

І СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ. ОПІР РУЙНУВАННЮ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ

УДК: 669.14.018.294 : 620.18 : 669.782 : 669.74.001.5

- Бабаченко О. І. д-р техн. наук, старший науковий співробітник Інституту чорної металургії ім. З. І. Некрасова НАН України (ІЧМ НАНУ), м. Дніпро, Україна, *e-mail: A_Babachenko@i.ua*
- Балаханова Т. В. канд. техн. наук, старший науковий співробітник Інституту чорної металургії ім. З. І. Некрасова НАН України (ІЧМ НАНУ), м. Дніпро, Україна, *e-mail: tatja.balakhanova@gmail.com*
- Сафронова О. А. молодший науковий співробітник Інституту чорної металургії ім. З.І. Некрасова НАН України (ІЧМ НАНУ), м. Дніпро, Україна, *e-mail: safronovaaa77@gmail.com*
- Кононенко Г. А. д-р техн. наук, старший науковий співробітник Інституту чорної металургії ім. З. І. Некрасова НАН України (ІЧМ НАНУ), м. Дніпро, Україна, *e-mail: perlit@ua.fm.*

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ СПІВВІДНОШЕННЯ ВМІСТУ Si/Mn НА ДЕНДРИТНУ СТРУКТУРУ СТАЛЕЙ ДЛЯ ЗАЛІЗНИЧНИХ ОСЕЙ

Мета роботи. Дослідження впливу різної загальної концентрації та співвідношення вмісту Si і Mn на дендритну структуру і ліквідаційну неоднорідність литої вуглецевої сталі, та її трансформацію після гарячої пластичної деформації.

Методи дослідження. Для визначення впливу вмісту Si і Mn були виготовлені дослідні зливки зі змінюваним хімічним складом в межах марочного для трьох марок сталі, які використовуються для виготовлення залізничних осей – марка ОС за ДСТУ 31334, F за ААР М 101 і ЕА1N за EN 13261. Для визначення дендритної структури використовувалася мікроструктурний аналіз після травлення у пікраті натрію.

Отримані результати. Виконано порівняльний аналіз мікроструктури дослідних плавок сталей зі змінюваним хімічним складом. Встановлено співвідношення вмісту в сталі Si і Mn в литому стані. Показано істотний вплив загальної розкисненості в сталі на формування неоднорідності мікротвердості за перерізом зливка вуглецевої сталі і мікронеоднорідність структури окремих ділянок. Було виявлено, що після деформації найбільш пророблюваними виявилися центральні зони (особливо в сталі з хімічним складом в межах марки ЕА1N, яка характеризується підвищеним вмістом Mn).

Наукова новизна. Вивчення впливу коливань вмісту базових елементів вуглецевої сталі призводить для розвитку уявлень про формування дендритної структури і ліквідаційної неоднорідності в сталях для залізничних осей.

Практична цінність. Знання принципів утворення ліквідації необхідне для визначення подальших режимів деформаційної і термічної обробки не тільки безперервно литих заготовок або зливок, а й кінцевої продукції.

Ключові слова: вуглецеві сталі, залізничні осі, дендритна структура, хімічна неоднорідність, деформаційна пророблюваність.

Вступ

Зв'язок обробки, мікроструктури та властивостей є центральною парадигмою матеріалознавства, яка вказує на те, що морфологія та властивості різних фаз на мікроскопічному рівні значною мірою визначають макроскопічну поведінку матеріалів.

Через обмеженість розчинності окремих елементів у кристалічній решітці сталі при затвердінні розплав відбувається збагачення залишкової рідини, в результаті чого відбувається утворення мікро- і макросегрегацій (ліквіації, неоднорідності). Формування мікронеоднорідностей термодинамічно неминуче. Залежно від хімічного складу сталі, технологічних параметрів

її розливки і геометричних розмірів безперервнолитої заготовки (БЛЗ) або зливка, утворення ліквіації буде відбуватися з різною інтенсивністю. При подальшій обробці мікросегрегації впливають на фазові перетворення і можуть призводити до неоднорідної мікроструктури. Знання принципів утворення ліквіації необхідно для визначення подальших режимів деформаційної і термічної обробки не тільки БЛЗ або зливок, а й кінцевої продукції.

