

УДК 669-158.81:539.261

РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СТАЛИ 45 ПОСЛЕ ПЛАЗМЕННОЙ ЗАКАЛКИ¹

© А. Н. Шаповалов², С. А. Нефедьева³, С. П. Нефедьев^{3,4}, Р. Р. Дёма³*Статья поступила 4 июля 2016 г.*

Представлена усовершенствованная методика определения количества углерода и степени тетрагональности в поверхностных слоях углеродистых сталей, подвергнутых плазменной закалке. Методика основана на анализе смещения дифракционной линии (222) мартенсита плазменно-упрочненной стали относительно положения линии (222) в отожженном образце и позволяет определить степень распада мартенсита при наложении соседних полос. На примере стали 45 показана возможность определения степени тетрагональности мартенсита и содержания углерода в нем без необходимости выделения порошка закаленного слоя. Показана возможность применения методики для исследования поверхностных слоев, получаемых плазменной закалкой и подвергнутых другим видам поверхностного упрочнения.

Ключевые слова: количество углерода в мартенсите; плазменная закалка; рентгеноструктурный анализ; дифракционные линии; степень тетрагональности.

Плазменное поверхностное упрочнение стальных деталей производственного оборудования активно используют на промышленных предприятиях. Применяя различные по конструкции плазмотроны и технологические схемы упрочнения, получают необходимые по структуре и свойствам поверхностно-упрочненные слои [1 – 4].

Основная проблема при исследовании поверхностно-упрочненных деталей — ненадежность инструментального определения фазового состава упрочненного слоя и количественного содержания углерода в продуктах фазовых превращений. Это обусловлено схемой расположения упрочненных полос на поверхности детали, при которой новые полосы закалки полностью или частично перекрывают ранее образованные. Вследствие этого на поверхности могут присутствовать участки как с одно-, так и с многократной плазменной закалкой и многократным скоростным отпускком.

На рис. 1 показаны принципиальная схема расположения упрочненных полос на поверхности детали после плазменной закалки и изменение их микротвердости в поперечном направлении на примере стали 45 [5].

Плазменная закалка с наложением упрочненных полос встык (см. рис. 1, а), приводит к наименьшей твердости. Крайние области упрочненной зоны претерпевают частичный отпуск от действия температурных полей при наложении соседней полосы, что при-

водит к снижению твердости. При наложении с перекрытием на 0,25 ширины упрочненных полос (см. рис. 1, б) встречаются участки с одно- и двукратным плазменным воздействием, а также с однократным воздействием и наложенной на них зоной отпуска. Изменчивость твердости в этом случае наиболее выражена. На участках наложения зоны отпуска на ранее закаленную поверхность наблюдается некоторое снижение твердости, а на участках двукратной плазменной закалки — ее повышение. При наложении с перекрытием на 0,5 ширины полосы (рис. 1, в) твердость максимальна (при относительно небольшой изменчивости).

Изменение микротвердости характеризует структуру поверхностно-упрочненных слоев как неоднородную, в которой могут встречаться продукты как закалки, так и отпуска различной степени. Для надежной идентификации фаз упрочненного слоя металлографические методы не пригодны, так как они позволяют определять фазовый состав и структуру только локально. Кроме того, одна из наиболее важных характеристик упрочненных слоев, получаемых плазменной закалкой, — повышенное (по сравнению с традиционными способами закалки с использованием печного нагрева) содержание углерода в мартенсите [8]. Оно предопределяет микротвердость мартенсита и в значительной степени твердость упрочненного слоя, а значит, и его износостойкость. Надежно определить количество углерода в мартенсите упрочненных слоев можно методами рентгеноструктурного фазового анализа [7].

Цель работы — определение количества углерода и степени тетрагональности в поверхностных слоях стали 45, подвергнутых плазменной закалке, рентгеновским методом.

¹ Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 16-33-50112 мол_нр).

² Новотроицкий филиал НИТУ «МИСиС», г. Новотроицк, Россия; e-mail: sergeyenefedeff@gmail.com

³ Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова, г. Магнитогорск, Россия.

