

**В.С.Лучкин, В.Ф.Поляков, С.И.Семыкин, А.Ю.Борисенко,
Л.Г.Тубольцев**

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ЖИДКОЙ СТАЛИ ЗАКАЛОЧНО-МИКРОСТРУКТУРНЫМ МЕТОДОМ

С целью изучения первичной структуры жидкой стали использовали закалочно-микроструктурный метод анализа. Полученные данные позволяют трактовать жидкую структуру сталей, как состоящую в основном из различно ориентированных относительно друг друга группировок («зерен») в виде практически одноосных и очень мелкодисперсных δ -дендритов.

жидкая сталь, структура, группировки зерен, дендриты

Постановка задачи. Структура жидких чугунов может быть хорошо представлена с помощью закалочно-микроструктурного метода анализа. Этот метод довольно широко используется также при исследованиях аморфных сплавов и сталей. Для сталей, однако, он используется в основном с целью фиксации первичных твердых фаз путем закалки из жидко-твердого состояния. При этом в литературе отсутствует описание экспериментальных зафиксированных структур жидкостей и, тем более, обсуждение механизма их образования. В этой связи любые экспериментальные данные, способствующие развитию понимания жидких структур сталей, являются актуальными как с теоретической, так и с практической точек зрения.

Целью исследования являлось определение структуры жидких сталей с помощью закалочно-микроструктурного метода анализа, приведя при этом возможный механизм её формирования.

Состояние вопроса и методика исследования. Структура жидких чугунов заэвтектических и близких к эвтектическому составов, как показано в [1], имеет вид (рис.1,а) аустенито-цементитной эвтектики-ледебурита. Для доэвтектических чугунов, особенно близких по содержанию углерода к сталям, структура жидкости имеет вид (рис.1,б), по сути, решетки из тонкодисперсного аустенита на фоне указанной выше аустенито-цементитной эвтектики.

Структура жидких сталей, зафиксированная закалкой из жидко-твердого состояния, достаточно широко представлена в [2]. Наиболее характерная из них (рис.2) представлена на обложке издания, однако в данной работе целью исследования являлось исследование формирования первичной структуры при кристаллизации сталей и вопросы формирования структуры жидкой стали не обсуждались.

Уже приведенные на рис.2 литературные данные позволяют трактовать жидкую структуру сталей, как состоящую в основном из различно

ориентированных относительно друг друга группировок («зерен») в виде практически одноосных и очень мелкодисперсных δ -дендритов.

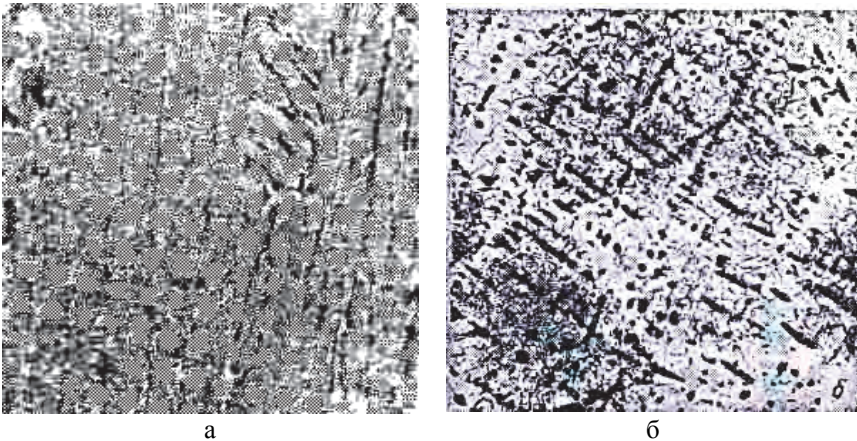


Рис.1. Микроструктура по [1]: а) образцов Fe–C сплава с 4,67% масс углерода, подвергнутых закалке от температуры плавления 1435⁰С после выдержки 3 мин; б) образцов Fe–C сплава с 3,6% масс углерода, подвергнутых закалке от температуры плавления 1320⁰С после выдержки 3 мин.

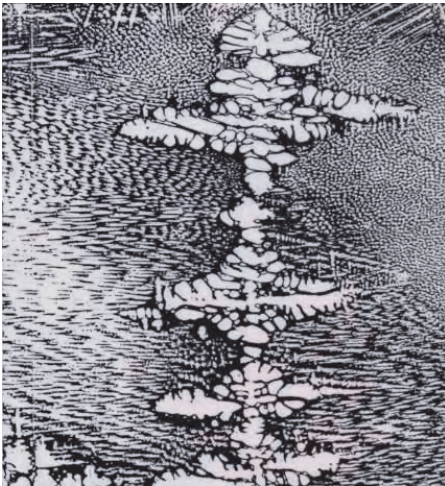


Рис.2. Микроструктура стали , полученная при закалке из жидко-твердого состояния [2].