Аналіз досліджень і публікацій

Незважаючи на те, що використання певних режимів термічної обробки дозволяє досягти видимої

однорідної кінцевої структури (що насправді досить складно реалізувати на практиці) [1, 2], хімічна неоднорідність зберігається в готовому продукті і може негативно позначитися при подальшому оброблянні, в тому числі при шліфуванні, піскоструминному обробленні, нанесенні покриття.

Сегрегацію можна описати [3]. За допомогою ефективного коефіцієнта розподілу, який характеризує хімічну неоднорідність того чи іншого хімічного елемента, тобто співвідношення максимальної і мінімальної його концентрації.

$$K_{\text{eff}} = C_{\text{Dendrit}} / C_{\text{Interdendrit}} \quad (1)$$

де C_{Dendrit} – концентрація всередині дендритів, а $C_{\text{Interdendrit}}$ – концентрація між дендритами.

При $K_{\text{eff}} < 1$ сегрегація позитивна, а при $K_{\text{eff}} > 1$ сегрегація негативна. Склад осей дендритів по довжині та за перерізом практично постійний [4].

Майже всі присутні в сталі хімічні елементи позитивно сегрегують, тобто накопичуються в рідкому розплаві. Важливими винятками на думку авторів [3] є Si, Al (приблизно до 3 %), Cu, Ni та Co, які сегрегують негативно.

Як відомо, кристалізація сталі в реальних умовах виробництва відбувається з утворенням дендритної структури. Мікросегрегації являють собою ніщо інше як відмінності в концентрації хімічних елементів всередині та довкола дендритних областей [5].

Однак у роботі, проведеної на вуглецевих сталях [6] однозначно показано, що спостерігається позитивна ліквіація Si. Слід зазначити, що визначення ефективного коефіцієнта розподілу, що характеризує неоднорідність розташування елементів саме при кристалізації сталі є ускладненим, оскільки має місце певний ступінь дифузії в аустенітному стані для кожного хімічного елемента. Крім цього, в аустенітному стані можливе утворення неметалевих включень, які викликають локальне зниження або підвищення даного параметра.

Іншою характеристикою дендритної структури служить оцінка геометричних розмірів дендритів, які утворюються. Їх часто визначають як відстань між відгалуженнями вторинних дендритів (λ_D , яка найчастіше вимірюється у мкм). Всі параметри, що описують дендритну будову зливку або БЛЗ істотно залежать від швидкості кристалізації, хімічного складу та інших умов затвердіння, зокрема зовнішнього впливу. Це твердження справедливе і для низьколегової сталі.

Найбільша позитивна (пряма ліквіація) спостерігалася при переході від стовпчастої кристалізації до рівноосної, а також у центральних ділянках. Тому для отримання однорідного розподілу значень концентрації за перерізом БЛЗ пріоритетним буде формування стовпчастої дендритної структури або комбінації стовпчастої дендритної і рівноосної дендритної структур. При цьому температура перегріву повинна становити не менше 20 °C.

Зустрічається і протилежна думка авторів, результати роботи яких викладені у [7], які визначили,

що хімічна неоднорідність при невеликому перегріві підвищується.

Морфологія дендритної структури і ступінь ліквіації залежать не тільки від ступеня переохолодження, градієнту температурного поля і умов течії рідкого металу, а також від хімічного складу, а саме від градієнту концентрації розплаву. Дещо спрощуючи можна сказати, що для більшості сталей температури ліквідус і солідус знижуються зі збільшенням вмісту другого компонента в сплаві аж до точки евтектики. Таким чином, при затвердінні відбувається насичення розплаву легуючими і домішковими елементами.

Одночасна присутність декількох розчинених речовин на границі розподілу рідина – тверде тіло може вплинути на взаємодію кожного елемента на рухомій границі дендрит – розплав.

Показано, що чим більше в литій сталі Si і Mn, тим сильніше вони сегрегують, і тим частіше в такій сталі зустрічаються структурні аномалії, приймаючи сталі швидше закономірних, ніж випадкових явищ.

Автори робіт [8–10] вказують на значний вплив Mn на неоднорідність структури. Про істотну здатність Mn до ліквіації зазначено і в роботі [18], при цьому стверджується, що C, який є елементом, що добре дифундує, розподіляється досить рівномірно. І, попри вагомий вплив Mn на макро- та мікроліквіацію, велика кількість авторів зазначає низьку здатність до ліквіації у вуглецевій конструкційній сталі C та Mn, у порівнянні з P та S [11–12].

