

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКИХ ТЕМПЕРАТУР И СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ 13 %-НЫХ ХРОМИСТЫХ СТАЛЕЙ МАГНИТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Беломытцев М.Ю., д.т.н., профессор кафедры металловедения

и физики прочности (myubelom@yandex.ru)

Кузько Е.И., к.ф.-м.н., старший преподаватель кафедры металловедения

и физики прочности (joms@mfp.misis.ru)

Прокофьев П.А., студент

Суляев Т.Д., студент

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
(119049, Россия, Москва, Ленинский пр., 4)

Аннотация. В практике металловедения для анализа фазовых и структурных превращений значительное применение находят методы, основанные на измерении магнитных характеристик металлических объектов. В этих методах используются измерения коэрцитивной силы, точки Кюри, анализ частотной зависимости магнитных свойств, эффектов Баркгаузена. В данной работе применена методика, основанная на изменении магнитной проницаемости образца при его непрерывном охлаждении от температуры выше температуры Кюри (T_c) и до температур начала и конца мартенситного превращения M_n и M_k . Суть метода состоит в измерении частоты колебаний электрического контура, построенного на цепочке L (катушка индуктивности, она же измерительная катушка) – C (конденсатор). В измерительную катушку помещался образец и начинал играть роль сердечника. Для наблюдения эффектов, связанных с фазовыми превращениями, образец предварительно разогревался и затем быстро перемещался в катушку. Основные эффекты были связаны с переходом через точку Кюри феррита, а также с распадом аустенита по мартенситному механизму. Измерительная схема позволила зафиксировать температуру Кюри феррита для различных сталей, равную 580 – 780 °С с точностью до 5 °С, при этом интервал мартенситного превращения имел протяженность не менее 100 °С. Было показано, что методика магнитометрического анализа, основанная на изменении магнитного состояния образца в районе температуры Кюри его ферромагнитных фаз, позволяет определять содержание δ -феррита в смешанной структуре (мартенсит + δ -феррит) при различной его морфологии, что не всегда возможно сделать методами металлографических наблюдений. Магнитометрический анализ образцов, подвергнутых первичной высокотемпературной закалке и последующим нагревам на более низкие температуры с охлаждением в измерительной катушке установки, позволил определить температуры A_{c1} и A_{c3} изучаемых сталей, которые находились в интервале 760 – 1020 °С. Определение температуры A_{c1} для стали 15X13Г5НМВФР (780 ÷ 790 °С) позволило назначить температуру ее отпуска после закалки, равную 780 °С, максимально приближенную к температуре A_{c1} . В результате удалось уменьшить темп снижения твердости при последующем длительном (до 3000 ч) старении этой стали при 720 °С. Разработанная методика определения температур A_{c1} и A_{c3} сталей является дополняющей к аналогичным методикам, основанным на измерениях термических, dilatометрических и механических характеристик и позволяет принимать более мотивированное решение о положении указанных температур. Предлагаемая методология с ее аппаратным исполнением применима только к тем сталям, где аустенит обладает большой устойчивостью по отношению к процессам распада по диффузионному механизму при его переохлаждении, но претерпевает полное превращение по мартенситному механизму по достижении точек M_n и M_k (это означает, что время инкубационного периода на уровне «носа» С-образной кривой его распада должно быть не менее 5 мин). Для остальных сталей, в том числе аустенитных, углеродистых и типичных малолегированных машиностроительных эта методика неприменима.

Ключевые слова: ферритно-мартенситные стали, магнитная проницаемость, температура Кюри, дельта-феррит, мартенсит, аустенит, термическая обработка, старение, твердость.

DOI: 10.17073/0368-0797-2017-9-732-738

В практике металловедения измерение магнитных характеристик металлических объектов находит значительное применение [1]. Наиболее употребительно измерение величины намагниченности насыщения [2], коэрцитивной силы [3], анализ положения точки Кюри металлов и сплавов [4]. Описаны и другие методы магнитных измерений, основанные на фиксации эффектов Бокргauзена [5 – 13], анализе частотной зависимости магнитных свойств [14 – 17].

Авторами применена методика структурно-термического анализа, основанная на изменении магнитной

проницаемости образца при его непрерывном охлаждении от температуры выше температуры Кюри (T_c) и до температур начала и конца мартенситного превращения M_n и M_k . Эта методика может быть применена для сложнолегированных 12 %-ных хромистых сталей, структура которых в зависимости от содержания С, N, Cr, Ni, Mn, Si, Mo, W, V, Ta может состоять из смеси мартенсита, δ -феррита и аустенита в различных пропорциях [18]. При использовании стандартных приемов и реактивов металлографического травления аустенит и дельта-феррит практически не различаются. Приме-

нение метода пробных закалок для определения температур A_{c1} и A_{c3} в таких сталях с металлографическим анализом результатов закалок также неприемлемо, поскольку исходная структура – мартенсит, а структура, получающаяся после закалки от температуры, превышающей границу гамма + альфа области – отпущенный исходный мартенсит и «новый» мартенсит, образовавшийся из той части структуры, которая превратилась в аустенит при нагреве, и металлографически эти два мартенсита в ферритно-мартенситных сталях неразличимы. Методы измерения механических свойств (измерение твердости, испытания на растяжение, испытание на сжатие) затратны по времени и ресурсам. Большая устойчивость переохлажденного аустенита (до 100 ч) таких сталей к процессам его распада по диффузионному механизму ограничивает применение дилатометрического и термических анализов. Совместная регистрация магнитного состояния образца, текущего времени и температуры в этих условиях может дать положительные результаты.