При этом, в пределах каждой из группировок δ -дендриты ориентированы одинаково. Это указывает на то, что жидкость должна характеризоваться наличием хотя и очень мелких частиц δ , однако обладающих, как и кристаллы, дальним порядком. В процессе охлаждения при закалке они, очевидно, взрывовидно коагулируют, приобретая дисперсность, указан-

ную на рис.1,б. При этом взрывовидному характеру коагуляции в пределах каждого из объемов жидкости («зерен») способствует одинаковая ориентация частиц в этих объемах. Коагулируя, эти частицы начинают разветвляться в дендриты. Это позволило предположить, что подобное должно наблюдаться для чисто жидкого состояния сталей при температурах перегрева их над ликвидусом 1600-1650⁰С, соответствующих их промышленным условиям производства.

С целью подтверждения этого, по методике [2] проводились закалочные эксперименты с жидкой сталью, перегретой до ~ 1640-1650⁰С и содержащей 0,8 % С, 0,5 % Мn, 0,55 % Si, 0,042 % Р и 0,012 % S. Навески сталей массой 40 г, 10 г и 5 г помещались в алундовые тигли Ø 20 мм и высотой 5 мм и переплавлялись при указанной температуре. После 3-х минутной выдержки при температуре плавления жидкая сталь вместе с тиглем закаливалась в подсоленной воде, имеющей комнатную температуру. Различная масса жидкого металла обеспечивала разную скорость его закалики: минимальную для массы 40 г и максимальную для 5 г.

С целью выявления структуры закаленной жидкости, травление твердых шлифов сталей как в данном, так и в последующих экспериментах, производилось в горячем пикрате натрия, который оттеняет структуры сталей за счет содержания в них таких компонентов как кремний и фосфор. Микроструктуры указанной стали с различной массой, закаленной с тиглем из жидкого состояния, представлены на рис.3.

Изложение основных результатов исследования. Анализ этих структур показывает следующее. Независимо от скорости закалики структура жидких сталей во всех трех случаях представлена светлыми δ-дендритами на фоне темной составляющей, располагающейся между дендритами и в их междуветвиях. С увеличением скорости закалики разветвленность дендритов уменьшается от дендритной (рис.3,а) к дендритно-ячеистой (рис.3,б). Это свидетельствует о том, что в процессе «медленной» закалики первоначально существующие в жидкости δ-частицы с одинаковой ориентацией, подобные приведенным на рис.2, одновременно коагулируют и разветвляются. При этом более преимущественным процессом является разветвление. В случае же более «быстрой» закалики преимущественным становится процесс коагуляции.

Следует отметить, что с учетом данных [3] δ-дендриты должны быть представлены δ-железом и раствором углерода в δ-Fe или δ-ферритом. Сделанный по этим же данным расчет показывает, что объем δ-Fe (Fe₉) в этом случае составляет ~64%, а δ-феррита (Fe₉C) ~36%. При этом частицы δ-Fe имеют более высокую температуру плавления, поэтому в процессе закалики они должны кристаллизоваться в первую очередь. Кристаллизующийся впоследствии δ-феррит наслаивается на периферийные участки дендритов δ-Fe, образуя тем самым хорошо известную прямую

ликвацию углерода. Это подтверждается наличием своего рода «бахромы» на границах зерен (рис.3,б,е и, особенно, г).

