

ADOLF MACIEJNY

BADANIA PROCESÓW ODPUSZCZANIA STALI ZAWOROWEJ
PRZY ZASTOSOWANIU MIKROSKOPU ELEKTRONOWEGO

Streszczenie: Przeprowadzono badania zmian strukturalnych, zachodzących przy odpuszczaniu stali zaworowej chromowo-krzemowej. Posługując się metodą replik formwarowych oraz węglowych ekstrakcyjnych obserwowano na mikroskopie elektronowym zjawiska rozpadu martenzytu i austenitu szczątkowego oraz określono wpływ czasu i temperatury na ich przebieg.

Zwrócono szczególną uwagę na zjawiska poprzedzające pojawienie się w strukturze wydzielań węglików.

1. PRZEGLĄD PIŚMIENNICTWA

Procesy odpuszczania stali były już wielokrotnie przedmiotem badań metalograficznych na mikroskopie elektronowym.

Zastosowanie tej metody do obserwacji struktur odpuszczania poprzedziły liczne badania, głównie rentgenograficzne i fizyczne, w wyniku których otrzymano nader szczegółowy obraz zjawisk zachodzących przy odpuszczaniu stali. Stąd też pierwsze badania na mikroskopie elektronowym nie wniosły zbyt wiele nowych danych odnośnie tego zagadnienia [1]. Dalsze prace potwierdziły bezpośrednio występowanie zjawisk, na istnienie których wskazywały wyniki innych metod badawczych. W szczególności dotyczyło to wydzielenia i przemian węglików, rozpadu austenitu szczątkowego oraz procesów koagulacji [2,3,4,5]. Stało udoskonalenie konstrukcji mikroskopu elektronowego oraz metod preparatyki pozwalało na ujawnienie coraz to nowych szczegółów złożonego procesu odpuszczania stali, niewykrywalnych przy zastosowaniu innych metod badawczych.

Kinetyka odpuszczania eutektoidalnej stali węglowej została omówiona szczegółowo w pracach [4-7]. W szczególności określono wpływ czasu i temperatury na proces wydzielenia węglika ϵ , rozpad austenitu szczątkowego oraz wydzielenie cementytu [6]. Stwierdzono również istnienie w martenzytcie uprzywi-

lejowanych obszarów jak krawędzie i linie symetrycznego podziału igły, w których wydzielenia pojawiają się w pierwszej kolejności [7].

Liczne prace poświęcono również zagadnieniu hartowania i odpuszczania stali niskowęglowych [8-10].

Zastosowanie mikroskopu elektronowego do badania struktury odpuszczania w stalach stopowych napotykało początkowo na duże trudności [11]. Zmiany strukturalne zachodzące w tych stalach odznaczają się bowiem znacznie większym stopniem dyspersji, aniżeli w stalach węglowych i ujawnienie ich wymagało udoskonalonych metod preparatyki [12]. Szczególnie przydatne okazały się w tym przypadku repliki ekstrakcyjne [6].

Stwierdzono, że w stalach zawierających dodatki stopowe nie tworzące węglików, przebieg zmian przy odpuszczaniu zbliżony jest do występującego w stalach węglowych [11]. W stalach stopowych o dodatkach węglilotwórczych proces odpuszczania może się znacznie różnić od występującego w stalach bez tych dodatków. Dotyczy to w szczególności procesów wydzielenia i przemian w węglikach [11,13,14,15,16].

W badaniach na mikroskopie elektronowym szczególną uwagę zwrócono na wyjaśnienie zjawisk związanych z występowaniem twardości wtórnej, zarówno w stalach konstrukcyjnych [16] jak i narzędziowych - szybko tnących [17,18].

Badania procesów wydzieleniowych w stalach stopowych pozwoliły określić wpływ rozmieszczenia, kształtu oraz struktury węglików na własności mechaniczne stali, w szczególności zaś wytrzymałość na pełzanie [19-21].

Próby wyjaśnienia na mikroskopie elektronowym przyczyn kruchości odpuszczania stali nie przyniosły spodziewanych wyników [22-23]. Przeprowadzono również badania nad określeniem wpływu boru na własności stali ulepszanych cieplnie. Stwierdzono duży wpływ tego dodatku stopowego na zmniejszenie się wielkości ziarn ferrytu, a tym samym polepszenie własności mechanicznych stali [24].

Przytoczone prace dotyczyły badania zjawisk zachodzących w procesach rozpadu martenzytu i austenitu szcążkowego. W porównaniu do nich badania struktury martenzytu nieodpuszczonego dały bardzo skąpe wyniki [11]. Okazało się, że powszechnie stosowane metody przygotowania zglądu i repliki nie nadają się do wykrywania szczegółów struktury martenzytu. Nieco lepsze wyniki można uzyskać stosując głębokie trawienie zglądu [25].

