринг, 2000.— 232 с.
9. Сокол И.Я., Ульянин Е.А., Фельдгандлер Э.Г. и др. Структура и коррозия металлов и сплавов: атлас: справочник. Под ред. Е.А. Ульянина.— М.: Металлургия, 1989.— 399 с.
10. Металлы и сплавы. Справочник. Под ред. Ю.П. Солнцева, НПО «Профессионал», НПО «Мир и семья».— С.-Петербург, 2003.
11. Колбасников Н.Г. Теория обработки металлов давлением.— СПбГПУ, 2004.— 307 с.
12. Бернштейн М.Л. Структура деформированных металлов.— М.: Металлургия, 1977.— 431 с.
13. Филиппов М.А., Литвинов В.С., Немировский Ю.Р. Стали с метастабильным аустенитом.— М.: Металлургия, 1988.— 255 с.
14. Апаев Б.А. Фазовый магнитный анализ.— М.: Металлургия, 1976.— 280 с.
15. Мальцева Л.А. Структура и прочностные свойства коррозионно-стойкой аустенитно-ферритной стали медицинского назначения после термопластической деформации. — Деформация и разрушение материалов, 2010, № 1, с. 1—8.
17. Горкунов Э.С., Задворкин С.М., Смирнов С.В. и др. Взаимосвязь между параметрами напряженно-деформированного состояния и магнитными характеристиками углеродистых сталей.— ФММ, 2007, т.103, № 3, с. 322—327.
18. Горкунов Э.С., Задворкин С.М., Митропольская С.Ю. и др. Изменение магнитных свойств метастабильной аустенитной стали при упруго-пластическом деформировании.— МитОМ, 2009, № 9, с. 15—21.
19. Даниленко В.Н., Миронов С.Ю., Беляков А.Н., Жилев А.П. Применение EBSD-анализа в физическом материаловедении.— Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2012, № 3, т. 78, с. 28—46.
20. Использование вибрационного магнитометра фирмы LakeShore с низко-, высокотемпературной и транспортной приставками для измерений магнитных свойств слабых и сильных магнетиков различных размеров. Метод. пособие.— Калининград: БФУ им. И.Канта, 2011.— 40 с.