Принцип действия и последовательность измерений с фиксацией магнитного состояния образца заключались в следующем. Измерительное устройство состояло из незапаянной кварцевой трубки внутренним диаметром ~15 мм и длиной ~70 см, которая длинным концом (~45 см) вставлялась в нагревательную печь сопротивления, а на втором (холодном) ее конце наматывалась медным проводом диаметром 0,3 мм в тефлоновой изоляции с количеством витков 20 штук витков к витку катушка индуктивности. При этом общая длина такой измерительной катушки составляла ~15 мм. Измерительная катушка, соединенная параллельно с конденсатором, составляла колебательный контур, настроенный на резонансную частоту (~50 000 Гц). При помещении в катушку металлического образца он начинал играть роль сердечника, при этом изменялась индуктивность катушки в целом, что приводило к изменению частоты колебаний контура. Электронная схема позволяла синхронно записывать в виде электронных таблиц (в формате .dat или .txt) данные об изменении частоты колебательного контура, температуре образца, температуре измерительной катушки. Параллельно проводилась запись текущего времени и температуры окружающей среды.

Образец испытуемого металла небольших размеров (примерно 6×6×6 мм и не обязательно строгой геометрической формы) вводился в тот конец кварцевой трубки, который был вставлен в предварительно разогретую до температур 1000 – 1100 °С печь, нагревался в этом конце до температуры печи, выдерживался 3 – 5 мин и затем быстро (за 1 – 2 с) выдвигался в другой (холодный) конец трубки в такое положение, чтобы быть в середине измерительной катушки. Рабочая термopара из проволоки диаметром 0,15 мм класса ХА (хромель-алюмель) своим горячим спаем в форме шарика диаметром не более 0,5 мм помещалась в вырез,

сделанный в образце, с таким расчетом, чтобы спай находился в середине образца.

При остывании образца в катушке от 980 – 950 и до 100 °С проводилась фиксация магнитного состояния системы «катушка + образец». Если в структуре образца наряду с аустенитом присутствовал δ-феррит (кривая 4 на рис. 1, а; буквой «а» со стрелкой обозначен эффект от появления ферромагнетизма в δ-феррите), то при охлаждении образца до температуры, равной или чуть ниже его точки Кюри (обычно при 650 – 760 °С), δ-феррит условно одномоментно переходил в ферромагнитное состояние, что очень резко изменяло индуктивность катушки и фиксировалось по изменению частоты колебательного контура. В процессе дальнейшего остывания образца наблюдалось плавное уменьшение частоты измерительного контура, но при достижении температуры начала мартенситного превращения (от 230 до 340 °С) изменение частоты (ее увеличение) опять становилось очень резким (кривая 4 на рис. 1, а; буквой «b» со стрелкой обозначен эффект от мартенситного превращения). Отсутствие первой (высокотемпературной) ступеньки на кривой зависимости «температура образца – частота колебательного контура» свидетельствовало об отсутствии в структуре δ-феррита (кривая 3 на рис. 1, а). Отсутствие второй (низкотемпературной) ступеньки – об отсутствии мартенситного превращения и полностью ферритной структуре стали (кривая 2 на рис. 1, а). Отсутствие и первой и второй ступеньки – о полностью аустенитной структуре (кривая 1 на рис. 1, а). Соотношение объемных долей δ-феррита и аустенита (из которого при охлаждении ниже M_n получается мартенсит) может быть определено сравнением относительных высот первой и второй ступенек.

Авторами эта методика была применена к 12 %-ным хромистым сталям, в структуре которых количество δ-феррита на фоне мартенсита сложно определить. Пример такой структуры, полученной на стали 15Х13Г5МВФР после введения в стандартную последовательность операций термической обработки (закалка от высоких температур + отпуск при температурах 680 – 790 °С) длительного гомогенизирующего отжига (1250 °С – 15 ч), представлен на рис. 2. В структуре стали δ-феррит после такой расширенной термообработки имеет характер видманшtedтовой игольчатой структуры (рис. 2, а) по сравнению с зернообразной в стали после стандартной термической обработки (рис. 2, б). Как для той, так и для другой структуры магнитометрический анализ дает примерно одинаковое содержание δ-феррита – около 12 % (об.).

Для стали 35Х12Г3МВФР, структура которой после закалки приведена на рис. 2, в, рентгенографический анализ фиксирует при 20 °С присутствие двух фаз – с ГЦК и ОЦК кристаллическими решетками. Если фаза с ГЦК решеткой может быть только аустенитом, то фаза с ОЦК решеткой может быть как δ-ферритом,