Однак сегрегація Mn на границі розподілу може впливати на сегрегацію Si за допомогою взаємодії двох розчинених речовин, тобто пов'язаного ефекту опору розчиненої речовини. Оскільки між Mn і Si виникає притягувальна взаємодія, то саме присутність одного з них може підвищувати рівні сегрегації іншого, загальний ефект опору розчиненої речовини може бути більше, ніж сума опору розчиненої речовини, очікувана від кожного елемента окремо [13].

У роботі, автори якої досліджували атомну взаємодію між Si і Mn при евтектоїдному перетворенні у високовуглецевій перлітній сталі [14], показано що міжфазна сегрегація атомів Mn і Si в основному є причиною недостатньої дифузії і високого ступеня гібридизації орбіталей атомів Fe, Mn, Si і C. Крім того, коефіцієнт розподілу Mn в сталі з високим вмістом Si був вище, ніж у сталі з низьким вмістом Si, що призводило до більш високого коефіцієнту ліквіації. Розрахунки електронної структури показали, що збагачення Si феритної фази сприяє відтисканню Mn в цементитну фазу через значну силу відштовхування між Mn і Si на перлітній границі розділу. При дослідженні нерівноважної кристалізації сплавів Fe-Al-Mn-Si-C [15] було проведено моделювання для встановлення закономірностей поведінки сталей з високим вмістом Al, Mn та Si при затвердінні залежно від їх складу і швидкості охолодження. Мікросегрегація Mn в аустеніті набагато сильніша, ніж Si і Al, проте автори використовували припущення, що дифузія розчинених речовин не залежить від хімічного впливу інших розчинених речовин. Показано, що збільшення вмісту

легувальних елементів Al і Si суттєво збільшує стабільність фериту в сплавах Fe-C. Очевидно, це позначається як на високотемпературних властивостях сплаву, так і на процесі розпаду аустеніту при більш низьких температурах. Показано [15], що легування Mn знижує, а легування Si збільшує активність C в аустеніті. Це підтверджує поширене твердження про те, що взаємодії атомів C-Mn є притягувальними, а взаємодії атомів C-Si – відштовхувальними.

Для Si схильність до мікросегрегації, значно нижча, ніж для Mn. Частково це пов'язано з відштовхуючою взаємодією атомів C і Si в рідині, що перешкоджає збагаченню Si в мірі, порівнянній з Mn. Однак після утворення аустеніту (вище солідуса) збагачення рідини Si знову прискорюється через низьку дифузійну здатність Si в аустеніті. Це призводить до більш високої концентрації Si в міждендритній області, навіть нижче солідуса, тоді як вміст Si все ще відносно низький на деякій відстані.

Як ми бачимо з огляду сучасної літератури на формування структурної та зеренної нерівномірності впливає досить велика кількість факторів, серед яких передусім вирізняються особливості впливу співвідношення елементів, які по різному стабілізують α - та γ - фази, вміст C та наявність, вид неметалевих включень, особливо вкрай малого розміру. При цьому залишається нерозкритим питання про спільний вплив вмісту та співвідношення Si і Mn.

Мета роботи

Метою даної роботи було дослідження впливу різної загальної концентрації та співвідношення вмісту Si і Mn на дендритну структуру і ліквідаційну неоднорідність литої вуглецевої сталі, та її трансформацію після гарячої пластичної деформації.

Матеріали та методи

Для визначення впливу зміни хімічного складу вуглецевої сталі, яка призначена для виготовлення

залізничних осей на особливості формування ферито-перлітної неоднорідності та різнозернистості, а також визначення основних механізмів, були виготовлені дослідні зливки зі змінюваним хімічним складом в межах марочного для трьох марок сталі, призначених для виготовлення залізничних осей.

Всі дослідні зливки були відлиті в лабораторних умовах зі сталей, які використовуються для виготовлення залізничних осей – сталей марок ОС за ДСТУ 31334, F за AAR M 101 і EA1N за EN 13261. Окрему увагу приділили співвідношенню вмісту в сталі Si і Mn (табл. 1).

В зразках кожної комбінації хімічного складу та марки сталі досліджували особливості морфології дендритної структури в литому стані та після гарячої пластичної деформації. Всі досліджені зливки були продеформовані. Температура деформації становила 1150 °C. Ступінь деформації осадження становила 50 %.

