

УДК 669.01

A. M. ЖИЛКАШИНОВА¹, M. K. СКАКОВ², Э. В. КОЗЛОВ³

ПЭМ-ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ЧАСТИЦ ВТОРЫХ ФАЗ В СТАЛИ ГАДФИЛЬДА

Приведены результаты экспериментальных исследований электронно-микроскопического определения карбидных фаз в стали типа Г13. Установлено, что в закаленном сплаве Fe-Mn-C, с содержанием ~0.4 вес.%C средний размер частиц карбида M_3C при содержании Mn>7 вес.% увеличивается. Легирование сплава Cr и V не изменяют средний размер частиц M_3C в сплавах с содержанием ~1 вес.%C, и до 12 вес.% Mn. Средние размеры частиц карбида $M_{23}C_6$ также увеличиваются при увеличении содержания Mn до 16 вес.%. Введение Cr и V приводит к укрупнению частиц $M_{23}C_6$ в сплавах с содержанием ~1 вес.%C, и их измельчению в сплавах с содержанием ~0.4 вес.%C.

Введение. Известно, что закалка сплавов Fe-Mn-C от температур 1000-1100°C приводит к выделению карбидов и неметаллических включений типа $M_{23}C_6$, M_3C , ϵ -карбида (ϵ -Fe₃C) и различных силицидов, частицы которых располагаются, в основном, по границам зерен [1-7]. Причем, введение таких элементов, как C, Mn, Cr и V в марганцовистую аустенитную сталь, по-видимому, оказывает определенное влияние на морфологию частиц вторых фаз[8-9]. Вместе с тем, также известно, что механические свойства поликристаллов сильно зависят от размера зерен, и соответственно, фазовые превращения протекают по-разному в крупных и мелких зернах. Однако, подробных сведений о влиянии легирующих элементов на размер частиц различных карбидов в сталях, в частности типа Г13, на наш взгляд, недостаточно [10-12]. Поэтому целью настоящей работы является электронно-микроскопическое исследование влияния легирующих элементов Cr и V на морфологию частиц вторых фаз в стали Гадфильда.

Материал и методика эксперимента

В качестве материала исследования использовали нелегированную высокомарганцевистую сталь Гадфильда 110Г13Л (Mn 6,2%÷18,2 вес.%; C 0,36%÷1,16 вес.%; Si – 0,3%; S – 0,12%, Fe – остальное, вес.%) и легированную Cr ~2 вес.% и V~0.3 вес.%. Термический нагрев под закалку образцов сплавов размером 16x22x0,5 mm³ производили при температуре 1050°C в течение 30 мин в лабораторных трубчатых электропечах типа СУОЛ-0,4/4/12-М2-У4.2 в вакууме, с остаточным давлением не более 1 Па. Состояние образцов фиксировали закалкой в воду при комнатной температуре. Температура измерялась и регулировалась прецизионным регулятором

температуры ВРТ-2 с помощью двух термопар типа ТПП 1378.

Размер отдельных частиц вторых фаз определяли на основе электронно-микроскопического анализа с применением экстрактных угольных реплик с самооттенением с включенными частицами избыточных фаз, и последующим дифракционным анализом их непосредственно в электронном микроскопе ЭМВ-100Б при ускоряющем напряжении 100 кВ. Реплики готовили всегда с одинаковой площади, размер которой составлял 10x15 mm². Количество просмотренных реплик, диаметр которых составлял 3 мм, с каждого образца – не менее 30 штук.

Образцы для электронно-микроскопических исследований утоняли в смеси перекиси водорода в ортофосфорной кислоте при температуре 800°C, а затем подвергали электрополировке в пересыщенном растворе хромового ангидрида в ортофосфорной кислоте при температуре 600°C и плотности тока 2 A/cm².

Результаты исследования и их обсуждение

Изображения вторичных фаз, полученные методом электронной микроскопии с помощью экстрактных реплик, позволили нам оценить размер отдельных частиц. Изменения средних размеров частиц в зависимости от концентрации C и Mn в нелегированных и легированных исследуемых сплавах представлены на рис. 1-4.

