ВЫЯВЛЕНИЕ МАГНИТНОЙ АНИЗОТРОПИИ В АУСТЕНИТНОЙ ХРОМОНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ

© 2021 г. М.Б. Ригмант^{1,*}, Н.В. Казанцева¹, А.В. Кочнев¹, Ю.Н. Коэмец¹, Ю.В. Корх¹, М.К. Корх¹, М.С. Карабаналов²

¹Институт физики металлов УрО РАН, Россия 620108 Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18 ²Уральский Федеральный университет им. Первого президента Б.Н. Ельцина, Россия 620002 Екатеринбург, ул. Мира, 19 *E-mail: rigmant@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 19.08.2021; после доработки 15.11.2021 Принята к публикации 17.11.2021

Проведены исследования текстуры, фазового состава и магнитной анизотропии в деформированных прокаткой аустенитных образцах стали 09X17H5Ю при образовании в них мартенсита деформации. Показано, что метод магнитного неразрушающего контроля, использующий измерение магнитных полей от локально намагниченных участков, чувствителен к анизотропии магнитной проницаемости. Анизотропия магнитных свойств связана с появлением механической текстуры прокатки. Во всех исследованных деформированных образцах обнаружено формирование ограниченной ГЦК-текстуры прокатки {110}<111>. Формирование текстуры прокатки, характерной для ОЦК-структуры (мартенсита деформации в малоуглеродистых аустенитных сталях), начинается с 30 % деформации аустенитного образца. Образование ферромагнитного мартенсита деформации в аустенитной стали 09X17H5Ю подтверждено методом магнитно-силовой микроскопии.

Ключевые слова: магнитные методы контроля, фазовый состав, аустенитная сталь, мартенсит деформации, механическая текстура.

DOI: 10.31857/S013030822112006X

введение

Аустенитные стали обладают такими свойствами, как коррозионная стойкость, жаропрочность, пластичность, поэтому находят широкое применение в различных отраслях промышленности. Значительное влияние на технические свойства данных сталей оказывает фазовый состав металла. При эксплуатации изделий из аустенитных сталей под действием деформаций и температуры в структуре аустенитного материала возможно протекание мартенситного превращения. Появление мартенсита деформации в аустенитной стали может привести к охрупчиванию металла и резкому снижению коррозионных свойств, что обуславливает необходимость выявления мартенсита деформации на ранних стадиях его зарождения для предотвращения разрушения конструкции.

Мартенсит деформации (α'-фаза) является ферромагнитной фазой, вследствие чего его присутствие можно определять с помощью магнитных методов [1]. Наиболее распространенные методы магнитного контроля, использующие намагниченность насыщения, дают ответ об общем содержании ферромагнитных фаз, однако не позволяют проводить исследования анизотропии магнитных свойств ввиду одноосного намагничивания материала до состояния магнитного насыщения. Прибор магнитного неразрушающего контроля маломагнитных материалов «ФерроКОМ-ПАС», являющийся разработкой ИФМ УрО РАН им. М.Н. Михеева, основан на локальном измерении магнитных полей от намагниченного участка контролируемого материала, откалиброванным в значениях магнитной проницаемости [2]. В связи с особенностями конструкции измерительный преобразователь прибора чувствителен к возможному проявлению анизотропии магнитных свойств. При этом намагничивание контролируемой поверхности осуществляется приставным локальным цилиндрическим магнитом, а измерение проводится только по одному из направлений [3].

В работе [4] при изучении конструкционных сталей (Ст3, 09Г2С, 08Г2Б), подвергнутых прокатке и одноосному растяжению, была обнаружена связь между механической и магнитной анизотропией: изменение тангенциальной и нормальной составляющих полей рассеяния, а также коэрцитивной силы происходило в двух взаимно перпендикулярных направлениях по отношению к оси деформации. В статье [5] было показано, что деформация холодной прокаткой оказывала влияние на магнитные характеристики аустенитной стали 08Х18Н10Т. Однако подробные структурные и текстурные исследования деформированных образцов из аустенитной стали в работе [5] не проводили.