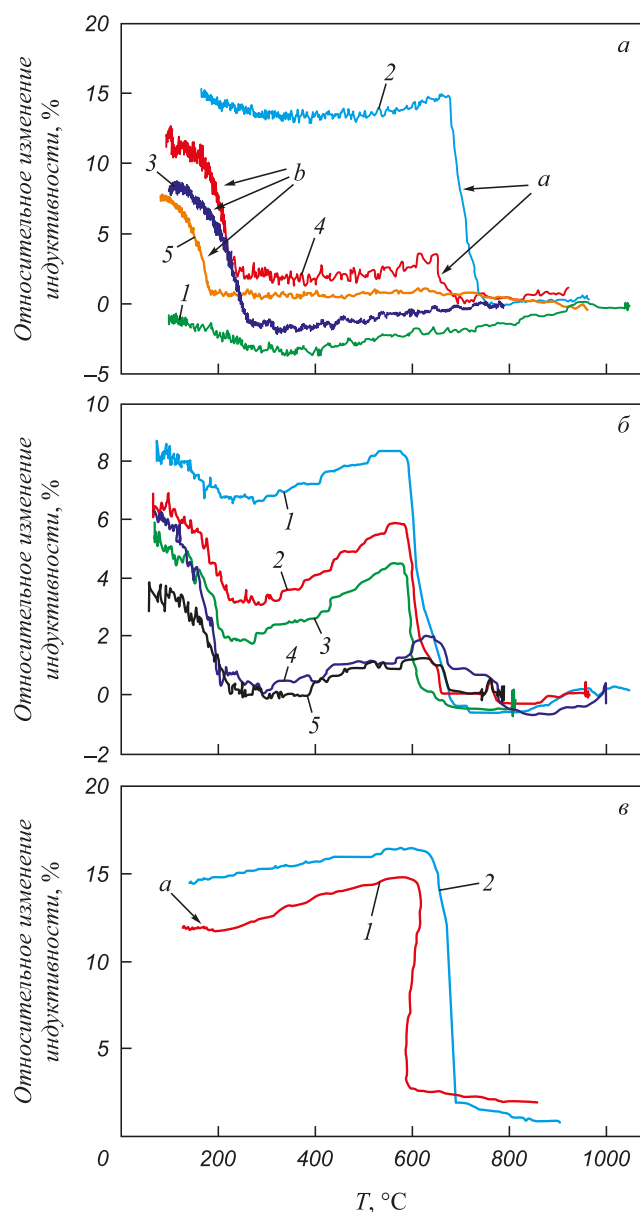


Рис. 1. Кривые изменения индуктивности при снижении температуры от ~1050 °С до ~100 °С:

1 – аустенитная сталь 08X18H10T; 2 – 13 %-ная хромистая сталь со 100 % δ -феррита; 3 – 13 %-ная хромистая сталь со 100 % мартенсита; 4 – 13 %-ная хромистая сталь с присутствием в структуре мартенсита и δ -феррита одновременно; 5 – 13 %-ная хромистая сталь 35X12Г3МВФР с присутствием в структуре мартенсита и аустенита одновременно (а); магнитограммы стали 15X13Г4МВАТФР с исходной структурой мартенсит + δ феррит, полученные при нагреве до температур 720 (1), 760 (2), 780 (3), 920 (4) и 960 °С (5) и последующем охлаждении (б); магнитограммы стали У8 (1) и стали 20 (2) после охлаждения от 950 °С (в)

Fig. 1. Curves of inductance changes at decrease in temperature from 1050 °C to 100 °C:

1 – 08Cr18Ni10Ti austenitic steel; 2 – 13%-Cr steel of 100 % delta-ferrite; 3 – 13%-Cr steel of 100 % martensite; 4 – 13%-Cr steel with presence of martensite and δ -ferrite at structure simultaneously; 5 – 13%-Cr steel 15Cr13Mn4MoWNTaVB with presence of martensite and austenite at structure simultaneously (a); magnetograms of 15Cr13Mn4MoWNTaVB steel with initial structure of martensite + δ ferrite obtained by heating to temperatures of 720 (1), 760 (2) 780 (3), 920 (4) 960 °C (5) and subsequent cooling (б); magnetograms of steels U8 (1) and steel 20 (2) after cooling from 950 °C (в)