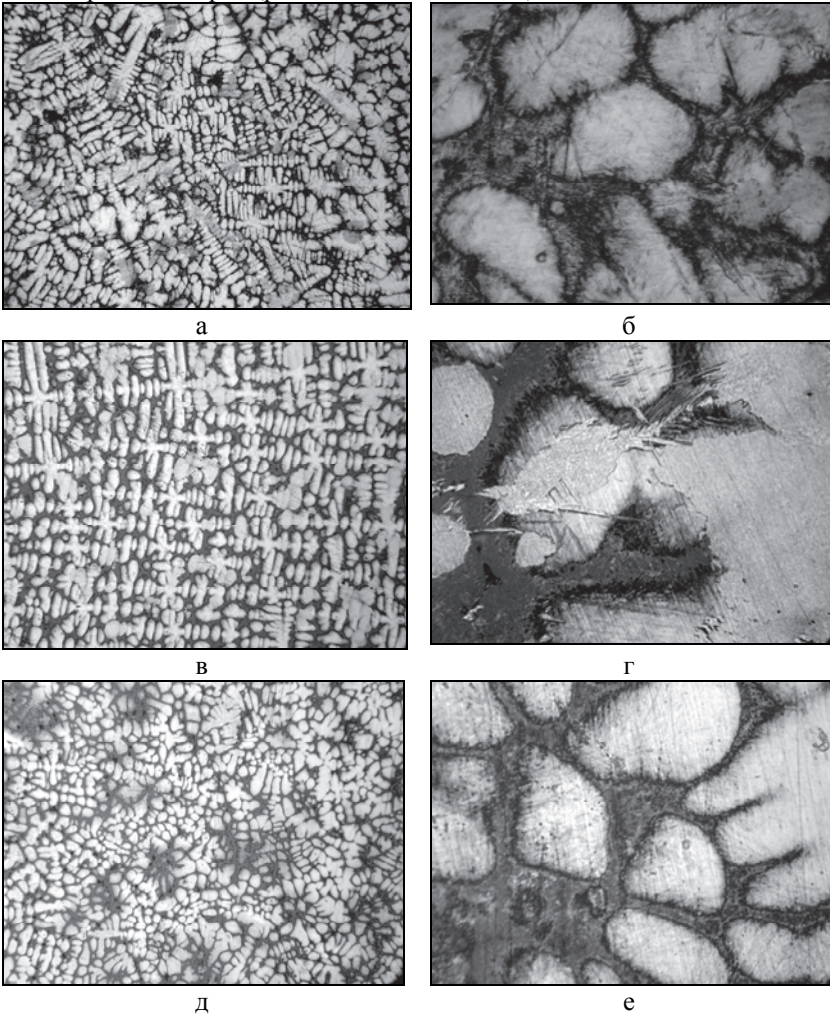


Рис.3. Структура жидкой стали (химсостав – 0,8%С, 0,5%Mn, 0,55%Si, 0,042%P, 0,012%S) после закалки от 1640-1650⁰С в алундовом тигле. а,б – масса металла 40 г; в,г, – масса металла 10 г; д,е – масса металла 5 г; а,в,д – х 100; б,г,е – х 1000.

Указанная «бахрома» является мартенситом, т.е. перенасыщенным раствором углерода в железе, который своими «иглами» врастает в остальную жидкость. Подобное наблюдается не только на периферии дендритов, но и внутри их по местам срастания дендритных ветвей высоких порядков (рис.4,а,б). При этом дендриты разделяются на своего рода

«дендритные блоки» – существовавшие в жидкости частицы δ -Fe и δ -феррита до их коагуляции при закалке.

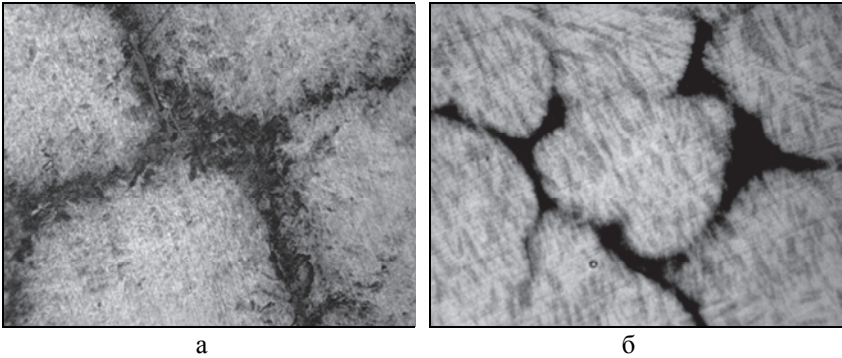


Рис.4. Виды блоков из δ -частиц в структуре жидкости массой 40 г до их коагуляции в процессе закалки стали от 1640–1650⁰С. а – для стали с 0,8%С, 0,5%Mn, 0,55%Si, 0,042%P, 0,012%S; б – для стали с 0,17%С; 0,25%Mn, 0,75%Si, 0,037%P, 0,014%S. Травлено пикратом натрия.