Возникновение анизотропии магнитных свойств в аустенитных материалах, обусловленной процессом деформации (текстурой), может свидетельствовать о наличии фазовых переходов с формированием ферромагнитных фаз (мартенсита деформации).

Целью настоящей работы является выявление анизотропии магнитных свойств и ее связи с образованием мартенсита деформации в аустенитной хромоникелевой стали 09X17H5Ю с помощью методов магнитного неразрушающего контроля и структурного анализа.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материалов для исследований было взято три образца прямоугольного сечения из аустенитной стали 09X17H5Ю, не содержащей феррит, которые подвергли прокатке при комнатной температуре. Размеры образцов представлены в табл.1. Деформация была рассчитана по изменению толщины образца после прокатки.

Таблица 1

Номер образца	Деформация, %	Поперечное сечение, мм×мм					
Исходный	0	10,75×4,35					
1	16	10,90×3,65					
2	31	11,35×3,00					
3	55	12,0×1,95					

Поперечное сечение исследуемых образцов

Определение процентного содержания образовавшейся ферромагнитной фазы (мартенсита деформации) в образцах проводили по намагниченности насыщения, измеренной с помощью установки сильных магнитных полей [6]:

$$\%M = \frac{J_s^{\uparrow\,\dot{a}\dot{a}}}{J_s^{100}} \cdot 100\,\%,\tag{1}$$

где %M — процентное содержание мартенсита деформации, %; J_s^{obp} — экспериментально определенная намагниченность насыщения образца, кА/м; J_s^{100} — намагниченность насыщения исследуемой стали, содержащей максимально возможное (100 %) количество ферромагнитной фазы при данном химическом составе, кА/м.

Намагниченность насыщения образца была рассчитана по формуле:

$$J_{s}^{\hat{i}\,\hat{a}\hat{o}} = \frac{\Delta\Phi}{\mu_{0}\cdot\omega\cdot S},\tag{2}$$

где $\Delta \Phi$ — измеренное значение магнитного потока, Вб; μ_0 — магнитная проницаемость вакуума, $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Гн/м; ω — разность числа витков дифференциальной катушки, $\omega = 112$; *S* — площадь поперечного сечения образца, м².

Значение J_s^{100} можно рассчитать, зная химический состав исследуемой стали [2].

Относительная магнитная проницаемость µ была измерена прибором «ФерроКОМПАС» вдоль и поперек направления прокатки. Погрешность измерения прибора согласно сертификату калибровки составляет ±0,003 (Сертификат калибровки № 002220-285-261 от 24 декабря 2018, ФГУП «УНИИМ»). Схема работы измерительного преобразователя приведена на рис. 1 [2].

Измерение коэрцитивной силы проводилось с целью качественной оценки типа ферромагнитной фазы (феррита или мартенсита) на экспериментальной установке для исследования магнитоупругого эффекта магнитометрического типа, описанной в работе [7]. Основными элементами установки являются два соленоида, включенных встречно, за счет чего происходит компенсация магнитных полей в центральной зоне между ними, где расположен локальный феррозондовый полемер. При помещении образца в один из соленоидов измеряют магнитное поле рассеяния от



Рис. 1. Принципиальная схема работы измерительного преобразователя с датчиком Холла: *I* — постоянный магнит; *2* — датчик Холла; *3* — контролируемый объект; *4* — зеркальное отражение намагниченного контролируемого участка.

образца. Показания полемера, при котором намагниченность равна нулю, соответствуют величине коэрцитивной силы.

Анализ структуры осуществляли на растровом микроскопе ZEISS CrossBeam AURIGA. Для определения ориентировки отдельных зерен и анализа локальной текстуры использовали приставку EBSD HKL Inca с системой анализа Oxford Instruments Chennal 5. Шаг сканирования 0,1 мкм. Погрешность определения ориентации кристаллической решетки — не более $\pm 1^{\circ}$ (в среднем $\pm 0,6^{\circ}$). При анализе ориентировок зерен была принята такая система координат, где ось Ox соответствовала направлению прокатки (НП), Oy — нормали к плоскости прокатки (НН) и Oz — направлению, перпендикулярному направлению прокатки (ПН). Для проведения исследования микроструктуры и текстуры на образцах были приготовлены металлографические шлифы на плоскости Ox—Oz.

