

УДК 620.14.018.44

## ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ НАГРЕВА И ОХЛАЖДЕНИЯ ПРИ ЦИКЛИРОВАНИИ ЗАКАЛКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВА 44НХТЮ

© Вениамин Аркадьевич Скуднов, Наталья Викторовна Редькина, Сергей Викторович Харитонов

*Нижегородский государственный технический университет им.Р.Е.Алексеева, Нижний Новгород, Россия*  
[rednatvik@gmail.com](mailto:rednatvik@gmail.com)

*Аннотация.* В работе представлены результаты экспериментального исследования циклической закалки сплава 44НХТЮ с разными скоростями циклирования.

*Ключевые слова:* дисперсионно твердеющий сплав, термоциклическая обработка, закалка, рентгеноструктурный анализ, микроструктура.

### Influence of tempering the cycling speed on the microstructure of the alloy 44НХТЮ

© V.A.Skudnov, N.V.Redkina, S.V.Charitonov

*Nizhny Novgorod State Technical University n.a. R.E. Alekseev*

*The work presents the results of a pilot study of cyclic-hardening alloy 44НХТЮ with different speeds cycling.*

*Key words:* dispersion hardened alloys, thermocyclic processing, hardening, x-ray scattering techniques, microstructure.

Сплав 44НХТЮ является дисперсионно твердеющим элинваром на основе системы Fe-Ni, который сохраняет температурную стабильность модуля упругости до 100-400<sup>0</sup>С. Для получения оптимальных механических и физических свойств дисперсионно твердеющие элинвары подвергают закалке и старению. После закалки в воду с 900-950<sup>0</sup>С формируется структура сплава, который становится более пластичным и может подвергаться штамповке и другой механической обработке. Чем мельче зерно, тем более стабильное структурное состояние сплава. Известно, что ТЦО позволяет интенсифицировать термическую обработку и сильнее измельчает зерно, чем закалка [1]. Поэтому целью данной работы послужило исследование циклическости закалки сплава 44НХТЮ.

В работе исследовались образцы, вырезанные из прутков диаметром 15мм и высотой 10мм.

Термическую обработку по экспериментальным режимам, приведенным в таблице 2, проводили в электропечи лабораторной SNOL 8.2/1100, предназначенной для термообработки разных материалов и изделий при температуре от 50<sup>0</sup>С до 1100<sup>0</sup>С в воздушной среде в стационарных условиях. Электропечь эксплуатировали в соответствии с требованиями «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителем» и ГОСТ Р МЭК 61010-2-010-99. Технические характеристики: номинальная мощность - 1,8кВт, напряжение питающей сети - 230В, частота переменного тока - 50Гц, номинальная температура в рабочем пространстве составляет 1100<sup>0</sup>С, число фаз – 1, среда в рабочем пространстве – воздух, время разогрева электропечи до номинальной температуры без садки не более 50мин, диапазон автоматического регулирования температуры от 50 до 1100<sup>0</sup>С, стабильность температуры в установившемся тепловом режиме, без садки ±2<sup>0</sup>С, неравномерность температуры в установившемся тепловом режиме, без садки ±10<sup>0</sup>С.

Размеры рабочей камеры: 200x300x133 мм, не менее. Габаритные размеры: 440x560x510 мм, не более. Масса 28 кг. Фотография печи приведена на рисунке 1.



Рис. 1. Печь SNOL 8.2/1100

Определение скорости нагрева и охлаждения при циклировании закалки проводилось путем измерения температуры поверхности образца при помощи потенциометра ПП63 и с помощью секундомера времени, за которое заданная температура достигалась. Основные технические характеристики потенциометра постоянного тока ПП63: класс точности - 0,05, пределы измерения от 0 до 111,1 мВ, контур I: 10 ступеней по 10 мВ, 10 ступеней по 1 мВ, контур II: 10 ступеней по 0,1 мВ, 10 ступеней по 0,01 мВ. Фотография потенциометра ПП63 приведена на рисунке 2.



Рис. 2. Потенциометр ПП63.