На рис. 1 представлены зависимости средних размеров частиц цементита M_3C в закаленных нелегированных (рис. 1,а) и легированных (рис. 1,б) исследуемых сплавах от концентрации Mn при различном содержании углерода.

Из представленных данных хорошо видно, что по мере увеличения концентрации Mn средний

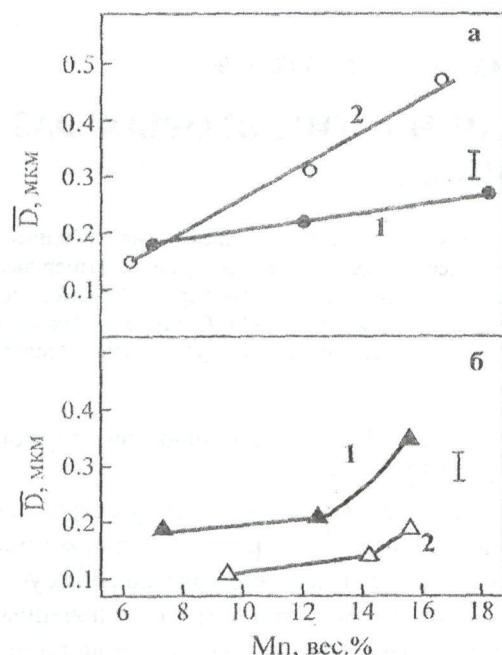


Рис. 1. Влияние содержания Mn на средний размер частиц легированного цементита M_3C в закаленных сплавах при разной концентрации углерода (1 – ~1 вес.% С; 2 – ~0.4 вес.% С): а – нелегированные сплавы Fe-Mn-C; б – сплавы Fe-Mn-C, легированные Cr и V

размер частиц легированного цементита M_3C возрастает во всех исследуемых сплавах. Кроме того видно, что в нелегированных сплавах (рис. 1,а) при содержании Mn ~7 вес.% средний размер частиц M_3C практически не зависит от содержания углерода. По мере увеличения содержания Mn в сплавах, относящихся к первой группе (содержащих ~1 вес.%С), средний размер частиц незначительно возрастает (рис.1,а, кр.1). В сплавах, относящихся ко второй группе (содержащих ~0.4 вес.%С), средний размер частиц (\bar{D}) также линейно возрастает, но со значительно большей скоростью (см. рис. 1,а, кр. 2). При содержании Mn > 7 вес.% средний размер частиц в сплавах второй группы становится больше по сравнению со сплавами первой группы, а при содержании Mn ~17 вес.% он превышает практически в 2 раза. Введение элементов Cr и V не изменяют средний размер частиц M_3C в сплавах, относящихся к первой группе, при увеличении содержания Mn до 12 вес.%. При дальнейшем увеличении концентрации Mn величина \bar{D} резко возрастает (см. рис 1,б, кр.1). Это указыва-

ет на то, что Mn, наряду с карбидообразующими элементами, активно входит в карбиды. В сплавах, относящихся ко второй группе, введение легирующих элементов приводит к уменьшению значения \bar{D} (см. рис. 1,б, кр. 2).

На рис. 2,а показаны зависимости средних размеров (продольного \bar{L} и поперечного \bar{H}) частиц карбида $M_{23}C_6$ в закаленных нелегированных, а на рис. 2,б легированных сплавах от концентрации Mn при различном содержании углерода.

Видно, что в нелегированных сплавах при увеличении концентрации Mn средние размеры частиц (как \bar{L} , так и \bar{H}) в сплавах первой группы уменьшаются (см. рис. 2,а, кр. 1 и 1'), а в сплавах второй группы возрастают, причем вначале медленно, а затем быстро (см. рис. 2,а, кр. 2 и 2'). Введение Cr и V приводит к укрупнению частиц в сплавах первой группы (см. рис. 2,б, кр. 1 и 1'), и их измельчению в сплавах второй группы (см. рис. 2,б, кр. 2 и 2').