Изображения атомно-силовой и магнитно-силовой микроскопии были получены на сканирующем зондовом микроскопе Solver Next, используемом для исследования локальных поверхностных свойств твердых тел с высоким пространственным разрешением (до 0,2—0,3 нм).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты сканирующей электронной микроскопии

На рис. 2 представлены изображения и ориентационные карты исследуемых образцов, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа. На выделенном участке на рис. 2a можно видеть, что внутри зерен аустенита после прокатки возникает пластинчатая структура, которая может быть связана с ОЦК-мартенситом деформации. Длина зерна составила около 40 мкм. С увеличением степени деформации (рис. 2a, e, d) происходит сужение зерен и их вытягивание по направлению прокатки (ширина зерен меняется от 30 мкм в образце № 1 до 20 мкм в образце № 2). Количество зерен с внутренней пластинчатой структурой увеличивается. При этом можно видеть, что пластины образуются в зернах, ориентированных вдоль направления прокатки.

В образце № 3 ширина зерна составляет порядка 10 мкм, причем внутренняя структура зерна фактически неразличима (рис. 2∂). Для исследования текстуры в деформированных прокаткой образцах были построены прямые полюсные фигуры с нанесенной на них сеткой Вульфа (рис. 3). Шаг сетки составляет 10°. На полюсных фигурах с осью проекции {111} можно видеть, что из 6 направлений <110>, обозначенных красным цветом на рисунке, которые должны быть равнозначными в обычном ГЦК-кристалле, с увеличением степени деформации остаются только 4 направления, что подтверждает формирование предпочтительной ориентации в металле.





Рис. 2. Изображения сканирующей электронной микроскопии и ориентационные карты, полученные в EBSD-режиме, для: образца № 1 (*a*, *б*); образца № 2 (*в*, *г*); образца № 3 (*d*, *e*).



Рис. 3. Прямые полюсные фигуры: образец 1 (а); образец 2 (б); образец 3 (в).

Дефектоскопия № 12 2021

Согласно классификации текстур, проведенной в [9, 10], в исследуемых прокатанных образцах формируется типичная для ГЦК-материалов ограниченная текстура прокатки {110}<111>, которая становится сильнее с увеличением степени деформации. При этом, с увеличением деформации в материале возникает многокомпонентная текстура, включающая, наряду с ГЦК-текстурой прокатки, слабо выраженную текстуру Госса {110}<001>, характерную для деформированных ОЦК-металлов, что связано, вероятно, с появлением мартенсита деформации. Степень рассеяния текстуры в образце № 3 (55 % деформации) возрастает до 20°.

Согласно литературным данным, кристаллическая решетка образующегося в стали мартенсита закономерно ориентирована по отношению к решетке исходной фазы [11]. Ориентационные соотношения Курдюмова—Закса (К—З) для ГЦК—ОЦК-фазового перехода выполняются и для мартенсита деформации, который в малоуглеродистых сталях также имеет ОЦК-структуру [12]:

 $\{111\}_{\Gamma \amalg K} \parallel (011)_{0\amalg K}, [10-1]_{\Gamma \amalg K} \parallel [1-11]_{0\amalg K}.$

Поскольку в кубической кристаллической решетке существует четыре кристаллографически равноценных плоскости {111}, то, согласно ориентационным соотношениям К—3, плоскость кубического мартенсита {011} может быть параллельна любой из плоскостей {111} в ГЦК-решетке. Также, при таком выборе ориентации между ОЦК и ГЦК-кристаллическими решетками будет существовать шесть кристаллографически эквивалентных направлений в ГЦК-кристаллической решетке, которым будут параллельны направления в решетке ОЦК-мартенсита. Таким образом, при обычном фазовом переходе будет 24 эквивалентных способа (варианта) расположения решетки мартенсита относительно решетки аустенита. В случае формирования ограниченной текстуры прокатки в исходном аустенитном состоянии материала мартенсит деформации будет формироваться, в первую очередь, в кристаллографически благоприятно расположенных зернах. Такую благоприятную ориентацию зерна можно видеть на рис. 26, угол между направлениями <100> и <111> в кубической системе составляет 54°44', а между плоскостями {110} и {111} — 35°16'. На рис. 2, 3 направление проката НП совпадает с нормалью к плоскости {110}.

