

## ИССЛЕДОВАНИЯ ТВЕРДОСТИ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТРУКТУРНЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ СТАЛИ ПРИ ЦИКЛИЧЕСКОМ ДЕФОРМИРОВАНИИ

Л.А. Горбачев\*, А.Д. Погребняк\*\*

\*Восточно-Казахстанский государственный технический университет (Усть-Каменогорск)  
Казахстан

\*\*Сумский институт модификации поверхности  
Украина

Поступила в редакцию 16.03.2009

С помощью методов: оптической микроскопии, наноиндентирования и рентгено-флуоресцентного анализа проведены исследования микроструктуры, твердости и физико-механических свойств стали 08КП после определенных этапов циклической нагрузки.

Установлено, что новые фазы – темные пятна, появляющиеся в процессе циклического нагружения стали 08КП, представляют собой рыхлую мелкодисперсную смесь карбоната и оксалата железа.

### ВВЕДЕНИЕ

В работе [1] установлено образование новых фаз при циклическом нагружении стали 08КП. В начальной стадии они появляются в виде отдельных мелких потемнений, которые при дальнейшем нагружении, особенно к началу разрушения, могут распространяться на всё зерно и занимать значительную часть деформированного участка.

В работе [1 – 2] с использованием электронной спектроскопии и рентгенодифракционного анализа установлено, что эти темные пятна-образования представляют собой вновь образовавшиеся в процессе циклического нагружения фазы, состоящие в соответствии с данными фазового анализа из карбоната железа  $\text{FeCO}_3$  и оксалата железа  $\text{C}_2\text{FeO}_4$  [2]. Представляется целесообразным выяснить свойства этих фаз.

В данной работе с применением рентгенофлюорографического анализа проводилось изучение специфических структур, образующихся при циклическом деформировании некоторых металлических материалов в равновесном состоянии (углеродистые стали).

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

С этой целью выполнены исследования по измерению нанотвердости на нанотвердомере NHN-S-AX-000X. Твердомер позволяет определять твердость нанослоев по Виккерсу

( $H_v$ ) и их модуль упругости ГПа (ГПа). Индентирование проводилось при нагрузке  $P_m = 10$  нН. Испытаниям подвергался образец из стали 08КП, циклически нагружаемый до стадии конца третьего периода – стадии развития и роста магистральной трещины [3]. Фазовый состав определяли на установке X'Pert PRO PANanalytical (Голландия). Параметры съемки: диапазон углов ( $42 \div 150$ )°, размер шага  $-0,05^\circ$ , скорость  $0,05^\circ/\text{сек}$ ,  $U = 40$  кэВ,  $I = 40$  мА, в излучении  $\text{Cu} = \text{K}_\alpha$ .

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 1 приведены фрагменты микроструктуры циклически деформированного образца из стали 08кп (соответственно 5600, 15000 и 151000 циклов; стрелкой отмечен фиксированный участок образца). По данным рис. 1 можно видеть, что сначала появляются мало-заметные потемнения, которые к стадии образования трещины охватывают значительные участки, прилегающие к трещине.

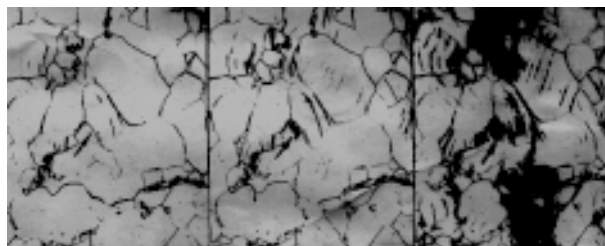


Рис. 1. Микроструктуры стали 08КП ( $C = 0,05 - 0,12\%$ ;  $Mn = 0,25 - 0,50\%$ ;  $Si = 0,03\%$ ).  $\times 500$ .

На рис. 2 показана исходная микроструктура (сверху) и структуры, образовавшиеся в процессе циклического нагружения.