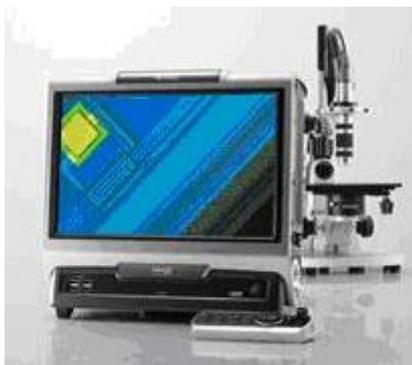
Определение температуры образца на поверхности проводилось с использованием термопары типа ХА (хромель-алюмель) в интервале температур 350÷910<sup>0</sup>С. Термопару привязывали к образцу нихромовой проволокой диаметром 0,4 мм с целью определения времени охлаждения с температуры 910<sup>0</sup>С до 350<sup>0</sup>С и времени нагрева с температуры 20<sup>0</sup>С до температуры нагрева 910<sup>0</sup>С, а также с температуры 350<sup>0</sup>С до температуры нагрева 910<sup>0</sup>С. Охлаждение с температуры 910<sup>0</sup>С проводили с момента достижения этой температуры без выдержки. Время засекали секундомером. После охлаждения до температуры 350<sup>0</sup>С образец

снова загружали в печь с температурой 910<sup>0</sup>С и засекали время нагрева до этой температуры. Температуру на образце контролировали с помощью потенциометра ПП-63

Измерение твердости производилось на твердомере ТК-2 с помощью метода Роквелла по ГОСТ 9013. Сущность метода заключалась во внедрении в поверхность образца стального сферического наконечника (шкалы В) под действием последовательно прилагаемых усилий предварительного  $F_0$  и основного  $F_1$  усилий и в определении глубины внедрения наконечника после снятия основного усилия ( $F_1$ ).

Для выявления микроструктуры применяли электролитическое травление в 20%-ном растворе щавелевой кислоты.

Микроструктура шлифа исследовалась под цифровым оптическим микроскопом высокого разрешения Keyence VHX-1000 при увеличении  $\times 100$ , 500, 1000, который является современным комплексом для визуализации микрообъектов, включающий в себя оптический микроскоп, оборудованный видеокамерой высокого разрешения и контроллером на базе персонального компьютера. Контроллер оснащен высокоскоростным графическим процессором, который обеспечивает высокую производительность и качество обработки получаемых изображений. Фотография микроскопа приведена на рисунке 3. Размер зерна определялся в соответствии с ГОСТ 5639



**Рис. 3.** Материаловедческий цифровой микроскоп высокого разрешения Keyence VHX-1000

Съёмка рентгенограмм производилась на рентгеновском дифрактометре общего назначения ДРОН-2. Режимы съёмки: материал анода – Fe,  $\lambda(\text{Fe})=1930 \text{ \AA}$ , U-25 кВ, I-0,5 мА, щели: 1мм -2мм. Результаты расчёта рентгенограмм в 3-х состояниях приведены в таблице 3.

Расшифровка рентгенограмм производилась, исходя из начального угла Вульфа-Брегга  $2\theta$  с учётом масштаба. Вычислялись соответствующие углы для всех характеристических линий спектра. Затем определялась относительная интенсивность всех линий с учётом матричной линии, имеющей относительную интенсивность 1,0. По уравнению Вульфа-Брегга определялись межплоскостные расстояния  $d/n$  [2]:

$$d/n = \lambda / 2 \sin \theta \quad (1)$$

Величину минимальной плотности дислокаций в сплаве ( $\rho$ ) определяли с помощью физической ширины первой и последней линий рентгенограммы и оценивали по формуле [2]:

$$\rho = \frac{3}{D^2}, \quad (2)$$

где  $D$  – размеры блоков, см.

Химический состав сплава 44НХТЮ приведен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав сплава 44НХТЮ с температурно стабильным модулем упругости,  
%

Марка сплава	C	Si	Mn	Fe	Ni	Cr	Mo	Ti	Al	S	P	ГОСТ Т
44 НХТЮ	«0,05	0,5-0,8	0,5-0,8	Осн	43,5-45,5	5,2-5,8	-	2,2-2,7	0,5-1,0	-	-	ГОСТ 10994

В таблице 2 приведены исследуемые экспериментальные режимы термоциклической закалки сплава 44НХТЮ.

