

The defective areas of tanks constructions with abnormal dispersion of magnetic parameters (strength of self-magnetic dispersion field and local change of the field gradient) are analyzed using the magnetic memory method. More than 80 horizontal and vertical tanks made of steel ST3 and 09G2S were examined without their retirement from service and some of them were partially subjected to full inspection in different geographical regions (Northern Europe, Yamalo-Nenets Autonomous Okrug, Eastern Siberia and Far East). It was determined that the character of distribution of the strength and gradient of self-magnetic dispersion field atop damages provides visualization and recording of corrosive fracture and cracks using compact magnetometric devices similar to SCM (stress concentration meter). It is shown that stress concentration zones can be identified by a magnetic signal without any optional visual control and the values of strength and gradient of the self magnetic field provide determination of the damage parameters. In most cases (90 %) the results of traditional methods of non-destructive testing (eddy current flaw detection, fluorescent magnetic testing, ultrasound detection and optical visual control) match the location of magnetic anomalies and corrosive crack-like damages of tanks.

Keywords: cylindrical steel tanks (vessels); metal magnetic memory; stress concentration lines; strength of self-magnetic dispersion field; non-destructive testing; corrosion; crack.

REFERENCES

1. Methodical instructions for technical diagnostics of vessels and apparatus with using the method of metal magnetic memory. — Moscow: Izd. OOO «Énergodagnostika», 2005. — 85 p. [in Russian].
2. RF State Standard GOST R 53006–2008. Estimation of potential dangerous objects lifetime on the basis on express methods. — Moscow: Standartinform, 2009. — 9 p. [in Russian].
3. RF State Standard GOST R ISO 24497-1–2009. Non-destructive testing. Metal magnetic memory. — Moscow: Standartinform, 2010. — 7 p. [in Russian].
4. Vlasov V. T., Dubov A. A. Physical bases of metal magnetic memory method. — Moscow: Izd. ZAO “Tisso,” 2004. — 424 p. [in Russian].
5. Vlasov V. T., Dubov A. A. Physical theory of process “deformation – destruction.” Part 1. The physical criteria for the limiting states of a metal. — Moscow: Izd. ZAO “Tisso,” 2007. — 517 p. [in Russian].
6. Dubov A. A., Dubov A. A., Kolokol’nikov S. M. Method of metal magnetic memory and monitoring instruments. Tutorial. — Moscow: Izd. ZAO “Tisso,” 2008. — 365 p. [in Russian].
7. Dubov A. A. The analys of metal properties with using the method of metal magnetic memory / Metalloved. Term. Obrab. Met. 1997. N 9. P. 35 – 39 [in Russian].
8. Goritskii V. M., Dubov A. A., Demin E. A. The analys of structural defects of steel models with using the method of metal magnetic memory / Kontr. Diagn. 2000. N 7. P. 23 – 27 [in Russian].
9. Dubov A. A., Kolokol’nikov S. M. Estimation of quality of welded joint with using the method of metal magnetic memory in comparison with radiation and ultrasonic methods / Tekhnol. Mashinostr. 2007. N 3. P. 71 – 75 [in Russian].

УДК 621.7.043:621.785

ОПРЕДЕЛЕНИЕ УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК СТРУКТУРНЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ СТАЛЕЙ X12 И P6M5 МЕТОДОМ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

© И. А. Панкратов, И. Н. Степанкин¹

Статья поступила 23 декабря 2015 г.

Методами атомно-силовой микроскопии проведен сравнительный анализ упругих характеристик структурных составляющих многофазных материалов. В процессе взаимодействия вершины зонда с поверхностью исследуемого образца в динамическом режиме работы атомно-силового микроскопа фиксировали изменения динамических характеристик микроконсоли (амплитуду и фазу колебаний, резонансную частоту). В результате одновременно с визуализацией топографии поверхности регистрировали фазовый контраст полиморфных материалов с наномасштабным разрешением. Используя полученные данные, определяли упругие характеристики структурных составляющих и упрочненных слоев сталей ледебуритного класса X12 и P6M5. Для оценки упругих характеристик поверхностно-модифицированных слоев материалов проводили сопоставительный анализ фазового контраста на подготовленной поверхности составных (из двух половин, каждая из которых имела модифицированный слой) образцов. Совмещая образцы по поверхностям с модифицированными слоями, половинки жестко скрепляли и место стыка шлифовали. Полученный поперечный микрошлиф позволял исследовать тонкие прослойки двух модифицированных слоев и подложку с обеих сторон. Оценка упругих характеристик структурных составляющих и тонких поверхностных слоев сталей показала, что картина распределения фазово-