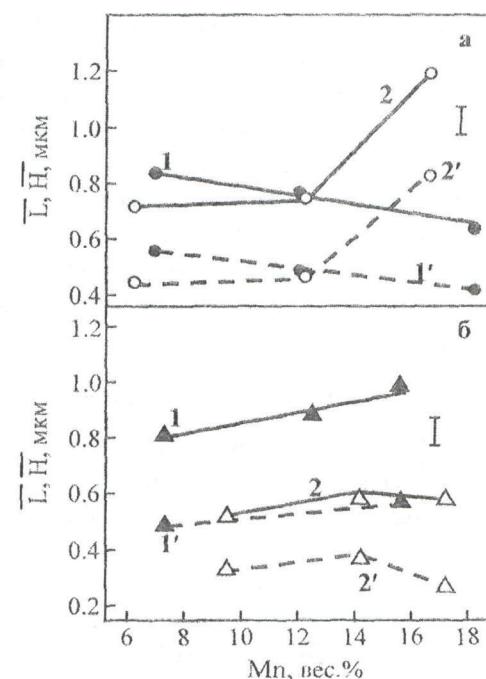


Рис. 2. Влияние содержания Mn на средний размер частиц карбида $M_{23}C_6$ в закаленных сплавах при разной концентрации углерода (1,1' – ~1 вес.% С; 2,2' – ~0.4 вес.% С): а – нелегированные сплавы Fe-Mn-C; б – сплавы Fe-Mn-C, легированные Cr и V; 1,2 – продольный размер частицы \bar{L} ; 1',2' – поперечный размер частицы \bar{H}

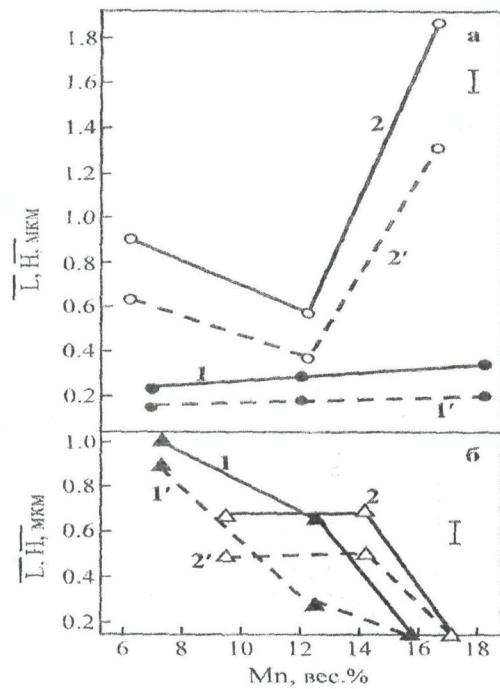


Рис. 3. Влияние содержания Mn на средний размер частиц ϵ -карбида (ϵ -Fe₃C) в закаленных сплавах при разной концентрации углерода (1, 1' - ~1 вес.% C; 2, 2' - ~0.4 вес.% C): а - нелегированные сплавы Fe-Mn-C; б - сплавы Fe-Mn-C, легированные Cr и V; 1, 2 - продольный размер частицы (\bar{L}); 1', 2' - поперечный размер частицы (\bar{H})

На рис. 3,а представлены зависимости средних размеров (\bar{L} и \bar{H}) частиц ϵ -карбида (ϵ -Fe₃C) в закаленных нелегированных, а на рис. 3,б легированных сплавах от концентрации Mn при различном содержании углерода.

Видно, что в нелегированных сплавах, относящихся к первой группе (см. рис. 3,а, кр. 1 и 1'), размеры частиц малы, и при увеличении концентрации Mn слабо возрастают. Легирование сплава приводит к резкому укрупнению при малой концентрации Mn, а по мере увеличения содержания Mn - к измельчению карбидов, вплоть до полного их исчезновения (см. рис. 3,б, кр. 1 и 1'). В сплавах, относящихся ко второй группе, размеры частиц ϵ -карбида много больше, и по мере увеличения концентрации Mn изменяются сложным образом - по кривой с минимумом (см. рис. 3,а, кр. 2 и 2'). Легирование сплава Cr и V приводит к измельчению карбидных частиц и постепенному их исчезновению (см. рис. 3,б, кр. 2 и 2').