⁴ ООО «Октант Материалы», г. Магнитогорск, Россия.

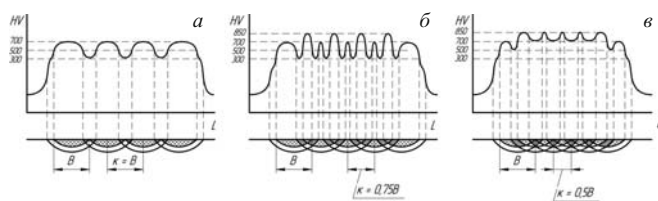


Рис. 1. Микротвердость HV и расположение упрочненных слоев в зависимости от режима плазменного упрочнения: а, б, в — наложение упрочненных полос встык ($k = B$), с шагом $k = 0,75B$ и $k = 0,5B$ (B — ширина упрочненной полосы)

Как известно, определение содержания углерода в мартенсите основано на зависимости параметров решетки мартенсита a и c от содержания углерода в нем [9], которая выражается уравнениями:

$$a = a_0 - 0,015p, \quad (1)$$

$$c = a_0 + 0,118p, \quad (2)$$

где a_0 — параметр решетки феррита (для углеродистой стали — $2,861 \text{ \AA}$); p — содержание углерода в мартенсите, % масс.

В мартенсите высокоуглеродистых и легированных закаленных и отпущенных марок сталей содержание углерода определяют по расстоянию между составляющими тетрагонального дублета дифракционной линии (110) [10], которое в значительной степени обусловлено содержанием углерода и не зависит от содержания легирующих элементов, растворенных в мартенсите по типу замещения. Однако в низко- и среднеуглеродистых сталях тетрагональный дублет не разделяется (каждая пара линий сливается в одну размытую линию), поэтому определение концентрации углерода в малоуглеродистом мартенсите низкоуглеродистых сталей в основном базируется на измерении ширины дифракционной линии (110) [10]. На ширину линии (110) оказывает влияние не только содержание углерода (т.е. тетрагональные искажения решетки α -фазы), но и эффекты, связанные с дисперсностью, а также микронапряжения и неоднородность состава мартенсита. Последнее весьма актуально для упрочненных слоев, получаемых плазменной, лазерной и электронно-лучевой обработками. Выделить с достаточной точностью из общей ширины линии уширение, обусловленное тетрагональными искажениями, не представляется возможным. Это приводит к большим погрешностям в определении содержания углерода в мартенсите.

Принципиально новый подход в определении степени тетрагональности мартенсита заключается в том, что в качестве критерия тетрагональности выступает смещение дифракционной линии с тремя одинаковыми индексами [11]. При этом для углеродистых сталей отсутствует необходимость в построении градуировочного графика экспериментальным способом, поскольку расчетным путем легко получить зависимость степени тетрагональности c/a от угла отражения θ , используя формулы Курдюмова [9, 11]. Кроме того, методика построения градуировочного графика экспери-

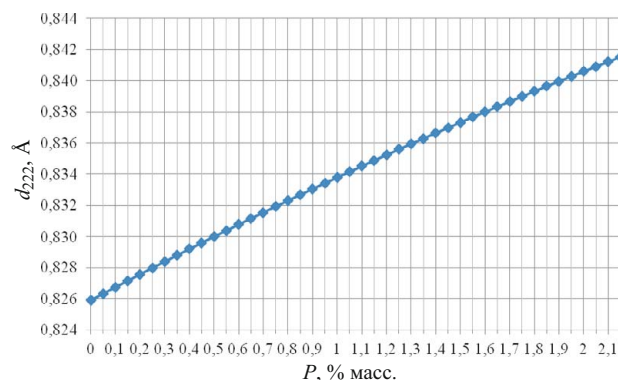


Рис. 2. Расчетная зависимость межплоскостного расстояния d_{222} мартенсита от содержания углерода P

ментальным путем не свободна от ошибок в связи с тем, что при закалке трудно сохранить в решетке мартенсита весь углерод в связи с процессами отпуска и самоотпуска закаленных образцов, даже при достаточном выдерживании их при комнатной температуре.

