

# Мультифрактальная параметризация зёрненной структуры мартенситной стали 09Х16Н4БЛ после различных термических обработок

Г. В. Встовский, Е. М. Гринберг, Е. В. Маркова, Н. Б. Фомичева

---

Представлены результаты количественного описания иерархических структур методом прикладного мультифрактального анализа, что позволило дополнить традиционные методы описания структуры стали и выявить ряд не обнаруживаемых ими закономерностей формирования структур при проведении цикла продолжительных термообработок.

**Ключевые слова:** зёрненные структуры, мультифрактальные характеристики, границы зёрен, нормализация, термоциклирование, гомогенизация.

---

The results of a quantitative description of the hierarchical structures by application of multifractal analysis are presented, which will complement the traditional methods describe the steel structure and to identify a number of undiscovered laws of structure formation during the prolonged heat treatment cycle.

**Keywords:** grain structure, multifractal characteristics, grain boundaries, normalization, thermal cycling, homogennizatsiya.

---

## Введение

Фундаментальным понятием металловедения является представление о поликристаллическом строении металлов и сплавов, то есть понятие зёрненной структуры металлических материалов. Размер и форма зерна структуры металла, помимо химического состава, в большей степени определяют его физико-химические, механические и другие свойства. В частности, в сплавах различной химической природы с уменьшением размера зерна наблюдается увеличение прочности и пластичности вплоть до проявления сверхпластичности, а состояние и степень развития границ зерен при прочих равных условиях кардинально сказываются на прочностных свойствах [1, 2]. Довольно часто границы зерен рассматривают как отдельную фазу в структуре металла или сплава, особенно при среднем размере зерна менее 5 – 10 мкм. Таким образом, специальные методы исследования зёрненных структур, помимо традиционных нормированных методов (ГОСТ 5639-82), могут быть полезным инструментом в исследовании фундаментальной связи “структура –

свойства” применительно к конкретному материалу, тем более, что средний размер зерна, бальность и другие традиционные характеристики зёрненных структур не отражают наличия в сложной многофазной структуре металла иерархических взаимосвязей, которыми и обусловлены его прочностные свойства, в частности сопротивление разрушению. Достаточно эффективным способом количественного описания иерархических структур является прикладной мультифрактальный анализ [3, 4], позволяющий приписывать исследуемым структурам эффективные количественные характеристики — параметры однородности, упорядоченности и др.

На формирование структуры и свойств коррозионно-стойких сталей оказывает большое влияние размер зерна аустенита. Известно, что структура мелкозернистой стали после окончания термической обработки обеспечивает получение более высокого комплекса механических свойств и при равной прочности характеризуется более высоким показателем пластичности.

Цель работы — использовать параметризацию, основанную на теории фракталов для количествен-

Химический состав стали 09X16H4БЛ (ГОСТ 977-88)

Легирующие элементы, масс.%							
C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Nb
0,05 – 0,13	0,2 – 0,6	0,3 – 0,6	3,5 – 4,5	до 0,025	до 0,030	15 – 17	0,05 – 0,20

ного описания структуры изучаемой стали 09X16H4БЛ (ГОСТ 977-88), которая формируется в процессе термообработки.

### Материалы и методики исследования

Материалом исследования служила коррозионно-стойкая сталь 09X16H4БЛ, химический состав которой представлен в табл. 1.

Изучение зёрненной структуры стали 09X16H4БЛ проводили на образцах, прошедших следующие этапы термической обработки:

обработка 1 — штатная предварительная обработка, при которой литые образцы подвергали диффузионному отжигу (1200°C, 5,5 ч), нормализации (1050°C, 2 ч) и высокому отпуску (620°C, 1 ч).

обработка 2 — предлагаемая предварительная термическая обработка, при которой образцы после лития по выплавляемым моделям проходили нормализацию (950°C, 2 ч) и термоциклическую обработку (ТЦО) (620–200 °C, 3 цикла).

Для выявления границ бывшего аустенитного зерна после каждого вида высокотемпературной обработки проводили травление поверхности образцов травителем Крефельда (35мл HCl, 5 мл HNO<sub>3</sub>, 3 мл HF и 50 мл H<sub>2</sub>O).

Средний размер аустенитного зерна рассчитывали методом случайных хорд и по программе Melnic, разработанной в ТулГУ [5].

Исследования зёрненной структуры стали 09X16H4БЛ проводили, после компьютерной обработки фотографий микроструктуры с помощью программы Adobe Photoshop CS 5 Extendedver 12.0.1 путем удаления темной составляющей структуры и обвода линий границ зерен.

