Preiskave jekla Č. 4850 - OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju

Jože Rodič, Franc Vodopivec, Boško Ralič

Visokolegirano orodno jeklo Č.4850 — OCR 12 VM z 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo in 0,92 % V je eno izmed 11 različnih vrst orodnih jekel, ki jih sistematično raziskujemo v okviru raziskovalnega projekta ledeburitnih jekel.

Iz celotnega matričnega programa variacij toplotne obdelave smo izbrali nekaj tipičnih stanj: žarjeno, podkaljeno, normalno kaljeno, pregreto, visoko popuščano.

Analize z elektronskim mikroanalizatorjem naj bi dopolnile številne druge preiskave s porazdelitvijo in profilom koncentracije elementov v osnovni matici in različnih vrstah karbidov v odvisnosti od pogojev toplotne obdelave.

Preiskave na elektronskem mikroanalizatorju so bile izvršene v okviru projekta raziskav ledeburitnih orodnih jekel na vzorcih jekla Č.4850 — OCR 12 VM z naslednjo kemijsko sestavo:

C = 1,52 %; Cr = 11,4 %; W = 0,10 %; Mo = 0,82 %; V = 0,92 %; Ni = 0,18 %; Si = 0,13 %; Mn = 0,31%; S = 0,006 %; P = 0,026 %; Cu = 0,18 %.

Vzorci so bili v naslednjih stanjih toplotne obdelave:

oznaka vzorca	stanje
PŽ 5	žarjeno
P 1	kaljeno 900º C v olju
P 51	kaljeno 1040ºC v olju
P 60	kaljeno 1040º C v olju in popuščano na 700º C
P 101	kaljeno 1240ºC v olju
P 110	kaljeno 1240º C v olju in popuščano na 700º C

Za opredelitev sestave karbidov in kovinske osnove v jeklu so bile izvršene preiskave po metodah površinske, linijske in točkaste analize na elektronskem mikroanalizatorju metalurškega inštituta v Ljubljani.

Jože Rodič je diplomirani inženir metalurgije in vodja službe za razvoj tehnologije, izdelkov in metalurške raziskave v Železarni Ravne

Franc Vodopivec je doktor metalurških znanosti in samostojni raziskovalec na metalurškem inštitutu v Ljubljani

Boško Ralič, višji tehnik na metalurškem inštitutu v Ljubljani Z analizami po metodi površinske in linijske analize posameznih vzorcev smo prišli do naslednjih ugotovitev:

VZOREC PŽ 5 V MEHKO ŽARJENEM STANJU

Slika 1 kaže elektronski posnetek in specifične X-posnetke koncentracij posameznih elementov pri 600-kratni povečavi. Na teh posnetkih so za železo in dodane karbidotvorne elemente prikazani še profili koncentracij za nakazani položaj linijske analize.

Za vsak vzorec smo še dodatno izvršili linijsko analizo na drugem značilnem mestu in natančneje registrirali profil koncentracij železa in dolegiranih karbidotvornih elementov kroma, molibdena in vanadija. Tak posnetek z registrirnega traku prikazuje za vzorec PŽ 5 slika 2.

Večja kardibna zrna so bogata z vanadijem, kromom in molibdenom, drugih elementov pa je v karbidih enako ali manj kot v kovinski osnovi. Železa je v karbidih znatno manj kot v kovinski osnovi.

Natančnejši pregled koncentracijskih profilov pokaže, da obstaja razlika med sestavo kompaktnih evtektičnih karbidov in področji koncentriranih drobnih sekundarnih karbidov. Prvi imajo mnogo manj železa in mnogo več molibdena ter vanadija, medtem ko so razlike v koncentraciji kroma precej manjše.



Slika 2

Registriran profil koncentracije železa in dolegiranih karbidotvornih elementov za vzorec PŽ 5 v žarjenem stanju.