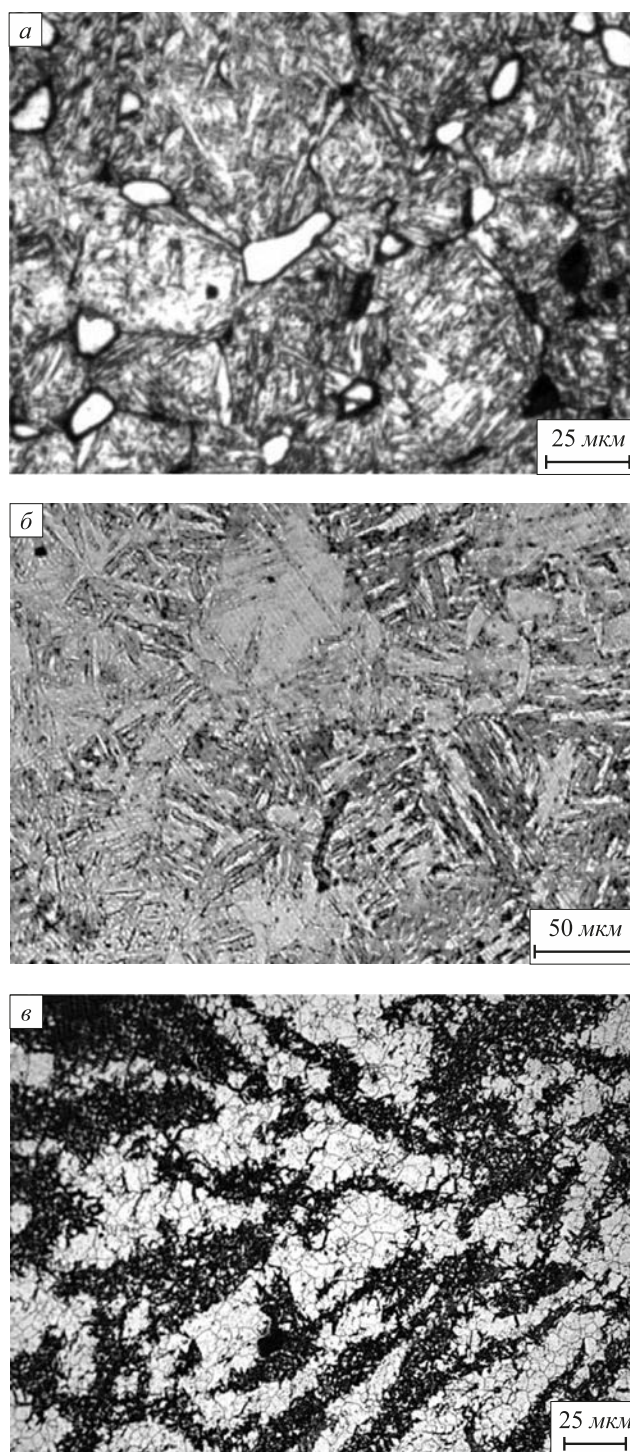


Рис. 2. Структура стали 15X13Г5МВФР после закалки (1100 °С) в масло и отпуска (720 °С, 2 ч) (а, светлые округлые зерна – δ -феррит) и той же стали после гомогенизирующего отжига (1250 °С, 15 ч), закалки (1100 °С) в масло и отпуска (720 °С, 2 ч) (б); структура стали 35X12Г3МВФР после закалки от 1100 °С в масло и отпуска при 720 °С в течение 2 ч (в, светлые зерна – аустенит, темные участки с иглообразной структурой – мартенсит)

Fig. 2. Structure of 15Cr13Mn5MoWVB steel after quenching (1100 °C) in oil and tempering (720 °C, 2 hours) (a – rounded light grains – δ -ferrite) and the same steel after homogenizing annealing (1250 °C, 15 hours), quenching (1100 °C) in oil and tempering (720 °C, 2 hours) (б); в – structure of 35Cr12Mn3MoWVB steel after quenching (1100 °C) in oil and tempering (720 °C, 2 hours) (light grains – austenite, dark zones with needle-shaped structure – martensite)

так и мартенситом превращения (из-за малой степени тетрагональности мартенсита в данной стали анализ формы рентгеновской линии ОЦК-фазы не позволяет разделять этим методом количественные соотношения дельта-феррита и мартенсита). Частотная кривая, полученная при охлаждении образца этой стали от 1100 до 100 °С приведена на рис. 1, а (кривая 5). Отсутствие в интервале температур 500 – 780 °С высокотемпературной ступеньки на ней свидетельствует о том, что до температуры ~250 °С структура неферромагнитна, т. е. это аустенит без присутствия δ -феррита.

Разработанная установка магнитометрического анализа и методика работы на ней позволили определять температуры Ac_1 и Ac_3 исследуемых 12 %-ных хромистых ферритно-мартенситных сталей, используя методику, аналогичную методике пробных закалок. При этом авторы исходили из следующих рассуждений. При комнатной температуре структура ферритно-мартенситных сталей состоит из δ -феррита и мартенсита, обе эти структурные составляющие ферромагнитны. При нагреве до температур межкритического интервала, превышающих температуру Ac_1 исследуемой стали, в структуре часть мартенсита превращается в аустенит, а оставшийся мартенсит подвергается интенсивному отпуску. При охлаждении δ -феррит и высокоотпущенный мартенсит (а по сути – ферритно-цементитная смесь) перейдут в ферромагнитное состояние при их температурах Кюри (что даст на магнитограмме соответствующие первые высокотемпературные ступеньки), а аустенит будет превращаться в мартенсит при охлаждении ниже температуры начала мартенситного превращения M_n . Если температура нагрева не превышает Ac_1 , то на магнитограмме эффект от мартенситного превращения в интервале температур 230 – 340 °С должен отсутствовать (кривая 1 на рис. 1, б). При нагреве до температуры, равной или выше температуры Ac_3 , относительная высота первой ступеньки должна стать минимальной. В опытах с дальнейшим повышением температуры высота этой ступеньки меняться не должна, а должна соответствовать содержанию δ -феррита в стали (кривые 4 и 5 на рис. 1, б). В этих опытах исходным состоянием образцов было состояние после закалки от 1100 °С в масло и отпуска при 720 °С в течение 2 ч.

Для определения температур Ac_1 и Ac_3 магнитометрическим методом исследуемые стали нагревали последовательно на температуры от 720 до 1040 °С с шагом 20 °С и для каждого шага нагрева проводили опыт по определению взаимного количества ферромагнитной фазы и аустенита. Зависимость доли феррита от температуры нагрева для стали 15X13Г4МВАтаФР показана на рис. 3. Исходя из этой зависимости, для данной стали температура $720 \leq Ac_1 \leq 740$ °С, а температура $900 \leq Ac_3 \leq 920$ °С.