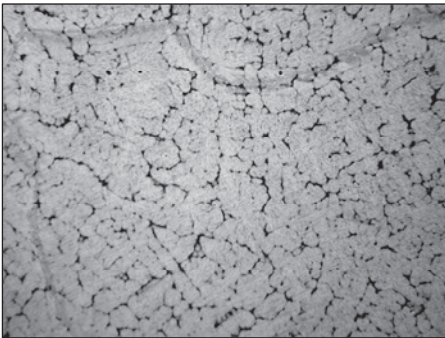


Рис.5. Структура, близкая к ячеистой, в стали с 0,17%С, 0,25%Mn, 0,75%Si.

Наблюдаемая между светлыми междуветвиями темная составляющая является результатом зафиксированной в процессе закалки структурой более легкоплавкой

жидкости, участвовавшей в общей структуре жидкости исследуемой стали до ее закалки. Структура этой легкоплавкой жидкости имеет сложный характер и базируется на основе окислов и других химических соединений из компонентов стали. При этом легкоплавкость этой жидкости обеспечивается наличием как фосфидной, так и сульфидной эвтектик.

С уменьшением содержания углерода от 0,8% до 0,17% размеры δ -дендритов увеличиваются, а их разветвленность уменьшается, приближаясь к ячеистой (рис.5).

В следующей серии экспериментов изучалась возможность получения более высоких скоростей закалки, т.е. значительно большего приближения наблюдаемой в твердом состоянии структуры к существующей в жидком состоянии. В это случае использовался так называемый метод «наморозки». В жидкую металлическую ванну погружался и мгновенно

переносился в подсоленную воду молибденовый пруток диаметром 8 мм. Закристаллизовавшийся в виде корочки толщиной 0,5–1,0 мм металл исследовался оптически с помощью микроскопа «Neofot-2».

Плавки осуществлялись в лабораторных условиях с помощью индукционной электропечи емкостью 200 кг. Для моделирования условий кислородно-конвертерной плавки после расплавления твердой шихты осуществлялась продувка жидкой ванны кислородом в течение 3-х минут. Конечное после продувки содержание углерода находилось на уровне 1,13-1,29% при исходном 4,1%. Осуществить продувку до более низких содержаний углерода не представлялось возможным из-за низкой стойкости тигля. Параметры экспериментальных плавков представлены в таблице.

Таблица. Параметры проб, отобранных методом намораживания от опытных плавков

№ плавки	Состав шихты	Температура отбора проб, °С	Продувка кислородом	Содержание элементов, %				
				C	Mn	Si	P	S
1	Чугун Л5	1350	нет	3,0	1,16	1,45	0,117	0,14
	Чугун Л5	1350	есть	1,26	0,23	0,03	0,061	0,042
2	Чугун Л5	1400	нет	2,51	0,60	1,76	0,136	0,083
	Чугун Л5	1350	есть	1,29	0,24	0,18	0,072	0,084
3	Чугун Л5	1500	нет	1,31	9,31	1,33	0,089	0,010
	Ст.110Г1 ЗЛ	1400	есть	1,13	3,21	0,18	0,051	0,020

Результаты металлографического анализа обсуждаемой серии проб показали следующее. Структура твердого доменного чугуна марки Л5, используемого в качестве шихты, является (рис.6,а) характерной, в основном, для серого чугуна с пластинчатым прямолинейным и гнездообразным по форме графитом и перлитной металлической матрицей (рис.6,б). На тонких кромок отдельных чушек чугуна наблюдаются (рис.6,в) отбеленные участки, формирующие структуру половинчатого чугуна. При этом, участки серой структуры, граничащие с участками белой структуры, имеют тонко дифференцированный междендритный графит (рис.6,г).