Для определения концентрации углерода в мартенсите использовали дифракционную линию типа (hhh) [11]. Так как тетрагональность решетки мартенсита не приводит к образованию дублета линии типа (222), а вызывает только ее смещение, то чем больше содержание углерода в мартенсите, тем больше смещение линии. Кроме того, в отличие от линии (110) смещение линии (222) свидетельствует о неоднородности мартенсита по степени его распада. Таким образом, ее использование позволяет не только определять концентрацию углерода в мартенсите, но и оценивать степень его распада при различных режимах упрочнения.

На рис. 2 представлена расчетная зависимость межплоскостного расстояния d_{222} мартенсита от содержания углерода (по массе) P , основанная на использовании формул (1) – (3). При $\text{MoK}\alpha$ -излучении абсолютная погрешность определения содержания углерода не превышает $\pm 0,02 \%$, а точность определения d_{222} составляет $\pm 2 \cdot 10^5 \text{ нм}$. При этом линия (222) находится на средних углах отражения ($\theta \approx 20^\circ$) [погрешность в определении положения линии — $\pm 5'$ (в углах 2θ)].

При построении зависимости $d_{hhh} = f(P)$ значения d_{222} рассчитывали по формуле [7, 8]

$$\frac{1}{d_{hhh}^2} = h^2 \left(\frac{2}{a^2} + \frac{1}{c^2} \right). \quad (3)$$

Алгоритм определения содержания углерода в мартенсите следующий: экспериментально находим положение максимума линии (222), далее по формуле Вульфа – Брэгга рассчитываем соответствующее этому углу θ межплоскостное расстояние d_{222} и по расчетной зависимости d_{222} от P определяем содержание углерода.

Используя такой подход, исследовали поверхностные слои стали 45, подвергнутые плазменной закалке

Степень тетрагональности и содержание углерода в стали 45

Состояние материала	Содержание углерода в феррите (мартенсите)	Степень тетрагональности
Отожженное	0,48	—
Закалка с наложением полос встык	1,2	1,056
Закалка с перекрытием полос на 0,5	1,09	1,049

по различным режимам (с перекрытием полос закалки и без) [9, 10].

Рентгенографический фазовый анализ проводили на дифрактометре ДРОН-3 [напряжение — 32 кВ, сила тока — 10 мА, скорость съемки — 2 °/мин, диапазон углов — 10–50°, шаг отсечки — 0,1°, время экспозиции — 10 с, МоК α -излучение (с циркониевым фильтром)], автоматическую регистрацию и обработку данных — на ПК с помощью программы DIFWIN1. Дифрактограммы снимали со средней части упрочненных полос и по всей толщине плазменно-закаленного слоя и зоне термического воздействия.

На рис. 3 представлены дифракционные линии (222) стали 45 после плазменной закалки по различным режимам упрочнения. Среднее содержание углерода в феррите (мартенсите), определенное по линии (222), и степень тетрагональности представлены в таблице.

Видно, что при закалке с наложением встык содержание углерода максимально. Снижение степени тетрагональности мартенсита при наложении полос на 0,5 ширины (по сравнению с наложением встык) свидетельствует о процессах кратковременного высокотемпературного отпуска, протекающих при плазменной закалке с перекрытием. Интегральные интенсивности дифракционных отражений в отожженном состоянии и после плазменного упрочнения значительно отличаются (см. рис. 3), что также можно объяснить процессами частичного отпуска образовавшегося мартенсита.

Оценить степень развития процессов отпуска при плазменной закалке достаточно легко по отклонению линии (222) от линии отожженного образца. С повышением степени перекрытия полос в упрочненном слое начинают развиваться процессы отпуска и распада мартенсита. Влияние фона исключали применением съемки со сцинтилляционной регистрацией интерференционных максимумов и фокусировкой по Брэггу–Брентано, при которых диффузно рассеянные лучи не фокусируются, а также оптимальным подбором напряжения на рентгеновской трубке.