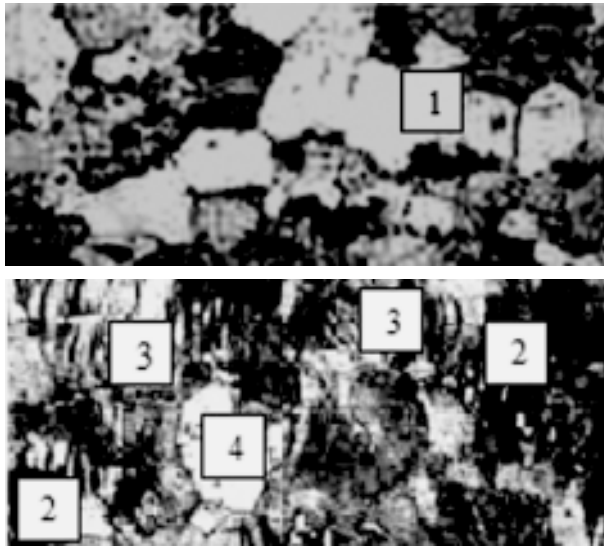
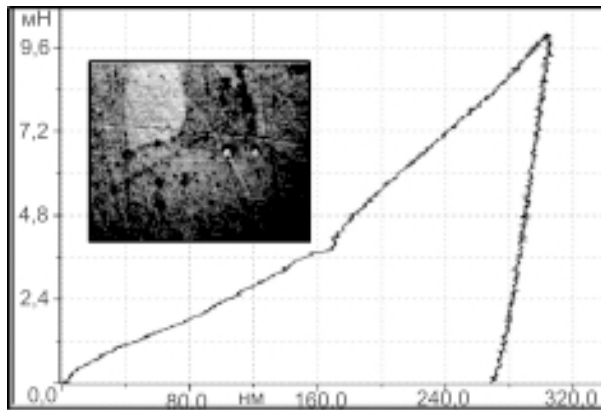
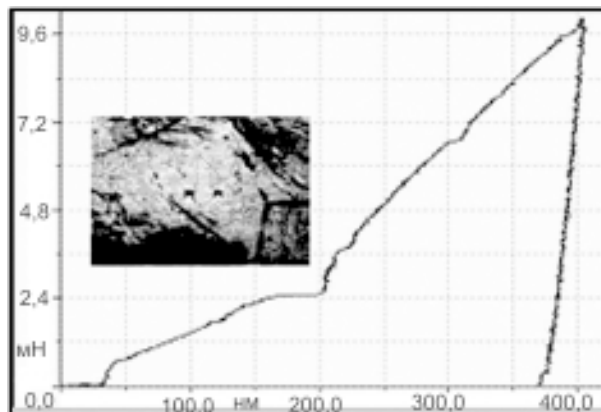


Рис. 2. 1 – исходное ферритное зерно; 2 – темные образования; 3 - ферритные деформированные зерна с

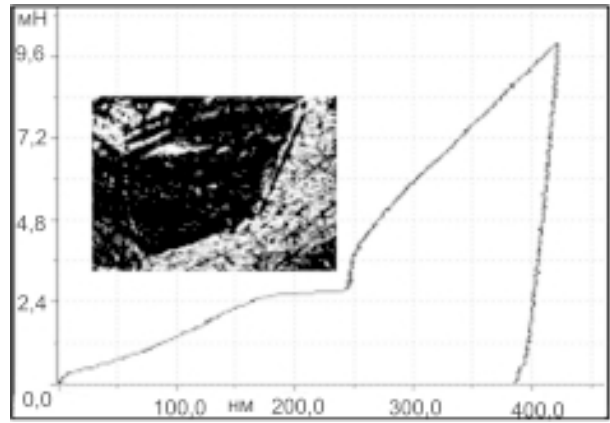
На рис. 3 приведены диаграммы индентирования в координатах “Нагрузка  $P_m$  – глубина внедрения индентера  $H_m$ ” и фрагменты микроструктур индентируемых участков.



а)



б)



в)

Рис. 3. а) – исходное зерно; б) – деформированное ферритное зерно с темным образованием; в) – темное пятно-образование.