Аналіз дендритної структури проводили після травлення в гарячому розчині пікрата натрію. Концентрація і режими травлення були спеціально підібрані для більш контрастного виявлення дендритної структури сталі зазначених марок. Необхідно уточнити, що як така дендритна структура дослідних зразків при кімнатній температурі відсутня. Те, що дозволяє виявити травлення в пікраті натрію – це є ліквідаційною неоднорідністю Si і домішкових елементів. За розташуванням ліквідаційних ділянок і на підставі підтверджених фактів про збереження основного ліквідаційного фону і робили висновок про формування первинної структури. Тому на шліфі ми бачимо в першу чергу «сліди» дендритної структури. Але для зручності надалі в роботі для опису ліквідаційної неоднорідності, особливостей виникнення первинної дендритної структури, її подальшої трансформації та впливу на формування кінцевої структури сталі, буде використовуватися просто термін – дендрити і дендритна структура.

Таблиця 1 – Хімічний склад дослідних плавів

№ п/п	Марка сталі	Вміст хімічних елементів, % мас.												
		C	Si	Mn	Mn/Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu	V	Ti
1	EA1N (EN 13261)	0,36	0,34	0,63	1,85	0,019	0,025	0,03	0,02	0,003	0,031	0,03	0,002	0,001
2		0,39	0,3	0,86	2,87	0,018	0,026	0,03	0,02	0,003	0,017	0,03	0,001	0,001
3		0,41	0,27	0,89	3,3	0,02	0,029	0,03	0,03	0,003	0,033	0,03	0,001	0,003
4		0,39	0,12	0,6	5	0,021	0,024	0,03	0,02	0,003	0,0005	0,03	0,001	0,0005
5	ОС (ДСТУ 31334)	0,52	0,42	0,69	1,64	0,012	0,006	0,06	0,09	0,009	0,032	0,14	0,003	0,002
8		0,45	0,35	0,95	2,71	0,019	0,037	0,03	0,03	0,001	0,022	0,03	0,002	0,001
9		0,49	0,22	0,95	4,32	0,021	0,032	0,03	0,03	0,003	0,022	0,03	0,002	0,001
10	F (AAR M 101)	0,52	0,47	0,77	1,63	0,014	0,006	0,06	0,09	0,01	0,051	0,14	0,003	0,002
12		0,59	0,31	0,73	2,35	0,009	0,004	0,06	0,09	0,008	0,011	0,14	0,003	0,003
13		0,57	0,18	0,61	3,38	0,013	0,004	0,05	0,08	0,008	0,043	0,14	0,004	0,001
14		0,59	0,31	1,08	3,48	0,026	0,03	0,03	0,03	0,002	0,043	0,03	0,002	0,001
16		0,55	0,16	0,63	3,94	0,021	0,029	0,03	0,03	0,003	0,002	0,03	0,001	0,0004

Зеренну структуру зразків досліджували після травлення шліфів в 4 % спиртовому розчині азотної кислоти.

Результати та їх обговорення

У всіх досліджених зливках найбільш протяжною і позбавленою дефектів, які можуть викликати істотну похибку при оцінці дендритної структури, виявилася зона стовпчастої кристалізації, вона і була прийнята основною для співставлення впливу хімічного складу на особливості структуроутворення.

Твердість міждендритних ділянок очікувано децю перевищує твердість дендритних гілок. Однак особливий інтерес представляють місця стику гілок другого і третього порядку. Тут відбувається значне зниження твердості, не зважаючи на те, що тут концентрується найбільша кількість ліквуючих елементів, в тому числі Si і Mn, і очікувана мікротвердість навпаки повинна бути вище.

Знижену мікротвердість можна пояснити ймовірним «відтягуванням» Mn і Si в утворення найдрібніших оксидних і сульфідних включень і утворенням в цих місцях мікрзон чистого фериту і також наявність пористості, яка, можливо, стала додатковим фактором зниження твердості.

Встановлено істотний вплив загальної розкисненості і вмісту S в сталі на формування неоднорідності мікротвердості за перерізом зливка осьової сталі і мікронеоднорідність структури окремих ділянок.