Fig. 2

Registered concentration profile of iron and alloyed carbide-forming elements in P2 5 sample, annealed





Fig. 1

Electron picture, specific X-ray pictures and concentration profiles of single elements in PZ 5 sample, annealed (Magnification 600 x)



Slika 3 Elektronska posnetka pri dveh različnih povečavah, specifični X posnetki in profili koncentracij posameznih ele-mentov za vzorec P1 kaljen z 900°C v olju.

Fig. 3 Electron pictures at two different magnifications, specific X-ray pictures and concentration profiles of single elements in P1 sample, quenched from 900° C in oil

Pri evtektičnih karbidih opazimo zelo ostro izraženo močno povečano vsebnost vanadija in molibdena, vsebnost kroma pa je precej manj izrazito povečana. V področjih zgostitve drobnih sekundarnih kardibov opažamo namesto takih izrazitih razlik samo obogatitev kroma, vanadija in molibdena ter osiromašitev železa.



Slika 4 Mikrostruktura vzorca P 51 kaljenega s 1040° C v olju. Fig. 4

Microstructure of P 51 sample, quenched from 1040° C in oil V osnovi so nihanja koncentracije molibdena v smislu rahlih izcej bolj očitna kot pri vanadiju in kromu, pri katerih izrazito povečanje vsebnosti pri večjih karbidih ostro sovpada s konturami karbidov. Omenili pa smo že, da so pri vanadiju in molibdenu zelo velike razlike med večjimi karbidi in področji drobnejših karbidov.

Vzorec P1 - kaljen z 900°C v olju

Površinska analiza je pokazala, da ni velikih razlik v primerjavi z mehko žarjenim vzorcem PŽ 5 (slika 3). Pri tem moramo poudariti, da je temperatura kaljenja 900°C prenizka in je bila tudi namenoma tako izbrana za »podkaljenje«.

Vzorec P 51 - kaljen s 1040° C v olju

Mikrostruktura tega vzorca, ki je v glavnem normalno kaljen, je prikazana na sliki 4.

Površinska in linijska analiza tega vzorca na sliki 5 ne kažeta kakih bistvenih razlik v primerjavi s prejšnjimi ugotovitvami.

Sliki 6 in 7 kažeta primerjavo vsebnosti karbidotvornih elementov med osnovo, značilnim evtek-



Elektronski posnetek, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 51 kaljen s 1040° C v olju.

Fig. 5

Electron picture, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 51 sample, quenched from 1040° C in oll

tičnim in karbidom in karbidom nepravilne in neizrazite oblike ali nekakim karbidnim gnezdom. Razlike koncentracij med osnovo in karbidom so za molibden in vanadij zelo velike, pri kromu pa mnogo manjše. Pri karbidih »nepravilne« oblike pa sta razliki vsebnosti molibdena in vanadija med osnovo in karbidom mnogo manjši, pri kromu pa je vsebnost v takem karbidu skoraj enaka kot pri večjem evtektičnem karbidu, razlika proti osnovi pa skoraj enaka.



Slika 6 Profila koncentracije molibdena in kroma.

Fig. 6







Fig. 7 Concentration profiles of molybden and vanadium Če ob profilu molibdena primerjamo osiromašitev železa, vidimo, da je ta pri obeh vrstah karbidov skoraj enaka, medtem ko so v molibdenu zelo velike razlike (slika 8).



Vzorec P 60 — kaljen s 1040° C v olju in popuščan na 700° C

K sliki 9 bi lahko dali podoben komentar, saj kažejo odnosi vsebnosti posameznih elementov v karbidih in osnovi enake značilnosti.

Vzorec P 101 - kaljen s 1240°C v olju

Mikrostruktura je zaradi pregretja bistveno drugačna kot pri vseh prejšnjih vzorcih (slika 10).

Velika avstenitna zrna obkroža evtektična mreža. Evtektična polja okrogle oblike najdemo ponekod tudi v sredini teh zrn. Na nekaterih drugih mestih opazimo v avstenitnem zrnu karbide oglatih oblik (slika 11).

Evtektična faza je bogata s kromom, vanadijem in molibdenom ter siromašna z železom.

