УДК 621.78.08:621.784.6.06

ВЛИЯНИЕ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТЕРМИЧЕСКИ УПРОЧНЕННЫХ МАЛОУГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ ПРИ ОТПУСКЕ

д.т.н., проф. Л.Н. Дейнеко

Национальная металлургическая академия Украины, г. Днепропетровск

В истории развития науки о металлах известно много теорий, объясняющих физическую сущность процессов структурообразования и зависимость значений прочностных характеристик (пределов пропорциональности и текучести) от различных факторов. К наиболее ранним из них следует отнести работы отечественных ученых как Ашкенази, Беляева, Давиденкова, Одинга, Штейнберга и многих других, в которых еще до появления представлений о дефектах кристаллической решетки делались попытки теоретически обосновать появление линий Людерса, площадки текучести и других признаков, характеризующих процессы структурообразования в металлах и сплавах. Одной из наиболее убедительной, для первой половины X1X века, была теория Koster W (впоследствии к такой точке зрения присоединились Кунц и Закс), в которой главную роль в появлении пика и площадки текучести на диаграмме “напряжение - деформация” при испытании образцов на статистическое растяжение приписывалось третичному цементиту (в виде хрупкого скелета, препятствующего пластической деформации окружающих ферритных зерен), выделяющемуся из твердого раствора в α-железе при переохлаждении стали ниже A_{r1}. Исследования, проводимые учеными с прошлого столетия по настоящее время, продолжают вносить все новые данные о процессах структурообразования в сталях и сплавах при легировании, воздействии на них термической и комбинированных обработок. Это позволяет знать специфику поведения металла в различных условиях эксплуатации и прогнозировать уровень его свойств.

В настоящей работе автором обобщены результаты многолетних исследований малоуглеродистых сталей, подвергаемых упрочняющей термической обработке (переохлаждение аустенита с докритическими скоростями) и последующему отпуску в интервале температуру для получения наиболее рационального соотношения прочностных, пластических и вязких свойств. Основанием для проведения цикла исследований послужила необходимость создания промышленной технологии производства наиболее напряженных и ответственных элементов магистральных нефтегазопроводов – соединительных деталей диаметром до 1420мм и толщиной стенки до 80-100мм с уровнем прочности свыше 600 МПа ($\geq$X70), элементов опорных блоков морских платформ и др. Учитывая тот факт, что в ближайшие 10-20 лет из-за истощения материковых месторождений углеводородного сырья будут предприниматься практические шаги для масштабного освоения огромных (уже открытых) запасов перспективного топлива - метана в газогидратных залежах шельфа Черного, Азовского, северных морей, глубина залегания которых колеблется от 300м и более, научно-производственный комплекс стран СНГ должен быть готов к про-

мышленному производству высокопрочных металлоконструкций (морских платформ, труб, фитингов и т.д.) [1,2]. Многие страны мира (Япония, Индия, Китай США, Канада и др.) активно работают в этом направлении. По оценкам специалистов США мировые запасы океанического метана в составе его гидратов оцениваются от 76.46 трлн. кубометров до 198218,30 трлн. кубометров. А запасы метана в газогидратах глубоководной части Черного моря (напротив Крыма) оцениваются в 20-25 трлн. кубометров, которых могло бы хватить для обеспечения Украины на протяжении нескольких десятилетий. Поэтому работы по созданию передовых отечественных технологий производства толстостенных высокопрочных труб и соединительных деталей трубопроводов (СДТ), обеспечивающих металлу готовых деталей высокую прочность, вязкость, трещиностойкость, устойчивость к сероводородному растрескиванию, невозможно представить без упрочняющей термической обработки. Такие работы являются актуальными для международного сообщества.

В мировой практике производства толстолистового проката для последующего изготовления из него изделий ответственного назначения (сварных магистральных труб, соединительных деталей и др.) используются два способа:

-термомеханическая обработка толстолистового (~до 40 мм) проката регламентированного химического состава (точнее, разновидности ВТМО – контролируемая прокатка, процессы SHT (Sumitomo high toughness process) и TMCR (Thermo - mechanical controlled rolling-разработка фирмы Dillinger Hutte GTS) [3-7] и др.). При этом в режимах ТМО при производстве высокопрочного толстолистового проката обязательно используются ускоренное межклетьевое охлаждение металла и ускоренное переохлаждение проката после окончания деформации, что создает предпосылки для последующего распада и выделения из твердого раствора частиц вторичной фазы в виде карбидов, нитридов, карбонитридов и специальных карбидов (в зависимости от уровня легирования стали). Особенно эффективными такие технологии в листопрокатном производстве могут быть в случае использования тонких слябов, получаемых за счет совмещения непрерывной разливки стали с обжатием сляба и термоциклирования тонких слябов (после порезки);

-изготовление из толстолистового проката (свыше 40-45мм), полученного нормализационной прокаткой, готового сварного изделия (трубы, СДТ и др.) и его упрочняющая термическая обработка (нормализация, нормализация с отпуском, термическое упрочнение с отпуском, закалка с отпуском). При таком способе производства толстостенных изделий в процессе их термического упрочнения или закалки создается пересыщенный твердый раствор, в котором при последующем нагреве происходят структурные превращения, существенно изменяющие уровень механических свойств металла.

Знание закономерностей процессов структурообразования в термически упрочненных малоуглеродистых сталях при последующем отпуске и их влияние на изменение механических свойств и является целью проводимых исследований.

При проектировании металлоизделий ответственного назначения в качестве критериев эксплуатационной стойкости вводятся нормированные уровни

прочности (пределов прочности, текучести, либо пропорциональности); пластичности (относительное удлинение и сужение); вязкости. При этом в качестве критериев, характеризующих поведение металла при ударных испытаниях, используют:

-энергетические критерии – т.е. либо ударную вязкость (*KCU, KCV, DWTT и др.)*, либо только работу разрушения (*показания копра*). Известно, что работа разрушения образца состоит из двух составляющих – работы зарождения ($A_З$) трещины в металле и работы распространения ($A_Р$) трещины при испытании;

-количество вязкой и хрупкой составляющей в изломе ударного образца (В,%). Изломы образцов могут быть хрупкими, вязкими и смешанными. При этом составляющая ударной вязкости – работа распространения трещины и количество вязкой составляющей в изломе образца характеризуют один и тот же показатель металла – способность перехода из вязкого в хрупкое состояние (*порог хладноломкости - T_{50}, T_{90} и т.д.*), т.е. наиболее важный показатель вязкости металла.

Поэтому при проведении ударных испытаний образцов из опытных изделий использовались маятниковые копры Уральского трубного института и Челябинского политехнического института (ныне университета), которые позволяли производить разложение работы разрушения образцов на составляющие ($A_З$ и $A_Р$).

В связи с тем, что трубы и СДТ большого диаметра изготавливаются сварными, требования по свариваемости определяются углеродным эквивалентом. При этом результаты исследований [8] свариваемости трубных сталей показывают, что чем выше класс прочности металла труб и СДТ, диаметр изделия и толщина стенки, тем более низким должен быть углеродный эквивалент. Так, например, для труб класса прочности Х70 с толщиной стенки 25,4 мм требуются стали с $C_{ЭКВ.} < 0{,}34$ [9]. Поэтому для производства таких труб и СДТ используют стали с низким и сверхнизким содержанием углерода, что требует знания процессов структурообразования в таких сталях и использования наиболее эффективных способов упрочнения изделий, в т.ч. и для повышения свойств металла при отпуске после упрочняющей обработки. В ряде нормативных документов, регламентирующих уровень механических характеристик металла различных изделий, введен такой параметр, как отношение абсолютных величин предела текучести и предела прочности ($\sigma_т/\sigma_в$). Считается, что разница в абсолютных значениях предела прочности и текучести определяет запас пластичности металла изделия. При этом для деталей ответственного назначения, у которых одним из главных критериев работоспособности в условиях циклического нагружения (возможно в широком интервале температур) является высокий уровень сопротивления малым пластическим деформациям, в качестве нормируемого используется предел пропорциональности. Чем выше будет эта величина, тем меньше будут при приложенном напряжении неупругие и остаточные деформации, которые и определяют эффективность работы изделия.

Известно, что основными факторами повышения комплекса нормируемых механических свойств металла готовых деталей ответственного назначения являются:

а) твердорастворное упрочнение матрицы легирующими элементами, повышающими напряжения трения решетки и сопротивление движению дислокаций, повышающих устойчивость стали против отпуска:

б) упрочнение за счет фазовых превращений с последующим отпуском, создающим оптимальную субструктуру, реализующим дисперсионное упрочнение и вторичное твердение стали:

в) уменьшение размера зерна аустенита (соответственно и вторичной структуры):

г) получение дисперсных частиц вторичной фазы и равномерное их распределение в матрице:

д) уменьшение количества остаточного аустенита в структуре металла:

е) совмещение деформации мартенсита (бейнита) с последующим отпуском:

ж) снижение внутренних напряжений (особенно локальных пиковых микродеформаций):

При реализации любого из перечисленных механизмов упрочнения пределы пропорциональности, текучести будут тем выше, чем меньше будет в структуре стали остаточного аустенита и ниже уровень микродеформаций (остаточных напряжений) при максимальном количестве дисперсных частиц вторичной фазы, равномерно распределенных в матрице. Известно также [10,11], что микродеформации (особенно локальные), возникающие при закалке стали (термические и структурные), снижают значения прочности (особенно предела упругости). Это связано с тем, что места локальных перенапряжений в металле являются источниками пластической деформации при пониженных нагрузках. Поэтому способы устранения таких локальных пиковых напряжений в металле изделий приводят к существенному повышению сопротивления малым пластическим деформация, т.е. к увеличению пределов упругости и пропорциональности. Наличие остаточного аустенита в структуре закаленной стали также снижает прочность металла, примерно 50 МПа на каждый процент $A_{ОСТ.}$.

Для металлоизделий, изготовленных из малоуглеродистых и низколегированных сталей, пластичность которых существенно выше по сравнению с средне- и высокоуглеродистыми и легированными, в качестве нормируемого значения прочности для расчетов используется предел текучести. На кривой деформации (ε=const) различают нижний, верхний (в случае наличия зуба текучести и площадки – физического предела текучести) и так называемый условный предел текучести (в том случае, если отсутствует площадка и напряжение, соответствующее условному пределу текучести, фиксируется по определенной величине пластической деформации).