¹ Гомельский государственный технический университет имени П. О. Сухого, г. Гомель, Республика Беларусь; e-mail: igor-stepankin@mail.ru

го контраста, формирующегося при сканировании поверхности образцов, отражает свойства разнородных материалов. Предложенную методику можно применять для определения модуля упругости как упрочненных слоев малой толщины, так и структурных составляющих.

Ключевые слова: атомно-силовая микроскопия; стали ледебуритного класса; модифицированные слои; модуль упругости.

Как известно, методом атомно-силовой микроскопии (динамический режим) в процессе взаимодействия зонда с поверхностью исследуемого образца регистрируют изменения динамических характеристик микроконсоли (амплитуды и фазы колебаний, резонансной частоты). В результате одновременно с визуализацией топографии поверхности фиксируют фазовый контраст полиморфных материалов [1], что в свою очередь позволяет исследовать свойства структурных составляющих. Так, по особенностям взаимодействия зонда с испытываемой поверхностью можно оценить, например, модуль упругости микро- и нанометровых областей гетерогенных материалов и тонких слоев на них [2]. В то же время исследование столь небольших объектов металлических сплавов с помощью традиционных методик, основанных на разрушении объемного образца, невозможно [3].

Интерпретация фазового контраста, полученного на микро- и нанообъектах сплавов, сопоставима по своей сути с методами наноиндентирования для анализа упругих характеристик как отдельных кристаллов, так и тонких поверхностных слоев [4–6]. Актуальность оценки модуля упругости микрообъектов обусловлена необходимостью точного моделирования взаимодействия фаз в гетерогенных материалах при воздействии на них внешних факторов, в первую очередь механической природы [7].

Цель работы — оценка упругих характеристик структурных составляющих и тонких поверхностно-модифицированных слоев сталей X12 и P6M5 методом атомно-силовой микроскопии.

Исследовали образцы (10 × 15 мм) сталей ледебуритного класса X12 и P6M5. Поверхностно-модифицированные слои соединяли, обращая модифицированные поверхности друг к другу (рис. 1).

Синтез борированного слоя осуществляли химико-термической обработкой стали в порошковой смеси на основе карбида бора при температуре 950 °С в течение четырех часов. В качестве активатора использовали фторборат калия KBF_4 . Поверхностный слой из нитрида титана на исследуемых образцах получали методом ионно-плазменного осаждения в вакуумной камере при давлении 10^{-3} Па и температуре не более 600 °С. Покрытие (около 1–2 мкм) нанесли после термической обработки стали.

Для анализа фазового контраста использовали атомно-силовой микроскоп HT-206 (Беларусь) с зондом XSCX11 (Mikro masch). Образец помещали на предметный столик микроскопа таким образом, чтобы область сканирования зонда охватывала тонкие про-

слойки модифицированных слоев и примыкающую к ним основу (см. рис. 1, б). Поверхность предварительно шлифовали, полировали и травили в 5 %-м спиртовом растворе азотной кислоты. Сканируя поверхность образца, зонд совершал вынужденные колебания с резонансной частотой. В момент перехода границы между структурными составляющими фаза колебаний зонда менялась, отражая различие в упругих характеристиках материалов. По изменению фазы оценивали фазовый контраст (карбидных частиц и поверхностно-модифицированных слоев).

Известно, что монокарбиды, образуемые легирующими элементами высокопрочных сталей (WC, W_2C , Mo_2C , Cr_3C_2 , VC), обладают высокими твердостью и модулем упругости [8, 9]. Проведенный атомно-силовой анализ свойств карбидных частиц показал, что сложные по химическому составу включения сталей P6M5 и X12 также имеют повышенные по сравнению с металлической матрицей характеристики.