Дослідження морфології дендритної структури, а саме її геометричних параметрів досліджених сталей показало наступне. У сталі марки EA1N при співвідношенні Mn до Si більше п'яти спостерігалася зміна морфології дендритної структури (рис. 1). При цьому середні розміри міждендритної відстані не змінилися. Дендритна структура з високим значенням співвідношення Mn до Si характеризується нерівномірним розміром дендритних осередків та більш округлою формою дендритних гілок (комірками). Стовпчаста спрямованість менше виражена. Розташування мікроліквацийних ділянок неоднорідне, часто зустрічається мікроскупчення лікватів.

На рисунку 4 показано зміну щільності вихідної дендритної структури після гарячої пластичної деформації в залежності від марки сталі для залізничних осей по перерізу зливка. Основна їх відмінність полягає насамперед у кількості C в сталі. І тільки сталь марки EA1N характеризується підвищеним вмістом Mn. Розміри зливків, співвідношення основних легуючих, а також домішкових елементів мали близькі значення.

Встановлено, що щільність дендритної структури литих зразків приблизно однакова. Після деформації найбільш пророблюваними виявилися центральні зони. Ступінь пророблення збільшується з підвищенням вмісту C.

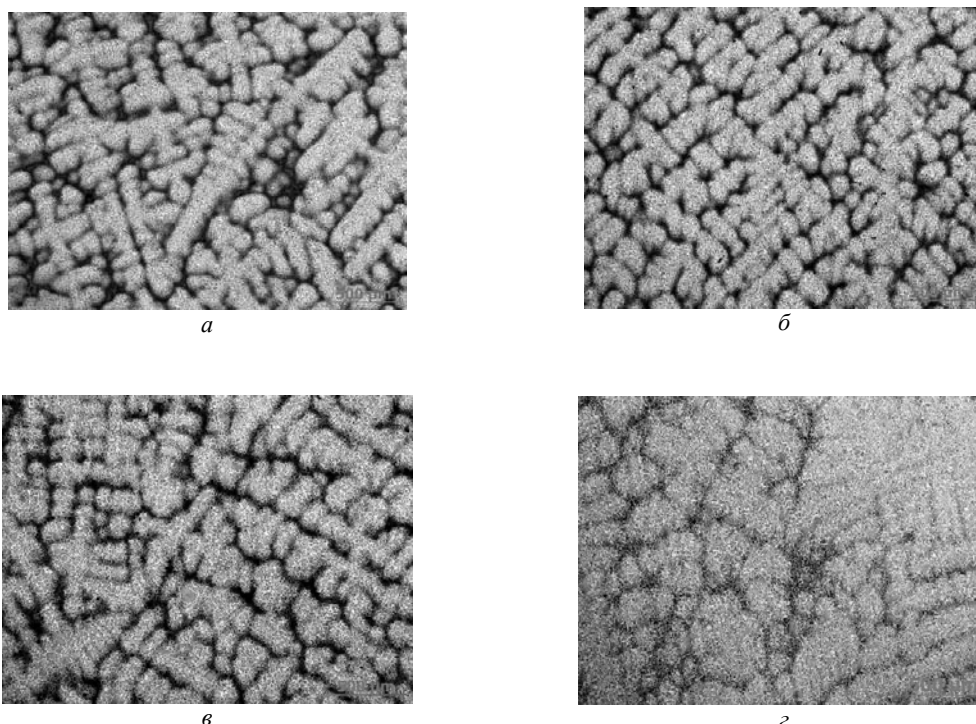


Рис. 1. Дендритна структура дослідних зливків зі сталі марки EA1N з різним співвідношенням вмісту Mn та Si:

a – Mn/Si = 1,85, *б* – Mn/Si = 2,87, *в* – Mn/Si = 3,3, *г* – Mn/Si = 5, $\times 50$