Анализ возможных механизмов упрочнения конструкционных сталей показывает, что повышение комплекса механических свойств металла готовых СДТ с толщиной стенки свыше 25-30 мм целесообразно осуществлять, прежде всего, за счет термической обработки, при которой реализуются наиболее

универсальные факторы - измельчение зеренной структуры, частичная или полная замена перлитной составляющей структуры на бейнит или мартенсит, создание в металле субструктуры по типу ячеистой или полигонизованной и получение большого количества дисперсных частиц вторичной фазы, равномерно распределенных по объему металла за счет правильно выбранных параметров термоупрочнения и температуры отпуска [12]. Целесообразность применения для готового сварного изделия высокотемпературной аустенитизации на стадии финишной термообработки обусловлена еще и необходимостью улучшения структуры и свойств металла сварного соединения.

Известно, что оптимальный комплекс механических свойств в металле готовых труб и СДТ с уровнем прочности ≤600 МПа возможно достичь при получении мелкозернистой (≥10-11 номер зерна) феррито-перлитной структуры, а для обеспечения более высокого уровня прочности металлу деталей необходимо перлитную составляющую микроструктуры заменить на бейнит или мартенсит. При этом желательно измельчение аустенитного зерна и вторичной структуры до уровня ≥12-13 номера зерна с целью повышения прочности, уровня низкотемпературной ударной вязкости и снижения порога хладноломкости.

К основным вопросам, потребовавших глубокого изучения с целью научного обоснования параметров промышленной технологии термического упрочнения толстостенных сварных труб и соединительных деталей магистральных нефтегазопроводов, относятся:

- параметры аустенитизации, способствующие гомогенизации аустенита сварного металла, измельчению аустенитного зерна, максимальному использованию уровня легирования сталей (с точки зрения твердорастворного упрочнения и упрочнения за счет выделения дисперсных частиц вторичной фазы при последующем отпуске):

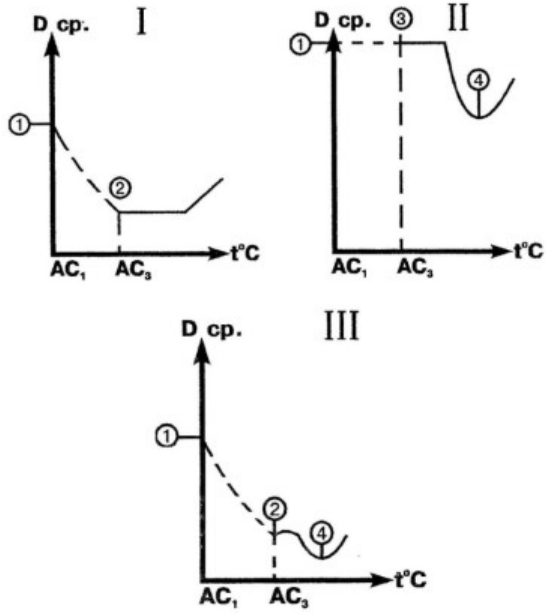
- температурно-временные параметры процесса охлаждения указанных сталей из однородного аустенитного состояния для обеспечения максимально возможного пересыщения твердого раствора (в конкретном случае феррита - структурно свободного и феррита в структурных составляющих) атомами внедрения:

-приемлемые степени переохлаждения металла при термоупрочнении СДТ, обеспечивающие минимальный уровень остаточных напряжений (определяющих степень коробления торцов деталей) и уменьшающие вероятность образования флокенов в случае повышенной концентрации водорода в штрипсовых сталях;

-наиболее эффективные температурно-временные параметры отпуска термоупрочненного металла с двухфазными структурами с целью достижения требуемого уровня механических свойств в металле готовых СДТ:

В учебной и технической литературе в настоящее время известны три возможных механизма образования аустенита при нагреве сталей выше критических температур (рис.1), учитывающие исходное структурное состояние металла. При рассмотрении процесса нагрева изделия до температуры аустенитизации необходимо различать общую скорость нагрева ($\mathbf{V_H}$) и скорость нагрева металла при фазовых превращениях ($\mathbf{V_Ф}$). Важным фактором, влияю-

щим на процессы структурообразования при нагреве и аустенитизации, является скорость нагрева металла (**$V_Ф$**) при прохождении интервала температур от A_{C1} до A_{C3} и до заданной. Установлено, что $V_Ф$ имеет определяющее значение на состояние аустенита через такие параметры, как число центров кристаллизации (число зародышей), скорость роста частиц, степень фазового наклепа, уровень дефектности аустенита и др.



1-медленный нагрев;
П-медленный нагрев предварительно перегретой и закаленной стали;
Ш- ускоренный нагрев
1-размер зерна исходной структуры (т.е. аустенитное зерно после предварительной обработки);
2-начальное зерно аустенита при финишном нагреве;
3-«восстанов-ленное» зерно аустенита;
4-рекристал-лизованное зерно аустенита

Рис. 1. - Известные схемы изменения величины зерна аустенита при непрерывном нагреве стали до аустенитного состояния (Садовский В.Д., Лисицкая Л.А.)

Из анализа первого варианта аустенитизации (рис.1, 1), наиболее часто реализуемого в практике, видно, что размер аустенитного зерна после достижения температуры, превышающей A_{C3} на 30-50^{0}С (традиционная температура аустенитизации), измельчается по сравнению с исходным состоянием. Последующий нагрев выше этой температуры до определенного значения (до температуры порогового роста аустенитного зерна) не приводит к существенному росту зерна аустенита. И только при превышении порогового уровня температуры происходит резкое укрупнение зерна аустенита. При этом варианте аустенитизации измельчение аустенитного зерна возможно один раз.

Второй вариант аустенитизации (рис.1, П,), связывают с явлением, которое в технической литературе получило название структурной наследственности (один из аспектов). Из практики термической обработки различных металлоизделий известно, что возможно получение крупного зерна аустенита на предварительных стадиях передела заготовок металла (например, при завер-

шении горячей деформации в высокотемпературной области, т.е. существенно выше A_{C3}, или при проведении предварительных высокотемпературных отжигов), из которого после охлаждения в крупном действительном зерне аустенита образуется мартенситная или бейнитная структуры. Когда такой металл поступает на финишную упрочняющую термическую обработку при его нагреве с определенной скоростью выше A_{C3} вместо получения мелкого аустенитного зерна образуется крупное аустенитное зерно – наследуется размер зерен аустенита, характерный для предварительной обработки.Такая структурная наследственность, проявляющаяся в восстановлении крупного аустенитного зерна при финишной аустенитизации (рис.1, П) приводит к получению при разрушении металла камневидного излома, образование которого объясняется барьерным действием выделений и сегрегаций примесей на границах бывшего аустенитного зерна и получением кристаллографически ориентированной структуры (М или Б) из крупного аустенитного зерна при предварительной обработке. Это явление не позволяет получать оптимальный комплекс свойств после финишной термической обработки и поэтому усилия многих ученых было направлено на выяснение причин такой структурной наследственности и методов ее предотвращения. Были установлены причины такого явления и предложено несколько технологических приемов, позволяющих избегать такого структурного наследования крупного аустенитного зерна при финишной термообработке.

Большой практический и научный интерес представляют обнаруженная К.А. Малышевым, В.Д. Садовским, Б.Г., Браун М.П, Сазоновым и исследованная В.И Архаровым, Ю.Д. Козмановым, С.С. Дъяченко и др. учеными перекристаллизация аустенита при определеных температурах, обусловленная внутрифазовым наклепом (т.е. аустенит в высокотемпературной области – значительно выше A_{C3} начинает претерпевать измельчение, подобно рекристаллизации наклепанного феррита). Анализ результатов исследований различных авторов показывает, что при соблюдении определенных технологических принципов возможно измельчить наследуемое зерно аустенита за счет перегрева выше традиционной температуры стали до температур *точки b Чернова*. При реализации такого режима аустенитизации размер зерна аустенита при нагреве обусловливается не только протеканием фазового $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения при достижении критических точек, но и последующей рекристаллизацией аустенита, вызванной фазовым наклепом за счет объемных изменений в процессе превращения при нагреве металла.

Было установлено, что при реализации второго варианта аустенитизации сталей (рис.1, П) следует различать два этапа структурообразования, которые по температуре могут не совпадать:

-фазовую перекристаллизацию при нагреве выше A_{C3} (*образование аустенита);*

-структурную перекристаллизацию (*т.е. измельчение ранее образовавшегося крупнозернистого аустенита по механизму рекристаллизации – в процессе дальнейшего нагрева в аустенитной области до температур точки b Чернова*).

При явлениях структурной наследственности в металле после первой стадии (*фазовой перекристаллизации*) отсутствует вторая стадия - структурная перекристаллизация аустенита.

На основании анализа полученных экспериментальных данных ученые пришли к выводу, что точка b Чернова является температурой действительной рекристаллизации аустенита стали и изменения “физической структуры” в отличие от точки A_{C3}, при которой происходит изменение “химической структуры”. Превышение температуры точки b Чернова над A_{C3} может достигать различных уровней для разных сталей, примерно на 150 - 250^{0}C.

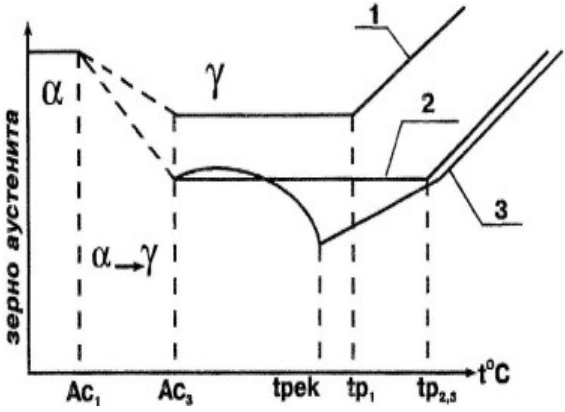
Установлено, что рекристаллизация крупнозернистого аустенита при его перегреве относительно традиционных температур аустенитизации (A_{C3} + 30…50 ^{0}C) до температур точки b Чернова является следствием фазового наклепа аустенита. Известно, что фазовый $\alpha\rightarrow\gamma$ переход в сталях при нагреве сопровождается уменьшением объема металла, т.е. объем металла с структурой феррита (ОЦК решетка) при переходе в аустенит (ГЦК решетка) уменьшается. Такое объемное изменение в сталях является анормальным, т.к. обычно низкотемпературная модификация при переходе в высокотемпературную увеличивает объем за счет уменьшения плотности упаковки атомов (как, например, $\gamma\rightarrow\varepsilon$). Если считать, что такой фазовый переход происходит в упругой среде, то в результате изменения объема металла образуются радиальные и тангенциальные напряжения, уровень которых может достигать и даже превышать значений предела текучести этого металла. Это приводит к повышению уровня дефектов кристаллической решетки (дислокаций прежде всего) до величины порядка 10^9 см$^{-2}$. Фазовый наклеп - это повышение плотности дефектов кристаллической решетки в новой фазе (в аустените в данном случае) в результате фазового превращения. Применительно к сталям это переходы, происходящие при нагреве и охлаждении выше и ниже критических точек ($\alpha\rightarrow\gamma\rightarrow\alpha$ превращение). О возможности такого наклепа при фазовых перехода писал еще в 1915 году профессор Петроградского Политехнического института М.Г. Окнов. На этом принципе основана и идея осуществления упрочняющей термической обработки фазовым наклепом.