При сканировании образцов в области карбидных включений изменение фазы колебаний зонда составило 50–60 (сталь X12) и 25–30 единиц (сталь P6M5) (рис. 2, а, б). При этом модуль упругости металлической матрицы (мартенсита) — одной из структурных составляющих — составлял около 200 ГПа. Поскольку величина скачка фазы колебаний при переходе кантилевера с матрицы на включение пропорциональна упругим свойствам частицы [2], можно заключить, что карбиды стали X12 имеют большие твердость и модуль упругости, чем включения стали P6M5.

Для оценки упругих характеристик поверхностно-модифицированных слоев, сопоставимых по размерам с крупными карбидными включениями, проводили сопоставительный анализ фазового контраста поверхности образца. Для этого известные величины модулей упругости металлической матрицы и слоя нитрида титана (TiN), нанесенного на одну из частей образца, сопоставляли с полученными значениями фаз колебаний зонда. Искомый модуль упругости боридного слоя (FeB) определяли путем линейной аппроксимации.

На рис. 2, в, г представлены результаты сканирования образцов с боридным слоем и покрытием из нитрида титана. Видно, что при сканировании основы из стали X12 (см. рис. 2, в) фаза колебаний зонда составляла около 68 единиц, затем она изменилась, достигнув значений 112 (слой TiN) и 108 единиц (слой FeB). В случае составного образца (см. рис. 2, г) фаза

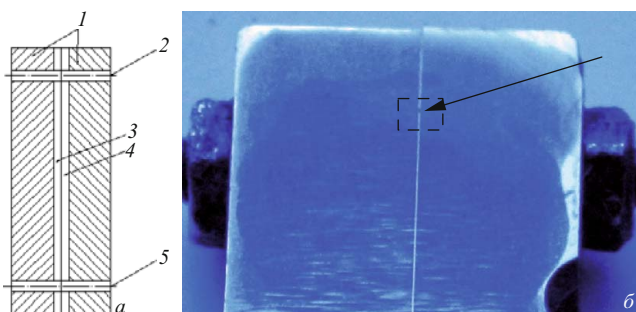


Рис. 1. Схема (а) и фотография (б) образца (1 — пластины из испытываемых материалов; 2 — отверстия под крепеж; 3, 4 — поверхностно-модифицированные слои); стрелкой показаны боковые сечения модифицированных слоев на границе между двумя составными частями образца в области сканирования поверхности зондом-кантилевером атомно-силового микроскопа

менялась с 71 до 110 (составляющие Р6М5 и TiN) и с 68 до 105 единиц (X12 и FeB).

Результаты определения модулей упругости приведены в таблице. Видно, что расчетные значения модуля упругости боридного слоя для обоих образцов практически совпадают. Небольшое отклонение, по-видимому, обусловлено некоторой неоднородностью структурных составляющих.

Отметим, что значения модулей упругости нитрида титана и бориды железа варьируются от 256 до 620 и от 240 до 420 ГПа [10, 11] в зависимости от способа

Результаты определения модулей упругости структурных составляющих образцов

Образец (см. рис. 2, в, з)	Структурная составляющая	Изменение фазы колебания зонда, ед.	Модуль упругости, ГПа
А	X12	68	210
	FeB	108	400
	TiN	112	420
В	X12	68	210
	Р6М5	71	225
	FeB	105	395
	TiN	110	420

получения соединений. Результаты анализа не противоречат литературным данным.

Таким образом, проведенные исследования по оценке упругих характеристик составляющих сталей ледобуритного класса X12 и Р6М5, а также тонких поверхностных слоев показали, что картина распределения фазового контраста, формирующегося при сканировании поверхности образцов, отражает свойства материалов. Предложенная методика, основанная на сопоставительном анализе фаз колебаний зонда атомно-силового микроскопа, соответствующих разнородным структурным составляющим, позволяет оценивать модуль упругости упрочненных слоев малой толщины.