Расчёт традиционных мультифрактальных характеристик:  $f(\alpha)$ -спектров и  $D_q$ -спектров размерностей Ренья проводили с использованием программы MFRDrom [3, 4]. Размер изучаемых участков структуры составлял 64 × 64 мкм. С помощью данной методики исследовали особенности распределения в плоскости шлифа значимых единичных элементов, которые соответствовали границам зёрен и формировали изображения зёрненной структуры в целом. Для оценки параметров мультифрактальности, микрофотографии зёрненных структур путём сканирования

переводили в чёрно-белые графические компьютерные файлы размером 256 × 256 пикселей. Расчёты мультифрактальных характеристик проводили по ячейкам, приходящимся на области границ зёрен.

Микротвёрдость измеряли на микротвердомере ПМТ-3 (ГОСТ 9450-76) с нагрузкой 2 Н. В качестве образцов использовали металлографические шлифы (шероховатость поверхности  $R_a < 0,16$  мкм), свободные от оксидной плёнки (ГОСТ 2789-73). Количество измерений на каждый образец составляло не менее 30. Относительная погрешность определения микротвёрдости — 3%.

### Обсуждение результатов

Обработка 1 представляет собой штатную предварительную обработку стали 09X16H4БЛ, применяемую на многих машиностроительных предприятиях. Однако она достаточно энергоёмкая и полностью не устраняет химическую фазовую неоднородность структуры стали после кристаллизации. Вследствие чего встала задача сократить продолжительность предварительной термической обработки стали 09X16H4БЛ, снизив ее энергоёмкость при сохранении механических свойств.

Согласно [6] для коррозионно-стойких высокопрочных сталей возможно применение ТЦО, проводимой вблизи критической точки  $A_{c1}$  (для стали 09X16H4БЛ — 575°C). Экономическую эффективность данной технологии обуславливают относительно невысокие температуры нагрева (около 600°C) и непродолжительные выдержки (до 5 мин).

Результаты микрорентгеноспектрального и микроскопического анализа структуры стали 09X16H4БЛ после ТЦО, позволили подтвердить предположение о снижении химической неоднородности, вызванной литием, то есть применение ТЦО обеспечило более равномерное распределение легирующих элементов (в основном хрома) в структуре стали, чем после диффузионного отжига.

Изменение однородности структуры фиксировали также и мультифрактальной параметризацией структуры до проведения ТЦО и после него (табл. 2). Наиболее информативными являются количественные характеристики однородности  $f_{200}$  и упорядоченности  $\Delta_{200}$  структуры.

Влияние этапов предварительной термической обработки на мультифрактальные характеристики зёрненных структур и размер зерна

Параметры	Исходная структура (после литья)	Обработка 1		Обработка 2	
		Литьё + + диффузионный отжиг	Литьё + + диффузионный отжиг + + нормализация	Литьё + + нормализация	Литьё + + нормализация + + ТЦО
Средний размер зерна, мкм	68	82	38	40	28
Мультифрактальные характеристики					
$f_{200}$	0,198	0,227	0,110	0,123	0,108
$\Delta_{200}$	0,191	0,148	0,226	0,236	0,258
$D_0$	1,42	1,475	1,619	1,650	1,551

Напомним, что малейшая неоднородность распределения меры при достаточно больших показателях моментов  $q$  (в данном случае  $q = 200$ ) будет сказываться на величинах  $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$ . Это даёт повод принять эти величины при фиксированном  $q = 200$  в качестве эффективных показателей однородности и порядка: чем больше значение  $f_{200}$ , тем структура более однородна, и, наоборот, при стремлении  $f_{200}$  к нулю в структуре накапливается “беспорядок”. Показатель  $\Delta_{200}$  отражает степень упорядоченности и нарушение симметрии для общей конфигурации исследуемой структуры в целом, чем больше значение  $\Delta_{200}$ , тем структура более фрактально-асимметрична [4, 7].

Использование мультифрактальных представлений позволило дополнить традиционные методы описания структур стали и выявить ряд не обнаруживаемых ими закономерностей формирования структур при проведении цикла продолжительных термических термообработок.

Конфигурация границ зёрен в плоскости шлифа представляет собой один из вариантов сетчатой структуры. Поскольку при мультифрактальном анализе рассматривается распределение какой-либо величины на геометрическом носителе, то для зёрненной структуры изучается распределение элементов изображения, соответствующих границам зёрен, в выделенном квадратном участке плоскости шлифа.

