ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ

Seria: HUTNICTWO z. 20

Nr kol. 636

Wojoiech SZKLINIARZ Adolf MACIEJNY, Adam HERNAS

Politechnika Ślązka - Gliwice Instytut Inżynierii Materiałowej - Katowice

ZASTOSOWANIE MIKROSKOPII ELEKTRONOWEJ DO OCENY ILOŚCIOWEJ FAZY WEGLIKOWEJ W STALI 26H2MF

> Streszczenie. W pracy opisano zastosowanie metody replik ekstrakoyjnych do oceny .ilościowej fazy węgkikowej w stali 26H2MF. Zbadano wpływ różnych rodzajów obróbki cieplnej na parametry rozkładu fazy węglikowej jak również wpływ tych parametrów za własności badanej stali. W oparciu o uzyskane wyniki ustalono, że optymalną obróbką cieplną dla badanej stali jest ulepszanie cieplne.

1. WSTEP

Jednym z głównych ozynników decydujących o własnościach stali typu Cr-Mo-V jest faza węglikowa a ściślej rodzaj, ilość, wielkość, kształti rozmieszczenie węglików w osnowie. Dotychczasowe informacje o charakterze i wielkości wpływu tych czynników mają na ogół charakter jakościowy [1].

Vyznaczenie obiektywnych ilościowych zależności pomiędzy parametrami ilościowymi węglików a własnościami wymaga opracowania odpowiednich metod oceny ilościowej fazy węglikowej. We współczesnej praktyce metalograficznej dąży się do zastępowania metod porównawczych pomiarami geometrycznych parametrów mikrostruktury. Należy ządzić, że tylko przy ilościowej ocenie mikrostruktury można znależć ścisłe zależności pomiędzy mikrostrukturą a własnościami oraz pomiędzy mikrostrukturą a parametrami technologioznymi procesu wytwarzania.

Ocena ilościowa mikrostruktury nie zawsze jest możliwa przy zastosowaniu metod mikroskopii świetlnej. W przypadku występowania bardzo małych wydzieleń rzędu 10 \div 20 . 10⁻⁹ m istnieje konieczność zastosowania do tego celu metod mikroskopii elektronowej a tym samym opracowania odpowiednieh metod pracy. Metoda replik ekstrakcyjnych znalazła zastosowanie w przypadku cząstek o wymiarach 10 \div 1000.10⁻⁹ m, natomiast w przypadku wydzieleń drobniejszych zaleca się stosować metodę cienkich folii. Dokładniejsze opisy obydwu meted zawierają odpowiednie monografie [2 \div 5].

2. MATERIAL DO BADAŃ

Badania przeprowadzono na próbkach stali gatunku 26H2MF po ciągnieniu (A) i po obróbce cieplnej. Przeprowadzono dwa warianty obróbki cieplnej:

- hartowanie 1163 K/olej i odpuszozanie 923 K/9000 s(B),
- podwójne normalizowanie (1253 i 1213 K) i odpuszozanie 963 K/9000 s.(C).

3. METODYKA I WYNIKI BADAŃ

3.1. Parametry rozkładu fazy weglikowej

Badania ilościowe fazy węglikowej w stali 26H2MF dla stanu A,B i C wykonano na mikroskopie elektronowym transmisyjnym JEM - 100B techniką replik ekstrakcyjnych węglowych oraz cienkich folii. Przy opracowaniu metody oceny parametrów rozkładu węglików oparto się na modelu matematycznym opracowanym przez Ashby'ego i Ebelinga [2].



Rys. 1. Mikrofotografia repliki ekstrakcyjnej dla stanu A



Rys. 2. Mikrofotografia repliki ekstrakcyjnej dla stanu B



Rys. 3. Mikrofotografia repliki ekstrakovjnej dla stanu C

Zastosowanie mikroskopii elektronowej do...

Na mikroskopie elektronowym wykonano szereg mikrofotografii z różnych losowo wybranych miejsc na replikach.