Dużym postępem w badaniach struktury martenzytycznej było zastosowanie zamiast replik cienkich folii z badanego metalu,

co pozwoliło uzyskać dla tego samego szczegółu struktury dane zarówno co do jego morfologii, jak i krystalografii [26]. Kontynuując te badania ujawniono szereg szczegółów martenzytu w stopach żelazo-azot [27].

Metoda cienkich folii umożliwiła doświadczalne potwierdzenie w metalach i stopach zjawisk, opracowanych teoretycznie przez fizykę ciała stałego. Dotyczy to głównie dyslokacji i ich znaczenia dla zmian strukturalnych np. procesów wydzieleniowych [28-31]. Badania tego rodzaju prowadzone początkowo na cienkich foliach wykonanych z czystych metali lub prostych stopów, zastosowano również do badania rozpadu przesyconych roztworów w stopach Fe-C [32].

Udoskonalenia w skomplikowanej jak dotąd preparatyce cienkich folii, pozwolą niewątpliwie na zastosowanie tej metody do badania zmian przy odpuszczaniu stali i uzyskanie nowych nieznanych szczegółów tego zagadnienia.

2. BADANIA WŁASNE

2.1. Cel i zakres pracy

Zmiany strukturalne zachodzące przy odpuszczaniu stali wysokostopowych odznaczają się znacznym stopniem dyspersji i w większości przypadków nie dają się ujawnić na mikroskopie optycznym. Z tego względu znaczne usługi przy badaniu tych struktur oddaje mikroskop elektronowy.

Celem niniejszej pracy jest prześledzenie na mikroskopie elektronowym zmian strukturalnych zachodzących przy odpuszczaniu stali zaworowej chromowo-krzemowej typu "silchrom".

Ze względu na różnorodność występujących zjawisk, w pracy omówiono głównie zmiany strukturalne poprzedzające wystąpienie procesów wydzieleniowych. Wyniki badań procesów koagulacji i przemian w węglkach będą stanowić treść odrębnej publikacji.

2.2. Dobór materiału i obróbka cieplna

Badania strukturalne przeprowadzono na dwóch wytopach stali zaworowej H9S2, o składzie chemicznym i temperaturach przemian alotropowych podanych w tablicy 1

Tablica 1

Skład chemiczny i temperatury przemian alotropowych badanych wytopów stali H9S2

Oznaczenie wytopu	Skład chemiczny %							Temperatury przemian alotropowych °C	
	C	P	S	Mn	Si	Cr	Ni	A _{c1}	A _{c3}
A	0,38	0,018	0,010	0,43	2,43	8,16	0,22	910	940
B	0,43	0,016	0,013	0,52	2,32	8,60	0,20	890	930

Z materiału dostarczonego w postaci prętów ciągnionych $\varnothing 18$ i wyżarzonych, wykonano próbki o wymiarach $\varnothing 15 \times 18$. Parametry obróbki cieplnej próbek zestawiono w tablicy 2.

Na podstawie wyników wstępnych badań metalograficznych i twardości ustalono temperaturę hartowania -1080°C i czas wygrzewania - 3 godziny. W warunkach stosowanego nagrzewania w piecu komorowym sytytowym oraz przy podanych wymiarach próbki, parametry te zapewniały prawie całkowite rozpuszczenie węglików i ujednorodnienie austenitu. W temperaturze 1080°C w badanej stali obserwuje się już rozrost ziarna austenitu. To niekorzystne zjawisko w danym przypadku było pożądane, gdyż grubo iglastość struktury ułatwia obserwację zmian strukturalnych przy odpuszczaniu.

Dla próbek nr 29 - 31 zastosowano hartowanie z temperatury 1120°C w wodzie. Uzyskana po tej obróbce cieplnej zwiększona ilość austenitu szczątkowego ułatwiła badanie rozpadu tej fazy przy odpuszczaniu.

2.3. Przygotowanie zglądów i replik

Próbki obrobione cieplnie szlifowano na mokro na szlifierce magnetycznej, a następnie na papierach ściernych. Polerowanie przeprowadzono na pastach diamentowych stosując gradacje: 15μ , 7μ , A, B i C. Wypolerowane zglądy trawiono odczynnikiem o składzie chemicznym - $1 \text{ g FeCl}_3 + 2 \text{ cm}^3 \text{ HCl} + 100 \text{ cm}^3$ alkoholu metylowego.