При проведении параметризации зёрненных структур нужно учитывать только конфигурацию собственно границ зёрен (рис. 1).

Фрактальный анализ зёрненной структуры стали 09Х16Н4БЛ после различных термических обработок показал следующее:

в исходном состоянии (после литья по выплавляемым моделям) структура стали включает в себя зёрна различной конфигурации и различной величины (рис. 1а). Конфигурация границ зёрен разнообразна: “линейная”, “криволинейная”, “волнообразная”, есть и мелкие зерна “треугольной” формы. Эта структура имеет невысокую степень скрытой периодичности  $\Delta_{200}$  (табл. 2). В тоже время зёрна разных типов распределены достаточно равномерно в поле шлифа, о чём свидетельствует достаточно высокая степень однородности  $f_{200}$  по сравнению со структурами после других термообработок;

проведение диффузионного отжига привело к повышению степени однородности  $f_{200}$  (табл. 2, рис. 1б). В структуре присутствуют два типа зёрен: первый тип — крупные до 160 мкм, второй тип — мелкие 5 – 10 мкм. В структуре стали после отжига обнаружено, что зёрна “бывшего” аустенитного зерна несколько изменили свою форму: стали более вытянутыми, что может быть связано с направленным действием теплоотвода при диффузионном отжиге и имеют различные размеры (рис. 1б),

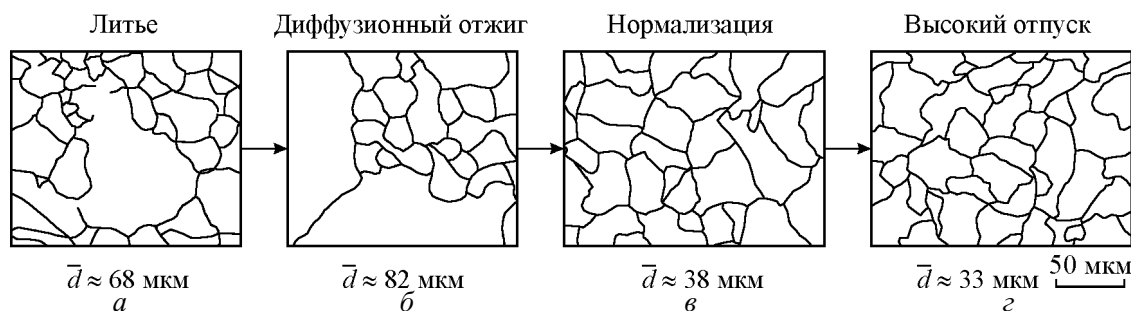


Рис. 1. Влияние термической обработки на размер зерна аустенитной фазы.

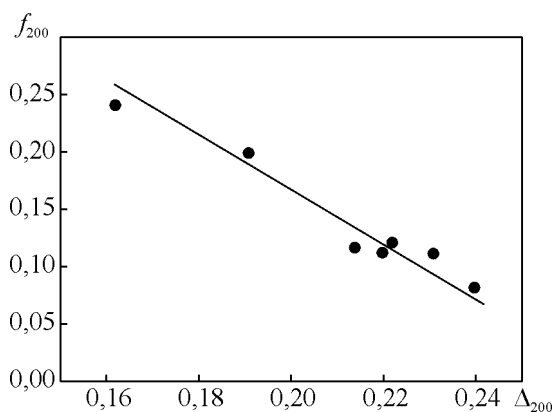


Рис. 2. Корреляция параметров однородности  $f_{200}$  и упорядоченности  $\Delta_{200}$ .  $f_{200} = 0,76 - 2,88\Delta_{200}$ ,  $R^2 = 0,84$ .

сохраняется разнорзернистость структуры. Зёрна меньшего размера группируются, причём каждое зерно граничит, в основном, с близкими по размеру зёрнами. Подобная группировка обуславливает некоторое повышение показателя  $f_{200}$ . Важно отметить также, что мультифрактальные параметры структуры  $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$  отслеживают изменение структуры после предлагаемой предварительной

термической обработки (нормализация + ТЦО). Из табл. 2 видно, что система после ТЦО (обработка 2) обладает примерно такой же однородностью распределения, элементов структуры, что и после обработки 1. Параметр упорядоченности  $\Delta_{200}$  имеет максимальное значение после проведения обработки 2.

Проведение после диффузионного отжига нормализации (рис. 1б) привело к образованию одинаковых по размеру (38 мкм) зёрен, причём зёрна расположены более равномерно по сечению шлифа, чем после отжига. Проведение нормализации без диффузионного отжига сразу после выплавки стали не приводит к резкому изменению мультифрактальных параметров и размера зерна (табл. 2). Это ещё раз подтверждает тот факт, что возможна замена диффузионного отжига на ТЦО, что позволяет значительно сократить существующий цикл термической обработки.