Rozkłady wielkości oząstek przedstawiono przykładowo na mikrofotografiach wykonanych przy małych powiększeniach (rys. 1;3). Następnie pod powiększalnikiem obraz z klisz powiększono do 100.000 x i dokonywano pomiarów średnio wyekstrahowanych oząstek. Z uwagi na to, że węgliki posiadały kształt soczewkowaty dla stanu B i C oraz spłaszozonej kuli w przypadku stanu A, mierzono dwie średnice - dłuższą d₁ i prostopadle do niej w najszerszym miejscu średnicę d₂. Po zliczeniu oząstek i pomiarze wielkości średnic pogrupowano wyniki w szeregi wymiarowe, otrzymując rozkład empiryczny średnic rzutów, cząstek d₁ (rys. 4-6). W oparciu o uzyskane rozkłady wielkości średnic d₁ oraż korzystając z odpowiednich wzorów [2,6] wyznaczono parametry rozkładu:

- liczbę węglików na 1 mm² powierzohni replik, N_A,

- średnią arytmetyczną średnic węglików na płaszczyźnie, d₁ i w przestrzeni, D₁,
- arytmetyczne odchylenie standardowe wielkości \overline{d}_1 i \overline{D}_1 odpowiednio $6\overline{d}_1$ i $6\overline{D}_1$,
- liczbę węglików w jednostce objętości, N_w,
- liczbę węglików na jednostkę długości siecznej, N_{I.},
- średnią odległość pomiędzy węglikami na losowej siecznej poprowadzonej przez układ, A.
- średnią odłegłość pomiędzy węglikami na powierzchni, λ_{A} ,
- średnią odległość pomiędzy węglikami w przestrzeni, λ,
- parametry rozkładu log-normal, 6² Ind i Ind.



Rys. 4. Rozkład empiryczny średnic rzutów d, dla stanu A



Rys. 5. Rozkład empiryozny średnio rzutów d. dla stanu B





Wyniki przeprowadzonych badań - pomiarów i obliczeń - zamieszczono w tablicy 1.

Na podstawie zliczeń węglików na znanej powierzchni repliki i porównanie z analogicznym parametrem wyznaczonym na cienkich foliach określono wartość współczynnika ekstrakcji 🎝. Okazało się, że współczynnik ten dla wszystkich przypadków wynosi około 1 i w związku z tym pominięto go w teku dalszych obliczeń. Zastosowanie mikroskopii elektronowej do

Tablica 1

and the second se			
remetry rozkładu A stan wyj- ściowy		e c podwójne normali- zowanie i odpusz- ozanie	
59,98 ± 1,57	9,66 + 0,2	16,29 ± 0,33	
26,02 ± 1,14	3,65 + 0,15	6,41 ± 0,24	
50,48	8,48	14,11	
21,90	3,20	5,55	
8,6131	6,8087	7,3238	
0,1882	0,1420	0,1548	
0,44	4,60	2,51	
0,697	46,05	14,987	
1,38	543,40	106,20	
227,30	21,74	39,84	
59,89	7,37	12,92	
50,20	6,79	11,91	
0,85	0,73	0,76	
0,49	0,40	0,38	
6,97	1,23	2,02	
1050	1285	1400	
	A stan wyj- solowy 59,98 ± 1,57 26,02 ± 1,14 50,48 21,90 8,6131 0,1882 0,44 0,697 1,38 227,30 59,89 50,20 0,85 0,49 6,97 1050	Astan wyj- ściowyBulepszanie cieplne $59,98 \pm 1,57$ $9,66 \pm 0,2$ $26,02 \pm 1,14$ $3,65 \pm 0,15$ $50,48$ $8,48$ $21,90$ $3,20$ $8,6131$ $6,8087$ $0,1882$ $0,1420$ $0,44$ $4,60$ $0,697$ $46,05$ $1,38$ $543,40$ $227,30$ $21,74$ $59,89$ $7,37$ $50,20$ $6,79$ $0,85$ $0,73$ $0,49$ $0,40$ $6,97$ $1,23$ 1050 1285	

Parametry rozkładu fazy węglikowej

3.2. Udział objęteściowy fazy węglikowej

3

Na podstawie obliozonych i pomierzonych parametrów rozkładu \overline{d} , \overline{d} , i N_A można określić udział objętościowy węglików "V" bezpośrednie z repliki.

