



УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **92496**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 25/02 (2006.01)

G01N 27/72 (2006.01)

G01N 33/20 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2014 00030**

(22) Дата подання заявки: **08.01.2014**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **26.08.2014**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **26.08.2014, Бюл.№ 16**

(72) Винахідник(и):

**Панченко Сергій Анатолійович (UA),
Балєв Андрій Євгенович (UA),
Терещенко Андрій Анатолійович (UA),
Красюк Андрій Володимирович (UA),
Большаков Володимир Іванович (UA),
Дергач Тетяна Олександрівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ПРИВАТНЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО
"СЕНТРАВІС ПРОДАКШН ЮКРЕЙН",
пр. Трубників, 56, м. Нікополь,
Дніпропетровська обл., 53201 (UA)**

(54) СПОСІБ КІЛЬКІСНОЇ ОЦІНКИ ФАЗОВОГО СКЛАДУ ВИРОБІВ З ФЕРИТНО-АУСТЕНІТНИХ СТАЛЕЙ, ЗОКРЕМА ТРУБ

(57) Реферат:

Спосіб кількісної оцінки фазового складу, в тому числі інтерметалідних фаз, виробів з феритно-аустенітних сталей, у тому числі труб, що включає вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом за допомогою феритометра. Перед вимірюванням феритної фази магнітним методом визначають її вміст розрахунковим методом, заснованим на даних про вміст у сталі виробу феритоутворюючих і аустенітоутворюючих елементів: хрому, кремнію, молібдену, нікелю, вуглецю, азоту, міді. Вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом здійснюють після термічної обробки виробу.

UA 92496 U

Корисна модель належить до області кількісної оцінки структури виробів, зокрема до способів кількісної оцінки фазового складу виробів (труб) з феритно-аустенітних, наприклад, корозійностійких хромонікельмолібденових (дуплексних і супердуплексних) сталей.

Інформація про структуру сталей є визначальною для управління якістю і властивостями металопродукції. При цьому одним з найважливіших структурних параметрів є фазовий склад сталі, в тому числі, вміст інтерметалідних фаз, які мають істотний негативний вплив як на технологічні властивості металопродукції в процесі її виготовлення, так і на комплекс фізико-механічних, корозійних і експлуатаційних властивостей готової продукції.

Структура корозійностійких феритно-аустенітних сталей регламентується вмістом феритної і аустенітної фаз в межах 40-60 % кожної, при цьому оптимальною є структура, яка містить приблизно по 50 % зазначених фаз, без наявності інтерметалідних фаз, зокрема найбільш несприятливої з них σ -фази.

Інтерметалідні фази утворюються при нагріванні феритно-аустенітних сталей (при термічній обробці, зварюванні або експлуатації) у певному діапазоні температур і їх утворення призводить до окрихчування сталі, виникнення схильності до локальних видів корозії: пітингової, міжкристалітної, корозійного розтріскування і, як наслідок, до зниження технологічних і експлуатаційних властивостей металопродукції.

Згідно з викладеним, вміст інтерметалідних фаз у структурі феритно-аустенітних сталей є важливою характеристикою, інформація про яку дозволяє оцінити стан виробів у процесі виробництва і прогнозувати їх поведінку в процесі експлуатації.

Відомий металографічний спосіб визначення фаз, у тому числі інтерметалідних, у феритно-аустенітних і аустенітних сталях, що включає вирізку з виробу і подальше виготовлення металографічних шліфів, хімічне або електролітичне травлення шліфів в різних спеціально підібраних розчинах, наприклад у розчині складу: 15 г $K_3Fe(CN)_6$, 30 г КОН і 60 мл дистильованої води, що забезпечують фарбування фаз в різні кольори, наступне дослідження отриманої структури під оптичним мікроскопом, розпізнавання і кількісну оцінку фаз (Jan-Olof Nilsson and Pasi Kangas. Influence of phase transformations on material properties and corrosion properties in duplex stainless steels. Stainless Steel World. P. 56-59).