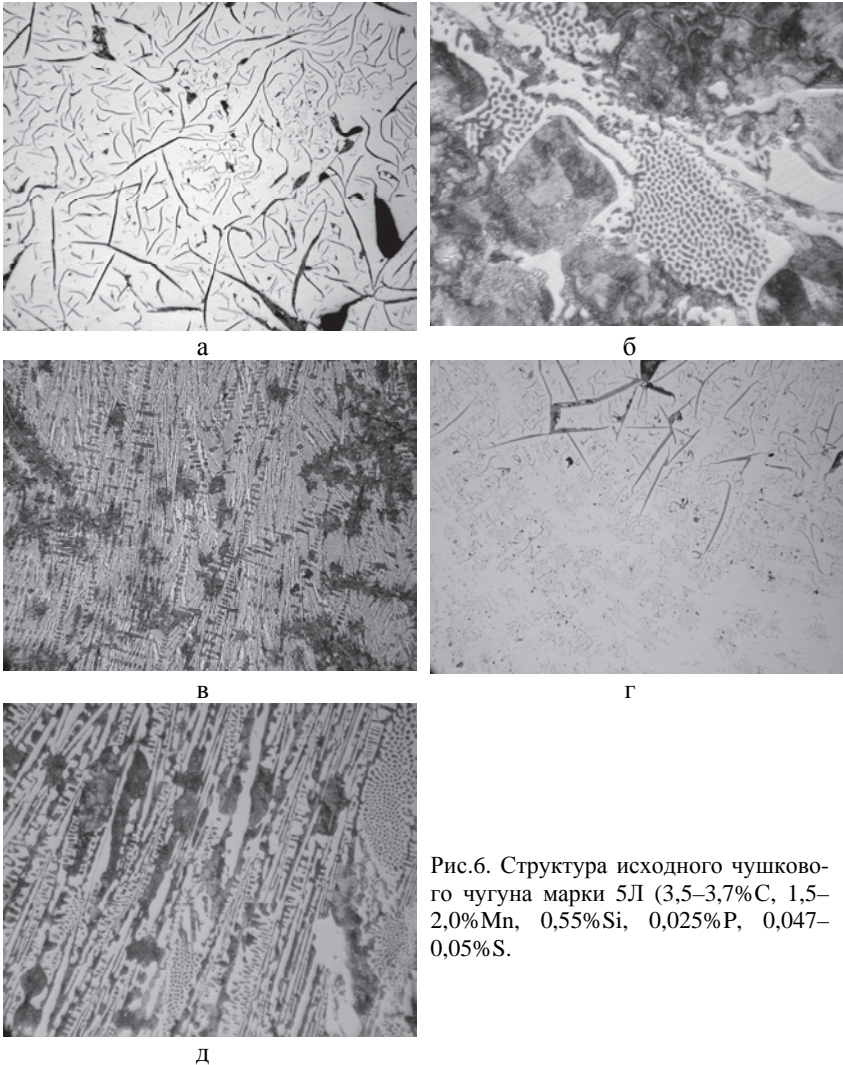


Рис.6. Структура исходного чугуна марки 5Л (3,5–3,7%С, 1,5–2,0%Mn, 0,55%Si, 0,025%P, 0,047–0,05%S.

«Наморозки» расплавов № 1 и 2 (таблица) до продувки жидкой ванны кислородом показали, что структура исходного твердого серого чугуна трансформируется при плавлении в структуру либо белого (рис.б,а,б), либо половинчатого (рис.б,в,г) чугуна. Это свидетельствует о том, что в процессе нагрева до температуры перегрева над ликвидусом графит растворяется в частицах железа и железо-углеродистых частицах, образуя тем самым более высокоуглеродистые частицы типа Fe_nC , как это уже отмечалось нами ранее. При этом, чем выше температура перегрева над

ликвидусом, тем полнее растворимость графита. Это следует из сравнения рис.7,а и рис.7,в, приведенных для сплава №1 при температуре 1350⁰С без продувки кислородом и для сплава №2 при температуре 1400⁰С.

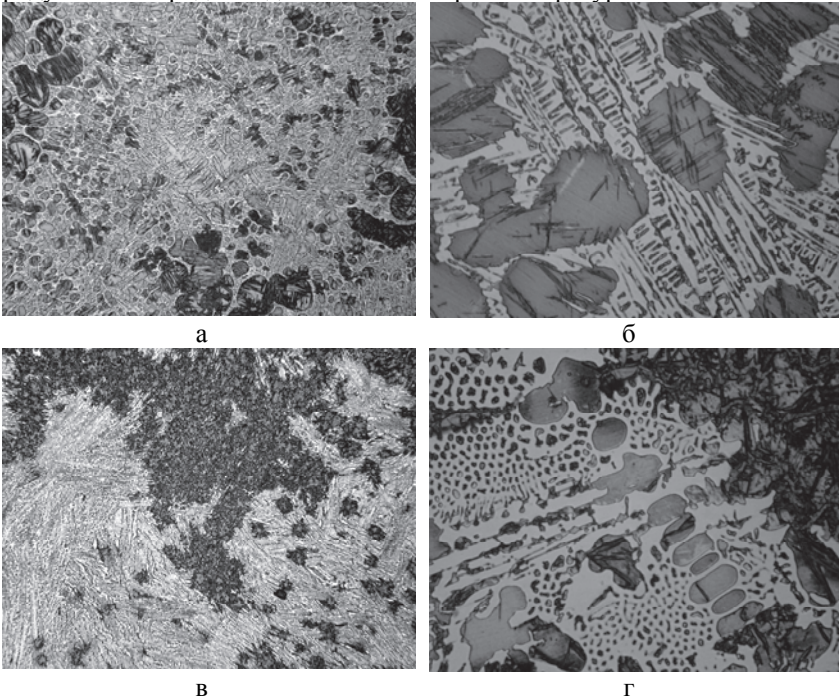
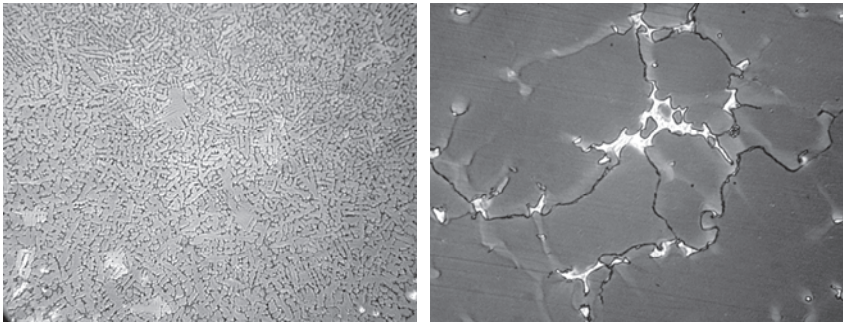