Zglądy wykonane z próbek odpuszczanych w temperaturach poniżej 450°C trawiono ok. 6 min., zaś odpuszczanych w tempera-

Oznaczenie próbek i parametry obróbki cieplnej

Ozn. próbek	hartowanie	odpuszczanie	Ozn. próbek	hartowanie	odpuszczanie
1A 1B	1080°C/olej	-	19A 19B	1080°C/olej	550°C/20'/pow.
2A 2B	1080°C/olej	150°C/90'/pow.	20A 20B	1080°C/olej	550°C/40'/pow.
3A 3B	1080°C/olej	150°C/10h/pow.	21A 21B	1080°C/olej	550°C/90'/pow.
4A 4B	1080°C/olej	250°C/90'/pow.	22A 22B	1080°C/olej	550°C/3h/pow.
5A 5B	1080°C/olej	250°C/10h/pow.	23A 23B	1080°C/olej	600°C/20'/pow.
6A 6B	1080°C/olej	350°C/90'/pow.	24A 24B	1080°C/olej	600°C/40'/pow.
7A 7B	1080°C/olej	350°C/10h/pow.	25A 25B	1080°C/olej	600°C/90'/pow.
8A 8B	1080°C/olej	400°C/90'/pow.	26A 26B	1080°C/olej	650°C/20'/pow.
9A 9B	1080°C/olej	400°C/3h/pow.	27A 27B	1080°C/olej	650°C/40'/pow.
10A 10B	1080°C/olej	400°C/10h/pow.	28A 28B	1080°C/olej	650°C/90'/pow.
11A 11B	1080°C/olej	450°C/90'/pow.	29A 29B	1120°C/woda	550°C/3h/pow.
12A 12B	1080°C/olej	450°C/3h/pow.	30A 30B	1120°C/woda	550°C/3h/pow.
13A 13B	1080°C/olej	450°C/10h/pow.	31A 31B	1120°C/woda	650°C/20'/pow.
14A 14B	1080°C/olej	500°C/20'/pow.	32A 32B	1180°C/olej	650°C/3h/pow.
15A 15B	1080°C/olej	500°C/40'/pow.	33A 33B	1080°C/olej	650°C/40'/pow.
16A 16B	1080°C/olej	500°C/90'/pow.	34A 34B	1080°C/olej	650°C/12'/pow.
17A 17B	1080°C/olej	500°C/3h/pow.	35A 35B	1080°C/olej	650°C/16'/pow.
18A 18B	1080°C/olej	500°C/10h/pow.	36A 36B	1080°C/olej	800°C/20'/pow.
					800°C/12'/pow.

turach wyższych ok. 4 min. Trawienie to okazało się również wystarczające dla obserwacji na mikroskopie optycznym. Z każdego zglądu wykonano replikę formwarową, zaś dla zglądów wybranych wykonano również repliki ekstrakcyjne. Repliki formwarowe cieniowano chromem pod kątem 30° .

Dla replik ekstrakcyjnych trawienie zglądów przedłużono do ok. 6-7 minut. Oddzielanie przeprowadzono elektrolitycznie w 10% roztworze HCl w wodzie destylowanej przy parametrach prądowych - 20V i $0,8 \text{ A/cm}^2$.

Przy obserwacji na mikroskopie optycznym stosowano powiększenia 1000 i 1500 x, zaś na mikroskopie elektronowym - 2000, 8000 i 20000 x.

2.4. Wyniki badań

Badania przeprowadzone na mikroskopie optycznym i elektronowym wykazały, że odpuszczanie stali H9S2 w temperaturach poniżej 450°C nie wpływa na obraz struktury, która zachowuje typową budowę iglastą martenzytu rys.1. Na mikroskopie elektronowym obserwuje się charakterystyczny relief - rys.2, przy czym igły martenzytu mają kształt nieregularny i wykazują brak szczegółów występujących w martenzycie stali węglowej [7]. Wzrost temperatury i przedłużenie czasu w tym zakresie odpuszczania wpływa jedynie na spadek naprężeń wewnętrznych w martenzycie, co przejawia się pewnym rozdrobieniem struktury i zwiększeniem intensywności działania odczynnika trawiącego.

Pierwsze wyraźne zmiany w strukturze występują w próbkach odpuszczanych w $450^\circ \text{C}/3 \text{ godz.}$ W igłach martenzytu pojawiają się mikroobszary o różnej intensywności trawienia, co powoduje wyraźną chropowatość ich powierzchni - rys.3. Zmiany te zaobserwowano jeszcze wyraźniej po odpuszczaniu w tej temperaturze w czasie 10 godzin, gdzie dodatkowo wystąpiło bardzo silne zaatakowanie krawędzi igieł przez odczynnik trawiący - rys.4.

Ze względu na małą zdolność rozdzielczą, mikroskop optyczny nie ujawnia tych zmian. Obserwacja replik ekstrakcyjnych omawianych struktur nie wykazuje obecności wydzieleni.