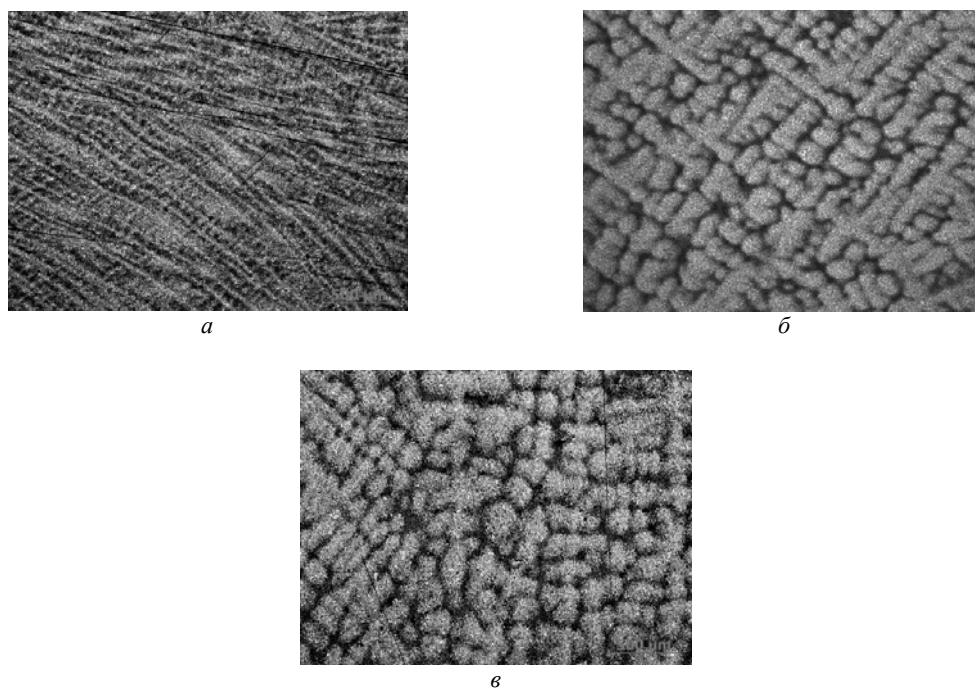


Рис. 2. Дендритна структура дослідних зливків зі сталі марки ОС з різним співвідношенням вмісту Mn та Si: *a* – Mn/Si = 1,64, *б* – Mn/Si = 2,71, *в* – Mn/Si = 4,32, $\times 50$