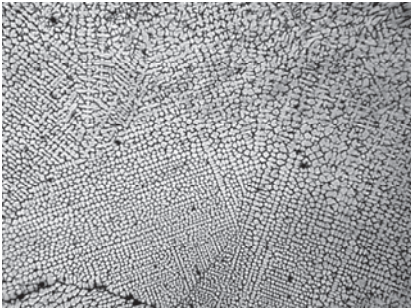
Рис.7. Микроструктура исходного чушкового чугуна после переплава. а, б – с содержанием углерода 3% при температуре 1360⁰С; в, г – с содержанием углерода 2,51% при температуре 1400⁰С.

Сплав №3 (таблица) до и после продувки кислородом представлен сталями заэвтектического состава с различным содержанием углерода и различной степенью легирования марганцем. Для стали с содержанием углерода 1,31% без продувки кислородом, по сравнению с заэвтектоидной сталью первой серии экспериментов с содержанием углерода 0,8%, зафиксирована намного более тонкодисперсная дендритная структура (рис.8,а), на границах и междуветвиях которой наблюдаются (рис.8,б) небольшие участки (в виде зерен) затвердевшей более легкоплавкой жидкости. Сложная структура этой легкоплавкой жидкости должна состоять из различных неметаллических частиц, в т.ч. входящих в состав жидких эвтектик, однако оптически это не различимо.



а

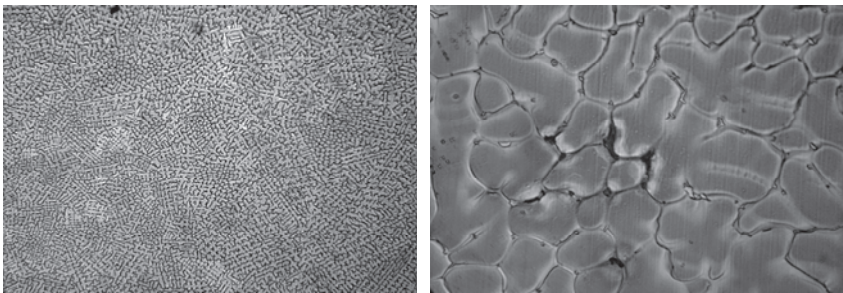
б



в

Рис.8. Микроструктура стали с 1,29%С, 0,18%Si, 0,24%Mn, 0,0072%P и 0,084%S при температуре 1350⁰С после 3-х мин продувки кислородом исходного чугуна (2,51%С, 1,76%Si, 0,60%Mn, 0,136%P и 0,083%S.

После 3-х мин продувки кислородом все три сплава (таблица) по содержанию углерода соответствовали заэвтектоидным сталям и имели структуры (рис.9) , аналогичные приведенным на рис.8.



а

б

Рис.9. Микроструктура стали с 1,13%С, 0,08%Si, 3,21%Mn, 0,051%P и 0,002%S при температуре 1450⁰С после 3-х мин продувки кислородом исходного металла (1,31%С, 1,33%Si, 9,31%Mn, 0,089%P и 0,010%S.