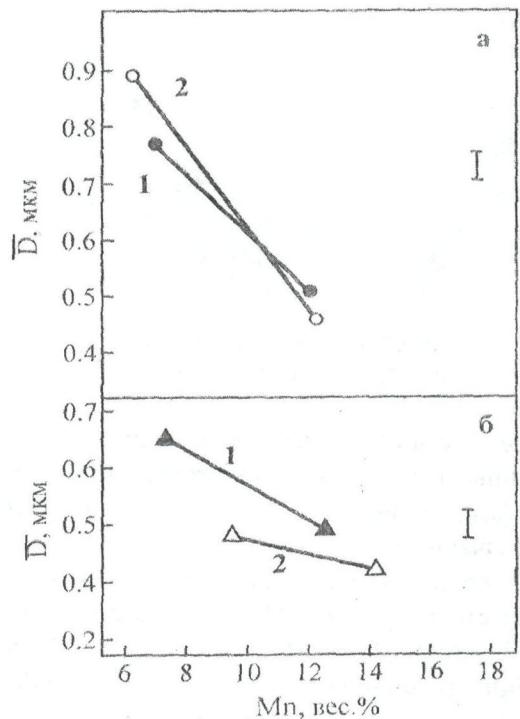


Рис. 4. Влияние содержания Mn на средний размер частиц Fe₃Si-силицида в закаленных сплавах при разной концентрации углерода (1 - ~1 вес.% C; 2 - ~0.4 вес.% C): а - нелегированные сплавы Fe-Mn-C; б - сплавы Fe-Mn-C, легированные Cr и V

На рис. 4 представлены полученные зависимости средних размеров частиц силицида Fe₃Si в закаленных нелегированных (рис. 4,а) и легированных (рис. 4,б) сплавах Fe-Mn-C от концентрации Mn при различном содержании углерода.

Видно, что по мере увеличения концентрации Mn средний размер частиц силицидов уменьшается во всех исследованных сплавах. Кроме того, введение легирующих элементов Cr и V сильно ослабляют влияние Mn.

Следует отметить здесь, что проведенный ранее рентгеноструктурный анализ, выполненный на массивных образцах сплавов Fe-Mn-C, не обнаружил наличия вторых фаз [14]. По-видимому, объемная доля каждой фазы в сплаве не превышает 1.5-2%. Анализ микрофотографий тонкой структуры, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии на тонких фольгах, подтверждает данные рентгеноструктурного анализа [13].

Проведенные нами исследования показали, что границы зерен γ -фазы, в основном, свободны от каких-либо выделений. Пример таких границ приведен на рис. 5,а.

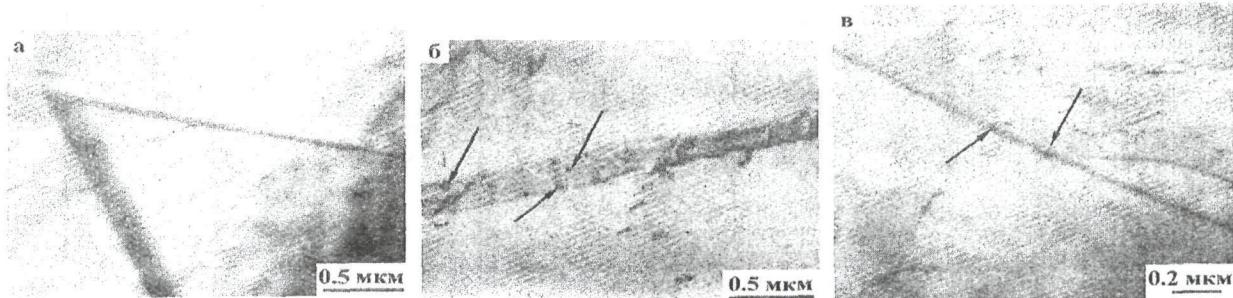


Рис. 5. Границы зерен в сплавах Fe-Mn-C: а - границы зерен γ -фазы без выделений вторых фаз; б, в - границы, с расположенными на них частицами вторых фаз. Стрелками отмечены выделения

Однако в отдельных случаях присутствуют границы, на которых расположены частицы вторых фаз (см. рис. 5,б-в), но число таких границ чрезвычайно мало.