Udzżał objętościowy węglików o kształcie sferoidalnym jest wg [2] definiowany zależnością (1):

$$V_{\mathbf{v}} = \frac{\mathcal{I}}{6} D^3 N_{\mathbf{v}} f_{\mathbf{v}(D)} d\mathbf{x}, \qquad (1)$$

gdzie:

 $f_{v(D)}$ - funkcja rozkładu empirycznego średnic przestrzennych D. f(D) może być zastąpiona wielkością f(d) poprzez zależność (2):

$$\mathbf{f}_{\mathbf{v}(\mathbf{D})} = \frac{N_{\mathbf{A}}}{N_{\mathbf{v}}} \cdot \frac{1}{d} \cdot \mathbf{f}(\mathbf{d})$$
(2)

Objętość cząstki o kształcie różnym od kulistego wg [3] dana jest zależnością (3):

$$V = K\left(\frac{\pi}{L} d_1^2 d_2\right), \tag{3}$$

gdzie: K - współczynnik kształtu, równy 1/2 dla cząstek o kształcie soczewkowym i 2/3 dla cząstek o kształcie spłaszczonej kuli.

Ze wzoru (3) wynika, że aby obliczyć objętość cząstki o kształcie innym niż kulistymnależy znać zależność typu $d_2 = f(d_1)$.

Zależności te zostały określone na podstawie sporządzonych tablic korelacyjnych w postaci równań regresji typu $d_2 = ad_1 + b$ (tahl. 1) wg metody opisanej przez Platta [7]. Duża wartość współczynnika korelacji r świadczy o tym, że te dwie wielkości ze sobą stosunkowo dobrze korelują. Po uwzględnieniu powyższych zależności wyprowadzono drogą odpowiednich przekształceń matematycznych zależność (4) do określania wielkości V.[8].

$$V_{v} = K \frac{\pi}{4} N_{A} \cdot \left\{ a(d_{1}^{2} + d_{1}^{2}) + bd_{1} \right\}_{0}$$
 (4)

Następnie sprawdzone jakiego typu są rozkłady empiryczne średnic rzutów oząstek d₁.

Z rysunków 4:6 wynika, że rozkłady te posiadają symetrię dodatnią, oo może wskazywać na to, że rozkłady te są rozkładami typu logarytmo-normalnych. Te same rozkłady naniesione na wykres w układzie logarytmicznego podziału na klasy przyjmują charakter rozkładów normalnych (rys. 7).

Potwierdzeniem tej hipotezy jest również rys. 8, z którego wynika, że skumulowana funkcja rozkładu log-normal średnic rzutów d₁ jest linią prostą.

Weryfikacja tej hipotezy testem χ^2 (chi kwadrat) potwierdziła również takie założenie. Ponadto w celu sprawdzenia możliwości określania udziału objętościowego cząstek węglików $V_{\rm v}$ metodą replik ekstrakoyjnych dla porównania wyznaczono ten parametr w oparciu o metodę izolacji faz i określania gęstości izolatu metodą piknometryczną.

Wyniki obliczeń przedstawia tablica 2.









Tablica 2

Parametr	A	В	C	
ā, [10 ⁻⁸ m]	59,98	9,68	16,29	
N _v [10 ¹⁸ m ⁻³]	1,38	543,40	106,2	
% _v [10 ⁻⁸ m]	50,2	6,79	11,91	
V _v (izolat) [%]	8,45 .	10,24	9,08	
V _v (replika)[%]	9,16 <u>+</u> 0,48	9,89 <u>+</u> 0,40	8,78 <u>+</u> 0,35	
R _m [MPa]	762	1100	1005	
R _e [MPa]	642	1061	943	
A ₅ [%]	15,8	14,3	16,3	
z [%]	66,0	58,0	61,0	
K _{ov} [MJ/m ²]	0,36	0,44	0,29	

Wpływ parametrów rozkładu na własności stali

4. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

Obliozone parametry rozkładu dotyczą węglików typu M_3^c , $V_4^c_3$ i $M_{23}^c_6$. Jak wynika z przedstawionych rozkładów wielkości średnic (rys. 3-7) obróbka cieplna znacznie wpływa na parametry rozkładu fazy węglikowej jak również na dyspersję wydzieleń.