W próbkach odpuszczanych w $500^\circ \text{C}/20 \text{ min}$ struktura obserwowana zarówno na mikroskopie optycznym jak i elektronowym zachowuje charakterystyczny wygląd martenzytu. Przedłużenie czasu odpuszczania do 40 min. nie wpływa na obraz obserwowany na mikroskopie optycznym, natomiast na mikroskopie elektronowym struktura odpowiada przedstawionej na rys.3.

Pierwsze zmiany w strukturze ujawnia mikroskop optyczny po odpuszczaniu w $500^{\circ}\text{C}/90$ min. Polegają one na pojawieniu się ciemnych, silnie trawiących się obszarów, szczególnie na krawędziach igieł martenzytu - rys.5. Struktura ta przy obserwacji na mikroskopie elektronowych wykazuje wyraźny zanik iglastości i obecność licznych, nieregularnych, drobnych wydzielen - rys.6. Gładkie obszary pozbawione szczegółów są przypuszczalnie austenitem szczątkowym. Mimo, że odwzorowany na replice formwarowej obraz struktury wskazuje na pojawienie się wydzielen, wykonane repliki ekstrakcyjne ujawniły je tylko w bardzo nieznacznej ilości.

Wyraźna ekstrakcja wydzielen fazy węglikowej nastąpiła dopiero po odpuszczaniu w $500^{\circ}\text{C}/3$ godz. - rys.7.

Wyizolowana faza jest bardzo drobna i bezpostaciowa, przy czym obserwuje się jasne obszary pozbawione wydzielen. Przedłużenie czasu odpuszczania w tej temperaturze do 10 godzin, powoduje zapoczątkowanie koagulacji węglików.

W strukturze próbek odpuszczanych w $550^{\circ}\text{C}/20$ min. nie stwierdzono wyraźniejszych zmian, natomiast po odpuszczaniu w tej temperaturze w czasie 40 minut wystąpił bardzo znaczny zanik iglastości i pojawienie się jasnych wydzielen - rys.8. Na mikroskopie optycznym zmiany te ujawniły się wystąpieniem charakterystycznych, ciemnych obszarów.

Ekstrakcja wydzielen węglików nastąpiła po przedłużeniu czasu odpuszczania do 90 minut, przy czym otrzymano obraz zbliżony do przedstawionego na rys.7. Odpuszczanie w czasie 3 godzin doprowadziło do wyraźnej koagulacji wydzielonych węglików.

Struktura próbek odpuszczanych w $600^{\circ}\text{C}/20$ min. wykazała na mikroskopie optycznym wyraźną iglastość, natomiast obraz na mikroskopie elektronowym odpowiadał w przybliżeniu przedstawionemu na rys.6. Po odpuszczaniu w tej temperaturze w czasie 40 minut nastąpiła ekstrakcja wydzielen. Przedłużenie czasu odpuszczania do 90 minut powoduje już wyraźną koagulację węglików i pojawienie się struktury sorbitycznej - rys.9. W osnowie ferrytu występują częściowo skoagulowane węgliki o dużym skupieniu na krawędziach igieł.

W próbkach odpuszczanych w $650^{\circ}\text{C}/20$ min. stwierdzono już wyraźną ekstrakcję wydzielen węglików.

Dłuższe odpuszczanie w tej temperaturze w czasie 40 min. prowadzi do powstania typowej struktury sorbitycznej, odznaczającej się w porównaniu do przedstawionej na rys.9 bardziej równomiernym rozmieszczeniem węglików w osnowie rys.10.

W strukturze próbek odpuszczanych w temperaturze 650°C , a częściowo również i 600°C nie stwierdzono występowania gładkich, pozbawionych wydzielen obszarów, typowych dla niższych

temperatur odpuszczania. Badania fizyczne-dylatometryczne i termomagnetyczne wykazały, że w zakresie $600 - 650^{\circ}\text{C}$ następuje całkowity rozpad austenitu szczątkowego. Dla potwierdzenia tego przeprowadzono obróbkę cieplną próbek, mającą na celu uzyskanie w strukturze znacznej ilości austenitu szczątkowego (próbki 29 - 31, tabl.2).

W strukturze próbki nr 29 odpuszczanej w $550^{\circ}\text{C}/3$ godz. stwierdzono występowanie gładkich obszarów, pozbawionych wydzieleni, których duże skupienia można było zaobserwować w obszarach przyległych. Następne odpuszczanie w $650^{\circ}\text{C}/20$ min. (próbka nr 30) prowadzi do koagulacji istniejących wydzieleni. Gładkie obszary ulegają rozpadowi i podziałowi na podobszary na granicach których pojawiają się wydzielenia - rys.11.