Результаты магнитно-силовой микроскопии

Магнитно-силовая микроскопия обеспечивает «визуализацию» магнитных силовых линий и получение субмикронного пространственного распределения картины сил магнитного взаимодействия между зондом, покрытым ферромагнитным материалом, и исследуемым образцом. Появление в образце мартенсита деформации подтверждается с помощью магнитно-силовой микроскопии. Изображения были получены в бесконтактном режиме с использованием двухпроходной техники, позволяющей визуализировать неоднородность магнитной силы, действующей на зонд со стороны образца. В этом случае исключается влияние рельефа поверхности образцов на результаты магнитно-силового сканирования. При регистрации изменений фазы колебаний магнитного зонда формируется изображение распределения *z*-компоненты градиента магнитной силы по поверхности образца. Расстояние, на котором измерялись дальнодействующие магнитные силы, составляло h = 150 нм от поверхности образца в каждой точке сканирования. На рис. 4 показаны магнитно-силовые изображения деформированных образцов. В исходном состоянии образцы были парамагнитны, и никаких магнитных особенностей в их структуре обнаружено не было. В структуре деформированных образцов можно видеть темные крупные зерна парамагнитного аустенита, которые однородны по интенсивности. При этом ферромагнитный мартенсит деформации на магнитно-силовом изображении выглядит как светлые игольчатые параллельные вытянутые магнитные структуры внутри аустенита. Количество и плотность магнитных структур увеличивается с увеличением деформации (см. рис. 4).

Похожая магнитная доменная структура мартенсита деформации была получена с помощью магнитно-силового микроскопа в работе [12], где было показано различие магнитной доменной структуры феррита и образующего при деформации ОЦК-мартенсита в низкоуглеродистых сталях.

Магнитные измерения

В табл. 2 представлены результаты магнитных измерений. Относительная магнитная проницаемость образцов до деформации составила 1,003, что свидетельствует о практически полном отсутствии в них феррита, это дополнительно было подтверждено с помощью измерений на установке сильных магнитных полей. Коэрцитивная сила исследуемых образцов после деформации оказалась выше 100 А/см, что значительно выше значений, характерных для магнитомягкой фазы



0 10 20 30 40 50 60 70 80 Х, мкм

Рис. 4. Магнитно-силовые изображения мартенсита в деформированных образцах: образец 1 (*a*); образец 2 (*б*); образец 3 (*в*).

Т	а	б	л	И	ц	а	2

№ образца Дефо	Datamanya 0/	Намагниченность насыщения, кА/м	Содержание мартенсита, %	Относительная магнитная проницаемость µ	
	деформация, 76			Перпендикулярно направлению прокатки	По направлению прокатки
1	16	15	1,5	1,036±0,003	1,045±0,003
2	31	42	4	1,267±0,003	1,283±0,003
3	55	88	8	1,485±0,003	1,530±0,003

Результаты магнитных измерений исследуемых образцов после деформации прокаткой

феррита (15—16 А/см [8]). Следовательно, можно считать, что изменение магнитных свойств после деформации будет свидетельствовать о фазовом превращении с образованием ферромагнитного мартенсита деформации [13, 14].

Как можно увидеть в табл. 2, наблюдается различие в значениях относительной магнитной проницаемости в зависимости от положения (ориентации) датчика прибора при измерении. Это различие существенно превышает погрешность прибора «ФерроКОМПАС», что позволяет говорить о проявлении анизотропии величины µ в образцах аустенитной стали после процедуры прокатки.