Таблица 2

Режимы термоциклической обработки сплава 44НХТЮ

№ режима (образца)	Режим термической обработки (термоциклической закалки)	Скорость нагрева в циклах, °С/мин	Скорость охлаждения в циклах, °С/мин	Примечание
1	ТЦО 950±350, 3 цикла (охлаждающая среда-воздух, окончательное охлаждение в воде)	280	373	-
2	ТЦО 950±350, 4 цикла (охлаждающая среда-воздух, окончательное охлаждение в воде)	280	373	-
3	ТЦО 950±350, 3 цикла (охлаждающая среда-печь, окончательное охлаждение в воде)	35	70	-
4	ТЦО 950±350, 4 цикла (охлаждающая среда-печь, окончательное охлаждение в воде)	35	70	Нагрев при первом цикле осуществлялся вместе с печью без тарировки.

Низкие скорости нагрева и охлаждения режимов 3и 4 таблицы 2 связаны с тем, что нагрев и охлаждение образцов осуществлялись вместе с печью. Скорость охлаждения определялась при охлаждении с открытой дверцей печи, при этом печь оставалась включенной, а скорость нагрева при закрытой дверцей печи.

На рисунках 4-7 приведена микроструктура исследуемых образцов из сплава 44НХТЮ после экспериментальных режимов термоциклической закалки таблицы 3.



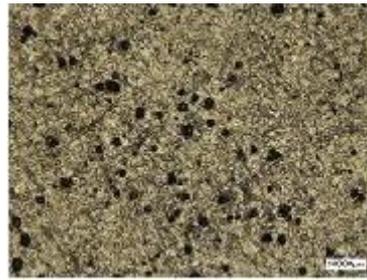
а)



б)



в)



г)

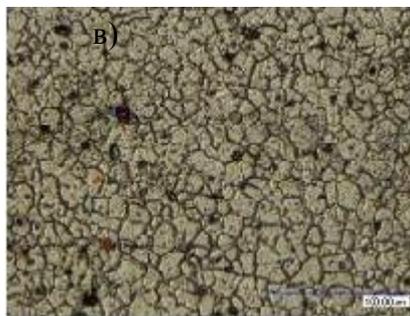
**Рис. 4.** Структура образца из сплава 44 НХТЮ, обработанному по режиму 1 таблицы 2 при увеличении: а) х100, б)500, в)1000



а)



б)



в)

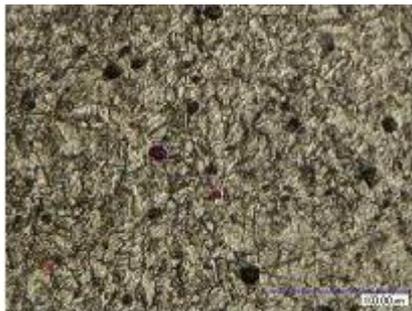
**Рис. 5.** Структура образца из сплава 44 НХТЮ, обработанному по режиму 2 таблицы 2 при увеличении: а) х100, б)500, в)1000



а)



б)

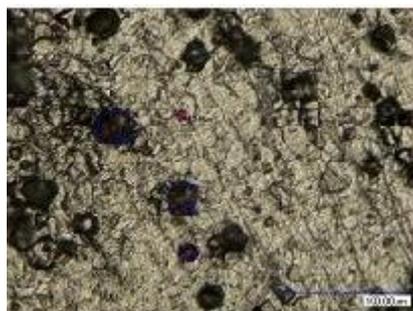


в)

**Рис. 6.** Структура образца из сплава 44 НХТЮ, обработанному по режиму 3 таблицы 2 при увеличении: а) x100, б)500, в)1000



а)



б)



в)

**Рис. 7.** Структура образца из сплава 44 НХТЮ, обработанному по режиму 4 таблицы 2 при увеличении: а) x100, б)500, в)1000

Из рисунков 4, 5, 6 и 7 видно, что 3-х цикловая закалка позволяет получить более мелкое зерно, чем 4-х цикловая. В таблице 3 приведены результаты микроанализа исследуемых экспериментальных режимов ТЦО сплава 44НХТЮ.