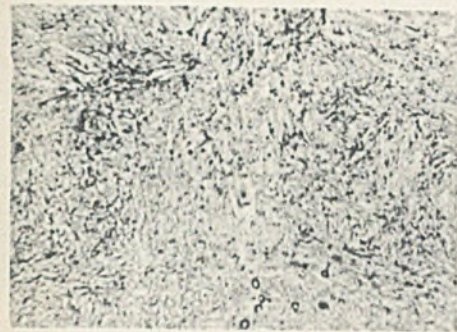
Dłuższe odpuszczanie w temperaturze 650°C w czasie 40 minut (próbka nr 31) pozwala odróżnić w strukturze występujące obok siebie naprzemian obszary o wydzieleniach skoagulowanych w miejscach pomartenzytycznych, oraz obszary o wydzieleniach drobnych - w miejscach austenitu szczątkowego - rys.12.

Jak już wspomniano w próbkach odpuszczanych w $650^{\circ}\text{C}/20$ min. uzyskano wyraźną ekstrakcję wydzieleni węglików. Celem przesledzenia zachodzących w tej temperaturze zmian strukturalnych, poprzedzających pojawienie się wydzieleni, przeprowadzono odpuszczanie próbek w czasie 8, 12 i 16 minut (próbki nr 32 - 34, tabl. 2).

Struktura próbki odpuszczanej w $650^{\circ}\text{C}/8$ min. wykazuje charakterystyczny rozpad igieł martenzytu na utwory płytkowe. Krawędzie igieł i płytek wykazują większą odporność na działanie odczynnika trawiącego od pozostałych obszarów trawiących się równomiernie. Przedłużenie czasu odpuszczania do 12 minut daje obraz struktury przedstawiony na rys.14. gdzie słabo trawiące się krawędzie igieł martenzytu występują jako jasne pasma. Dłuższe odpuszczanie w czasie 16 minut powoduje już wystąpienie wyraźnych wydzieleni, których jednak nie udało się wyizolować na replikę ekstrakcyjną. Wydzielenia te występują równomiernie zarówno w martenzytcie jak i austenicie szczątkowym, przy czym obszary odpowiadające tym dwom fazom, wykazują między sobą pewne zróżnicowanie rys.15.

Próbki odpuszczane w $800^{\circ}\text{C}/20$ min. posiadały strukturę sorbityczną. Krótsze odpuszczanie w tej temperaturze w czasie 12 minut dało charakterystyczną strukturę pokazaną na rys.16. Widoczne są jasne, nieregularne wydzielenie o poszarpanych kształtach nie ulegające ekstrakcji oraz wydzielenia skoagulowane, które z łatwością można było ekstrahować.