Таблица 1

Результаты измерений с помощью нанотвердомера

|                              | $H_p$ ,<br>кг·мм <sup>2</sup> | GPa,<br>E | $H_m$ , нм<br>глубина<br>вдавливания |
|------------------------------|-------------------------------|-----------|--------------------------------------|
| Исходное зерно               | 303                           | 179       | 302                                  |
| Недеформированное фер. зерно | 174                           | 168       | 404                                  |
| Пятно                        | 163                           | 142       | 419                                  |

Из этих данных следует, что наиболее ослабленной структурной составляющей являются темные пятна-образования – они имеют твердость примерно в два раза меньшую твердости исходного зерна, самый низкий модуль упругости ГПа и максимальную глубину внедрения индентера  $H_m$ . Это указывает на то, что она представляет собой рыхлую мелкодисперсную смесь образовавшихся фаз.

Обращает на себя внимание ход кривой индентирования темного пятна (рис. 3в). В начальной стадии нагружения, до глубины примерно 150 нм, индентер испытывает сопротивление деформированию, а затем, когда входит в рыхлый слой – своеобразный “провал” – индентер внедряется без сопротивления деформированию, о чем свидетельствует площадка на кривой нагружения.

Этот факт можно объяснить возможностью наличия над рыхлым слоем более твердой пленки, например, оксидной.

Как только индентер прокалывает рыхлый слой, сопротивление деформированию резко возрастает (рис. 3в), что указывает на то, что

под этим слоем находится тонкая прослойка упрочненного материала образца.

По данным оже-спектроскопии [1] глубина физико-химического воздействия при циклическом нагружении образца составляет 100 – 120 нм, а при определении нанотвердости – несколько больше – 150 – 200 нм. Это означает, что оже-анализ указывает на глубину физико-химического воздействия, а нанотвердость – дополнительно физико-механического.

Можно считать установленным, что новые фазы – темные пятна, появляющиеся в процессе циклического нагружения стали 08КП, представляют собой рыхлую мелкодисперсную смесь карбоната и оксалата железа. Учитывая, что для образования таких соединений требуются высокие температуры, (а максимальный разогрев образца перед разрушением составляет примерно 1,5 °С), установление этого факта позволяет иметь более полное представление о процессах, протекающих под воздействием внутренних тепловых явлений.

На рис. 4 показана микроструктура циклически деформированного образца стали 08КП в стадии развития и роста магистральной трещины [1]. На снимке видны полосы скольжения и темные пятна-образования, прилегающие к трещине.

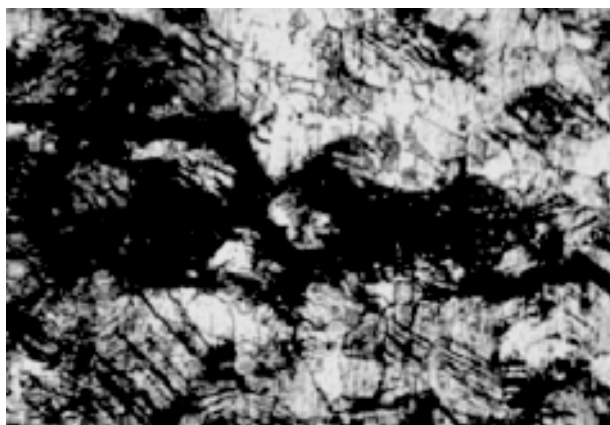


Рис. 4. Микроструктура деформированного участка образца стали 08КП.  $\times 500$ .

В работе [2] было высказано предположение, что эти образования являются следствием интенсивной циклической деформации “слабых”, наиболее неблагоприятно расположенных относительно действующих напряжений зерен, что вызывает их активное де-

формирование, обуславливая их нагрев, который может способствовать окислению этих микрообъемов. Сталь 08КП имеет высокую пластичность и газонасыщенность вследствие наличия кислорода в виде оксидов железа FeO как сталь кипящая (не полностью раскисленная). Поэтому интенсивность этих образований может быть связана с газонасыщенностью металла, тем более что эти пятна образуются и при испытаниях в вакууме [3]. Все это дает основания предположить, что в данных условиях возможно образование новых химических соединений (фаз) [4 – 7].

Одним из параметров рентгенофлуоресцентного метода является регистрация изменения отношения интенсивностей эмиссионных линий одной серии [4].