Недоліками цього способу є: неможливість неруйнівного контролю металопродукції; необхідність індивідуального підбору реактивів для травлення шліфів конкретної марки сталі і суворого витримування технології травлення в кожному експерименті; неможливість провести кількісну оцінку інтерметалідних фаз в об'ємі досліджуваного виробу; відносно висока трудомісткість.

Відомий також спосіб диференціального рентгеноструктурного фазового аналізу, в тому числі інтерметалідних фаз, у структурі феритно-аустенітних сталей (Корнеев А.Е. Разработка методических основ идентификации избыточных фаз, образующихся в сталях в процессе производства и эксплуатации ответственных изделий машиностроения. Автореферат диссертации докт. техн. наук. М.: 2009. 33 с.).

Його перевагою є відносна оперативність і великий об'єм одержуваної інформації. Однак, зазначений спосіб не дозволяє здійснити кількісну оцінку інтерметалідних фаз в об'ємі досліджуваної сталі або металопродукції з неї внаслідок обмежених розмірів зразків для аналізу. До його недоліків належать також неможливість оцінки інтерметалідних фаз у структурі готової металопродукції без її руйнування, тобто неможливість неруйнівного контролю і відносно висока трудомісткість.

Відомий також спосіб кількісної оцінки фазового складу виробів з феритно-аустенітних сталей, що включає вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом за допомогою феритометра (Патент RU № 2064672, МПК G 01N 27/72, опубл. 27.07.1996).

Його перевагою є оперативність, відносно невисока вартість обладнання, простота процедури вимірювання, можливість проведення вимірювання неруйнівним методом безпосередньо на виробі, а також наявність достатньої кількості нормативних документів, що стосуються методики вимірювання.

Однак, зазначений спосіб використовують для виробів, не підданих після технологічних операцій термічній обробці, і він не дозволяє встановити наявність і визначити вміст інтерметалідних фаз у структурі феритно-аустенітних сталей, що обмежує його застосування.

В основі запропонованої корисної моделі лежить рішення задачі з удосконалення способу кількісної оцінки фаз в структурі виробів з феритно-аустенітних сталей шляхом змінення здійснення та методики обробки результатів вимірювань, в результаті чого досягається розширення технологічних можливостей способу шляхом визначення вмісту інтерметалідних фаз в структурі виробів з феритно-аустенітних сталей.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі, який включає вимірювання вмісту

феритної фази магнітним методом за допомогою феритометра, згідно з корисною моделлю, перед вимірюванням феритної фази магнітним методом ($\Phi_{\text{магн.}}$), %, визначають її вміст розрахунковим методом ($\Phi_{\text{розн.}}$), %, заснованим на даних про вміст у сталі виробу феритоутворюючих і аустенітоутворюючих елементів: хрому, кремнію, молібдену, нікелю, вуглецю, азоту, міді, а також вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом здійснюють після термічної обробки виробу, а вміст інтерметалідних фаз (ІФ) у виробі визначають за формулою:

$$\text{ІФ (\%)} = \Phi_{\text{розн.}} - \Phi_{\text{магн.}} - K,$$

де $K=3,9-4,9\%$.

Параметри корисної моделі, що заявляється, отримані експериментальним шляхом. Відмінність запропонованого способу від найбільш близького з аналогів полягає в тому, що перед вимірюванням феритної фази магнітним методом ($\Phi_{\text{магн.}}$), %, визначають її вміст розрахунковим методом ($\Phi_{\text{розн.}}$), %, заснованим на даних про вміст у сталі виробу феритоутворюючих і аустенітоутворюючих елементів: хрому, кремнію, молібдену, нікелю, вуглецю, азоту, міді, а також вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом здійснюють після термічної обробки виробу, а вміст інтерметалідних фаз (ІФ) у виробі визначають за формулою:

$$\text{ІФ (\%)} = \Phi_{\text{розн.}} - \Phi_{\text{магн.}} - K,$$

де $K=3,9-4,9\%$.