Заметное уменьшение параметра степени однородности структуры  $f_{200}$  сопровождается увеличением параметра скрытой периодичности структуры. Сильные различия в размерах, форме и расположении зёрен не позволяют установить количественную взаимосвязь между микротвёрдостью и гради-

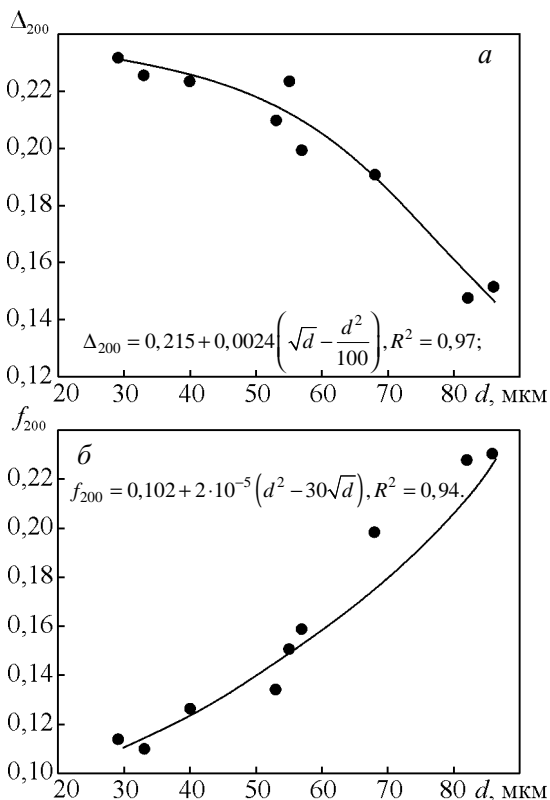


Рис. 3. Влияние размера зерна на мультифрактальные параметры  $\Delta_{200}$  (а) и  $f_{200}$  (б).

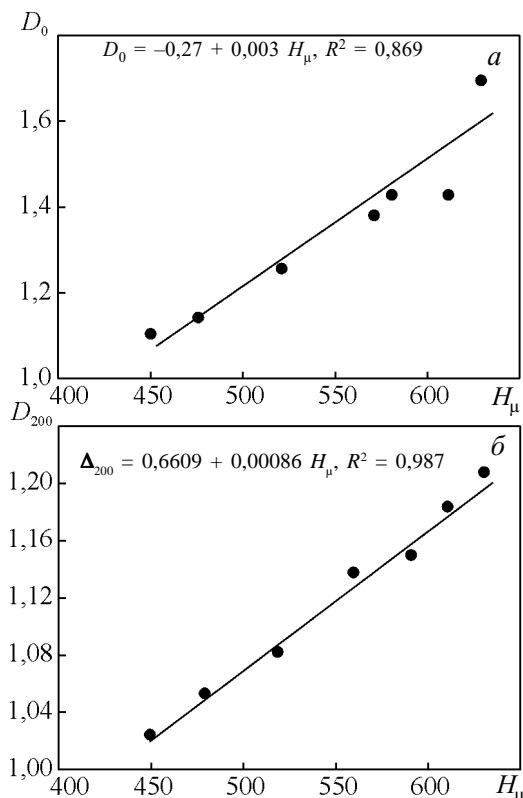


Рис. 4. Корреляция значений микротвёрдости для изучаемых участков с мультифрактальными характеристиками  $D_0$  (а) и  $D_{200}$  (б) зёрненных структур на этих участках.

ционными параметрами зёрненных структур (средний диаметр зерна).

В ходе исследований обнаружена линейная отрицательная корреляция между параметрами однородности  $f_{200}$  и упорядоченности  $\Delta_{200}$  (рис. 2) изучаемых структур  $f_{200} = 0,76 - 2,88 \Delta_{200}$ , с коэффициентом корреляции  $R^2 = 0,84$ , что свидетельствует, как показано в [4], не только об особенностях структур, но и об универсальности (самоподобия) процесса структурогенеза.

Величина размера зерна коррелирует с каноническими мультифрактальными параметрами упорядоченности  $\Delta_{200}$  и однородности  $f_{200}$  структуры (рис. 3). Регрессионные уравнения зависимостей мультифрактальных параметров и степень корреляции представлены на рис. 3.