Применительно к рассматриваемому явлению - фазовому наклепу аустенита при превышении температуры нагрева выше традиционных, существующие теории объясняют повышение плотности дефектов в образовавшемся аустените за счет разности удельных обьемов (например, был М, стал А), из-за возникновения термических и структурных напряжений при нагреве металла.

Известно, что фазовое превращение в металлах и сплавах, происходящее в твердом состоянии, по концентрационному признаку подразделяют на диффузионные и бездиффузионные (мартенситные или сдвиговые) по отношению к атомам растворенного элемента – углероду. Возможен вариант реализации смешанного типа превращения, т.е. превращение начинается по диффузионному механизму, а при достижении определенный условий в системе происходит смена диффузионного на сдвиговый механизм. Это возможно в тех случаях, когда при термической обработке скорость нагрева меняется. Бездиффузионное (сдвиговое) $\alpha\rightarrow\gamma$ превращение может реализовываться и при не высоких скоростях нагрева в том случае, если на предварительной стадии в стали было

получено крупное зерно аустенита (перегрев), а процесс последующего охлаждения способствовал реализации бейнитного или мартенситного превращения. В таком случае, при нагреве выше A_1 реализуется сдвиговое превращение и из игольчатой (кристаллографически упорядоченной) структуры образуется (наследуется) крупное аустенитное зерно. Этим объясняется один из аспектов структурной наследственности, обнаруженный еще Д.К. Черновым. При такой схеме возможно измельчить аустенитное зерно только при достижении температурного интервала (точка b Чернова), при котором происходит структурная перекристаллизация крупнозернистого аустенита.

Наибольший интерес вызывает третий вариант аустенитизации (рис.1, Ш и рис.2, режим 3), описаный в работах Лисицкой Л.А.[13], при реализации которого возможно дважды измельчить зерно аустенита – после фазового $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения и при дальнейшем нагреве металла до температур структурной перекристаллизация (точка b Чернова) наклепанного мелкозернистого аустенита..

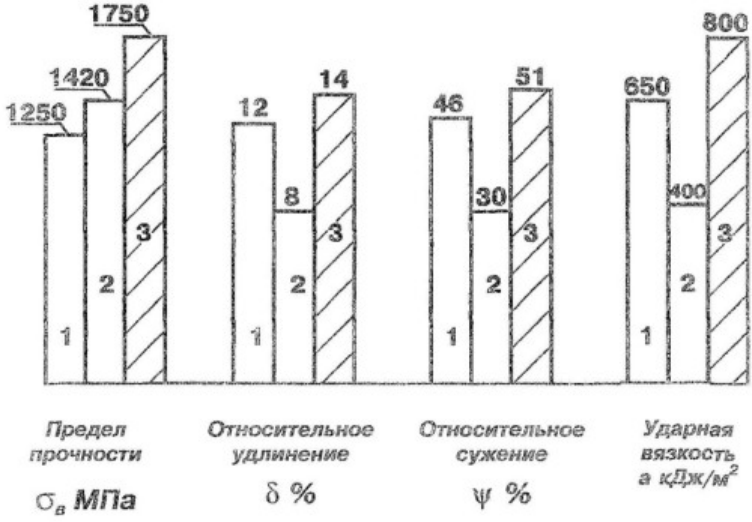


t_{PEK} – температура рекристаллизации наклепанного аустенита;
t_P- температура порогового роста аустенитного зерна;
1-медленный нагрев до температуры аустенитизации ($V_H \approx 0{,}07\ ^0C\backslash c$);
2-нагрев с средней скоростью в интервале $A_1 \ldots t_A$ ($V_Ф \approx 3\ ^0C\backslash c$);
3-нагрев с средней скоростью в интервале $A_1 \ldots t_A$ ($V_Ф \approx 5\ ^0C\backslash c$);

Рис.2 - Схема влияния температуры и скорости нагрева на величину аустенитного зерна наследственно мелкозернистой стали (Лисицкая Л.А.)

При этом температура порогового роста аустенитного зерна и возможность возникновения фазового наклепа с последующей структурной перекристаллизацией аустенита зависят от ряда факторов (*исходного структурного состояния стали, скорости нагрева (*$V_Ф$), *температуры аустенитизации и др. – сравнить кривые 1-3 на рис.2).* Для получения мелкого и даже сверхмелкого аустенитного зерна производят нагрев стальных изделий в области фазовых превращений с определенной скоростью ($V_Ф$) до температур структурной перекристаллизации аустенита, практически исключают изотермическую выдержку и фиксируют вторичную структуру, образующуюся в мелком и сверх-

мелком зерне аустенита при закалке (*рис.2, кривая 3).* При этом прочностные характеристики стали возрастают ≥30% по сравнению с традиционными режимами обработки (*рис.2, кривая 2)*, но пластические и вязкие свойства остаются на достаточно низком уровне (*режим 2 гистограммы - рис.3*). Из рис. 3 наглядно видны преимущества режима термической обработки, характерные для кривой 3 на рис.2.



Предварительная обработка стали 30Н3МДФА – отжиг.
Финишные режимы:
1-стандартная термообработка - З 900^{0}С +О 550^{0}С ($V_Н$ ≈0,07 ^{0}С\с);
2-термообработка(З 800^{0}С + О 200^{0}С) с ускоренным нагревом ($V_Ф$ ≈5 ^{0}С\с);
3 – термообработка (З 950^{0}С +О 200^{0}С) с ускоренным нагревом ($V_Ф$ ≈5 ^{0}С\с

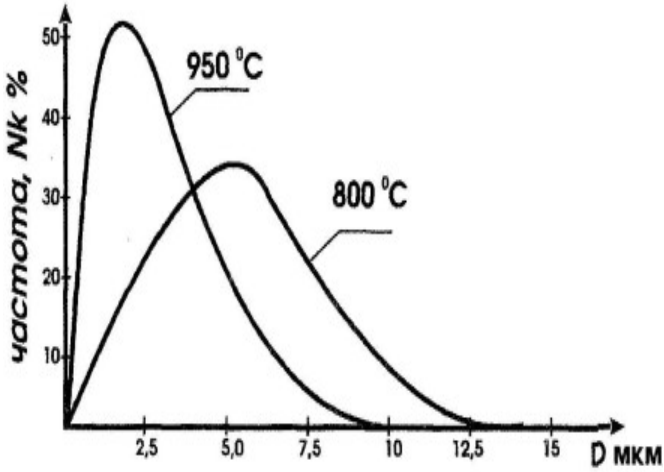
Рис. 3 Механические свойства стали 30Н3МДФА после различных режимов закалки и отпуска (Лисицкая Л.А.)

В работах Лисицкой Л.А и др. установлено, что при получении мелкого зерна А (*кривая 3, рис.2*) в нем сохраняется состояние наклепа и это обусловливает после закалки (и даже последующего отпуска) низкие уровни пластических и вязких свойств. И только при реализации режима нагрева, обеспечивающего получение мелкого зерна аустенита (*кривая 3, рис.2*), в котором за счет начальных стадий рекристаллизации устраняется наклеп (*т.е. температура аустенитизации выше $t_{РЕК}$ на кривой 3)* возможно получить уникальный комплекс механических свойств, сочетающий высокую прочность, пластичность и вязкость (*сравнить режимы и свойства на гистограмме, рис.3*) при более низкой температуре последующего отпуска. При разработке способов термического упрочнения различных металлизделий ответственного назначения (патенты РФ: 2256705; 2279487 и др., а также а.с. 1373735) авторами использовался такой технологический прием, как повышение температуры ау-

стенитизации выше традиционных значений. Но при отработке параметров нагрева в указанных технических решениях автором не проводились металлографические исследования с целью определения размера действительного аустенитного зерна, а только устанавливалась зависимость температуры аустенитизации и уровня ударной вязкости на образцах Шарпи, что косвенно служило критерием оценки размера зерна. Повышение температуры аустенитизации выше традиционной для многих марок низколегированных сталей целесообразно (кроме возможности реализации режима 3 на рис.3) еще и для достижения более полного растворения частиц вторичной фазы и гомогенизации аустенита, что очень важно для металла сварного шва в сварных изделиях.

Повышение однородности аустенита приводит к увеличению его устойчивости в перлитной области и к расширению промежуточной области превращения аустенита в сторону меньших скоростей охлаждения [14,15]. Температура аустенитизации и время выдержки при ней влияют на количество α-фазы, выделяющейся при последующем охлаждении доэвтектоидной стали. Так в работе [16] показано, что с повышением температуры аустенитизации стали 25 от 880^0C до 1200^0C, с последующим охлаждением до различных температур межкритического интервала и изотермической выдержке при них, количество образующейся α-фазы при всех изотермических выдержках повышается. Продолжительность выдержки при температурах аустенитизации уменьшает количество образующейся α-фазы. Исследования показывают[17], что повышение температуры аустенитизации при термообработке приводит не только к увеличению предела текучести, но и вязкости разрушения.

При режиме аустенитизации (рис.2, режим 3) измельчение аустенитного зерна (*по сравнению с исходным*) происходит дважды – после фазового $\alpha \rightarrow \gamma$ перехода и после достижения температуры структурной перекристаллизации (*точка b Чернова находится между A_{C3} и t_{PEK} на кривой 3, рис.2*). А превышение температуры выше точки t_{PEK} (или увеличение длительности выдержки) приводит к устранению фазового наклепа в аустените. Кривые распределения размеров зерен аустенита в стали 30Н3МДФА (рис.4) после аустенитизации по режиму 3, рис.2 при различных температурах наглядно показывают преимущество аустенитизации при температуре выше точки b Чернова, т.е. при 950^0C для конкретной марки стали. Варьируя температурой аустенитизации возможно также изменять и степень разупрочнения термически упрочненной стали при последующем отпуске. Это связано с равномерностью распределения углерода и легирующих элементов в твердом растворе и с повышением температуры начала перераспределения этих элементов между α-фазой и цементитом при отпуске [18]. Следующим этапом любого режима упрочняющей термической обработки является выбор скорости охлаждения металла (определяется закалочной средой и ее параметрами) от температуры аустенитизации и способ охлаждения (непрерывное или прерванное охлаждение, купанием и т.д.). Достижение определенной интенсивности охлаждения металла при термическом упрочнении позволяет целенаправленно реализовывать требуемые механизмы распада переохлажденного аустенита с получением заданного структурного состояния.