Технічним результатом застосування запропонованого способу в порівнянні з найбільш близьким з аналогів є розширення його технологічних можливостей шляхом забезпечення визначення вмісту інтерметалідних фаз в процесі кількісної оцінки фазового складу виробів.

Це обумовлено тим, що інтерметалідні фази є парамагнітними і в феритно-аустенітних сталях утворюються з феромагнітної феритної фази при нагріванні в певному діапазоні температур (при термічній обробці, зварюванні, в процесі експлуатації та ін.), що приводить до зменшення вмісту феромагнітної феритної складової в сталі.

Пропонований спосіб здійснюють наступним чином.

Визначають вміст феритної фази в структурі виробів (труб) з феритно-аустенітної сталі розрахунковим методом ($\Phi_{\text{розн.}}$), %, на підставі даних про вміст феритоутворюючих (Cr, Si, Mo) і аустенітоутворюючих (Ni, C, N, Cu) елементів, %, наприклад, за формулою: $\Phi_{\text{розн.}} = -20,93 + 4,01 \text{ Cr}_{\text{екв.}} - 5,6 \text{ Ni}_{\text{екв.}} + 0,016 \text{ T}$, де $\text{Cr}_{\text{екв.}} = \% \text{Cr} + 1,73 \% \text{ Si} + 0,88 \% \text{ Mo}$; $\text{Ni}_{\text{екв.}} = \% \text{Ni} + 24,55 \% \text{ C} + 21,75 \% \text{ N} + 0,4 \% \text{ Cu}$, при $T=1050-1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Practical Guidelines for Fabrication of Duplex Stainless Steel. Second edition 2009. IMO, P. 10).

Потім визначають вміст феритної фази в структурі термічно оброблених виробів (труб) з феритно-аустенітної сталі по їх довжині і периметру магнітним методом ($\Phi_{\text{магн.}}$), %, за допомогою феритометра, наприклад, МК-2Ф, Fisher MP 30 або аналогічного їм за точністю вимірювання.

Вміст інтерметалідних фаз (ІФ) визначають за формулою:

$$\text{ІФ (\%)} = \Phi_{\text{розн.}} - \Phi_{\text{магн.}} - K,$$

де $K=3,9-4,9\%$.

Конкретний приклад.

У виготовлених шляхом деформації і термічної обробки експериментальних трубах з корозійностійких феритно-аустенітних хромонікельмолібденових сталей трьох марок: 02 × 22Н5АМ3 (UNS S 31803), 02 × 26Н5АМ3 (UNS S 32550) і 03 × 29Н7АМ2 (SAF 2906), з різними значеннями $\Phi_{\text{розн.}}$, табл. 1, і зі структурами, що не містили інтерметалідних фаз, а також з наявністю інтерметалідних фаз, отриманих шляхом спеціальної термічної обробки при температурах 650-950 °С, що провокує їх виділення, визначали фазовий склад (вміст феритної і інтерметалідних фаз) з використанням способу, що заявляється, а також з використанням параметрів, що виходять за межі, що заявляються.

Спочатку на підставі сертифікатних даних про хімічний склад плавок трьох марок сталей (табл. 1) визначали вміст феритної фази в металі труб розрахунковим методом ($\Phi_{\text{розн.}}$), %, за формулою: $\Phi_{\text{розн.}} = -20,93 + 4,01 \text{ Cr}_{\text{екв.}} - 5,6 \text{ Ni}_{\text{екв.}} + 0,016 \text{ T}$, де:

$\text{Cr}_{\text{екв.}} = \% \text{Cr} + 1,73 \% \text{ Si} + 0,88 \% \text{ Mo}$; $\text{Ni}_{\text{екв.}} = \% \text{Ni} + 24,55 \% \text{ C} + 21,75 \% \text{ N} + 0,4 \% \text{ Cu}$; $T=1050-1150\text{ }^{\circ}\text{C}$. Для труб зі сталей S 31803, S 32550 і SAF 2906, $T=1050, 1100$ і $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ відповідно.