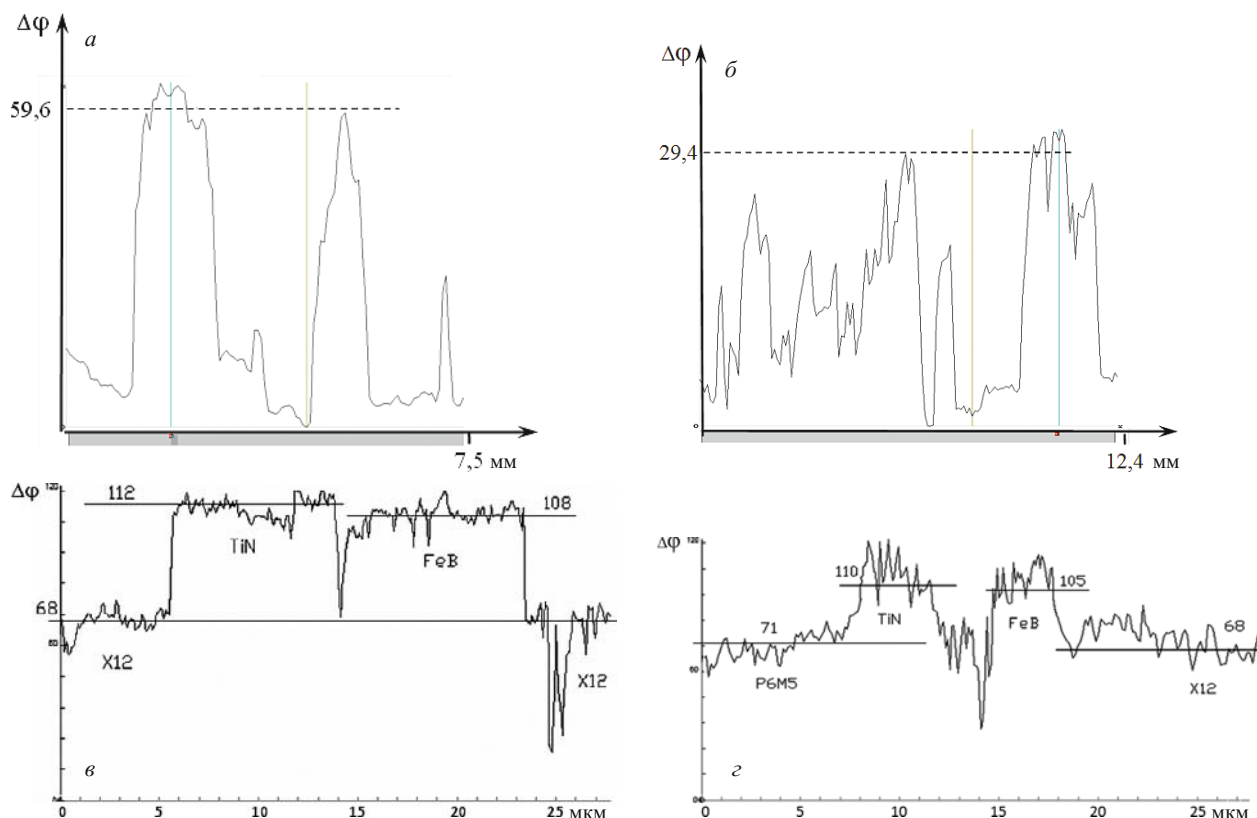


Рис. 2. Изменение фазы колебания зонда $\Delta\varphi$ при сканировании областей карбидных включений образцов сталей X12 (а) и Р6М5 (б), слоев TiN и FeB на образцах А (сталь X12) (в) и В (сталь X12 и Р6М5) (з)

ЛИТЕРАТУРА

1. Song Y., Bhushan B. Atomic force microscopy dynamic modes: modeling and applications / J. Phys. Condens. Matter. 2008. Vol. 20. P. 225012.
2. Чижик С. А. Трибомеханика прецизионного контакта (сканирующий зондовый анализ и компьютерное моделирование): автореф. дис. ... докт. тех. наук. — Гомель, 1998. — 40 с.
3. ГОСТ 1497–84. Металлы: Методы испытания на растяжение. — М.: Стандартинформ, 2008. — 4 с.
4. Булычев С. И., Алехин В. П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. — М.: Машиностроение, 1990. — 224 с.
5. Oliver W. C., Pharr G. P. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564 – 1575.
6. Розенберг Е. М. Об определении модуля упругости методом вдавливания / ЖТФ. 1945. № 3. С. 157 – 172.
7. Кенько В. М., Степанкин И. Н. К вопросу учета структурных особенностей инструментальных сталей при изготовлении матриц холодновысадочной оснастки / Литье и металлургия. 2004. № 4. С. 110 – 116.
8. Тот Л. Карбиды и нитриды переходных металлов. — М.: Мир, 1974. — 294 с.
9. Францевич И. Н., Гнесин Г. Г., Курдюмов А. В., Карюк Г. Г. и др. Сверхтвердые материалы. — Киев: Наукова думка, 1980. — 296 с.
10. Самсонов Г. В., Вишицкий И. М. Тугоплавкие соединения (справочник). — М.: Металлургия, 1976. — 560 с.
11. Кайдаш Н. Г., Четверикова Л. Н. Структура и свойства боридосилицидных покрытий на железе и стали / Вісник Черкаського національного університету. 2007. Вип. 114. С. 89 – 115.