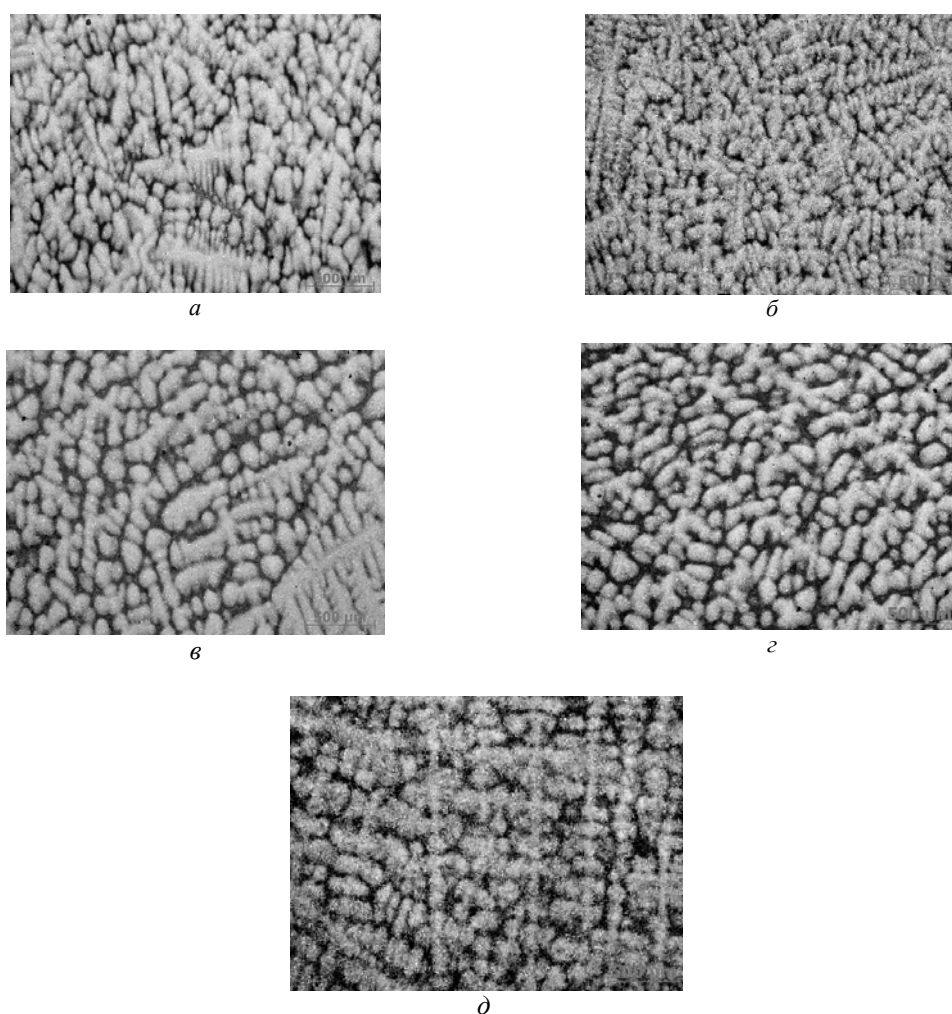


Рис. 3. Дендритна структура дослідних зливків зі сталі марки F з різним співвідношенням вмісту Mn та Si: *a* – Mn/Si = 1,63, *б* – Mn/Si = 1,93, *в* – Mn/Si = 3,38, *г* – Mn/Si = 3,48, *д* – 3,94, $\times 50$

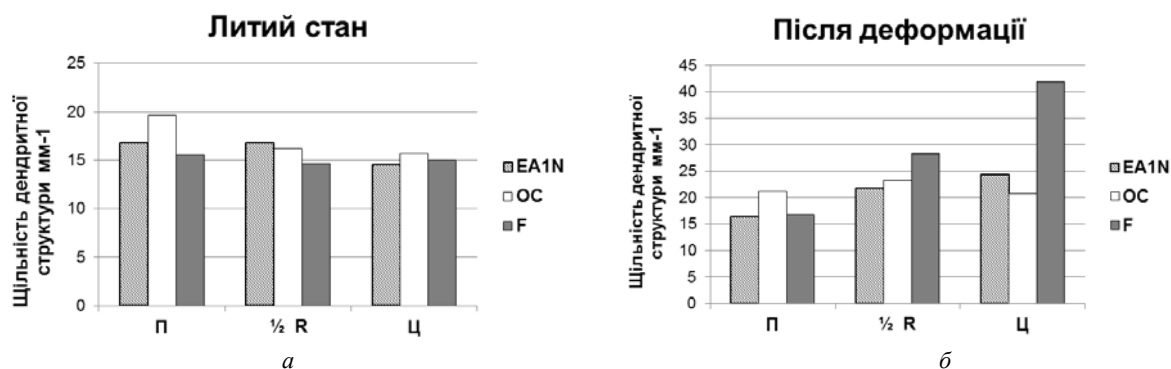


Рис. 4. Щільність дендритної структури дослідних зливок сталі: а – литий стан, б – після деформації.

Висновки

Встановлено істотний вплив спільної розкисненості на формування неоднорідності мікротвердості за перерізом зливка осової сталі і мікронеоднорідність структури окремих ділянок.

Дендритна структура з високим значенням співвідношення Mn до Si характеризується нерівномірним розміром дендритних осередків та більш округлою формою дендритних гілок (комірками), збільшенням щільності дендритів на ділянці стовпчастої кристалізації.

Застосування методу оцінки інтенсивності деформаційного пророблення за ступенем ущільнення дендритної структури повинен проводитися тільки в сталях, що мають якомога ближчі значення вмісту легуючих і домішкових елементів.

Список літератури

1. Verhoeven J. D. A review of microsegregation induced banding phenomena in steels/ J. D. Verhoeven / Verhoeven J. D. // Journal of materials engineering and performance. – 2000. – 9(3). – P. 286–296.
2. Блантер М. Е. Теория термической обработки / Блантер М. Е. – М. : Металлургия, 1984. – 328 с.
3. Hunkel M. Segregations in Steels during Heat Treatment-A Consideration along the Process Chain / M. Hunkel // HTM Journal of Heat Treatment and Materials. – 2021. – 76(2). – P. 79–104. <https://doi.org/10.1515/htm-2020-0006>
4. Голиков И. Н. Дендритная ликвация в стали / Голиков И. Н. – М. : Металлургия. – 1953. – 206 с.
5. Голиков И. Н. Дендритная ликвация в сталях и сплавах / Голиков И. Н., Масленков С. Б. – М. : Металлургия. – 1977. – 224 с.
6. Микроструктурные исследования формирования первичного зерна аустенита после кристаллизации углеродистой стали с 0,5–0,7%С / А. Ю. Борисенко, А. А. Кононенко, А. И. Бабаченко, Л. Д. Науменко // Доповіді Національної Академії наук України. – 2010. – №9. – С. 70–76.