Таблиця 1

Дані про хімічний склад і $\Phi_{\text{розр.}}$ експериментальних труб з 3-х марок феритно-аустенітних сталей

Марка сталі	Вміст хімічних елементів, %							$\Phi_{\text{розр.}}, \%$
	Cr	Si	Mo	Ni	C	N	Cu	
02 × 22H5AM3 (S 31803)	22,0	0,55	2,9	5,35	0,023	0,16	-	45,1
02 × 26H5AM3 (S 32550)	25,0	0,8	3,5	5,8	0,025	0,20	2,0	50,7
03 × 29H7AM2 (SAF 2906)	28,2	1,0	2,2	6,5	0,025	0,26	-	54,7

Потім визначали вміст феритної фази магнітним методом ($\Phi_{\text{магн.}}$), %, по довжині і периметру кожної труби за допомогою феритометра марки Fisher MP 30, Німеччина, шляхом встановлювання накладного електромагнітного перетворювача приладу на різні ділянки поверхні труби, що контролювалася, і натисканням кнопки "Пуск" на перетворювачі. При цьому відбувався процес вимірювання, результат якого реєструвався на цифровому індикаторі.

На основі отриманих даних вміст інтерметалідних фаз (ІФ) визначали за формулою:

$$ІФ (\%) = \Phi_{\text{розр.}} - \Phi_{\text{магн.}} \cdot K,$$

де $K = 3,9 - 4,9 \%$.

Додатково визначали вміст феритної фази та інтерметалідних фаз у структурі сталі металографічним методом на зразках, відібраних від тих самих ділянок експериментальних труб. Дослідження металографічних шліфів проводили на мікроскопі "Axiovert 40 MAT" фірми "Karl Zeiss", Німеччина, при збільшенні 500^x, після їх травлення в реактиві Бераха: $(\text{NH}_4)\text{HF}_2$, 0,2 г $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$, 100 мл дистильованої води і 18 мл концентрованої HCl (для виявлення феритної фази) і в реактиві Муракамі: 15 г $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$, 30 г KOH и 60мл дистильованої води (для виявлення інтерметалідних фаз). За результат приймали середнє значення вимірювання вмісту інтерметалідних і феритної фаз методом січних у 30 полях зору по всьому перерізу шліфа. Точність визначення відповідала точності застосованих методів.

Результати зазначених досліджень після термічної обробки труб при температурі 750 °C, 30 хвилин, представлені в таблицях 2, 3 і 4.

Результати 01 отримані з використанням способу, що заявляється, а результати 02 і 03 - при параметрах, що виходять за межі способу, що заявляється.

Коефіцієнт K для труб зі сталі 02 × 22H5AM3 (UNS S 31803), 02 × 26H5AM3 (UNS S 32550) і 03 × 29H7AM2 (SAF 2906) склав 3,9; 4,4 і 4,9, відповідно.

Таблиця 2

Результати визначення фазового складу труб з феритно-аустенітної сталі S 31803

Дані згідно зі способом, що заявляється, та при параметрах, що виходять за його межі, %					Дані металографічного методу, %		Порівняння результатів
№ п/п	K	$\Phi_{\text{розр.}}$	$\Phi_{\text{магн.}}$	ІФ	Φ	ІФ	
01	3,9	45,1	27,7	13,5	27,7	13,5	результати співпадають
02	3,0	45,1	27,7	14,4	27,7	13,5	результати не співпадають
03	5,0	45,1	27,7	12,4	27,7	13,5	результати не співпадають

Таблиця 3

Результати визначення фазового складу труб з феритно-аустенітної сталі S 32550

Дані згідно зі способом, що заявляється, та при параметрах, що виходять за його межі, %					Дані металографічного методу, %		Порівняння результатів
№ п/п	K	Ф _{розр.}	Ф _{магн.}	ИФ	Ф	ИФ	
01	4,4	50,7	29,8	16,5	29,8	16,5	результати співпадають
02	3,5	50,7	29,8	17,4	29,8	16,5	результати не співпадають
03	5,5	50,7	29,8	15,4	29,8	16,5	результати не співпадають