UDC 621.7.043:621.785

DETERMINATION OF THE ELASTIC CHARACTERISTICS OF STRUCTURAL COMPONENTS OF STEELS X210CR12 AND HSS6-5-2 BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

© I. A. Pankratov and I. N. Stepankin

Submitted December 23, 2015.

Atomic force microscopy is used for comparative analysis of the elastic characteristics of the structural components of multiphase materials. Changes in the dynamic characteristics of the microcantilever (amplitude and phase of oscillations, resonant frequency) are recorded in the dynamic mode of the atomic force microscope operation upon interaction of the probe tip with the sample surface. The phase contrast of polymorphic materials with a nanoscale resolution is thus recorded simultaneously with the visualization of the topography of the sample surface. Using the obtained data we determined the elastic characteristics of structural components and hardened layers of ledeburite steels X210Cr12 and HSS6-5-2. To assess the elastic characteristics of the modified layers a comparative analysis of the phase contrast was performed on the prepared surface of composite samples. The samples consisted of two halves and each of them contained a modified layer. After putting together the modified layers of the both parts the samples were tightly fastened and the joint was polished. The resulting transverse microsection provided simultaneous study of thin interface of two modified layers and substrate on both sides of the layers. Evaluation of the elastic characteristics of the structural components of steels, as well as thin surface layers showed that the pattern of the phase contrast distribution formed upon scanning the sample surface reflects the properties of dissimilar materials. The developed technique can be used in determination of the modulus of elasticity of hardened layers of small thickness and structural components as well.

Keywords: atomic force microscopy; steel of ledeburite class; modified layers; modulus of elasticity.

REFERENCES

1. Song Y., Bhushan B. Atomic force microscopy dynamic modes: modeling and applications / J. Phys. Condens. Matter. 2008. Vol. 20. P. 225012.
2. Chizhik S. A. Tribomechanics of precision contact (scanning probe analysis and computer simulation: author's abstract of doctoral thesis. — Gomeľ', 1998. — 40 p. [in Russian].
3. RF State Standard GOST 1497–84. Metals: Methods of tensile testing. — Moscow: Standartinform, 2008. — 4 p. [in Russian].
4. Bulychev S. I., Alekhin V. P. Testing of materials by continuous pressing indenter. — Moscow: Mashinostroenie, 1990. — 224 p. [in Russian].
5. Oliver W. C., Pharr G. P. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / J. Mater. Res. 1992. Vol. 7. N 6. P. 1564 – 1575.
6. Rozenberg E. M. Determination of the modulus of elasticity by the method of indentation / Zh. Teor. Fiz. 1945. N 3. P. 157 – 172 [in Russian].
7. Ken'ko V. M., Stepankin I. N. On the issue of taking into account the structural features of tool steels in the manufacture of cold-setting tooling matrices / Lit'e Metallurg. 2004. N 4. P. 110 – 116 [in Russian].
8. Tot L. Carbides and nitrides of transition metals. — Moscow: Mir, 1974. — 294 p. [Russian translation].
9. Frantsevich I. N., Gnesin G. G., Kurdyumov A. V., Karyuk G. G., et al. Superhard materials. — Kiev: Navukova dumka, 1980. — 296 p. [in Russian].
10. Samsonov G. V., Vinitskii I. M. Refractory compounds (reference book). — Moscow: Metallurgiya, 1976. — 560 p. [in Russian].
11. Kaidash N. G., Chetverikova L. N. Structure and properties of borido-silicide coatings on iron and steel / Visnik Cherkas'kogo Nats. Univ. 2007. Issue 114. P. 89 – 115 [in Russian].