Преобладающая часть карбидных частиц имеет структуру типа $M_{23}C_6$. В 1.5-2 раза реже встречаются карбиды M_3C . Еще реже (в 5-7 раз) – карбиды типа ϵ - Fe_3C . Силициды (Fe_3Si) присутствуют практически в таком же количестве, что и ϵ - Fe_3C . Увеличение содержания Mn в сплавах, относящихся к первой группе, увеличивает частоту встреч карбидов $M_{23}C_6$ и M_3C и уменьшает Fe_3Si . Частота встреч ϵ -карбида практически не изменяется. В сплавах, относящихся ко второй группе, частота встреч карбидов $M_{23}C_6$ и M_3C , а также силицидов Fe_3Si в 1.2-1.5 раза меньше. Увеличение содержания Mn приводит к таким же результатам, что и в сплавах, относящихся к первой группе. Легирование сплавов приводит к увеличению частоты встреч только карбидов $M_{23}C_6$.

Выводы. Таким образом, в результате проведенных электронно-микроскопических исследований установлено, что в нелегированных закаленных сплавах Fe-Mn-C с содержанием ~0.4 вес.%С средний размер частиц карбида M_3C практически не зависит от содержания углерода при увеличении концентрации Mn вплоть до ~7 вес.%. В области 7-17 вес.% Mn, средний размер частиц M_3C увеличивается с ростом концентрации Mn. В сплавах с содержанием ~1 вес.%С, легирование Cr и V не изменяет средний размер частиц M_3C , вплоть до 12 вес.% Mn.

Средний размер частиц карбида $M_{23}C_6$ в сплавах Fe-Mn-C с содержанием ~1 вес.%С уменьшается с ростом концентрации Mn до ~7 вес.%, а в сплавах с содержанием ~0.4 вес.%С возрастает. Введение Cr и V приводит к сильно-му укрупнению частиц $M_{23}C_6$ в сплавах с содер-

жанием ~1 вес.%С, и их измельчению в сплавах с содержанием ~0.4 вес.%С.

Средний размер частиц ϵ -карбида в сплавах Fe-Mn-C, с содержанием ~1 вес.%С возрастает с ростом концентрации Mn до ~7 вес.%. Легирование сплава Cr и V приводит к резкому укрупнению ϵ -частиц при концентрации Mn до ~8 - вес.%, а по мере увеличения содержания Mn до ~16 вес.% - к их измельчению. С повышением концентрации Mn до ~14 вес.%, средний размер частиц силицидов уменьшается во всех исследуемых сплавах, причем введение легирующих элементов Cr и V ослабляет влияние Mn.

Настоящая работа выполнена на основании Договора о научно-техническом сотрудничестве между Восточно-Казахстанским государственным университетом им. С. Аманжолова и Томским государственным архитектурно-строительным университетом (Томск, Россия) от 20.11.2006г.