При этом структуры стали №1,2 с содержанием углерода 1,26% и 1,29% практически идентичны (рис.8,а,б). Структура сплава №3 с более низким содержанием углерода (1,13%) отличается более грубой дифференцировкой дендритов (рис.8,в), чем подтверждается вывод, сделанный

на первой серии экспериментов о том, что с уменьшением содержания углерода в расплаве составляющие жидкую структуру частицы становятся большими по размерам. Однако, приведенная на рис.8,а дендритная структура для наможенной заэвтектоидной стали №3 имеет более тонкодисперсную структуру. Это противоречие объясняется тем, что температура перегрева указанной стали над ликвидусом была максимальна и на 100-150⁰С превышала аналогичную для сплавов №1 и №2. Данный факт подтверждает вывод о том, что с увеличением температуры перегрева над ликвидусом дисперсность дендритной структуры увеличивается.

В целом вторая серия экспериментов показала, что в результате «наморозки» реализуется более высокая скорость закалки жидкой стали, фиксируя тем самым структуры, близкие к их жидкому состоянию. Еще более высокая скорость закалки жидкой стали (до 6000⁰С/сек) была достигнута в третьей серии экспериментов с помощью установки «стоп-закалка» [4], усовершенствованной в последующем [5].

Для сравнения исследовалась та же заэвтектоидная сталь, что и в первой серии экспериментов при закалке с тиглем, содержащая 0,8%С, 0,55%Si, 0,5%Mn, 0,042%Р и 0,012%S. Навески этой стали массой 0,5 г переплавлялись в печи после вакуумирования и последующего заполнения объема печи проточным аргоном при температурах 1600 и 1650⁰С, контролируемых с помощью пропорционально-дифференциального регулятора. Это позволило выдерживать заданные температуры в течение заданных 3-х мин. После 3-х мин выдержки жидкая сталь для закаливания сбрасывалась в 10% соляной раствор. В процессе экспериментов, проводимых авторами на оборудовании кафедры Национальной металлургической академии Украины (г.Днепропетровск), удалось получить образцы, пригодные для последующего металлографического анализа.

В сравнении с предыдущими сериями экспериментов была зафиксирована наиболее тонкодисперсная дендритная структура (рис.10,а,в,д), особенно по сравнению с таковой при закалке с тиглем. При этом, с увеличением температуры от 1600⁰С (рис.10,г) до 1650⁰С (рис.10,а) дисперсность дендритов увеличивается.

Данный эксперимент более ярко иллюстрирует положения о том, что богатые железом частицы жидкости (рис.10,б – продольные сечения, рис.10,в – поперечные сечения) имеют в пределах отдельных объемов жидкости («зерен») одинаковую ориентировку и коагулируют в жидком состоянии (рис.10,д) одновременно, начиная ветвиться в дендриты. Пространство между такими частицами и их междуветвиями имеют сложную структуру более легкоплавкой жидкости на основе неметаллических частиц, которые после закалки оптически не различимы.