выводы

1. Выявлена связь между текстурой, изменением фазового состава и магнитной анизотропией в аустенитной стали 09Х17Н5Ю после деформации прокаткой при комнатной температуре. При-

чиной возникновения магнитной анизотропии в аустенитной стали с отсутствием феррита в исходном состоянии является формирование мартенсита деформации в благоприятно ориентированных к фазовому переходу ГЦК—ОЦК-зернах.

2. Показано, что метод локального анализа магнитных полей прибором «ФерроКОМПАС» в деформированных прокаткой аустенитных образцах, при образовании в них мартенсита деформации, чувствителен к проявлению анизотропии магнитных свойств. Появление анизотропии относительной магнитной проницаемости может быть использовано для обнаружения мест зарождения и развития дефектов, вызванных образованием мартенсита деформации.

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Диагностика», № АААА-А18-118020690196-3)

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Меринов П.Е., Бекетов Б.И., Рунов А.Е., Рабенштайнер Г. Корреляционная зависимость различных методов контроля содержания ферритной фазы при сварке (наплавке) аустенитных сталей // Сварочное производство. 1984. № 9. С. 34—36.

2. *Ригмант М.Б.* Методы и средства контроля фазового состава двух- и трехфазных аустенитных сталей // Дефектоскопия. 2018. № 2. С. 27—40.

3. Пат. RU U1 РФ, МПК G01N27/72, G01N27/87 № 179753. Прибор для локального измерения ферромагнитной фазы в аустенитных сталях / М.Б. Ригмант, М.К. Корх, А.П. Ничипурук. Заявл. 28.12.2017. Опубл. 23.05.2018. Бюл. № 15.

4. Горкунов Э.С., Задворкин С.М., Худорожкова Ю.В., Корзунин Г.С. Влияние типа кристаллографической текстуры на анизотропию параметров магнитных полей рассеяния стального листового проката // Физ. мезомеханика. 2019. Т. 22. № 3. С. 54—64.

5. Gorkunov E.S., Zadvorkin S.M., Putilova E.A., Povolotskaya A.M., Goruleva L.S., Veretennikova I.A., Kamantsev I.S. The Application of Magnetic Structural Phase Analysis for the Diagnostics of the State of a 08X18H10T Steel—C 3 Steel Composite Material and Its Components That Were Subjected to Plastic Deformation // Russian Journal of NDT. 2012. V. 48. No. 6. P. 343—356.

6. Чечерников В.И. Магнитные измерения / Под ред. проф. Е.И. Кондорского. М.: Изд-во Московского универститета, 1963. 286 с.

7. Кулеев В.Г., Михеев М.Н., Ригмант М.Б., Нестеренко В.В., Лобанова Л.В., Назаров Ю.И., Гузеев С.Т. К проблеме контроля магнитного состояния ферромагнитных сталей при воздействии на них магнитных полей и упругих напряжений в зарелеевской области // Дефектоскопия. 1985. № 10. С. 32—42.

8. Вонсовский С.В. Магнетизм. Магнитные свойства диа-, пара-, ферро-, антиферро- и ферромагнетиков. М.: Наука, 1971. 1032 с.

9. Лобанов М.Л., Юровских А.С., Кардонина Н.И., Русаков Г.М. Методы исследования текстур в материалах / Учеб.-метод. пособие. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. 115 с.

10. Даниленко В.Н., Миронов С.Ю., Беляков А.Н., Жиляев А.П. Применение EBSD анализа в физическом материаловедении // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. № 3. Т. 78. С. 28—46.

11. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. М.: Наука, 1977. 238 с.

12. Ригмант М.Б., Корх М.К., Давыдов Д.И., Шишкин Д.А., Корх Ю.В., Ничипурук А.П., Казанцева Н.В. Методы выявления мартенсита деформации в аустенитно-ферритных сталях // Дефектоскопия. 2015. № 11. С. 28—42.

13. Гуляев А.П. Металловедение. М.: Металлургия, 1978. 648 с.

14. Лейкин А.Е., Родин Б.И. Материаловедение. Учебник для машиностроит. специальностей. М.: Высшая школа, 1971. 416 с.