Описанная методика была применена авторами для получения дополнительных данных о значениях крити-

ческих точек стали 13X12ГСНФР, имеющей полностью мартенситную структуру после охлаждения с любой скоростью от температур 1000 – 1250 °С. Критические точки этой стали определяли методами дилатометрии, калориметрии, измерением предела текучести на сжатие и магнитометрическим методом. Результаты измерений представлены на рис. 4, а. Анализ зависимостей показывает, что при использовании метода калориметрии следует анализировать не прямые зависимости теплового потока Q от температуры T , а дифференциальные зависимости dQ/dT . Видно также, что различие в определяемой с помощью этих методов наиболее важной температуре Ac_1 (указаны стрелками с буквой «а») достигает 80 °С ($Ac_1 = 791 \div 805, 793 \div 820, 740 \div 760, 760 \div 780$ °С в ряду методов калориметрия (кривые 1, 2 на рис. 3) → дилатометрия (кривая 3) → механические испытания (кривая 4) → магнитометрия (кривая б)). Представленная на этом же графике кривая 5 зависимости относительной индуктивности от температуры позволяет также определить и температуру начала мартенситного превращения в данной стали M_n , равную $262 \div 273$ °С (указана стрелкой с буквой «б»).

Методика определения температур Ac_1 и Ac_3 по измерениям магнитных свойств сталей использована авторами для назначения температуры отпуска перспективной ферритно-мартенситной стали 15X13Г5НМВФР. В соответствии с литературными данными, повышение температуры отпуска после закалки или нормализации таких сталей до максимально возможного уровня (но не выше Ac_1) значительно повышает стабильность структуры и свойств жаропрочных материалов. Сопоставление данных дилатометрии, магнитометрии и метода механических испытаний (температура Ac_1 , определенная

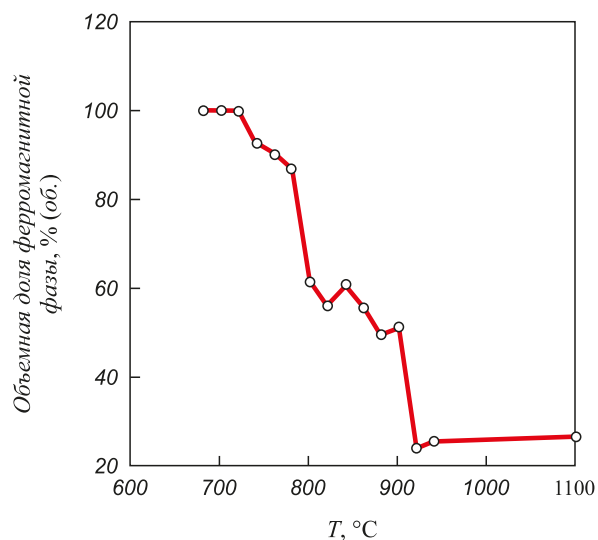


Рис. 3. Зависимость соотношения доли дельта-феррита от температуры нагрева стали 15X13Г4МВАтаФР

Fig. 3. Dependence of fraction of the ferromagnetic phase in 15Cr13Mn4MoWNTaVB steel on heating temperature

этим методом, равнялась соответственно $875 \div 885$, $780 \div 790$, $800 \div 810$ °C) позволило назначить температуру отпуска, равную 780 °C вместо 720 °C. Не меняя структурных и прочностных характеристик, это значительно уменьшило темп снижения твердости при последующем длительном (до 3000 ч) старении этой стали при 720 °C (рис. 4, б).

Важно отметить, что применение разработанной методики магнитометрического анализа для определения структурно-температурных характеристик сталей возможно только для тех сталей, где аустенит обладает большой устойчивостью по отношению к процессам распада по диффузионному механизму при его переохлаждении, но претерпевает полное превращение по мартенситному механизму по достижении точек M_n и M_s . Для остальных сталей, в том числе аустенитных, углеродистых и типичных малолегированных машиностроительных, эта методика неприменима. Для иллюстрации этого, на рис. 1, в приведены частотные кривые для сталей 20 и У8. Видно, что в стали 20 с преимущественно ферритной (при 20 °C) структурой появление ферромагнетизма происходит при температуре 770 °C и ниже, а к 700 °C весь образец ферромагнитен (кривая 2 на рис. 1, в). Для стали У8 эвтектоидного состава появление ферромагнетизма происходит при 660 °C и вызывается распадом аустенита по эвтектоидной реакции «аустенит → перлит». Реакция идет

с выделением тепла [19], что приводит к повышению температуры образца при его естественном остывании (кривая 1 на рис. 1, в). Также в стали У8 при температуре 210 °C фиксируется появление ферромагнетизма у цементита (указано стрелкой на рис. 1, в).

Выводы. Методика, основанная на анализе изменения магнитной проницаемости образцов при их непрерывном охлаждении в момент появления у них ферромагнитных свойств, позволяет определять характерные температуры мартенситного превращения (M_n и M_s) и температуры фазовых превращений A_{c1} и A_{c3} в сталях, переохлажденный аустенит которых обладает большой устойчивостью по отношению к процессам его распада по диффузионному механизму.

Магнитометрическая методика позволяет уточнять структурный класс ферритно-мартенситных 12 %-ных хромистых сталей через определение количества δ -феррита в их структуре. Этот метод основан на измерении относительной высоты ступеньки на магнитограмме, возникающей при переходе через температуру Кюри δ -феррита при охлаждении.