Плазменная закалка стали 45 с наложением полос встык и с перекрытием на 0,5 ширины приводит к получению высокоуглеродистого мартенсита (среднее содержание углерода в нем больше, чем по объему материала). Это объясняется тем, что общая доля мартенсита в плазменно-упрочненных слоях не велика по сравнению с долей обедненного углеродом оста-

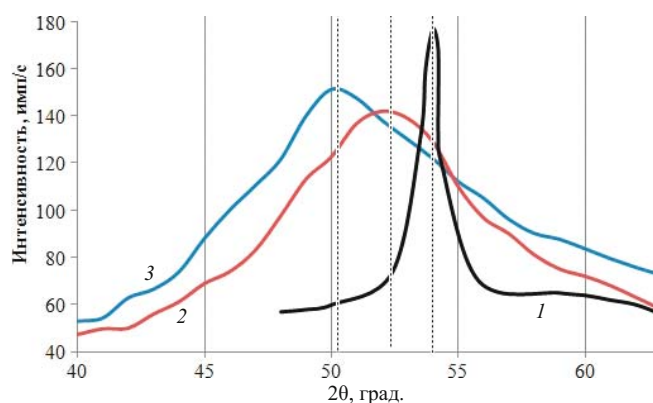


Рис. 3. Дифракционные линии (222) для стали 45 после режимов плазменной закалки: 1 — отожженное состояние; 2, 3 — наложение упрочненных полос встык и с шагом 0,5 ширины полосы

точного аустенита, которая может достигать 70 % [13, 14]. Поэтому высокое содержание углерода в мартенсите упрочненных полос уравнивается относительно небольшой долей формирующегося мартенсита.

Таким образом, рост степени перекрытия упрочненных полос приводит к более полному распаду остаточного аустенита, образующегося при однократной плазменной закалке, и увеличению количества мартенсита, а также к исчезновению незакаленных участков в упрочненном слое, что повышает износостойкость.

Предложенная методика — развитие известных методов определения количества углерода в мартенсите и степени его тетрагональности. Она может использоваться для исследования структуры мартенсита в низко- и среднеуглеродистых сталях после поверхностного упрочнения. Методику применяли для оценки состояния поверхностных слоев деталей подшипниковых узлов прокатного стана 2500, подвергнутых плазменной закалке [12].

ЛИТЕРАТУРА

1. Балановский А. Е. Плазменное поверхностное упрочнение металлов. — Иркутск: Издательство ИргТУ, 2006. — 180 с.
2. Бердников А. А., Филиппов М. А., Студенок Е. С. Структура углеродистых закаленных сталей после плазменного поверхностного нагрева / Металловедение и термическая обработка металлов. 1997. № 6. С. 2–4.
3. Нефедьев С. П., Дёма Р. Р., Котенко Д. А. Перспективы применения плазменной закалки для упрочнения дисковых ножей / Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Metallurgy. 2015. Т. 15. № 1. С. 70–73.
4. Korotkov V. A. Wear resistance of plasma-hardened materials / J. Friction Wear. 2011. Vol. 32. N 1. P. 17–22.
5. Nefedev S. P., Dema R. R., Nefedeva S. A., Yaroslavtsev A. V. Microstructure of cast iron after plasma bleaching / J. Chem. Technol. Metallurgy. 2015. Vol. 50. N 2. P. 213–216.
6. Нефедьев С. П. Применение плазменной закалки для упрочнения бандажей валков коксовых дробилок / Актуальные проблемы современной науки, техники и образования. 2008. С. 14.
7. Михайлов И. Ф., Белозеров В. В., Батурич А. А., Михайлов А. И. Количественный анализ с использованием дифракционных отражений в спектре рентгеновской флуоресценции / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2013. Т. 79. № 7. С. 7–12.