№ режима термической обработки согласно таблице 2	Твердость	Размер зерна	Размер пор (радиус), мм	Примечание
1	99 HRB	11	0,00969	
2	102 HRB	9	0,00456	
3	84 HRB	11	0,00457	
4	86 HRB	9	0,01086	

Из таблицы 3 видно, что в результате 3-х цикловой обработки вне зависимости от скорости нагрева и скорости охлаждения при ТЦО, зерно получается более мелкое, но при этом твердость ниже, чем при 4-х цикловой закалке, что улучшает механическую обработку и создает хорошую основу для дальнейшего старения. Однако результатом 3-х цикловой закалки с более низкими скоростями нагрева и охлаждения являются более мелкие поры, что улучшает микроструктуру сплава в целом.

Медленный нагрев образца вместе с печью по режиму 4 таблицы 2 ведет к сильному росту пор, что ухудшает свойства сплава.

Изменение интенсивностей спектральных линий рентгенограмм образцов после рентгеноструктурного анализа образцов из сплава 44НХТЮ, обработанных по режимам таблицы 1 и 2 таблицы 2 отличающихся разным количеством циклов закалки представлены в таблице 4.

Таблица 4

**Результаты рентгеноструктурного анализа образцов из сплава 44НХТЮ по режимам таблицы 4**

Интенсивность линий по режимам таблицы 1			
№ линии	Режим 1 таблица 3	Режим 2 таблица 3	Предполагаемая фаза
1	14	11	Ni <sub>3</sub> Ti
2	68	51	γ
3	7	5	Ni <sub>3</sub> (Ti,Al), Fe <sub>2</sub> Ti
4	33	25	γ
5	4	3	Cr <sub>2</sub> Ti
6	18	16	γ
7	5	4	Cr <sub>2</sub> Ti
8	29	28	γ

Из таблицы 4 видно, что количество выделенной фазы Cr<sub>2</sub>Ti практически не изменяется с изменением числа циклов при закалке. Количество фазы Ni<sub>3</sub>Ti с увеличением

числа циклов при закалке уменьшается. Наибольшая твердость сплава достигается при 4 циклах, когда количество всех фаз наименьшее по сравнению с термическими обработками по режиму 1 таблицы 2.

В таблице 5 приведен результат исследования микроструктуры образцов из сплава 44НХТЮ, обработанных по режиму 2 таблицы 2.

Таблица 5

**Результат исследования микроструктуры образцов из сплава 44НХТЮ, обработанных по режимам таблицы 2.**

№ режима (табл. 2)	Твердость, HRB	Плотность дислокаций Q, см <sup>-2</sup>
2	102	8,1x10 <sup>9</sup>

Из таблицы 5 видно, что 4-х разовое циклирование закалки позволяет получить высокую твердость и плотность дислокаций, а следовательно получить высокую прочность при последующем старении.

### Выводы

1. Применение термоциклической обработки позволяет эффективно улучшить микроструктуру элинварного сплава 44НХТЮ. Совершенствование структуры сплава при термоциклической обработке происходит вследствие термических напряжений, а также образования и растворения интерметаллидов. Плотность дислокаций после 4-х разового термоциклирования закалки значительно выше, чем после обычной закалки в воду, что свидетельствует об увеличении прочности [3].

2. Термоциклирование закалки позволяет интенсифицировать процесс термической обработки и измельчить зерно. Полученные результаты следует использовать для оптимизации режима закалки элинварного сплава 44НХТЮ.

### Литература

1. Федюкин, В.К. Термоциклическая обработка металлов и деталей машин / В.К.Федюкин, М.Е. Смагоринский – Л.: Машиностроение, 1989. – 255с.
2. Миркин, Л.И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов. Справочник / Л.И. Миркин. – М.: Машиностроение, 1979. – 135 с.
3. Редькина Н.В., Влияние термоциклической обработки на структуру прецизионного сплава 44НХТЮ по сравнению со стандартными режимами термической обработки/ Н.В.Редькина, В.А.Скуднов, С.В. Харитонов // Деформация и разрушение материалов и наноматериалов: тез. докл. IV междунар. конф., Москва, ИМЕТ РАН, 25-28 октября 2011 г. – Москва, 2011. С.389.

*Поступила: 04.10.12.*