ЛИТЕРАТУРА

- Гудремон Э. Специальные стали. М.: Металлургиздат, 1959. 258 с.
- Винокур Б.Б., Бейнисович Б.Н., Геллер А.Л., Натансон М.Э. Легирование машиностроительной стали. М.: Металлургия, 1977. 200 с.
- Pearson W.B. A Handbook of Lattice spacings and structures of Metals and Alloys // Met. Trans. 1986. V. 2, №3. P. 568-576.
- Жилкашинова А.М., Скаков М.К., Козлов Э.В. Карбидообразование в стали Гад菲尔да // Изв. НАН РК. Сер. физ.-мат. 2008. №2. С. 8-12.
- Григорьев А.Г. Сплавы с железом, хромом и марганцем. М.: АН СССР, 1952. 256 с.
- Богачев И.Н., Еголаев В.Ф. Структура и свойства железо-марганцевых сплавов. М.: Металлургия, 1973. 295 с.
- Соколов О.Г., Кацов К.Б. Железомарганцевые сплавы. Киев: Наукова думка, 1982. 216 с.
- Вольнова Т.Ф. Высокомарганцевые стали и сплавы. М.: Металлургия, 1988. 343 с.
- Кульков С.Н., Гилюсов С.Ф. Карбидостали на основе карбидов титана и вольфрама / Отв. ред. Е. Ф. Дударев. Томск: Изд-во НТЛ, 2006. 240 с.

10. Зельдович В.И. Механизмы образования специальных карбидов и структурная наследственность в сплавах железа // Развитие идей академика В. Д. Садовского. Екатеринбург, 2008. С. 84-98.

11. Перевалова О.Б., Коновалова Е.В., Троянов А.П., Конева Н.А. Микротвердость границ разного типа в железо-никелевом сплаве // Изв. вузов. Физика. 2000. №11. С. 104-109.

12. Ходоренко В.Н., Никитина Н.В., Коротаев А.Д. и др. Влияние низкоэнергетических границ зерен на свойства аустенитной нержавеющей стали при одноосном растяжении // ФММ. 1990. №12. С. 117-121.

13. Коновалова Е.В., Перевалова О.Б., Конева Н.А., Козлов Э.В. Влияние содержания марганца на зернограничный ансамбль и спектр специальных границ в сплавах Cu-Mn // Металлофизика и новейшие технологии. 2001. Т. 23, №5. С. 655-670.

14. Жилкашинова А.М., Саков М.К., Козлов Э.В. Исследование кристаллографических характеристик карбидных фаз в закаленном сплаве Fe-Mn-C // Материалы докладов IV Международной школы-семинара «Высокотемпературный синтез новых перспективных наноматериалов» АлтГТУ. Барнаул, 2008 г. С. 55-57.

Резюме

Г13 текстес болатындағы карбид фазаларын электронды-микроскоптық анықтаудың эксперименттік зерт-

теу нәтижелері көлтірілген. Fe-Mn-C шынықкан кортпа құрамында ~0,4 салмақ.%C, M_3C карбид бөлшектерінің орташа мөлшері құрамында $Mn > 7$ салмақ.% артатындығы бекітілген. Cr және V кортпаларының легирленуі M_3C кортпа құрамында ~1 салмақ.%C және 12 салмақ.% Mn дейінгі бөлшектерінің орташа мөлшерін өзгертпейді. Сонымен қатар Mn құрамын 16 салмақ.% дейін арттырында $M_{23}C_6$ карбид бөлшегінің орташа мөлшері де артады. Cr және V кіріспесі құрамында ~1 салмақ.%C $M_{23}C_6$ кортпа бөлшектерін қатайтуға және құрамында ~0,4 салмақ.%C кортпаны ұсатуға әкеліп соктырады.

Summary

In the given work results of experimental researches of electronical-microscopic definition of carbide phases in steel such as G13 are resulted. It is established, that in the tempered alloy Fe-Mn-C, with the maintenance of ~0.4 ~1 % about the average size of carbide particles M_3C with the maintenance of Mn > 7 weights. % is increased. Addition in alloy elements Cr and V do not change the average size of M_3C particles in alloys with the maintenance ~1 weights, %C , and up to 12 weights. % Mn. An average sizes of $M_{23}C_6$ carbide particles are also increases at the Mn maintenance increase up to 16 weight. %. Putting into operation of Cr and V leads to enlargement $M_{23}C_6$ of particles in alloys, with the maintenance of ~1 weights. %C, and to their crushing with the maintenance of -0.4 weights, %C.

¹Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова;

²Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д. Серикбаева;

³Томский государственный архитектурно-строительный университет Поступила 3.09.08г.