Szozególnie istotnymi parametrami są: średnia średnica wydzieleń, liczba wydzieleń, odległość pomiędzy nimi i ich udział objętościowy. Biorąc to pod uwagę jak również otrzymane własności (tabl. 2) optymalną obróbką cieplną dla badanej stali jest ulepszanie cieplne. Uwzględniając wyniki badań własności wytrzymałościowych oraz takie parametry rozkładu, jak: średnia średnica wydzieleń i średnia odległość pomiędzy węglikami (tabl.2) można wnioskować, że dla najmniejszej średnicy wydzieleń i odległości pomię dzy nimi występuje największe umconienie pochodzące od cząstek węglików. Wpływ ten szczególnie zaznaczył się w przypadku stali ulepszanej cieplnie (tabl. 2). Dla tej oróbki cieplnej wielkość $N_{\rm v}$ jest około 5-krotnie większa niż dla stanu C i około 400-krotnie większa niż dla stali nie obrobionej cieplnie. Ma to szczególne znaczenie ze względu na to, że udział objętościowy dla badanych trzech stanów obróbki cieplnej jest prawie jednakowy (tabl. 2).

Rozkłady wielkości wydzieleń (rys. 8), parametry rozkładu fazy węglikowej oraz wzyskane własności (tabl. 1 i 2) wskazują na celowość stosowania w praktyce dla stali 26H2MF ulepszania cieplnego zamiast podwójnego normalizowania i odpuszczania.

Udział objętościowy węglików, określony bezpośrednio z repliki na podstawie równania (4), odbiega tylko w stopniu nieznacznym (w granicach błędu metody) od udziału objętościowego określonego metodą izolacji faz. Na tej podstawie należy sądzić, że metoda replik ekstrakcyjnych może być stosowana dla określenia wielkości V_v pod warunkiem ściśłej znajomości współczynnika ekstrakcji ¢.

5. WNIOSKI

 Obróbka cieplna wywiera wpływ na parametry rozkładu fazy węglikowej a tym sawym również na własności wytrzymałościowe badanej stali (tabl. 1 i 2).

2. Rozkłady wymiarów średnie wydzieleń są rozkładami typu logarytmonormalnych.

3. Parametry rozkładu fazy węglikowej mogą służyć jako podstawa do optymalizacji procesów technologioznych.

4. Parametry rozkładu węglików i uzyskane własności wskazują na coelowość stosowania w praktyce ulepszania cieplnego stali 25H2MF. 5. Wykazamo możliwość określania udziału objętościowego węglików bezpośrednio z repliki ekstrakcyjnej.

LITERATURA

[1]	Maciejny A Zeszyty Na	ukowe Pol. \$1., Mechanika,	zu: 35,	Gliwice 196	58
[2]	Ashby M.F., Ebeling R AIME, 236, 1966.	Transactions of the Metal:	lurgical	. Society o	f
Fal	Chall D. Altastation ()	Material Colores and M			~

- [3] Shah D., Altstetter C. Materials Science and Engineering, nr 26, 1976.
- [4] Hilliard J. Trans. Metall. Soc. AIME, 224, 1962.
- [5] Jones A.R., Howell P.R. Journal of Materials Solence, 1976, s. 1.
- [6] Ryś J. Wstęp do metalografii ilościowej. Wyd. "Śląsk" Katowice 1970.
 [7] Platt Cz. Problemy rachunku prawdopodobieństwa i statystyki matema-
- tyoznej. PWN, Warszawa 1977.
- [8] Szendoł K. Praca dyplomowa. Wydz. Metalurgiozny Politechniki Śląskiej, Gliwice, 1978.

ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ КАРБИДОВ В СТАЛИ 26Х2МФ

Резюмо

В статье описано использование электронной микроскопии и методы угольных реплик и тонких фола для количественной оценки карбидов в стали 26Х2МФ. Обнаружено, что термическая обработка влияет на размеры, количество, величину и разстояние между частицами и механические овойства стали.

Эффект упрочнения стали после термической обработки определяется прежде всего размерами частиц карбидов, разстоянием между карбидами и количеством карбидов.

THE APPLICATION OF ELECTRON MICROSCOPY TO THE QUANTITATIVE ANALYSIS OF THE CARBIDES IN 26H2MF STEEL

Summary

The paper is in two parts. The first develops the formulae and method needed to calculate the size, number, spacing and volume fraction from measurements made on an extraction replica. The second part describes the application of the method to Cr-Mo-V creep resisting steel 26H2MF, containg nospherical particles of carbides. A method for testing whether the partioles are randomly distributed in space is described. All parameters can be determined satisfactorily.

Zastosowanie mikroskopii elektronowej do

The procedure outlined here is most favorably applicable to spherical, disc, thick or lens-shaped particles. A general and basic correlations between macroscopic behavior and microstructure of the material can be made when the microstructure is described in rigorous quantitative terms.