Linijska analiza, ki je prikazana s kontaminacijsko sledjo in profilom koncentracije, je pokazala zelo definirane sestave obeh faz, trdne raztopine in evtektika, kar je zaradi visoke temperature avstenizacije razumljivo. Trdna raztopina ima zelo enakomerno sestavo, sestava evtektika pa ni povsod enaka. Razmerje med vsebnostjo molibdena, vanadija in kroma je približno konstantno, tako da se vsebnost teh treh elementov spreminja paralelno navzgor ali navzdol, spreminja pa se razmerje med njihovo vsoto in količino železa v evtektiku.



Slika 9

Elektronski posnetek, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 60 kaljen s 1040°C v olju in popuščan na 700°C,

Fig. 9

Electron picture, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 60 sample, quenched from 1040° C in oil and tempered at 700° C

Na drugem mestu smo še natančneje registrirali profil koncentracij posameznih legirnih elementov in železa. Na poti, ki jo prikazuje kontaminacijska sled, smo dobili profile, prikazane na sliki 12. Evtektik, ki nastaja pri pregretju, je večkrat precej nehomogen. Največje so nehomogenosti, ki so izražene s profilom molibdena.

Pomembne so tudi razlike med evtektikom, ki tvori mrežo okrog avstenitnih zrn in karbidi v notranjosti zrna. Karbidi v notranjosti avstenitnih zrn so bolj homogeni in bogatejši s karbidotvornimi elementi kot evtektik. To je razumljivo že po osnovnih značilnostih teh mikrostruktur. Evtektik, ki obdaja zrna, je bil sestavljen iz karbidov in avstenita, ki je po izločanju sekundarnih karbidov razpadel po perlitni reakciji v alfa železo in karbide.

Na nekaterih mestih zasledimo v notranjosti velikih avstenitnih zrn karbide, ki so v bistvu otočki tipične evtektične konfiguracije z značilno obliko ledeburita. Ti se po nivojih legirnih elementov skoraj izenačujejo z evtektično mrežo po mejah zrn in se po koncentracijah posameznih elementov bistveno razlikujejo od posebnih — kompaktnih karbidov okrogle ali oglate oblike v notranjosti zrn.

Razlike vsebnosti molibdena in vanadija so v teh primerjavah mnogo večje kot razlike vsebnosti kroma.

Vzorec P 110 — kaljen s 1240° C v olju in popuščan na 700° C

Značilna mikrostruktura tega vzorca je prikazana na sliki 13.

Slika 10

Elektronska posnetka pri dveh različnih povečavah, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 101 kaljen s 1240° C v olju.

Fig. 10

Electron pictures at two different magnifications, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 101 sample, quenched from 1240°C in oil



151

Elektronski posnetki, specifični X - posnetki in profili koncentracij so prikazani na sliki 14 in kažejo zelo podobne značilnosti, ki smo jih opisali pri kaljenem vzorcu P 101.



o pin

Slika 11 Mikrostruktura vzorca P 101 kaljenega s 1240° C v olju. Fig. 11

Microstructure of P 101 sample, quenched from 1240°C in oil







Profili koncentracij legirnih elementov in železa na poti, ki jo prikazuje kontaminacijska sled.

Fig. 12

Concentration profiles of alloyed elements and iron along the contamination path Na sliki 14 cikcakasti profil koncentracije pri prehodu evtektične mreže (posebno izrazito pri kromu) jasno ponazarja zgradbo rebrastega evtektika.

V mikrostrukturi tega vzorca opazimo poleg trdne raztopine in evtektika (kakor v vzorcu P 101) še reliefna polja bainitnega karakterja, nastala po razpadu zaostalega avstenita in popuščanju martenzita (slika 15).

Površinska analiza kakor tudi profil koncentracij pri linijski analizi ni pokazal v teh bainitnih poljih večjih razlik v vsebnosti legirnih elementov.



20 µm

Slíka 13

Mikrostruktura vzorca P 110 kaljenega s 1240°C in popuščanega na 700°C.