Термообработка с ускоренным нагревом ($V_Ф$ ≈5 ^{0}C\с). Предварительная обработка стали – отжиг.

Рис.4 Кривые распределения зерен аустенита стали 30Н3МДФА в зависимости от температуры закалки. Температура завершения $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения для этой стали ~800^{0}С (Лисицкая Л.А.)

Из исследований различных авторов известно, что для получения уровня прочности в штрипсовых сталях ≥Х70 соотношение структурных составляющих должно быть в пределах- 60-80% феррита, 40-20% бейнита (перлита+ бейнита) или мартенсита [19,20]. Кроме этого интенсивность охлаждения определяет также степень пересыщения твердого раствора по углероду и легирующим элементам, уровень термических, структурных напряжений и плотность дефектов кристаллической решетки.

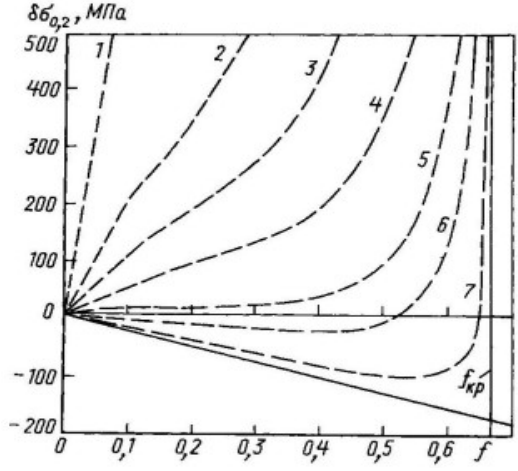
Исходя из необходимости получения такого соотношения структурных составляющих в металле готовых СДТ необходимо хорошо представлять закономерности процессов структурообразования, происходящих в металле при ускоренном охлаждении аустенита с образованием при $\gamma \rightarrow \alpha$ пересыщенного углеродом структурно свободного феррита и феррита упрочняющей фазы, а также процессы структурообразования при последующем отпуске.

Анализ достижений в области металловедения и термической обработки показывает, что определение концентрации углерода в ферритной составляющей сталей, произведенное в начале Х1Х (например, данные Koster W. и др.), соответствовало 0,043%С при 700^{0}С и 0,006% при 20^{0}С. Более поздние исследования показали [21], что в феррите, образовавшемся при $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении в равновесных (без переохлаждения) условиях максимальная концентрация углерода (0,008-0,016 % С, вес.) в твердом растворе соответствует температуре 723^{0}С. И только в наше время уральскими учеными были уточнены и дополнены эти данные, которые показали возможность гораздо большего пересыщения феррита углеродом – до 0.06% в интервале температур 500-550^{0}С при

ускоренном охлаждении стали из аустенитного состояния [22]. Содержание углерода в феррите на границе с цементитом (при феррито-перлитном превращении) не превышает 0,005% С [23-25]. Эти результаты позволяют с большим пониманием трактовать процессы структурообразования (и управлять ими) в сталях, в которых феррит присутствует как в структурно-свободном состоянии, так и в составе перлита или бейнита.

При выборе механизмов упрочнения метала СДТ или труб при последующем их отпуске исходили из известных принципов:

-достигнуть существенного упрочнения метала изделий при отпуске за счет дисперсионного твердения при выделении Fe_3C или легированного цементита (или вторичноготвердения при выделении специальных карбидов, карбонитридов и др.) возможно [26] в том случае, если они будут соответствующей степени дисперсности и в достаточном количестве (рис. 5).



Размер частиц, d , нм:
1 – 4; 2 – 35; 3 – 70; 4 – 140; 5 – 350; 6 – 1000; 7- 3500.

Рис.5 - Зависимость условного предела текучести ($\sigma_{0,2}$) матрицы от доли упрочняющей фазы (f) при введении в нее дисперсных неперерезаемых частиц, (d, нм). [26]

-скорость распада пересыщенного твердого раствора зависит от скорости охлаждения сплавов при закалке от высоких температур и от степени его пересыщения. Результаты ранних исследований W.Koster, D. Turnbull, А.Гинье и др., а также [27], показывают, что чем выше скорость охлаждения при закалке, тем больше скорость выделения избыточной фазы из пересыщенного раствора. Это объясняется повышенной концентрацией вакансий и закалочных напряжений, которые воздействуют как пластическая деформация и ускоряют процесс распада с выделением частиц вторичной фазы. С увеличением скорости закалочного охлаждения параметр кристаллической решетки растет, т.к. увеличивается степень пересыщения твердого раствора. Скорость распада

пересыщенного твердого раствора растет с увеличением скорости охлаждения металла при закалке, соответственно с увеличением степени его пересыщения. При этом повышение концентрации вакансий увеличивает скорость выделения новой фазы [28]. Микроскопические исследования показывают, что в металле после различных скоростей охлаждения распад твердого раствора и выделения частиц вторичной фазы происходят на границах зерен и двойников. При этом выделения на границах двойников чаще наблюдаются при распаде твердого раствора, испытавшего более резкую закалку. Размеры частиц вторичной фазы, выделяющиеся из пересыщенного твердого раствора при последующем нагреве металла, существенно более мелкие для варианта резкой закалки. Это объясняется неравновесной концентрацией вакансий, повышением плотности дислокаций, ускорением процесса перераспределения примесных атомов и выделением дисперсных частиц вторичной фазы. При этом после резкой закалки распад пересыщенного твердого раствора происходит наиболее полно и в более короткий срок. Еще одной особенностью металла, подвергнутого резкой закалке, является большая устойчивость к разупрочнению при последующем нагреве (по сравнению с этим же металлом, подвергнутым медленному охлаждению). Это объясняется степенью дисперсности частиц вторичной фазы, выделившейся при нагреве резко закаленного твердого раствора. Для таких частиц требуется большее время для их роста до критического размера (по сравнению с мягко закаленным металлом с более крупными частицами карбидов, выделившимися на первых стадиях отпуска), после чего начинается разупрочнение металла или сплава. В работах многих исследователей отмечается, что при реализации различных схем термического и термомеханического упрочнения сталей с немедленным резким охлаждением аустенита мартенсит претерпевает уже частичный распад в процессе охлаждения, т.е. диффузионные процессы успевают пройти в мартенсите даже в течение короткого времени закалки. Это подтверждается и данными работы [29], в которой отмечается, что в случае проведения резкой закалки сразу после деформации углеродистой стали (ВТМО) при последующем низком отпуске процесс распада мартенсита ускоряется как на стадии закалочного охлаждения, так и при последующем низком отпуске по сравнению с режимом резкой закалки без деформации аустенита. Аустенит, который подвергался резкому охлаждению при обычной закалке и ВТМО, отличался по целому ряду параметров (степени дефектности кристаллической решетки, характеру субструктуры и т.д.). При этом для двух режимов закалки одной марки стали, отличающихся только интенсивностью закалочного охлаждения в мартенситном интервале, скорость распада мартенсита на стадии охлаждения и при последующем низком отпуске отличается. В случае закалки с большой интенсивностью охлаждения в мартенситном интервале температур самоотпуск мартенсита и скорость распада мартенсита при последующем низком отпуске ниже, чем в случае закалки с замедленным охлаждением в мартенситном интервале температур. Вероятно, что такие закономерности будут прослеживаться и для сталей, в которых при переохлаждении аустенита образуются структуры смешанного типа (бейнит, бейнит+феррит и др.).

Реализация режима нормализации для малоуглеродистых низколегированных сталей и изделий из них позволяет повысить прочность, вязкость металла и снизить порог его хладноломкости (по сравнению с горячекатаным состоянием) за счет измельчения зеренной структуры и твердорастворного упрочнения, но только при толщинах металла до ≈20мм.

Для повышения комплекса механических свойств металла больших толщин (или металлоизделий из него) требуется применять ускоренное охлаждение для предотвращения выделения углерода и легирующих элементов в виде частиц вторичной фазы в процессе охлаждения с температур аустенитизации и использовать последующий отпуск для равномерного выделения дисперсных частиц в матрице. В связи с тем, что толщины стенок соединительных деталей (а в перспективе толстостенных труб и обечаек) могут достигать 60-80мм и более, в процессе реализации режимов термического упрочнения таких изделий необходимо использовать объемное охлаждение в жидких средах, способных переохладить аустенит до температур ниже критических и реализовать его распад по заданной схеме с получением определенного структурного состояния (феррито-бейнитного или бейнитного).

Анализ свойств возможных жидких охлаждающих сред, которые могут быть использованы для термического упрочнения крупногабаритных соединительных деталей (диаметр до 1420мм) при относительно тонкой стенке (30-80мм) показал [30,31], что масла по экономическим, экологическим показателям, а также по пожароопасности процесса закалки не целесообразно использовать при производстве таких изделий. Применение воды ($+20^0$C) в качестве закалочной среды неприемлемо из-за высокой скорости охлаждения металл изделий (рис. 6), большого перепада температур по сечению стенки (неоднородность структуры и свойств) и сильного изменения геометрии торцов деталей сложной геометрии. Было предложено использовать для термического упрочнения СДТ воду с температурой $\geq 80^0$C. Особенностью кривых охлаждения металла в воде при повышении ее температуры свыше $\approx 40^0$C является существенное увеличение длительности стадии пленочного кипения [30,31]. При этом охлаждение деталей в воде с температурой в интервале 40 - 80^0C характеризуется большой неравномерностью (пятнистостью). Закалка в воде с температурой выше 80^0C (до температуры кипения) обеспечивает достаточно равномерное охлаждение поверхности деталей [32]. Другой особенностью процесса теплообмена между металлом и водой с температурой свыше 80^0C является очень быстрая смена стадии кипения (с пленочного на пузырьковое) и протекание интенсивного теплообмена в течение короткого времени при температуре поверхности металл 180-160^0C (рис.6), когда металл находится уже в упругой области. По сути, такое явление можно назвать термическим ударом. Резкое увеличение градиента температур по сечению охлаждаемого металла вызывает достаточно высокий уровень термических напряжений, а в сталях с повышенной устойчивостью аустенита к распаду и реализацией мартенситного превращения при таких скоростях охлаждения к ним еще добавляются и структурные напряжения, приводящие к разрушению деталей. В сталях с концентрацией углерода свыше 0,4-0,5% при непрерывной закалке деталей в

такой среде (рис.6, с $t \geq 80^0$C) часто происходит их растрескивание независимо от поперечного сечения изделий.