OPIS RYSUNKÓW



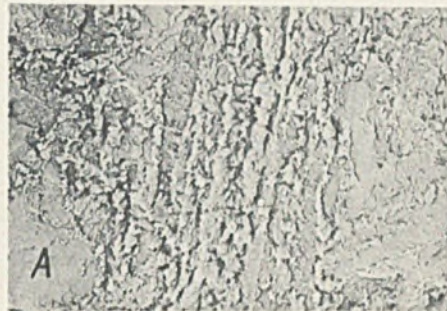
1



5



2



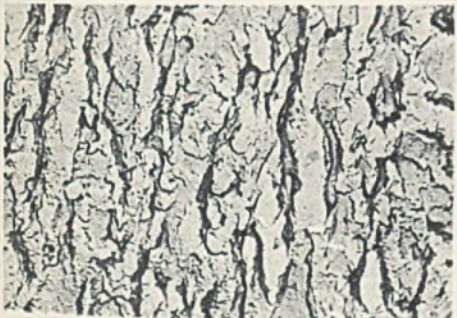
6



3



7



4



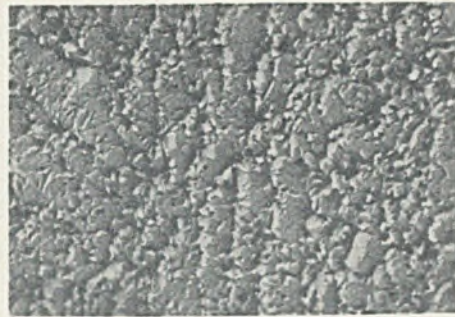
8

Nr rys.	Nr zglądu	Preparat	Struktura	Powiększenie X *)			
				P _o	P _{of}	P _e	P _{ef}
1	2	3	4	5	6	7	8
1	1A	zgląd	Martenzyt drobnolgasty oraz nieliczne nierozpuszczone węgliki.	1500	1500	—	—
2	1A	replika formwar. cien. Cr	Igły martenzytu o kształcie nieregularnych utworów z charakterystycznym reliefem.	—	—	20000	24000
3	12A	replika formwar. cien. Cr	Nierównomiernie trawiące się igły martenzytu, wykazujące podstrukturę. Jasne gładkie obszary — nierozpuszczone skoagulowane węgliki (W).	—	—	20000	24000
4	13A	replika formwar. cien. Cr	Struktura jak na rys. 3, lecz opisane zjawiska występują znacznie wyraźniej; silnie zaatakowane przez odczynnik trawiący krawędzie igieł martenzytu.	—	—	20000	24000
5	16A	zgląd	W strukturze zachowującej iglasty układ martenzytu, widoczne ciemne, silnie trawiące się obszary, szczególnie na krawędziach igieł.	1500	1500	—	—
6	16A	replika formwar. cien. Cr	Struktura jak na rys. 5, lecz oglądana na mikroskopie elektronowym. Rozpad igieł martenzytu i pojawienie się jasnych, nieregularnych wydzieleni. Gładkie obszary pozbawione wydzieleni (A) — austenit szczątkowy.	—	—	8000	16000
7	17A	replika węglowa ekstrakc.	Ciemne, wyekstrahowane cząstki węglików o dużych skupieniach na krawędziach igieł martenzytu. Jasne obszary pozbawione wydzieleni — austenit szczątkowy (A).	—	—	8000	16000
8	20A	replika formwar. cien. Cr	Martenzyt odpuszczony z wyraźnym zanikiem iglastości. Liczne nieregularne, drobne wydzielenia. Jasny gładki obszar — nierozpuszczony węglik.	—	—	8000	16000

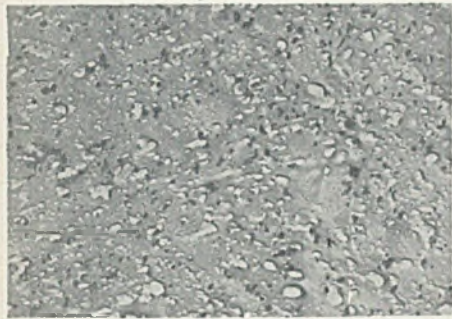
OPIS RYSUNKÓW



9



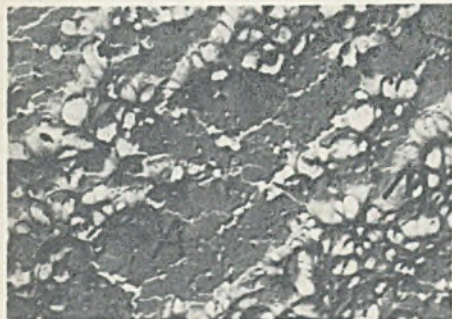
13



10



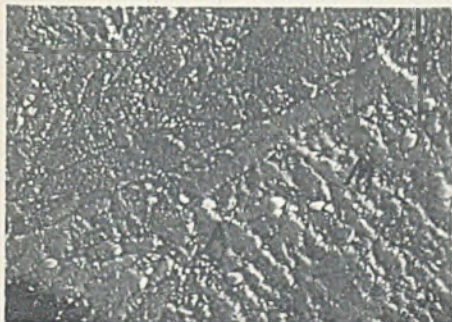
14



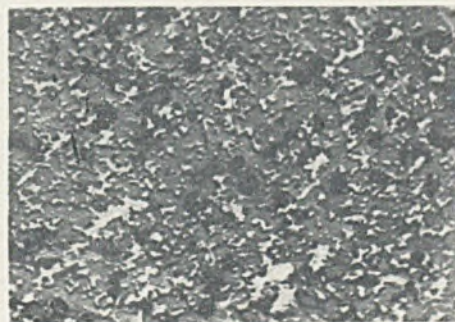
11



15



12



16

Nr rys.	Nr zgiadu	Preparat	Struktura	Powiększenie × *)			
				P _o	P _{of}	P _e	P _{ef}
1	2	3	4	5	6	7	8
9	25A	replika formwar. cien. Cr	Wydzielenia węglików stopowych w ferrycie — sorbit. Znaczne skupienia wydzielen na krawędziach igieł.	—	—	8000	16000
10	27A	replika formwar. cien. Cr	Sorbit. Równomiernie rozmieszczone w osnowie ferrytycznej, skoagulowane węgliki stopowe.	—	—	8000	16000
11	30A	replika formwar. cien. Cr	Gładkie obszary rozpadającego się austenitu szczątkowego (A), otoczone sorbitem występującym w miejscach pomartenzytycznych (M).	—	—	8000	16000
12	31A	replika formwar. cien. Cr	Sorbit o znacznej niejednorodności wielkości i rozmieszczenia węglików. Obszary o wydzieleniach drobnych powstały w wyniku rozpadu austenitu szczątkowego (A). W miejscach pomartenzytycznych występują wydzielenia skoagulowane (M).	—	—	2000	6000
13	32A	replika formwar. cien. Cr	Martenzyt odpuszczony z charakterystycznymi utworami płytkowymi.	—	—	8000	16000
14	33A	replika formwar. cien. Cr	Struktura jak na rys. 13. Jasna trudno trawiąca się krawędź igły martenzytu (K).	—	—	8000	16000
15	34A	replika formwar. cien. Cr	Drobne, nieregularne wydzielenia o równomiernym rozmieszczeniu. W miejscach austenitu szczątkowego występują wydzielenia drobniejsze (A).	—	—	8000	16000
16	36A	replika formwar. cien. Cr	Wydzielenia węglików w osnowie ferrytycznej. Widoczne jasne wydzielenia o nieregularnym kształcie nie ulegające ekstrakcji, oraz wydzielenia skoagulowane, występujące jako ciemne wyekstrahowane cząstki.	—	—	10000	20000