Fig. 13

Microstructure of P 110 sample, quenched from 1240° C and tempered at 700° C

KVANTITATIVNE MERITVE NA ELEKTRONSKEM MIKROANALIZATORJU

Te meritve smo napravili le na treh tipičnih vzorcih: na žarjenem vzorcu z oznako PŽ 5, na vzorcu, ki je bil kaljen pri 1040° C, in na vzorcu, ki je bil kaljen pri 1240° C. Na osnovi rezultatov površinske in linijske analize smo namreč sklepali, da analiza drugih vzorcev verjetno ne bi pokazala pomembnejših posebnosti.

Slika 14

Elektronska posnetka pri dveh različnih povečavah, specifični X - posnetki in profili koncentracij posameznih elementov za vzorec P 110 kaljen s 1240° C v olju in popuščan na 700° C.

Fig. 14

Electron pictures at two different magnifications, specific X-ray pictures, and concentration profiles of single elements in P 110 sample, quenched from 1240° C and tempered at 700° C





Slika 15 Profili koncentracij legirnih elementov in železa na poti, ki jo prikazuje kontaminacijska sled. Fig. 15 Concentration profiles of alloyed elements and iron along

the contamination path

Zaradi neenakomerne sestave v mikronskem merilu s točkastim merjenjem smo določili povprečne sestave osnove, oz. trdne raztopine v stiku s karbidnimi zrni le na dveh vzorcih; pričakovali smo namreč, da bomo sestavo osnove lahko določili iz linijske analize s pomočjo sestave karbidov. Pokazalo pa se je, da se sestava karbidov, ki so po morfološkem videzu enaki, precej razlikuje, zato niso primerni za kalibracijo. Dopolnilne analize osnove se dajo po potrebi hitro izvršiti, ker lahko uporabimo že izračunane korekcijske faktorje.

Upoštevajoč vse karakteristike izvršenih meritev, sodimo, da so ugotovljene povprečne vsebnosti posameznih elementov v karbidih in osnovi dokaj zanesljive, razen pri železu, za katerega so določene vsebnosti gotovo nekoliko previsoko zaradi fluorescence okolice. Računsko pač tega povečanja ni mogoče opredeliti. Tudi glede upoštevanja zanesljivosti posameznih korekturnih faktorjev je vsebnost železa najmanj zanesljiva.

Karbidna zrna v vseh primerih vsebujejo le sled mangana in volframa.

Naj omenimo, da vzporedno opravljamo zelo obsežno raziskovalno nalogo, ki obsega razvoj optimalne elektrolitske izolacije karbidov ter mikrokemijsko in rentgensko analizo karbidov. Po zaključku prve faze se bomo v nadaljevanju posebej posvetili povezovanju rezultatov, dobljenih z analizami na vseh omenjenih področjih, kar bo prav gotovo imelo velik pomen. Zaenkrat možnosti neposrednih primerjav še nimamo, saj bo treba vsekakor analize po različnih metodah izvajati na istih vzorcih.

Prav na kratko skušajmo povezati kvantitativne točkovne analize s prej opisanimi linijskimi analizami.

Na sliki 16 a imamo primerjavo dveh različnih tipov karbidov za žarjeni in normalno kaljeni vzorec:

Razlike med obema tipoma karbidov v žarjenem stanju niti niso tako velike, kot bi jih pričakovali po ugotovitvah linijske analize po registriranih profilih koncentracij. Ugotovitve, dobljene po obeh vrstah meritve, pa se lepo potrjujejo, četudi kvantitativni odnosi niso povsem neposredni. Ker na sliki 16a ni prikazana osnova, naj posebej omenimo, da vsebujejo drobna karbidna zrna v žarjenem vzorcu približno dve tretjini več molibdena kot okolišnja osnova ter trikrat več kroma kot osnova med njimi.