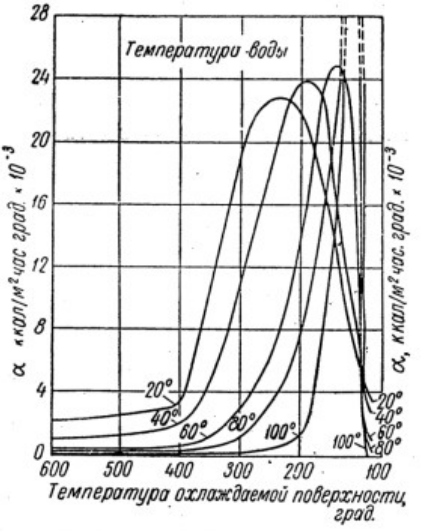


Рис.6 - Кривые изменения коэффициента теплоотдачи при охлаждении металла в воде с различной температурой (Петраш Л.В.)

В малоуглеродистых сталях, обладающих высокой пластичностью даже в закаленном состоянии, микротрещины не обнаруживаются, но уровень возникающих напряжений в металле при температуре термоудара приводит к возникновению дополнительного количества дефектов кристаллической решетки. Косвенно, по ряду критериев, такой термоудар аналогично процессу холодной пластической деформации (например, дрессировке) с малыми степенями деформации. Такой режим охлаждения при термическом упрочнении СДТ или труб позволяет увеличить степень пересыщения феррита атомами внедрения (табл.1) и предотвратить (замедлить) выделение углерода в виде частиц второй фазы на стадии охлаждения, заменить (частично или полностью) перлит на бейнит (или мартенсит), увеличить количество дефектов кристаллической решетки и уровень остаточных напряжений в металле. При проведении цикла исследований для изготовления СДТ использовались различные малоуглеродистые низколегированные стали: 09Г2С; 10-15ХСНД; 14-16Г2АФ; 09-10Г2ФБ и др. с толщиной стенки от 14мм до 60мм. На рис. 7 приведены графики изменения механических свойств сталей (толщиной 30мм) двух промышленных плавок, отличающихся концентрацией углерода и легирующих элементов в пределах марочного состава. Ход кривых прочностных характеристик в зависимости от температуры отпуска характерен для всех исследуемых сталей. Изделия из этих сталей были подвергнуты термическому упрочнению с температуры 980^0C в воде с температурой $\geq 90^0$C. Из термоупрочненных изделий были отобраны карты и подвергнуты отпуску при различных темпера-

турах. Микроструктура этих сталей представляла собой полиэдрические зерна феррита и колонии бейнита с характерной для малоуглеродистых сталей особенностью в термоупрочненном состоянии – в виде полупрозрачных пластин желтоватого цвета, в которых при последующем отпуске появляются видимые игольчатые составляющие.

Таблица 1

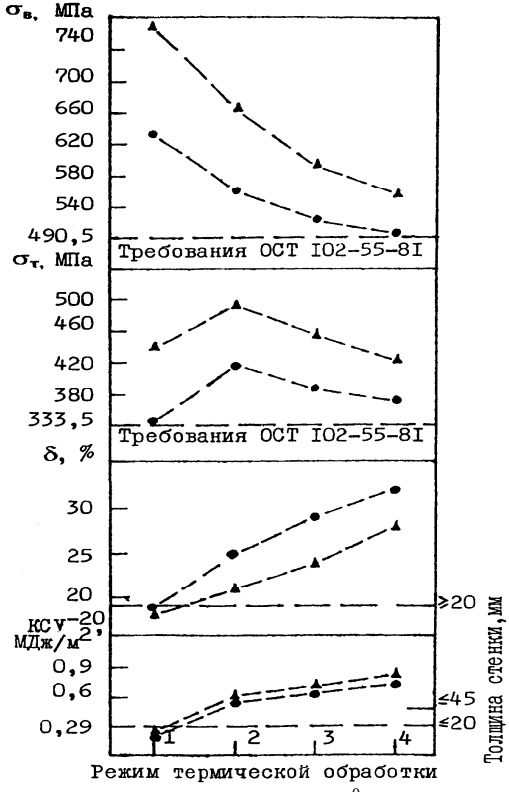
Микротвердость ($H_{□\ 0,196}$) структурных составляющих стали 15ХСНД (плавка 2) в зависимости от режима термической обработки

Режим обработки	Структурная составляющая	Число твердости[x], МПа
Нормализация с 930^0С	Феррит Перлит	132 (119/162) 203 (176/246)
Термическое упрочнение (ТУ) в воде (≥90^0С) с 930^0С	Феррит Бейнит	229 (221/234) 370 (357/390)
ТУ + отпуск 600^0С, 1 час	Феррит Бейнит	172 (162/184) 234 (222/258)

Примечение. Значения микротвердости в скобках: числитель - максимальное, знаменатель - минимальное значение из замеров твердости для данной обработки

И только после отпуска при температурах выше 500^0С микроструктура становиться размытой и утрачивается игольчатость составляющих структуры. Для предотвращения выделения частиц карбидов и карбонитридов из аустенита доэвтектоидных сталей ускоренное охлаждение рекомендуют вести до температур металла не выше 600-500^0С [33]. При этом следует подчеркнуть целесообразность операции ускоренного охлаждения металла при всех технологических нагревах, начиная с процесса формоизменения листовой заготовки при изготовлении СДТ. При реализации этой операции металл нагревается до 1000-1100^0С, штампуется (вальцуется), после остывания и подготовки кромок заготовки свариваются. В случае замедленного охлаждения металла заготовки (например, на воздухе) будет происходить рост выделившихся в высокотемпературной области частиц вторичной фазы. Такого явления целесообразно избегать в связи с тем, что при последующих режимах упрочняющей термообработки с нагревом в аустенитную область до традиционных температур эти частицы не растворяются и поэтому металл не получает требуемый уровень прочности и вязкости. В связи с этим рекомендуется подвергать ускоренному охлаждению металл заготовок на стадии после штамповки, что позволяет задержать выделение углерода и легирующих элементов в высокотемпературной области и получить дисперсные частицы вторичной фазы, которые легче растворить при окончательных режимах термического упрочнения. А получение дисперсных частиц при благоприятном распределении их в матрице происходит при последующем отпуске пересыщенного раствора. Именно с таких позиций создавались способы термического упрочнения крупногабаритных изделий из малоуглеродистых низколегированных сталей (патенты РФ: 2256705; 2279487 и др.), в том числе и а.с № 1373735 и др., в котором предусмотрено также и проведение изотермической выдержки (или замедленное охлаждение) в интервале температур минимальной устойчивости аустенита в ферритной

области. Такая выдержка необходима для протекания процесса перераспределения углерода перед фронтом ферритного превращения и реализации максимально возможного количества потенциальных мест зарождения феррита и роста зерен до оптимальных размеров (при условии получения в структуре заданного количества полиэдрического феррита).



Режим 1 –термическое упрочнение (ТУ) с 980^{0}С в воде ($t_В$ =94-98^{0}С) до полного охлаждения;

Режимы 2; 3; 4 – термическое упрочнение + отпуск 500, 600, 700^{0}С, 30 мин., соответственно

•- плавка 1; Δ -плавка 2 - содержание углерода в которых соответствует примерно нижнему и среднему марочным составам.

Рис.7 - Механические свойства стали 15ХСНД в зависимости от режима термической обработки и марочного химического состава

Дальнейшее переохлаждение (т.е. ниже 500^{0}С) доэвтектоидных сталей в процессе термического упрочнения целесообразно вести для предотвращения выделения из феррита частиц вторичной фазы на этой стадии. Давно известно

[34,35], что углерод может выделяться из пересыщенного феррита и при комнатной температуре, т.к. скорость диффузии углерода и азота при 20^0С еще достаточно большая. В связи с этим при разработке режимов охлаждения оптимальную степень переохлаждения металла при термическом упрочнении определяли исходя из требуемого уровня свойств, технологичности процесса термического упрочнения, минимального коробления СДТ и предотвращения флокенообразования.

Одним из факторов, определяющим температуру конца ускоренного охлаждения таких сталей, является чистота металла по водороду, содержание которого в металле проката многих металлургических заводов необходимо эффективно уменьшать [36,37]. При этом в процессе технологических циклов «нагрев-охлаждение» заготовок или изделий необходимо учитывать температурные интервалы аномального выделения водорода из металла[38-40]. И хотя вероятность флокенообразования при ускоренном охлаждении в низкотемпературной области характерна для сталей мартенситного класса [40], в литературе встречаются данные о возможности образования дефектов водородного происхождения при переохлаждении толстолистового проката из конструкционных сталей ниже 300^0С [41]. Для сталей, содержание водорода в которых ниже 2...2,5 $см^3$/100г (при измерении в твердом металле), целесообразно снижать температуру конца ускоренного охлаждения до $\geq$100-150^{0}С. Такая температура конца ускоренного охлаждения деталей приемлема и с точки зрения снижения уровня остаточных напряжений в металле, которые определяют степень коробления торцов СДТ.

В связи с необходимостью снижения значений углеродного эквивалента в металле труб и СДТ до уровня $C_Э$<0,40, содержание углерода в высокопрочных хорошо свариваемых сталях уменьшается до концентрации <0,1% [42]. Поэтому целесообразно рассмотреть общепринятые особенности структурообразования в сталях (например, в сталях для глубокой вытяжки), содержание углерода в которых близко к штрипсовым сталям и регламентируется ГОСТ 1050-60 в пределах С=0,05-0,11%. Такие стали имеют феррито-карбидную структуру и поэтому все изменения свойств металла обусловлены процессами, происходящими в структурно свободном феррите. С целью подтверждения аналогичности процессов, происходящих в штрипсовых сталях на уровне тонкой структуры при термическом упрочнении по разработанной технологии с процессами в стали для штамповки, в процессе ее передела, целесообразно рассмотреть основные факторы, определяющие условия их протекания.

В практике для устранения в отожженной стали площадки текучести с целью подготовки ее к вытяжке производят одну из следующих операций: дрессировку, деформацию растяжением либо знакопеременным изгибом, рафинирующий отжиг.

Дрессировка, растяжение или знакопеременный изгиб предназначаются для введения в отожженный металл новых дефектов решетки (дислокаций, вакансий), которые могут перемещаться в металле, т.к. углерод и азот находятся в твердом растворе и не создают им устойчивых препятствий. Это позволяет металлу пластически деформироваться при напряжениях менее физи-

ческого предела текучести на ≈30%, а на диаграмме «напряжение - деформация» при этом устраняется площадка текучести.