Поскольку механические свойства зависят от размера зерна, в работе анализировали влияние размера зерна аустенита на микротвёрдость.

Для оценки микротвёрдости стали 09Х16Н4БЛ после предварительной термической обработки проводили многократные измерения микротвёрдости (не менее 30 измерений на одном образце) и рассчитывали дисперсию ( $S^2$ ).

Прямой взаимосвязи между  $H_{\mu}$  и значениями  $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$  не наблюдается. Сложный характер изменения параметров  $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$  для изучаемой структуры стали приводит к выводу о том, что отсутствует количественная корреляция между мультифрактальными характеристиками ( $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$ ) и микротвёрдостью, что может быть связано с различным влиянием структурных процессов при высокотемпературной обработке на уровень  $H_{\mu}$ .

Результаты мультифрактальной параметризации обнаружили линейную взаимосвязь (рис. 4) значений микротвёрдости и характеристики  $D_0$ -фрактальной размерности меры, определенной по максимуму канонических  $f(\alpha)$ -спектров.

Данные параметры несут некоторую количественную информацию о термодинамических условиях формирования структур. С микротвёрдостью коррелируют все размерности Реньи, причём с увеличением индекса  $q$  от 0 до 200 коэффициенты корреляции возрастают (рис. 4).

## Выводы

1. Использование мультифрактальных представлений позволяет проводить процедуру параметри-

зации структуры и количественно описывать её изменение в процессе термообработки.

2. Оценка однородности структуры и соотношения в ней характеристик “порядок – беспорядок” коррелирует с размером зерна.

3. Отсутствие корреляции между фрактальными параметрами ( $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$ ) из-за сложного характера изменений параметров ( $f_{200}$  и  $\Delta_{200}$ )

4. Линейная взаимосвязь значений микротвёрдости и размерностей Реньи  $D_0$  и  $D_{200}$ .

5. При варьировании температурно-временными параметрами термической обработки процессы самоорганизации структуры стали 09Х16Н4БЛ протекают в различных термодинамических условиях, которые формируют структурное разнообразие, что находит своё отражение в значениях мультифрактальных характеристик.

Мультифрактальная параметризация после надлежащей калибровки может служить эффективным инструментом экспресс оценки свойств стали 09Х16Н4БЛ на основе микроструктурного анализа.

## Литература

1. Иванова В.С., Встовский Г.В. Механические свойства металлов и сплавов с позиций синергетики. Итоги науки и техники. Металловедение и термическая обработка. М.: ВИНТИ, 1990, с. 43 – 98.
2. Иванова В.С., Курзина Е.Г. Мультифрактальная параметризация микроструктуры немагнитных сталей Mn – Ni – Cu – V после старения с целью выявления эффекта синергизма легирования. Металлы, 1999, № 2, с. 59 – 67.
3. Встовский Г.В., Колмаков А.Г., Бунин И.Ж. Введение в мультифрактальную параметризацию структур материалов. Москва – Ижевск: Научно-издательский центр “Регулярная и хаотическая динамика”, 2001, 116 с.
4. Встовский Г.В. и др. Мультифрактальный анализ поверхностей разрушения твердых тел. Доклады Российской академии наук, 1995, т. 343, № 5, с. 613 – 615.
5. Архангельский С.И., Мельник А.С., Мельник Ю.В. Использование неспециализированных сканирующих устройств для количественного анализа микроструктур. Известие ТулГУ. Серия материаловедение. 2002, вып. 2, с. 54 – 59.
6. Федюкин В.К., Семагоринский М.Е. Термоциклическая обработка металлов и деталей машин. М.: Машиностроение, Ленингр. отделение, 1989, 255 с.
7. Встовский Г.В. Элементы информационной физики. М.: РИЦ МГИУ, 2002, 257 с.

Статья поступила в редакцию 17.04.2012 г.

**Встовский Григорий Валентинович** — ООО “Энергоавтоматика” (г. Москва), доктор физико-математических наук, начальник отдела. Специалист и разработчик мультифрактальной параметризации структур материалов.

**Гринберг Евгений Маркусович** — Тульский Государственный Университет (г. Тула), доктор технических наук, профессор. Специалист в области упрочнения металлов и сплавов.

**Маркова Екатерина Витальевна** — Тульский Государственный Университет (г. Тула), аспирант. Специализируется в области исследования коррозионных свойств сталей и методов их упрочнения. E-mail: nbf62@yandex.ru.

**Фомичёва Наталия Борисовна** — Тульский Государственный Университет (г. Тула), кандидат технических наук, доцент. Специалист в области исследования коррозионных свойств сталей.