7. Chen Q. (2021). Examination of dendritic growth and microsegregation during solidification of Al-Li binary alloy using the phase-field simulation coupling CALPHAD data / Q. Chen, L. Zhang, S. Tang, and etc. // Calphad. – 2021. – 74. – 102271 p.

8. Réger M. Centerline inhomogeneity of flat products / M. Réger, E.R. Fábíán, T. László // IOP Conference Series Materials Science and Engineering (16–17 May 2019, Iasi, Romania). – 2019. – P. 1–11. DOI: 10.1088/1757-899X/572/1/012036

9. Hidalgo J. Fracture mechanisms and microstructure in a medium Mn quenching and partitioning steel exhibiting macrosegregation / J. Hidalgo, C. Celada-Casero, M.J. Santofimia // Materials Science and Engineering. – 2019. – P. 766–777. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.055>

10. Al Gahtani M. S. Formation of micro-structural banding in hot-rolled medium-carbon steel / M. S. Al Gahtani // School of Mechanical, Materials and Mechatronics Engineering. – 2015. – 190 p.

11. Zeng Q. Analysis of Micro-Segregation of Solute Elements on the Central Cracking of Continuously Cast Bloom / Q. Zeng, C. Xiao, J. Li // Metals. – 2021. – 11(3). – P.1–10. <https://doi.org/10.3390/met11030382>

12. Ghosh A. Segregation in cast products / A. Ghosh // Sadhana. – 2001. – 26(1). – P. 5–24.

13. Sun W. W. Coupled solute drag and transformation stasis during ferrite formation in Fe-C-Mn-Mo / W. W. Sun, H. S. Zurob, C. R. Hutchinson // Acta Materialia. – 2017. – 139. – P. 62–74.

14. Atomic interactions between Si and Mn during eutectoid transformation in high-carbon pearlitic steel / L. Huang, R. Zhang, Zhou X., Y. Tu, J. Jiang // Journal of Applied Physics. – 2019. – 126(24). – P. 245102.

15. Миеттinen Й. Термодинамические, кинетические и микроструктурные данные для моделирования затвердевания сплавов Fe-Al-Mn-Si-C / Й. Миеттinen, С. Коскенниска, В. В. Висури // Metall Mater Trans B. – 2020. – 51. – P. 2946–2962. <https://doi.org/10.1007/s11663-020-01973-y>

Одержано 08.06.2022

Babachenko O., Balakhanova T., Safronova O., Kononenko G. Study of the influence of the Si/Mn content ratio on the dendritic structure of steels for railway axles

Purpose. Investigation of the effect of different total concentration and ratio of Si and Mn content on the dendritic structure and segregation inhomogeneity of cast carbon steel and its transformation after hot plastic deformation.

Methods of research. To determine the effect of the content of Si and Mn, experimental ingots with a variable chemical composition within the grade were made for three steel grades used for the manufacture of railway axles – grade OS according to DSTU 31334, F according to AAR M 101 and EAIN according to EN 13261. To determine the dendritic structure microstructural analysis was used after etching in sodium picrate.

Results. A comparative analysis of the microstructure of the experimental heats of steels with a variable chemical composition has been carried out. The ratio of content in steel Si and Mn in the cast state and after deformation is established. A significant effect of the total deoxidation in steel on the formation of microhardness inhomogeneity over the cross section of a carbon steel ingot and microinhomogeneity of the structure of individual sections is shown. It was found that after deformation, the central zones turned out to be the most worked out (especially for steel with a chemical composition within the EAIN grade, characterized by an increased content of Mn).

Scientific novelty. The study of the influence of fluctuations in the content of the basic elements of carbon steel leads to the development of ideas about the formation of a dendritic structure and segregation heterogeneity in railway axle steels.

Practical value. Knowledge of the principles of segregation formation is necessary to determine further modes of deformation and heat treatment not only for continuously cast billets or ingots, but also for final products.

Key words: carbon steels, railway axles, dendritic structure, chemical heterogeneity, deformation work out.