Разработанная методика определения температур A_{c1} и A_{c3} сталей является дополняющей к аналогичным методикам, основанным на измерениях термических, dilatометрических и механических характеристик и позволяет принимать более мотивированное решение о положении указанных температур (разница при опре-

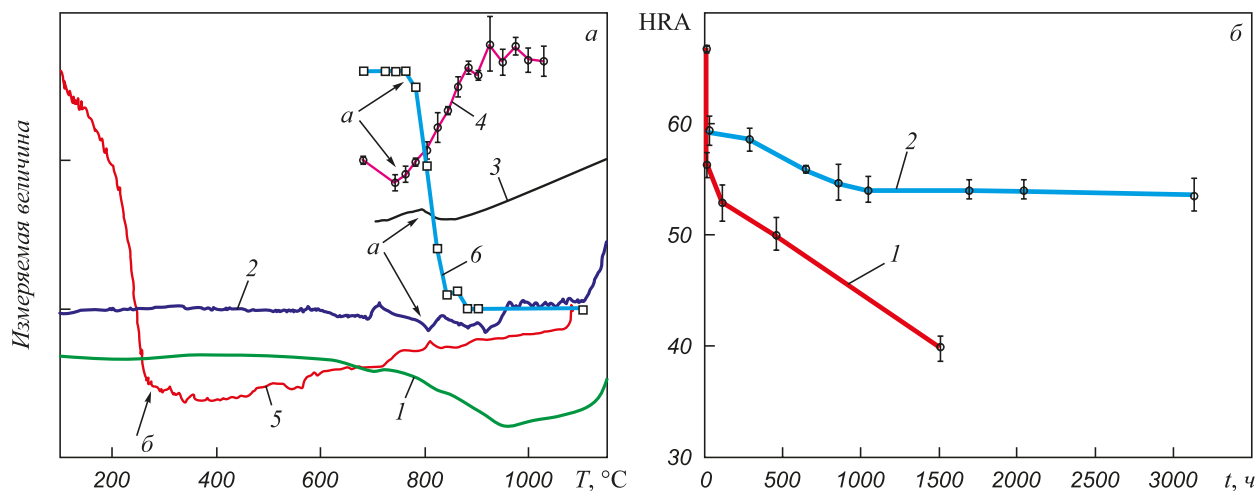


Рис. 4. Температурные зависимости некоторых характеристик образцов стали 13X12GCHFP:

1 – теплового потока Q ; 2 – производной от теплового потока dQ/dt ; 3 – изменения длины образца; 4 – предела текучести при испытании на сжатие от температуры закалки; 5 – относительного изменения индуктивности; 6 – количества ферромагнитной составляющей в структуре (δ -феррита + мартенсита) от температуры нагрева после закалки (а).

Зависимость твердости стали 15X13Г5НМВФР от времени старения (отжига) при 720 °C:

1 – сталь после закалки от 1125 °C и отпуска при 720 °C в течение 2 ч;
2 – сталь после закалки от 1125 °C и отпуска при 780 °C в течение 1 ч (б)

Fig. 4. Temperature dependences of some characteristics of 13Cr12MnSiNiVB steel sample:

1 – heat flow Q ; 2 – derivative of the heat flow dQ/dt ; 3 – change of the sample length; 4 – dependence of yield strength on the quenching temperature; 5 – relative change in inductance; 6 – dependence of amount of the ferromagnetic component in the structure (δ -ferrite + martensite) on the heating temperature after quenching.

Dependence of hardness of 15Cr13Mn5NiMoWVB steel on time of aging (annealing) at 720 °C:

1 – steel after quenching from 1125 °C and tempering at 720 °C for 2 hours;
2 – steel after quenching from 1125 °C and tempering at 780 °C for 1 hour

делении температуры A_{c1} разными методами в данных опытах достигала 80 °C).