8. Курдюмов Г. В., Утевский Л. М., Энтин Р. И. Превращения в железе и стали. — М.: Наука, 1977. — 286 с.
9. Горелик С. С., Расторгуев Л. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. — М.: Металлургия, 1970. — 366 с.
10. Металловедение и термическая обработка стали: В 3-х т. Т. 1. Методы испытаний и исследования / Под ред. Бернштейна М. Л., Рахштадта А. Г. — Изд. 3-е, перераб. и доп. — М.: Металлургия, 1983. — 352 с.
11. Белозеров В. В., Тананко И. А., Махатилова А. И. Определение содержания углерода в мартенсите закаленной и отпущенной стали / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 1980. Т. 46. № 10. С. 909 – 911.
12. Нefeld'ев С. П. Особенности структуры и свойства поверхностных слоев углеродистых сталей с плазменным упрочнением и наплавкой комплексно-легированным белым чугуном: дис. ... канд. техн. наук. — Магнитогорск, 2012. — 138 с.
13. Коротков В. А., Злоказов М. В. Исследование износостойкости углеродистых сталей, упрочненных плазменной закалкой / Трение и износ. 2014. Т. 35. № 2. С. 178 – 182.
14. Белов Е. Г., Ефимов О. Ю., Юрьев А. Б., Иванов Ю. Ф., Громов В. Е. Эволюция структурно-фазовых состояний поверхности плазменно-упрочненных прокатных валков при эксплуатации / Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2011. № 2. С. 30 – 32.
4. Korotkov V. A. Wear resistance of plasma-hardened materials / J. Friction Wear. 2011. Vol. 32. N 1. P. 17 – 22.
5. Nefed'ev S. P., Dema R. R., Nefed'eva S. A., Yaroslavtcev A. V. Microstructure of cast iron after plasma bleaching / J. Chem. Technol. Metallurgy. 2015. Vol. 50. N 2. P. 213 – 216.
6. Nefed'ev S. P. The use of plasma quenching for hardening bandages rolls coke crushers / Akt. Probl. Sovr. Nauki Tekhn. Obrazov. 2008. P. 14 [in Russian].
7. Mikhailov I. F., Belozеров V. V., Baturin A. A., Mikhailov A. I. Quantitative analysis of the chemical composition using diffraction reflection in x-ray fluorescence spectra / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2013. Vol. 79. N 7. P. 7 – 12 [in Russian].
8. Kurdyumov G. V., Utevskii L. M., Éntin R. I. The transformations in iron and steel. — Moscow: Nauka, 1977. — 286 p. [in Russian].
9. Gorelik S. S., Rastorguev L. N., Skakov Yu. A. X-ray and electron-optical analysis. — Moscow: Metallurgiya, 1970. — 366 p. [in Russian].
10. Bernshtein M. L., Rakhshadt A. G., Eds. Metallography and steel heat treatment. In 3 vols. Vol. 1. 3rd edition. — Moscow: Metallurgiya, 1983. — 352 p. [in Russian].
11. Belozеров V. V., Tananko I. A., Makhatilova A. I. Determination of the content of carbon in the tempered martensite and tempered steel / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 1980. Vol. 46. N 10. P. 909 – 911 [in Russian].
12. Nefed'ev S. P. Features of the structure and properties of surface layers of carbon steels plasma welding and hardening of complex-alloyed white cast iron: candidate's thesis. — Magnitogorsk, 2012. — 138 p. [in Russian].
13. Korotkov V. A., Zlokazov M. V. Studying wear resistance of carbon steels strengthened by plasma hardening / Trenie Iznos. 2014. Vol. 35. N 2. P. 178 – 182 [in Russian].
14. Belov E. G., Efimov O. Yu., Yur'ev A. B., Ivanov Yu. F., Gromov V. E. Evolution of the structural-phase state of the surface of plasma-hardened rollers / Izv. Vuzov. Cher. Metallurg. 2011. N 2. P. 30 – 32 [in Russian].

REFERENCES