*) P_o — powiększenie na mikroskopie optycznym,
 P_e — powiększenie na mikroskopie elektronowym,
 P_{of}, P_{ef} — całkowite powiększenia fotograficzne obrazów uzyskanych na mikroskopie optycznym lub elektronowym.

2.5. Analiza wyników

Przedstawione wyniki badań wykazały, że w temperaturach odpuszczania poniżej 450°C i czasach do 10 godzin, w strukturze zahartowanej stali H9S2 nie obserwuje się zmian, wskazujących na wystąpienie wyraźnych procesów dyfuzyjnych. W temperaturach wyższych pojawia się pewna nierównomierność trawienia igieł martenzytu, szczególnie zaś ich krawędzi (rys.3 i 4). Przy odpuszczaniu w temperaturach powyżej 600°C w czasie kilku minut następuje rozpad martenzytu na utwory płytkowe oraz dyfuzja pierwiastków stepowych do krawędzi igieł martenzytu i nowopowstałych płytek, na co wskazuje zwiększona odporność tych obszarów na działanie odczynnika trawiącego (rys.13 i 14). Prowadzi to do miejscowych segregacji składu chemicznego, poprzedzających pojawienie się w strukturze wydzieleni węglików. Zjawiska te można uważać za pierwsze stadium procesu wydzielenia.

Przedłużenie czasu odpuszczania powoduje wystąpienie bardzo drobnych, nieregularnych wydzieleni. Można je ujawniać przy powiększeniach powyżej 8000 x stosując repliki odwzorowujące strukturę np. formwarowe. Nie ulegają one ekstrakcji co może wskazywać na istnienie koherencji sieci krystalograficznej wydzieleni i osnowy (rys.6, 8 i 15). Zjawisko to może być uważane za drugie stadium procesu wydzieleniowego [14,16].

Za trzecie stadium wydzielenia można uznać proces zaniku koherencji między wydzielającą się fazą i osnową, co powoduje pojawienie się wyizolowanych cząstek węglików na repli-
ce ekstrakcyjnej (rys.7).

Przy odpuszczaniu w temperaturach najwyższych - rzędu 800°C - opisane zjawiska przebiegają prawie równocześnie, a wydzielona faza podlega szybkiej koagulacji. Niemniej jednak i w tym przypadku stwierdzono po krótkotrwałym odpuszczaniu istnienie w strukturze dwojakiego rodzaju wydzieleni z których tylko jeden ulegał ekstrakcji (rys.16).

Rozpad austenitu szczątkowego w badanej stali zachodzi szczególnie intensywnie w zakresie temperatur $600 - 650^{\circ}\text{C}$. W temperaturze poniżej 600°C przedłużenie czasu odpuszczania wykazuje nieznaczny wpływ na przebieg przemiany austenitu szczątkowego.

Przeprowadzone obserwacje mikroskopowe wykazały małą przydatność mikroskopu optycznego do badania opisanych zjawisk strukturalnych.

3. WNIOSKI

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono:

1. Rozpad martenzytu w stali H9S2 następuje w temperaturach powyżej 450°C .
2. W zakresie temperatur 450°C - 600°C przebieg odpuszczania zależy w znacznym stopniu od czasu trwania zabiegu.
3. Rozpad austenitu szczątkowego zachodzi w zakresie temperatur 600°C - 650°C i poprzedzony jest zawsze rozpadem martenzytu.
4. Struktura po odpuszczaniu w temperaturach niższych od 650°C , odznacza się większą niejednorodnością wielkości i rozmieszczenia węglików w porównaniu do struktur uzyskanych po odpuszczaniu w temperaturach wysokich.
5. Stwierdzono, że zjawiska strukturalne poprzedzające procesy wydzieleniowe wykazują pewne różnice zależnie od temperatury odpuszczania.
6. Wydaje się celowe uzupełnienie przeprowadzonych badań dla czasów odpuszczania dłuższych od stosowanych w przedstawionej pracy.