Температура A_{c1} стали 15X13Г5НМВФР, определенная магнитометрическим методом (780 ÷ 790 °C), близка по своему значению к температуре A_{c1} , определенной методом измерения механических свойств. Отпуск закаленной стали 15X13Г5НМВФР при температуре 780 °C, максимально близкой к температуре A_{c1} , позволил уменьшить темп снижения твердости при последующем длительном (до 3000 ч) старении этой стали при 720 °C.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Лифшиц Б.Г., Крапошин В.С., Линецкий Я.Л. Физические свойства металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1980. – 320 с.
2. Физическое материаловедение / Под ред. Р. Кана. Вып. 1. Атомное строение металлов и сплавов. – М.: Мир, 1967. – 334 с.
3. Металловедение и термическая обработка стали: Справ. изд. – В 3-х томах. Т. 1. Методы испытаний и исследований / Под ред. М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадта. – М.: Металлургия, 1985. – 352 с.
4. Физическое материаловедение / Под ред. Р. Кана. Вып. 2. Фазовые превращения. Металлография. – М.: Мир, 1968. – 492 с.
5. Byeon J.W., Kwun S.I. Effect of thermal exposure of 2.25Cr-1Mo steel on magnetic Barkhausen noise // J. Korean Phys. Soc. 2004. Vol. 45. P. 733 – 737.
6. Buttle D.J., Briggs G.A.D., Jakubovics J.P. etc. Magnetoacoustic and Barkhausen in ferromagnetic materials [and discussion] // Philos. Trans. R. Soc. Lond. A. 1986. Vol. 320. P. 363 – 378.
7. Nakai N., Furuya Y., Obata M. Effect of carbide particle morphology and prior austenite grain size on Barkhausen noise in 0.4 C-5Cr-Mo-V hot-work tool steel // Mater. Trans. 1989. Vol. 30. P. 197 – 199.
8. Moorthy V., Vaidyanathan S., Raj B. etc. Insight into the microstructural characterization of ferritic steels using micromagnetic parameters // Metall. Mater. Trans. A. 2000. Vol. 31A. P. 1053 – 1065.
9. Moorthy V., Vaidyanathan S., Jayakumar T., Raj B. On the influence of tempered microstructures on magnetic Barkhausen emission in ferritic steels // Philos. Mag. A. 1998. Vol. 77. P. 1499 – 1514.
10. Byeon J.W., Kwun S.I. Magnetic nondestructive evaluation of the thermally degraded 2.25Cr-1Mo steel // Mater. Lett. 2003. Vol. 58. P. 94 – 98.
11. Jiles D.C. Magnetic properties and microstructure of AISI 1000 series carbon steels // J. Phys. D. 1988. Vol. 21. P. 1186.
12. Kim C.S., Kwun S.I. Influence of precipitate and martensite lath on the magnetic properties in creep damaged 11Cr-3.45W steel // Mater. Trans. 2007. Vol. 48. P. 3028 – 3030.
13. Yamaura S., Furuya Y., Watanabe T. The effect of grain boundary microstructure on Barkhausen noise in ferromagnetic materials // Acta Mater. 2001. Vol. 49. P. 3019 – 3027.
14. Dickinson S.J., Binns R., Yin W. etc. The development of a multi-frequency electromagnetic instrument for monitoring the phase transformation of hot strip steel // IEEE T. Instrum. Meas. 2007. Vol. 56. P. 879 – 886.
15. Hao X., Yin W., Strangwood M. etc. Characterization of decarburization of steels using a multifrequency electromagnetic sensor: experiment and modeling // Metall. Mater. Trans. A. 2009. Vol. 40A. P. 745 – 756.
16. Hao X.J., Yin W., Strangwood M. etc. Off-line measurement of decarburization of steels using a multifrequency electromagnetic sensor // Scripta Mater. 2008. Vol. 58. P. 1033 – 1036.
17. Liu J., Strangwood M., Davis C. L., Peyton A. J. Magnetic evaluation of microstructure changes in 9Cr-1Mo and 2.25Cr-1Mo steels using electromagnetic sensors // Metall. Mater. Trans. A. 2013. Vol. 44A. P. 5897 – 5909.
18. Рачков В.И., Образцов С.М., Соловьев В.А. и др. Оптимизация химического состава ферритно-мартенситной стали в целях повышения кратковременных механических свойств // Атомная энергия. 2013. Т. 115. Вып. 1. С. 22 – 27.
19. Лившиц Б.Г. Металлография. – М.: Металлургия, 1990. – 236 с.

Поступила 8 июня 2016 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2017. Vol. 60. No. 9, pp. 732–738.

MAGNETOMETRIC ANALYSIS TO EXAMINE CRITICAL TEMPERATURES AND STRUCTURAL STATE OF THE 13%-Cr STEELS

M.Yu. Belomyttsev, E.I. Kuz'ko, P.A. Prokof'ev, T.D. Sulyaev

National University of Science and Technology "MISIS" (MISIS),
Moscow, Russia

Abstract. In physical metallurgy practice the analysis of phase and structural transformations often is made through the methods based on measurement of magnetic characteristics of metal body; in these methods measurements of coercive forces, Curie points, the analysis of frequency dependence of magnetic properties and Barkhausen effect are used. In this paper, the technique based on change of magnetic permeability of the sample at its continuous cooling from temperatures above Curie point (T_c), through the martensite transformation start temperature (M_s) to the final stages of transformation (M_f) is applied. The method essence consists in measurement of frequency fluctuations in oscillatory circuit based on a chain "L (inductance coil, as a magnetic-test coil) – C (precision condenser)". Explored metal sample played a magnetic core role in the measuring coil. For supervision of phase transformations effects, the sample was warmed up preliminary and then quickly transferred to the coil. The main effects were associated with the transition through the Curie point of ferrite, as well as with the transformation of austenite into martensite. The measuring scheme has allowed fixing Curie point of ferrite for various steels in the range of

580 – 780 °C with accuracy of 5 °C, at the same time martensite transformations interval had extent not less than 100 °C. It has been shown that magnetometric analysis technique, based on deviation of magnetic state of ferromagnetic phases in material at near Curie temperature, allows to define quantity of δ -ferrite in the mixed structure (martensite + δ -ferrite) at its various morphology that is not always achievable by traditional metallographic methods. Magnetometric analysis of the samples subjected to primary high-temperature quenching and the subsequent heating on lower temperatures with cooling in the measuring coil unit, has allowed defining temperatures of A_{c1} and A_{c3} in studied steels which were in the range of 760 – 1020 °C. Determination of the point A_{c1} for 15Cr13Mn5MoWVB steel (780 – 790 °C) allowed setting the temperature of its tempering after quenching equal to 780 °C, closest to the temperature of A_{c1} , that made it possible to reduce the rate of decrease in hardness at the subsequent long ageing (up to 3000 hours) of this steel at 720 °C. The developed method for determining the temperatures A_{c1} and A_{c3} in steels is additional to similar methods based on measurements of thermal, dilatometric and mechanical characteristics and makes it possible to make a more reasonable choice of these temperatures. The proposed methodology in the current hardware implementation is applicable only to those steels where the austenite at its overcooling is sufficiently stable against processes of decomposition by diffusion mechanism, but undergoes

a complete transformation with the aid of the martensitic mechanism upon reaching M_s and M_f points (this means that the time of the incubation period at the level of “nose” of the S-shaped decomposition curve should be not less than 5 minutes); for other steels, including austenitic, carbon and ordinary low alloy engineering steels this technique is inapplicable.

Keywords: ferritic-martensitic steels, magnetic permeability, Curie temperature, delta-ferrite, martensite, austenite, heat treatment, aging, hardness.