Метод позволяет по отношению интегральной интенсивности  $K_{\beta}$  линий рентгеновского спектра к интегральной интенсивности  $K_{\alpha}$  судить о форме нахождения атомов в твердом теле.

Были измерены энергетические спектры, которые представлены на рис. 5 и рассчитаны отношения  $FeK_{\alpha 1,2}/FeK_{\beta 1,2}$ .

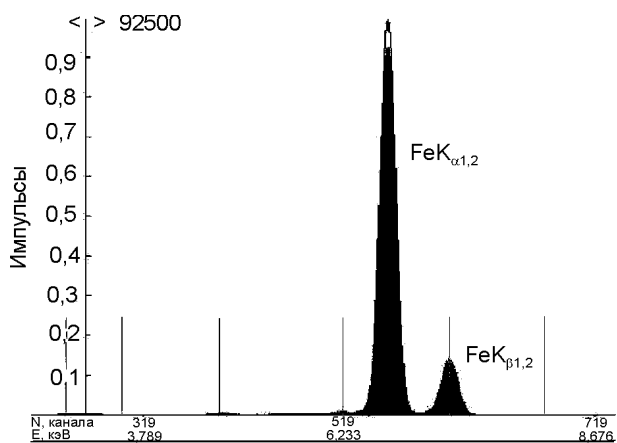


Рис. 5. Энергетические спектры деформированного и исходного образца.

Получены следующие результаты. На исходном образце это отношение равно  $7,0678 \pm 0,0005$ , а на деформированном  $7,0258 \pm 0,0005$ . Отличие в полученных результатах превышает погрешность измерений и свидетельствует об изменении химического состояния (валентности) атомов железа в деформированном образце.

Это может означать, часть атомов железа вступила в физико-химическое взаимодействие с компонентами материала образца с образованием новых химических соединений (фаз). Незначительное расхождение в пиках деформированного (на рис. 2 – штриховая линия) и исходного образца – убыль атомов железа – объясняется несоизмеримостью концентрации содержания железа и остальными компонентами – углерода и кислорода. Содержание углерода в стали 08КП не превышает 0,08%, а кислорода и того меньше.

Следовательно, этот метод подтвердил, что в процессе циклического деформирования произошла химическая реакция с образованием новых химических соединений (фаз).

Для уточнения этого вывода на рис. 6 приведена дифрактограмма деформированного образца, полученная на дифрактометре новейшей модификации – X'Pert PRO PANalytical (Голландия). Параметры съемки: диапазон угла дифракции –  $42 \div 150^\circ$ , размер шага –  $0,05^\circ$ , скорость –  $0,05^\circ/\text{сек.}$ ,  $U = 40 \text{ кВ}$ ,  $I = 40 \text{ мА}$ ; излучатель – медь [5].

На дифрактограмме деформированного участка образца (рис. 6) кроме линий, характерных для  $\alpha\text{-Fe}$ , появились две новые линии (две “вилочки” вверху дифрактограммы), что демонстрирует и подтверждает образование новых фаз. Идентификация этих фаз по данным International Centre for Data Diffraction (©2007) показала, что они содержат следующие соединения: карбонат железа ( $\text{FeCO}_3$ , характеристические линии при  $78,3036$  и  $112,7988^\circ$ ) и оксалат железа ( $\text{C}_2\text{FeO}_4$ , характеристическая линия при  $78,0749^\circ$ ).

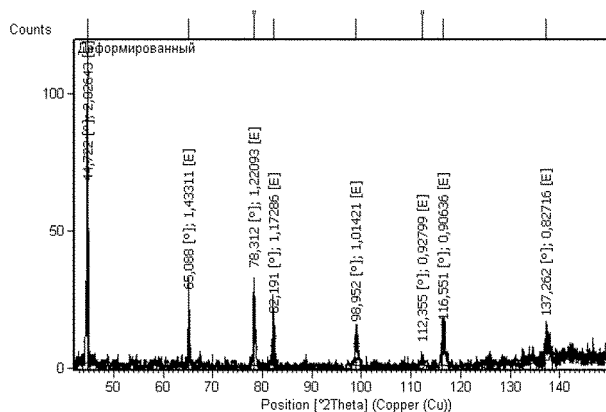


Рис. 6. Дифрактограмма деформированного образца.