Таблиця 4

Результати визначення фазового складу труб з феритно-аустенітної сталі SAF 2906

Дані згідно зі способом, що заявляється, та при параметрах, що виходять за його межі, %					Дані металографічного методу, %		Порівняння результатів
№ п/п	K	Ф _{розр.}	Ф _{магн.}	ИФ	Ф	ИФ	
01	4,9	54,7	30,1	19,7	30,1	19,7	результати співпадають
02	3,5	54,7	30,1	21,1	30,1	19,7	результати не співпадають
03	5,5	54,7	30,1	19,1	30,1	19,7	результати не співпадають

Аналіз представлених даних показує, що використання варіантів 01 (спосіб, що заявляється) забезпечує збіг результатів визначення вмісту інтерметалідних фаз з отриманими металографічним методом, що підтверджує правомірність способу кількісної оцінки фазового складу, в тому числі інтерметалідних фаз, у структурі труб з феритно-аустенітних сталей, що заявляється.

При використанні параметрів, що виходять за межі способу, що заявляється (варіанти 02 і 03 в таблицях 2-4), отримані результати не збігаються з результатами металографічного контролю, тобто вони не є достовірними.

Використання способу, відповідного найбільш близькому з аналогів, не дозволяє встановити наявність і оцінити вміст інтерметалідних фаз у структурі труб.

Аналогічні наведеним у таблицях 2-4 залежності були отримані також при інших досліджуваних температурах термічної обробки експериментальних труб.

Таким чином, використання запропонованого способу дозволяє простим неруйнівним методом одержувати достовірні дані про фазовий склад, у тому числі кількість інтерметалідних фаз, у структурі виробів (труб) з феритно-аустенітних сталей, як у процесі їх виготовлення, так і в готовій продукції.

При цьому його використання дозволить також отримувати оперативну інформацію про порушення технології термічної обробки виробів (труб), зокрема, про утворення в їх структурі несприятливих інтерметалідних фаз, які викликають окрихчування сталі і руйнування виробів при гарячій і холодній деформації, і, за необхідності, вносити відповідні корективи в технологічний процес.

У кінцевому підсумку це приведе до збільшення випуску придатної якісної продукції з феритно-аустенітних сталей за рахунок зниження браку на переділах і в готових виробах, пов'язаного з наявністю в структурі сталі несприятливих інтерметалідних фаз, які знижують їх ударну в'язкість і корозійну стійкість, сприятиме підвищенню ефективності виробництва, а також дозволить підвищити експлуатаційну надійність виробів у різних галузях промисловості.

Спосіб може бути використано на металургійних, трубних, машинобудівних та інших підприємствах, що виготовляють і експлуатують вироби з феритно-аустенітних сталей, а також у дослідницьких цілях.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб кількісної оцінки фазового складу, в тому числі інтерметалідних фаз, виробів з феритно-аустенітних сталей, у тому числі труб, що включає вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом за допомогою феритометра, який **відрізняється** тим, що перед вимірюванням феритної фази магнітним методом ($\Phi_{\text{магн.}}$), %, визначають її вміст розрахунковим методом ($\Phi_{\text{розн.}}$), %, заснованим на даних про вміст у сталі виробу феритоутворюючих і аустенітоутворюючих елементів: хрому, кремнію, молібдену, нікелю, вуглецю, азоту, міді, а також вимірювання вмісту феритної фази магнітним методом здійснюють після термічної обробки виробу, а вміст інтерметалідних фаз (ІФ) у виробі визначають за формулою:
- 10
$$\text{ІФ (\%)} = \Phi_{\text{розн.}} - \Phi_{\text{магн.}} - K,$$

де $K = 3,9 - 4,9 \%$.
- 15

Комп'ютерна верстка С. Чулій

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601