А рафинирующий отжиг наоборот предназначен для удаления из металла углерода и азота до уровня <0,0007%C и<0,0002%N [43], что устраняет причины закрепления подвижных дислокаций в металле при старении. При содержании атомов внедрения этих элементов в феррите менее указанной концентрации дислокации остаются слабо закрепленными, и это также приводит к уменьшению уровня предела текучести и устранению площадки текучести на диаграмме. Фиксируемый физический предел текучести (т.е. наличие площадки на диаграмме) в этих сталях достигается уже при содержании углерода и азота в феррите, соответственно, $2{,}0x10^{-6}$ %C и $2{,}3x10^{-6}$ %N при неравномерном их распределении в матрице [35]. В случае ускоренного охлаждения такой стали уже с температур 640-720^{0}C углерод и азот более равномерно распределены в феррите [45]. С учетом этих закономерностей был выполнен и анализ полученных результатов исследований, показывающий, что в термоупрочненном состоянии все исследуемые автором малоуглеродистые низколегированные стали имели условный предел текучести, т.е. на диаграмме «растяжение-деформация» не было площадки текучести. Это связано с пересыщением матрицы атомами внедрения и повышенной плотностью слабо закрепленных дислокаций в структурных составляющих металла, а особенно в объемах металла, расположенных вокруг колоний упрочняющей фазы. Физический предел текучести металла, а соответственно и площадка текучести на диаграмме появлялась в исследуемых сталях только после отпуска термоупрочненного металла при температуре ≥300^{0}C(рис.7). Дальнейшее повышение температуры отпуска приводит к возрастанию значений предела текучести и увеличению длины площадки текучести на диаграмме, что объясняется протеканием процессов перераспределения углерода, образованием частиц вторичной фазы (цементита) и закреплением подвижных дислокаций примесными атомами и карбидами. Особенно наглядно это видно из табл. 2,3, в которых приведены результаты рентгеноструктурного анализа исследуемых сталей после различных режимов термической обработки. Появление экстремума на кривой зависимости значений предела текучести от температуры отпуска характерно для сталей, подвергнутых термическому упрочнению по режиму охлаждения металла в воде с температурой ≥80^{0}C до температуры среды.

Аналогичные результаты были получены при рентгеноструктурных исследованиях и других марок сталей, подвергнутых термическому упрочнению по разработанной технологии. Из табл. 2,3 следует, что для термоупрочненного металла после отпуска 300^{0}C (60мин) характерны наиболее высокие значения уровня микродеформаций и плотности дефектов кристаллической решетки. Дальнейшее повышение температуры отпуска приводит к уменьшению значений этих параметров. В то же время значения предела текучести (см. рис. 7) достигают максимального уровня после отпуска 500^{0}C. Это характерно для сталей, не содержащих сильных КОЭ в случае реализации полного охлаждения (до≈100^{0}C) с температуры аустенитизации и последующего отпуска. А для исследуемых термоупрочненных сталей с ванадием, ниобием (14-16Г2АФ,

15Г2АФЮ) максимум предела текучести наблюдался после отпуска 550-600^{0}С.

Дальнейшее повышение температуры отпуска приводит к снижению значений предела текучести, т.е. наступает состояние «перестаривания» (рис.7). Аналогичное изменение значений предела текучести в термоупрочненных малоуглеродистых сталях при отпуске отмечено и Гудремоном Э [34].

Таблица 2

Результаты рентгеноструктурного исследования стали 09Г2С (14мм) после различных режимов термической обработки

Режим термической обработки	Уровень микро - деформаций (L), x10^{-4}	Плотность дисло - каций (ρ), x10^{10}, см$^{-2}$
Термическое упрочнение (ТУ) в воде ($t_B \geq 90^0$С)	4, 5 / 0, 61	2, 74 / 1, 85
ТУ+ отпуск 200^{0}С, 40 мин	3, 58 / -	1, 84 / -
ТУ+ отпуск 300^{0}С	4, 53 / 3, 04	2, 78 / 2, 43
ТУ+ отпуск 400^{0}С	3, 65 / 3, 09	1, 91 / 1, 45
ТУ+ отпуск 500^{0}С	4, 09 / 3, 08	2, 26 / 1, 29
ТУ+ отпуск 600^{0}С	3, 59 / 1, 61	1, 75 / 0, 66
ТУ+ отпуск 700^{0}С	3, 34 / -	1, 61 / 0, 11

Примечание: в числителе приведены значения для металла, термоупрочненного с полным охлаждением, а в знаменателе - после прерванного охлаждения

Таблица 3

Результаты рентгеноструктурного исследования стали 15ХСНД после различных режимов термической обработки

Режим термической обработки	Уровень микродеформаций (L), x 10^{-3}	Плотность дисло - каций, ρ, x10^{10}, см$^{-2}$
Термическое упрочнение (ТУ) в воде ($t_B \geq 90^0$С)	0, 27	1, 94
ТУ+ отпуск 300^{0}С	0, 60	4, 98
ТУ+ отпуск 400^{0}С	0, 37	1, 89
ТУ+ отпуск 500^{0}С	0, 29	1, 21
ТУ+ отпуск 600^{0}С	-	0, 90
ТУ+ отпуск 700^{0}С	-	0, 65

Изложенные механизмы процессов структурообразования характерны для доэвтектоидных сталей, содержащих пересыщенный углеродом феррит (структурно свободный и в колониях упрочняющей фазы), с достаточно высокой плотностью дефектов решетки после ускоренного охлаждения с однородного аустенитного состояния или из межкритического интервала, при последующем их нагреве.

Так в работе [46] при исследовании малоуглеродистой низколегированной стали с феррито-мартенситной структурой, полученной при ускоренном охлаждении проката из межкритической области максимальные значения предела текучести наблюдались после отпуска 300^{0}С. Дальнейшее повышение температуры отпуска приводило к снижению предела текучести, т.е. к пере-

стариванию металла. А в работах К.Ф.Стародубова с сотрудниками представлены данные [47] по изменению комплекса механических свойств (в том числе и предела текучести) термически упрочненных малоуглеродистых сталей при отпуске, в которых показано, что максимальные значения предела текучести наблюдается после отпуска 400^0C.

При анализе результатов цикла работ по исследованию процессов структурообразования в малоуглеродистых сталях с феррито-бейнитной и бейнитной структурой и литературных источников была предпринята попытка установления закономерностей процессов и их аналогии с процессами структурообразования при отпуске в таких сталях с мартенситной структурой.

Традиционно процесс карбидообразования при отпуске закаленной стали представляется в технической литературе по схеме [48], в которой для сталей с содержанием углерода менее 0,2% выделение ε-карбида во время отпуска при $100\text{-}200^0$C подавлено, т.к. большая часть атомов углерода в таких сталях связана с дислокациями, причем такая связь энергетически более выгодная, чем образование ε-карбида. Эта гипотеза долгое время бытовала в учебной и технической литературе, не смотря на наличие большого количества разрозненных экспериментальных данных, доказывающих наличие метастабильной карбидной фазы в сталях с низким содержанием углерода (ниже 0,2%). Но в то же время в этой работе представлены данные по карбидному выделению в стали с 0,03% С при нагреве до 60^0C, которое фиксируется уже после часовой выдержки и вызывает существенное повышение твердости. Хотя этот факт можно объяснить выделением частиц $Fe_{16}N_2$, которые по морфологии и габитусной плоскости подобны ε-карбиду, а в работе [49] и были идентифицированы как ε-карбид.

В технической литературе накопилось множество результатов исследований процессов структурообразования в малоуглеродистых сталях после закалки и термического упрочнения при последующем отпуске в разных температурных интервалах, которые говорят о многостадийности процессов выделения внедренных атомов и наличии метастабильных и стабильных частиц вторичной фазы. Исходя из того, что много полезной информации о процессах взаимодействия дислокаций с примесными атомами в железе и сталях можно получить при исследовании металла методом внутреннего трения, представляется целесообразным рассмотреть состояние вопроса по известным работам.

В работе [50] при исследовании методом внутреннего трения количества и степени подвижности дислокаций и атомов внедрения в закаленном техническом железе показано, что до температуры отпуска $\geq 400^0$C не наблюдается движения дислокаций, закрепленных атомами внедрения (при напряжениях, используемых для измерения внутреннего трения). Концентрация атомов внедрения и плотность дислокаций в таком металле низки. Так в работе [11] показано, что для насыщения дислокаций в отожженном железе достаточно 10^{-3}% углерода. И только при нагреве отожженного железа до 400^0C появляется обратимая амплитудная зависимость внутреннего трения ($\mathrm{tg}\,\alpha$ а.з.в.т. непрерывно растет). Это объясняется авторами «разбрасыванием» атмосфер примесных атомов, освобождением закрепленных дислокаций, которые при такой темпе-

ратуре становятся подвижными под действием прилагаемых (для измерения внутреннего трения) напряжений [50].

При низких уровнях внутренних напряжений в отожженном металле вокруг дислокаций практически отсутствуют дефектные области, в которых позиции внедрения обеспечивают атомам углерода (или азота) снижение энергии, т.е. отсутствует стимул для перераспределения в решетке внедренных атомов с образованием сегрегаций [48].

А появление максимума на кривой зависимости внутреннего трения от температуры возможно в этом железе только после закалки из γ-области или холодной деформации, когда в решетке создаются повышенная плотность дислокаций и уровень напряжений [51]. В таком металле возникают предпосылки для перераспределения внедренных атомов. Именно этим объясняются процессы самоотпуска в закаленном мартенсите при повышенных температурах точки M_H и деформационное старение железа [46,51]. При этом отмечается, что пластическая деформация металла увеличивает концентрацию насыщения [11].

А в работе [52] эти процессы объясняются концентрационным расширением решетки при образовании твердого раствора и взаимодействием с неоднородным полем напряжений дислокаций, в результате чего примесь перераспределяется до момента упругого равновесия этих полей.

Результаты исследований, проведенных в работе [23] на стали 25Г2С показали, что в нормализованном металле на кривой амплитудной зависимости наблюдаются уже два максимума, приходящиеся на температуры отпуска $\approx 50^0$C и $\approx 210^0$C. После термического упрочнения этой стали с однородного аустенитного состояния с изотермическим превращением при 500^0C на кривой амплитудной зависимости также присутствуют два пика, первый при нагреве металла до 40^0C, а второй при 190^0C. Это говорит о том, что в изотермически упрочненном металле ($\gamma \rightarrow \alpha$ при 500^0C) концентрация внедренных атомов примерно в 2 раза больше, а плотность дислокаций на два порядка выше по сравнению с нормализованной сталью.