LITERATURA

- [1] Trotter J. i Mc Lean D: J.Iron and Steel Inst.1949, vol. 163.
- [2] Lement B.S., Averbach B.L. i Cohen M: Trans. Amer. Soc. Metals, 1954 - vol. 46 i 1956 - vol. 47.
- [3] Görlich H.K. i Goossens H: Arch. f. Eisenhüttenwesen - 1956, vol.27
- [4] Fisher R.M.: Carbide Precipitation during tempering of eutectoid carbon steel - Proceedings ASTM - 1955 vol.55.
- [5] Teaque D.M. i Ross S.T.: Electrone microstructure of bainite and tempered martensite- Proceedings ASTM 1955 vol.55
- [6] Grube L: Journees de la Microscopie Electronique - Revue Universelle de Mines - Oct.1956 - Liege.

- [7] Olewicz E. i Rudy E.: Zeszyty Naukowe Polit. Śl. - Mech. 7, Gliwice - 1960.
- [8] Aborn R.H.: Low carbon martensite - Trans. Amer. Soc. Metals - 1956 vol.48.
- [9] Modin S.: Jernkontorets Annaler 1958 nr 142.
- [10] Modin S.: Metal Treatment - 1960 nr 4 i 5
- [11] Nutting J.: Journées de la Microscopie Electronique Revue. Universelle de Mines - Oct.1956 - Liege.
- [12] Fisher R.M.: IV Internat. Kongr. f Elektronenmikroskopie Berlin 1958 - Springer Verlag 1960 - Bd.1.
- [13] Smith E. i Nutting J.: J.Iron Steel Institute 1957 nr 187
- [14] Booker G.R. Norbury P.J. i A.L. Sutton - British J. appl. Physics 1957, nr 8
- [15] Seal A.K. i Honeycombe R.W.K.: J.Iron Steel Institute 1958 nr 188.
- [16] Pickering F.B.: Precipitation Processes in Steel, J.S.J. Special Report nr 64 - 1959 r.
- [17] White C.H. i Honeycombe R-W.K.: J.Iron and Steel Inst. 1961 nr 1.
- [18] Jeżek J.: IV Internat. Kongr. f. Elektronermikroskopie Berlin 1958, Springer Verlag 1960 Bd.1.
- [19] Habraken L.: Thèse d'Agrégation d l'Enseignement supérieur C.N.R.M. - Liege 1953 r.
- [20] Habraken L.: Revue Universelle de Mines 1951 nr 5 C.N.R.M. - Liège,
- [21] Koch W., Krisch A i Schrader A.: Arch. f. Eisenhüttenwesen 1957 nr 28.
- [22] Woodfine B.: J.Iron and Steel Inst. 1953 vol.173
- [23] Nutting J. i Cosslett V.E.: Inst. of Metals - Report Series nr 8 Londyn 1950.
- [24] Siriwardene P.: Ph. D. Thesis Departament of Metallurgy Cambridge University 1955 r.
- [25] Nishiyama Z. i Shimizu K.: M. Inst. Scient. Ind. Res Osaka Universit. 1958 nr 15

- [26] Kelly P.M. i Nutting J.: Iron and Steel 1960 nr 14
- [27] Pitsch W.: IV Internat. Kongr. f. Elektronenmikroskopie Berlin 1958 - Springer Verlag 1960 Bd.1.
- [28] Amelincks S.: Dislocations and mechanical properties of crystals - New Jork, J.Willey and Sons Inc. 1957.
- [29] Hirsch P.B., Horne R.W. i Whelan M.J.: Philosophic Mag. 1. 1956.
- [30] Thomas G. i Nutting J.: J.Inst.Metals 86-1957.
- [31] Koda S. i Takeyama T.: J.Inst.Metals 86-1957.
- [32] Mc Lean D.: The Proceedings of the European Regional Conference on Electron Microscopy - Nederlandse Vereniging voor Elektronen-microscopie - Delft 1960.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИ ПОМОЩИ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ПРОЦЕССА ОТПУСКА КЛАПАННОЙ СТАЛИ

Проведено исследования структурных изменений при отпуске клапанной стали X9C2. Применяя формваровые и экстракционные углеродные реплики наблюдало при помощи электронного микроскопа явления распада мартенсита и остаточного аустенита, а также определено влияние температуры и времени отпуска на их ход. Обращено особенное внимание на явления предшествовавшего появления в структуре стали карбидных выделений.

ELEKTRONENOPTISCHEUNTERSUCHUNGEN BEIM ANLASSEN EINES VORHER GEHÄRTETEN VENTILSTAHLES

Ein gehärteter Cr-Si Stahl wurde bei verschiedenen Temperaturen und Zeiten angelassen, wobei Gefügeveränderungen beobachtet wurden. Insbesondere der Zerfall des Martensites, Restaustenites sowie die Ausscheidung der Karbidphase erläutert und beschrieben wurde.