DOI: 10.17073/0368-0797-2017-9-732-738

REFERENCES

1. Lifshits B.G., Kraposhin V.S., Linetskii Ya.L. *Fizicheskie svoystva metallov i spлавov* [Physical properties of metals and alloys]. Moscow: Metallurgiya, 1980, 320 p. (In Russ.).
2. *Fizicheskoe metallovedenie. Vyp. 1. Atomnoe stroenie metallov i spлавov* [Physical metal science. Issue 1. A nuclear structure of metals and alloys]. Kan R. ed. Moscow: Mir, 1967, 334 p. (In Russ.).
3. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka stali. Sprav. izd. v 3-kh tomakh T. 1. Metody ispytaniy i issledovaniy* [Metal science and heat treatment of steel. Vol. 1. Methods of testing and researches]. Bernshtein M.L., Rakhshadt A.G. eds. Moscow: Metallurgiya, 1985, 352 p. (In Russ.).
4. *Fizicheskoe metallovedenie. Vyp. 2. Fazovye prevrashcheniya. Metallografiya* [Physical metallurgical science. Issue 2. Phase transformations. Metallography]. Kan R. ed. Moscow: Mir, 1968, 492 p. (In Russ.).
5. Byeon J.W., Kwun S.I. Effect of thermal exposure of 2.25Cr-1Mo steel on magnetic Barkhausen noise. *J. Korean Phys. Soc.* 2004, vol. 45, pp. 733–737.
6. Buttle D.J., Briggs G.A.D., Jakubovics J.P., Little E.A., Scruby C.B., Busse G., Sayers C.M., Green R.E. Magnetoacoustic and Barkhausen emission in ferromagnetic materials [and discussion]. *Philos. Trans. R. Soc. Lond. A.* 1986, vol. 320, pp. 363–378.
7. Nakai N., Furuya Y., Obata M. Effect of carbide particle morphology and prior austenite grain size on Barkhausen noise in 0.4 C–5Cr–Mo–V hot-work tool steel. *Mater. Trans.* 1989, vol. 30, pp. 197–199.
8. Moorthy V., Vaidyanathan S., Raj B., Jayakumar T., Kashyap B. Insight into the microstructural characterization of ferritic steels using micromagnetic parameters. *Metall. Mater. Trans. A.* 2000, vol. 31A, pp. 1053–1065.
9. Moorthy V., Vaidyanathan S., Jayakumar T., Raj B. On the influence of tempered microstructures on magnetic Barkhausen emission in ferritic steels. *Philos. Mag. A.* 1998, vol. 77, pp. 1499–1514.
10. Byeon J.W., Kwun S.I. Magnetic nondestructive evaluation of thermally degraded 2.25Cr–1Mo steel. *Mater. Lett.* 2003, vol. 58, pp. 94–98.
11. Jiles D.C. Magnetic properties and microstructure of AISI 1000 series carbon steels. *J. Phys. D.* 1988, vol. 21, p. 1186.
12. Kim C.S., Kwun S.I. Influence of Precipitate and Martensite Lath on the Magnetic Properties in Creep Damaged 11Cr–3.45W Steel. *Mater. Trans.* 2007, vol. 48, pp. 3028–3030.
13. Yamaura S., Furuya Y., Watanabe T. The effect of grain boundary microstructure on Barkhausen noise in ferromagnetic materials. *Acta Mater.* 2001, vol. 49, pp. 3019–3027.
14. Dickinson S.J., Binns R., Yin W., Davis C., Peyton A.J. The development of a multifrequency electromagnetic instrument for monitoring the phase transformation of hot strip steel. *IEEE T. Instrum. Meas.* 2007, vol. 56, pp. 879–886.
15. Hao X., Yin W., Strangwood M., Peyton A., Morris P., Davis C. Characterization of decarburization of steels using a multifrequency electromagnetic sensor: experiment and modeling. *Metall. Mater. Trans. A.* 2009, vol. 40A, pp. 745–756.
16. Hao X.J., Yin W., Strangwood M., Peyton A.J., Morris P.F., Davis C.L. Off-line measurement of decarburization of steels using a multifrequency electromagnetic sensor. *Scripta Mater.* 2008, vol. 58, pp. 1033–1036.
17. Liu J., Strangwood M., Davis C. L., Peyton A. J. Magnetic evaluation of microstructure changes in 9Cr–1Mo and 2.25Cr–1Mo steels using electromagnetic sensors. *Metall. Mater. Trans. A.* 2013, vol. 44A, pp. 5897–5909.
18. Rachkov V.I., Obratsov S.M., Solov'ev V.A., Belomyttsev M.Yu., Mikhailov M.A., Chizhikov K.E. Optimization of the chemical composition of ferrite-martensite steel to increase short-time mechanical properties. *Atomic Energy.* 2013, vol. 115, no. 1, pp. 26–31.
19. Livshits B.G. *Metallografiya* [Metallography]. Moscow: Metallurgiya, 1990, 236 p. (In Russ.).

Information about the authors:

M.Yu. Belomyttsev, Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair “Metallography and Physics of Strength” (myubelom@yandex.ru)

E.I. Kuz'ko, Cand. Sci. (Phys.–Math.), Senior Lecturer of the Chair “Metallography and Physics of Strength” (joms@mfp.misis.ru)

P.A. Prokof'ev, Student

T.D. Sulyaev, Student

Received July 8, 2016