Известны результаты целого ряда работ, показывающие наличие в упрочненных сталях с концентрацией углерода от 0,03% и выше частиц вторичной фазы, выделяющихся при температурах последующего отпуска $120\text{-}160^0$C и $\sim 250^0$C. Так в работах [53] для стали с содержанием элементов: C=0,031%; N=0,0020%; O=0,0005%; Si=0,005%; Mn=<0,001%; P=0,002%; S=0,006% измеряли электросопротивление в закаленном металле при последующем нагреве до 400^0C. На диаграмме зависимости электросопротивления от температуры нагрева выявлены два пика – один при температуре $\approx 160^0$C, другой при 250^0C. При этом если металл предварительно деформирован, то при последующем нагреве металла помимо двух основных пиков, происходит образование двух дополнительных пиков – при температурах минус 30^0C и 300^0C. Эти данные согласуются с работами F.E.Fufita, A.C. Damasr. При этом отмечается, что деформация приводит к смещению наиболее ярко выраженного пика в интервале температур от 160^0C до 120^0, в то время, как пик при температуре 250^0C не смещается после деформации. Электронномикроскопические исследования показали, что при температурах 160^0C и 250^0C отпуска образовываются мета-

стабильные выделения - карбидов и цементита, соответственно. Это подтверждается данными и работ W.C. Leslie. При этом установлено, что плотность дислокаций остается практически неизменной до температуры отжига ниже 400^0C.

Подтверждением многостадийности процесса перераспределения углерода и азота в пересыщенном феррите при последующем отпуске являются и результаты работы [54], в которой различными методами исследовалось деформационное старение железоуглеродистых сплавов с содержанием углерода: 0, 0007; 0, 015; 0, 2%. Исследования показали, что во всех исследуемых сплавах процесс деформационного старения при температуре металла 100^0C заканчиваются на стадии формирования микровыделений, которые равновесны только при данной температуре и склонны к растворению при ее кратковременном повышении. При образовании микровыделений происходит уменьшение высоты зуба текучести и длины площадки текучести, что объясняется напряжениями в локальных участках решетки около этих частиц. В сплавах с повышенным содержанием углерода (0, 015 и 0, 2%) при температуре отпуска 200^0C наблюдался этап перераспределения внедренных атомов, вызванный сменой типа равновесных микровыделений, блокирующих дислокации.

Анализ процессов карбидообразования при отпуске мартенсита сталей с концентрацией углерода менее 0,2% говорит о том, что сегодня уже можно считать установленным тот факт, что в процессе структурообразования в них присутствует стадия образования метастабильного карбида [29]. Исследования процессов структурообразования при отпуске в термоупрочненных конструкционных малоуглеродистых сталях с феррито - карбидной, феррито - перлитной, феррито - бейнитной (мартенситной) структурами показывают, что они аналогичны тем явлениям, которые характерны для структурообразования при отпуске малоуглеродистого мартенсита. Температурно-временные параметры процессов выделения углерода и азота при отпуске термически упрочненных малоуглеродистых сталей с пересыщенным ферритом, образование атмосфер примесных атомов и частиц вторичной фазы (метастабильной и стабильной), скорость их коагуляции и т.д. определяются в каждом конкретном случае многими факторами (химическим составом стали, температурой аустенитизации и выдержкой при ней, размером зерна, скоростью охлаждения и степенью переохлаждения аустенита, уровнем напряжений и т.д.).

Так из работы [35] следует, что если ускоренное охлаждение малоуглеродистых сталей прерывать при температурах $\geq 200^0$C, то углерод из твердого раствора будет выделяться в виде цементита с орторомбической решеткой. Можно предположить, что в процессе такого режима упрочнения металла углерод может выделиться еще на стадии охлаждения с образованием метастабильного карбида. Если переохлаждение металла осуществляется при температурах $\leq 200^0$C, то углерод при последующем нагреве стали до $\approx 200^0$C выделяется из феррита в виде пластинок ε-карбида ($Fe_{2,4}C$), когерентно связанных с решеткой матрицы. При нагреве до более высоких температур ($>200^0$C) отпуска нестабильный карбид с гексагональной решеткой превращается в стабильный пластинчатый орторомбический цементит (Fe_3C). В соответствии с дан-

ными [14, 54], чем меньше содержание углерода в стали, тем при более низких температурах происходит образование цементита, но при этом указывается, что этот процесс может происходить и в более широком интервале температур (до≈450^{0}С). При сравнительно низких температурах отпуска цементит растет в виде дисперсных пластин, полукогерентных матрице [56]. А с повышением температуры отпуска выше 300...350^{0}С происходит нарушение когерентности цементита с решеткой матрицы [14]. Это подтверждается и данными ранних работ Штейнберга С.С. и Зюзина В.И., в которых указывалось, что нарушение когерентности низкотемпературного карбида с матрицей и переход его в равновесную вторичную фазу (цементит) происходит при 350...360^{0}С. Следует отметить, что в том случае, когда в феррите одновременно присутствует с углеродом и азот, то процесс старения протекает намного быстрее, т.к. коэффициент диффузии азота в феррите при низких температурах значительно выше (чем углерода) и выпадающие частицы $Fe_{16}N_2$ являются зародышами для образования карбидов [35].

Анализ результатов механических испытаний термоупрочненных штрипсовых сталей, вида диаграмм «напряжение-деформация», исследования вида излома ударных образцов, данные рентгеноструктурного, оптического и электронномикроскопического исследований указанных марок сталей говорят о том, что при термическом упрочнении по разработанной технологии в металле создается (Ф+Б или Ф+П+Б) структурное состояние, при котором повышение плотности дефектов опережает увеличение степени пересыщения твердого раствора углеродом. При этом какое-то количество дислокаций остается слабо закрепленными. Возможность такого структурного состояния при скоростях охлаждения в интервале ≈18...37^{0}С/с наглядно показана в работах [43,44]. В обсуждаемых исследованиях это подтверждается отсутствием площадки текучести на диаграмме растяжения (вплоть до отпуска при 300^{0}С), более низкими абсолютными значениями условного предела текучести, по сравнению с металлом, подвергнутым отпуску≥300^{0}С. При исследовании феррито-мартенситных сталей этот фактор объясняют тем, что состояние повышенной плотности слабо закрепленных дислокаций характерно преимущественно для феррита, окружающего мартенситные колонии [20,46]. Действительно, неравномерность пересыщения феррита по углероду и азоту, плотности дислокаций и уровню микродеформаций за счет Ф+Б или Ф+М структуры усиливается. Это является одним из факторов исчезновения площадки текучести на диаграмме и снижения уровня предела текучести [35]. Вышеизложенное говорит о том, что существенную роль в конечном комплексе механических свойств термоупрочненных конструкционных сталей играют процессы, происходящие в структурно свободном феррите.

Электронномикроскопические исследования указанных штрипсовых сталей на просвет показали [12] наличие зерен феррита с различной плотностью дислокаций, а также и бейнита, с характерными его признаками в малоуглеродистых сталях - ферритные рейки с высокой плотностью дислокаций и цементитными прослойками между ними. Зерна структурно свободного феррита с высокой плотностью дислокаций характерны для объемов, находящихся вокруг колоний упрочняющей фазы. В феррите термоупрочненного металла

присутствуют и участки с повышенной плотностью вакансионных дисков. При этом внутри самого ферритного зерна наибольшая плотность дислокаций наблюдается в приграничных объемах. Заметная перестройка дислокационной структуры в зернах полиэдрического феррита с образованием ячеистой структуры наблюдалась после отпуска $\geq 500^0$C. Возможность получения достаточно высокой плотности дислокаций (с многочисленными порогами, дислокационными диполями, сегментами, петлями) в избыточном феррите при термическом упрочнении доэвтектоидных сталей с перестройкой их в полигонизованную структуру при температурах$\approx 600^0$C и выше отмечается в работе [57].

При отпуске термоупрочненного металла в интервале до 300^0C происходит выделение углерода как в структурно свободном, так и в бейнитном феррите, с образованием дисперсных карбидов, закрепляющих дислокации. В работе [58] отмечается, что образование карбида цементитного типа в малоуглеродистых сталях наблюдается при отпуске$\approx 255^0$C.

В авторских исследованиях это подтверждается наличием площадки текучести на диаграмме «напряжение-деформация», повышением плотности дислокаций и уровня микродеформаций (табл.2,3) при исследовании параметров тонкой структуры рентгенографическим способом, задержкой в снижении твердости и увеличением значений предела текучести (рис.7) по сравнению с упрочненным состоянием. При этом в случае переохлаждения металла СДТ с температуры однородного аустенитного состояния до температуры охлаждающей среды ($\geq 80^0$C) выделение углерода и азота из пересыщенного феррита, вероятно, проходит через стадии предвыделения, образования промежуточного карбида, превращения его в цементит и коагуляцию частиц цементита. Исходя из количества азота в исследуемых сталях (14-16Г2АФ $\leq$ 0,015-0,025%, 10-15ХСНД $\leq$0,008% в соответствии с ГОСТ 19282-73) при низких температурах в термически упрочненном металле довольно интенсивно идет выделение азота из пересыщенного твердого раствора. Выше было показано, что процессы старения происходят в малоуглеродистых сталях уже при содержании азота>0,002% [35]. И хотя в сталях 14-16Г2АФ присутствует ванадий, который может эффективно связывать азот, за счет ускоренного охлаждения с температуры аустенитизации до температуры металла $\approx 100^0$C этот процесс подавляется.

Таким образом, при термическом упрочнении (охлаждении с докритическими скоростями) малоуглеродистых низколегированных сталей металл оказывается пересыщенным углеродом и азотом в количестве, достаточном для последующего выделения при отпуске. Для достижения оптимального соотношения прочности, пластичности и вязкости в малоуглеродистых сталях целесообразно при термическом упрочнении ускоренное охлаждение металла вести до достаточно низких температур с целью предотвращения выделения углерода и азота из твердого раствора в процессе охлаждения, а параметры последующего отпуска определять исходя из требуемого уровня свойств изделий.

ИСПОЛЬЗОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Федеральная целевая программа создания высокотехнологичных установок, машин и оборудования для морской добыли нефти и газа и освоение углеводородных месторождений на континентальном шельфе Арктики «Шельф», Российская газета за 28 декабря 1996 года, С.5
2. 2.Горынин И.В. Перспективные материалы для судостроения и техники по освоению мирового океана. .В сб.трудов Международная конференция Черная металлургия России и стран СНГ в XX1 веке. Москва, июнь 6-10, 1994, Ч.5 М.: Металлургия, 1994.С.92-95
3. Norihiko N. Development of SHT process for manu facturind high toughness steel by thermomechanical treatment. -CEER. Chem. Econ. and End. Rev., 1979, 11, №7, p.p. 31-37
4. Hisaya T., Tsutomu S. Hew technolody for high toughness plates Sumitomo high toughness process - SHT process - Int. Conf. Steel Roll., Tokyo, 1980, Proc. Vol. 2, Tokyo, 1980, p.p. 957-969
5. 5.Toshio I. Development of Sumitomo high toughness (SHT) process for low temperature service steels. - Trans. Iron and Steel Inst. Jap., 1980, 20, № 8, p. p. 561-569
6. Высокопрочные стальные штрипсы для магистральных труб, получаемых при помощи ТМ - обработки. Штрейсельбергер А., Бауэр Дж., Шульц В., Швинн В.// В сб.трудов Международная конференция Черная металлургия России и стран СНГ в XX1 веке. Москва, июнь 6-10, 1994, Ч.4 М.: Металлургия, 1994.С. 41 - 48
7. Х.-Ю.Эренберг,Л.Паршат, Ф.-П. Плешиутшнигг и др. Литье и обжатие с разливки тонких слябов на заводе фирмы Маннесманнререн-Верке АГ.//Металлургическое производство и технология металлургических процессов(МРТ). Пер.с нем., М.: Металлургия, 1990.-С.46-59
8. Проззер К, Кашье Б.А. Сварка в полевых условиях и обслуживание магистральных газопроводов. В кн. Стали для газопроводных труб и фиттингов. Труды конф.- Пер. с англ../Под ред. Рудченко А.В. М. Металлургия, - 1985. С.420-434
9. 9.Шига С., Амано К.,Хатомура Т. и др. Мелкозернистая феррито-бейнитная сталь классов Х70-Х80 для газопроводов, эксплуатируемых при низких температурах. Там же, С.140-153
10. Ю.А.Геллер. Инструментальные стали. 5-е изд. М., Металлургия, 1983.С.42
11. Энтин Р.И. Повышение прочности конструкционных сталей со структурой мартенсита./ В кн. Несовершенства кристаллического строения и мартенситные превращения. М.: Наука, 1972.-С.46-62
12. Дейнеко Л.М. Розробка наукових основ зміцнювальної термічної обробки сполучних деталей нафтогазопроводів і виробів спеціального призначення. Дис. на здобуття наук. ступ. д.т.н., Дніпропетровськ, 2000.

13. Лисицкая Л.А. Секреты сверхмелкого зерна стали..М.: «МОИМПЕКС»,-1997.-142с
14. Блантер М.Е. Фазовые превращения при термической обработке стали. М.: Металлургиздат, 1962.-268с
15. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. М., Наука, 1977. 236с
16. 16.Теплухин Г.Н. Превращение аустенита в межкритическом интервале температур. //МиТОМ, 1982, № 1.-С.12-13
17. Fundamental aspects of structural alloy design/ Ed.: R. I. Jaffee and B. A. Wilcox. Battelle institute materials science colloguia, 1975
18. Кириллов Ю.В., Апаев Б.А., Мадянов С.А. Влияние аустенитизации на разупрочнение при отпуске хромистой и марганцовистой сталей// Металловедение и термическая обработка металлов, 1978, №7, -С.54-55
19. Матросов Ю.И., Литвиненко Д.А., Голованенко С.А. Сталь для магистральных газопроводов. М.: Металлургия, 1989, 282 с.
20. Голованенко С.А., Фонштейн Н.М. Двухфазные низколегированные стали.М.: Металлургия, 1986.-207с
21. Изотов В.И., Филиппов Г.А. Влияние переохлаждения при нормальном $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении на распределение углерода в феррите низколегированной стали. //ФММ, 1999,том 87,№4.-С.72-77
22. Смирнов М.А, Счастливцев В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. 2-е изд., М.: Наука и технологии, 2002.-519с
23. Изотов В.И., Филиппов Г.А. Влияние переохлаждения при нормальном $\gamma \rightarrow \alpha$ превращении на распределение углерода в феррите низколегированной стали. //ФММ, 1999,том 87,№4.-С.72-77
24. Счастливцев В.М., Яковлева И.Л., Мирзаев Д.А. Структурные превращения в перлите при нагреве. 1.Твердорастворное упрочнение ферритной составляющей перлита// ФММ, 1994, том 77, в.4.-С.138-147
25. Изотов В.И., Еднерал А.Ф., Филиппов Г.А. Разупрочнение при отпуске низколегированной малоуглеродистой стали со структурой квазиэвтектоида(вырожденного перлита).//ФММ, 1997, том 84, в.4.-С.71-84
26. Сталь на рубеже столетий. Колл.авт.: Белянчиков Л.Н., Бородин Д.И., Валавин В.С. и др. Под научн. Ред. Ю.С. Карабасова. М.: «МИСИС», -2001.- С.343
27. Васильев П.П., О.Н. Шиврин. Влияние скорости охлаждения на процесс распада твердого раствора жаропрочной стали ЭИ 388.\ Физика прочности и пластичности металлов и сплавов. Сборник статей. Ученые записки Петрозаводского государственного университета им.О.В. Куусинена, том XV1, вып.6, 1968.-С.114-119
28. С.П. Герцрикен, И.Я.Дегтяр Диффузия в металлах и сплавах в твердой фазе. М.: Физматгиз, 1966.-418

29. Отпуск стали. \Бернштейн М.Л., Капуткина Л.М., Прокошкин С.Д. М.: «МИСИС»,-1977.-336с
30. Люты В. Закалочные среды. Справочник. Пер.с польского,-Челябинск, Металлургия. Челябинское отделение, 1990.-192с
31. 31.Петраш А.В. Закалочные среды.- М.: Машгиз, 1954, 112 с.
32. Паулюс Ф., Экономополос М. Новый способ непрерывной термообработки тонкого листа//Черные металлы. Пер.с нем. - М.: Металллургия - 1978. - № 17. - С.14 - 20.
33. Гольдштейн М.И., Грачев С.В. Векслер Ю.Т. Специальные стали. М.: Металлургия, 1985.-408с
34. Гудремон Э. Специальные стали. Изд.2 - е. Пер. с нем. Т.2., - М.: Металлургия, 1966. - С.1049 - 1076.
35. Вл.Дадек Полосовая сталь для глубокой вытяжки. Пер.с чешского. - М.: Металлургия, 1970. - 208с
36. Сергеева Т. К., Илюхина М.В., Вяткин Ю.Ф. Проблемы наводороживания и водородной хрупкости в металлургическом производстве./ В сб.докл. Международная конференция “ЧМ России и стран СНГ в XX1 веке”. Москва, 1994, № 5. - М.: Металлургия, 1994. - С.186 - 189.
37. 37.Исследование возможности сокращения противофлокенной обработки сортового проката по состоянию водорода. Мулько Г.Н., Павлов В.В., Сергеева Т. К. и др //Там же. - С.211 - 214.
38. 38.Шаповалов В.И., Бойко Л.В. Влияние магнитного состояния на поглощение водорода ферромагнитными металлами. //Изв. вузов. Черная металлургия. - 1984. - № 8. - С.122.
39. 39.Шаповалов В.И., Бойко Л.В. Об аномалии растворимости водорода в ферромагнитных металлах вблизи температуры Кюри. //ФММ. - Т.55, в.6. - 1983. - С.1220.
40. 40.Шаповалов В.И., Трофименко В.В. Флокены и контроль водорода в стали. - М.: Металлургия, 1987. - 160с.
41. Suenaga Hirogoshi. Неметаллические включения на поверхности закаленных стальных листов. //Тэцу то хаганэ, J.Iron and Steel Inst. Jap. - 1981, 67. - №4. - P.376.
42. Анализ сталей и режимов термообработки, используемых при производстве соединительных деталей магистральных трубопроводов.\ Харахулах В.С., Большаков В.И., Таран Ю.Н., Дейнеко Л.Н. //ВІСНИК Академії будівництва України., вип.3 - Київ: ред. Академії будівництва України. - 1997. - С.73 – 83
43. Hundy M. Механическое старение и пластичность мягкой стали. //Сталь. - 1957 - №3. - С.285 - 286.
44. Стародубов К.Ф., Флоров В.К. Прокаливаемость стали 20К при охлаждении со скоростью от 7 до 225 град./сек./ В сб.тр.ИЧМ МЧМ СССР Термическое упрочнение проката, вып.XXX. - М.: Металлургия, 1969. - С27 - 32.

45. Северденко В.П., Пасечный С.А. Металл для листовой штамповки. Изд - во АН БССР., 1961. - 273с.
46. Сторожева Л.М., Фонштейн Н.М. Исследование процесса закалочного старения малоуглеродистых феррито - мартенситных сталей.// ФММ. - 1984. - Том 57, в.1. - С.102 - 107.
47. К.Ф.Стародубов, Барковский Ю.З. Повышение прочности и вязкости малоуглеродистой стали путем термической обработки.\ В кн.Современные проблемы металлургии. К 75-летию И.П. Бардина. Изд. АН СССР, М.: 1958. -С.592
48. Speih G., Leslie W.C. Tempering of steel. /Met. Trans., 1972, 3, №5, p.1043-1054
49. Langer F.W. An Investigation of the Quench Aging Process in Iron, Department of Metallurgy, Technical University, Denmarh, 1967; Metal. Sci. J., 1968,Vol. 2, pp.59-66
50. Саррак В.И., Суворова С.О. Влияние температуры на подвижность дислокаций в железе и мартенсите при измнении внутреннего трения.// ФММ. - 1983. - Том 56, в.2. - С.379 - 382.
51. Сторожева Л.М., Фонштейн Н.М. Исследование процесса закалочного старения малоуглеродистых феррито - мартенситных сталей.// ФММ. - 1984. - Том 57, в.1. - С.102 - 107.
52. Штремель М.А., Виндермах Б., Сатдарова Ф.Ф. Сегрегации примеси на дислокации в растворе внедрения.// Физика металлов и металловедение. - 1979. - Том 47, в.4. - С754 - 762.
53. Такамура Д., Такахаши И., Амано М. Дефекты решетки в деформированных низкоуглеродистых сталях и стадии отжига.\ Мат.симпоз. по металлургии и металловедению к 100-летию открытия Д.К.Черновым полиморфизма железа. 14-18 мая 1968. Металловедение. М: Наука.-1971.-С.148-155
54. Головин С.А. Исследование кинетики и стадийности деформационного старения сплавов железа //Известия вузов.Черная металлургия. - 1979. - №1. - С.116 - 121.
55. Апаев Б.А. Металловедение и обработка металлов. - 1958. - № 5. - С.38
56. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. Учебник. 3 - е изд. - М.: Металлургия, 1978. - 392с.
57. Гольдштейн М.И., Елохина Г.Н., Колосова Э.Л. Тонкая структура избыточного феррита при диффузионном распаде аустенита. //МиТОМ. - 1973. - № 3. - С.14 - 16.
58. О роли дефектов кристаллической решетки мартенсита в процессах карбидообразования при отпуске /Ф.К.Ткаченко, А.Н.Мельниченко, А.Я.Майструк и др./ В кн.: Вопросы металловедения и физики металлов. - Тула: Коммунар, 1977. - С.90 - 93.