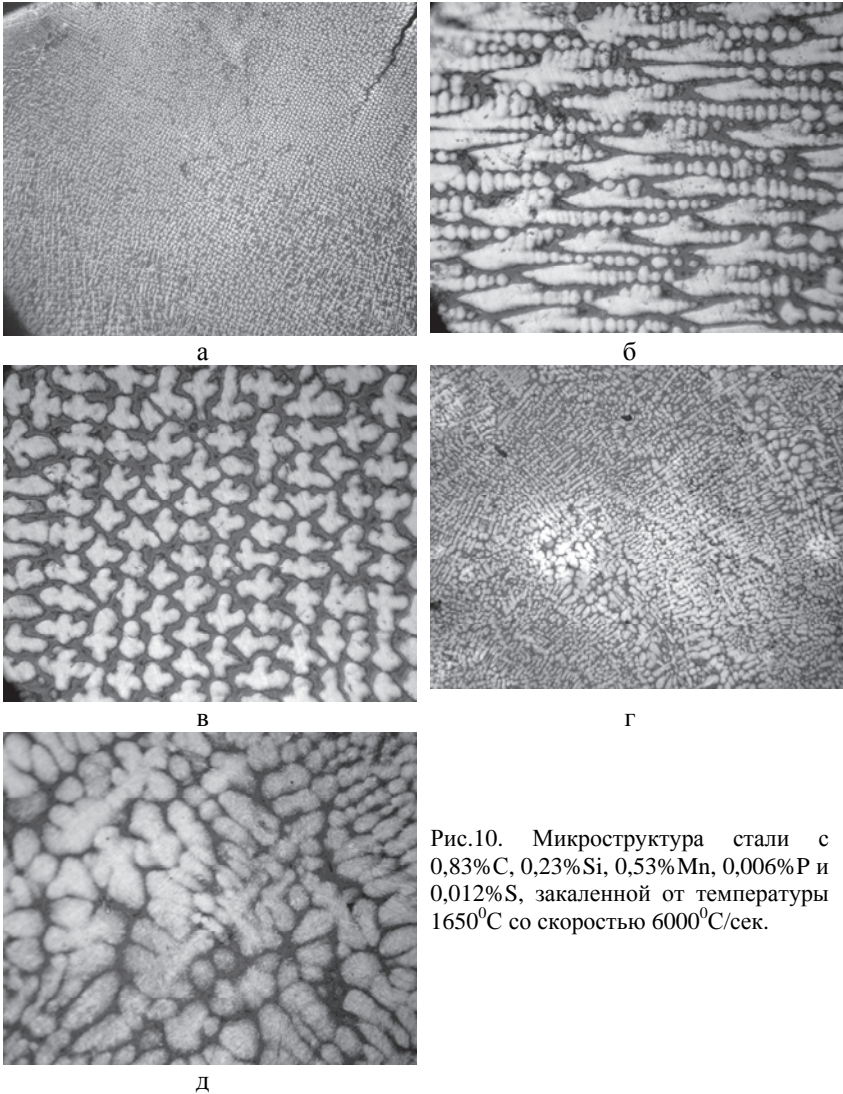


Рис.10. Микроструктура стали с 0,83%С, 0,23%Si, 0,53%Mn, 0,006%P и 0,012%S, закаленной от температуры 1650⁰С со скоростью 6000⁰С/сек.

Закключение. Таким образом, с использованием закально-микроструктурного метода фиксации структуры показано, что основу структуры жидкой стали при температурах промышленных перегревов составляют богатые железом частицы, обладающие дальним порядком и одинаково ориентированные в пределах отдельных объемов («зерен»)

жидкости. Такие частицы коагулируют в жидком состоянии, разветвляясь в дендриты с большой скоростью (взрывообразно) в процессе закалки.

Межчастичные пространства и междуветвия основной структуры после закалки имеют оптически неразличимую структуру жидкости, состоящей из неметаллических частиц.

Полученные данные позволяют трактовать жидкую структуру сталей, как состоящую в основном из различно ориентированных относительно друг друга группировок («зерен») в виде практически одноосных и очень мелкодисперсных δ -дендритов.

1. *Бунин К.П.* Кинетика кристаллизации чугуна / К.П.Бунин, В.С.Лучкин, И.В.Малик и др. // Сб. «Термодинамика, физическая кинетика структурообразования и свойства чугуна и стали». – М.: Metallurgy, 1971. – Вып. 4. – С.231-250.
2. *Яценко А.И.* Кристаллизация и первичная структура конструкционных сталей. / А.И.Яценко, В.Е.Хрычиков, Т.С.Хохлова и др. – Днепропетровск: Жур.фонд, 2010. – 226 с.
3. *Лучкин В.С.* Fe-C – диаграмма и структуры жидких метастабильных и стабильных сплавов / В.С.Лучкин, Л.Г.Тубольцев, В.П.Корченко и др. //Фундаментальные и прикладные проблемы черной металлургии. Сб.научн.трудов ИЧМ. – 2010. – Вып. 22. – С.199-212.
4. *Калинушкин Е.П.* Перитектическая кристаллизация легированных сплавов на основе железа. – Днепропетровск: Пороги, 2007. – 172 с.
5. *Балакин О.А., Денисенко О.І.* Програмно-апаратний комплекс на базі модернізованої установки для дослідження сталей методом «стоп-загаргування» //Системні технології. Регіональний міжвузівський збірник наукових праць. – Випуск 1 (60). – Дніпропетровськ, 2009. – С.173–181.

*Статья рекомендована к печати
докт.техн.наук, професором Э.В.Приходько*

В.С.Лучкин, В.Ф.Поляков, С.І.Семикин, О.Ю.Борисенко, Л.Г.Тубольцев
Дослідження структури рідкої сталі гартівно-мікроструктурним методом

З метою вивчення первинної структури рідкої сталі використано спосіб її фіксації за допомогою гартівно-мікроструктурного методу аналізу. Одержані дані дозволяють трактувати рідку структуру сталей, як таку, що складається, в основному, з зорієнтованих по-різному відносно один до одного угруповань («зерен») у вигляді практично одноосних і дуже дрібнодисперсних δ -дендритів.