Электронно-микроскопические исследования [6] однозначно подтвердили наличие новых фаз.

## ВЫВОДЫ

Результаты данной работы показали, что рентгенофлюоресцентный анализ является чувствительным высокоточным методом оценки изменений в физико-химическом состоянии исследуемых структур.

Анализ нанотвёрдости является одним из эффективных методов для оценки состава новых структурообразований. Усталостная прочность является важнейшей характеристикой различных конструкций, механизмов и составляющих их деталей – в большинстве случаев аварийные поломки и разрушения происходят из-за усталости.

Ответственность поверхностных слоев металла за усталостное разрушение является общепризнанным фактом, поэтому неудивительно наличие весьма обширного материала по исследованию изменений суб- и микроструктуры поверхности под действием циклических нагрузок.

Кроме использования оптической и электронной микроскопии для изучения структурной повреждаемости, применяются обширный арсенал других измерительных средств и устройств – оценка изменения температуры под действием циклических нагрузок, внутреннего трения, акустические методы, а также устройства, использующие характеристические излучения – рентгенодифрактометры, микрорентгеноспектрометры и др. Характеристические излучения являются наиболее объективными сигналами, фиксирующими изменения в металлах под различными воздействиями – нужно только правильно их интерпретировать.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Горбачев Л.А., Лебедев Т.А., Маринец Т.К. О периодах процесса усталостного разрушения // Журнал прикладной механики и технической физики. – 1970. – № 5. – С. 133-136.
2. Горбачев Л.А. Исследование кинетики усталостного разрушения температурным методом. Автореф. канд. дис. – Л., 1971. – 18 с.

3. Лозинский М.Г. Применение метода высокотемпературной металлографии для исследования закономерностей изменения строения металлов и сплавов в процессе испытаний на усталость//Сб.: "Прочность металлов при циклических нагрузках". – 1967. – С. 44-55.
4. Веригин А.А. Энергодисперсионный рентгеноспектральный анализ. Применение в промышленности. Монография. – Томск: ТомГУ, 2005. – 241 с.
5. Горбачев Л.А., Кабланбеков Б.М. Исследование фазового состава в низкоуглеродистой стали при циклическом нагружении на дифрактометре X'Pert PRO PANalytical//Вестник ВКГТУ. – 2008. – № 1. – С. 4-6.
6. Горбачев Л.А. Электронно-микроскопический анализ структурного состава малоуглеродистой стали при циклическом деформировании//Вестник ВКГТУ.–2008.–№ 1.– С. 34-37.

**ДОСЛІДЖЕННЯ ТВЕРДОСТІ ТА  
ФІЗИКО-ХІМІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ  
СТРУКТУРНИХ СКЛАДОВИХ СТАЛІ  
ПРИ ЦИКЛІЧНОМУ ДЕФОРМУВАННІ**

**Л.А. Горбачов, А.Д. Погребняк**

За допомогою методів: оптичної мікроскопії, наноіндентування та рентгено-флуоресцентного аналізу проведені дослідження мікроструктури, твердості й фізико-механічних властивостей сталі 08КП після деяких етапів циклічного навантаження.

Установлено, що нові фази – темні плями, що з'являються в процесі циклічного навантаження сталі 08КП, являють собою рихлу мілкодисперсну суміш карбонату й оксалату заліза.

**INVESTIGATIONS OF HARDNESS,  
PHYSICAL-CHEMICAL PROPERTIES OF  
STEEL STRUCTURE COMPONENTS  
UNDER CYCLIC DEFORMATION**

**L.A. Gorbachev, A.D. Pogrebnyak**

Using optical and electron microscopy, nanoindentation, X-ray fluorescent analysis, microstructure, hardness, physical and mechanical properties of 08KP steel were studied after definite stages of cyclic loading.

It was set that new phase( dark spots, which appeared in the process of cyclic loading) represent a porous, small dispersion mixture of carbonate  $FeCO_3$  and iron oxide ( $C_2FeO_4$ ).