Že pri komentiranju rezultatov linijskih analiz in specifičnih X - posnetkov smo ugotovili, da se karbidi v žarjenih in normalno kaljenih vzorcih med seboj bistveno ne razlikujejo. Točkaste kvantitativne meritve te ugotovitve samo potrjujejo, kakor vidimo na sliki 16 a.



Kvantitativna analiza žarjenih in normalno kaljenih vzorcev jekla č.4850 — OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju.



Quantitative analysis of annealed and normally quenched č. 4850 — OCR 12 VM steel samples in electron microanalyzer



Kvantitativna analiza pri kaljenju pregretih vzorcev jekla č.4850 — OCR 12 VM na elektronskem mikroanalizatorju. Fig. 16 b

Quantitative analysis of č. 4850 — OCR 13 VM steel samples, overheated before quenching, in electron microanalyzer Močno pregreti vzorec, kaljen s temperature 1240°C, kaže veliko in zelo izrazito raznolikost faz. Karbidi, ki jih najdemo v notranjosti avstenitnih zrn, in karbidi kot sestavni deli evtektika se med seboj tako razlikujejo po količini posameznih elementov, da gre za zelo različne vrste karbidov. Posebno vsebnost molibdena je zelo različna, pa tudi pri vanadiju in kromu najdemo razmerja 1:2 in celo 1:3 po vsebnosti v različnih vrstah karbidov.

Vsebnost kroma, vanadija in molibdena v osnovi je zelo blizu nominalni sestavi. V tem vzorcu smo našli molibdenove karbide, ki se bistveno razlikujejo od vseh drugih po izredno visoki vsebnosti molibdena, relativno majhni vsebnosti vanadija in zelo majhni vsebnosti kroma, ki se komaj dobro razlikuje od vsebnosti kroma v osnovi.

Evtektik po mejah zrn je razmeroma bogat s kromom, vanadijem in molibdenom. Karbidi evtektičnega tipa v notranjosti zrn so tej sestavi zelo podobni, le da imajo povečano vsebnost vanadija in molibdena. Ko pa smo obravnavali karbide v evtektiku, smo odkrili dva po sestavi zelo različna tipa z naslednjimi relativnimi odnosi vsebnosti posameznih elementov (glej slika 16 b):

7		8	i.
 povpre železa 	ečna vsebnost	— i	zredno nizka sebnost železa
 povpro kroma 	ečna vsebnost	— i	zredno visoka sebnost kroma
 povpre vanadi 	ečna vsebnost ja	— 2 1	elo visoka sebost vanadija

vanadija
 zelo visoka
 vsebnost molibdena

 zelo nizka vsebnost molibdena

Zanimivo bo primerjati kemijsko analizo izoliranih karbidov, ki mora predstavljati povprečno sestavo karbidov.

Analiza karbidov in osnove v tem vzorcu je izredno zanimiva zaradi raznolikosti faz. Še posebno zanimivo pa bo primerjati to sestavo s sestavo faz, ki nastanejo pri kristalizaciji jekla, kar bomo vključili v program nadaljnjih raziskav.

S temi raziskavami smo si šele pridobili potrebne izkušnje, ki bodo precej olajšale nadaljnje preiskave te skupine jekel. Upoštevati moramo, da je to začetek raziskav na novem področju, ki obeta mnogo zanimivosti, pomembnih tudi za tehnološko proizvodno prakso in kakovost izdelkov iz teh orodnih jekel.

ZUSAMMENFASSUNG

Der hochlegierte Werkzeugstahl C.4850 OCR 12 VM mit der Zusammensetzung: 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo und 0.92 % V ist einer von den 11 verschiedenen Werkzeugstählen, welche im Rahmen eines Forschungsprojektes der ledeburitischen Stähle systematisch untersucht werden.

Aus dem gesamten »matrix program« für alle Varianten der Wärmebehandlung, haben wir einige typischen Zustände wie — geglüht, untergehärtet, normalgehärtet, überhitzt und hochnachgelassen ausgewählt.

Die Analysen mit dem Elektronenmikroanalysator sollten die vielen anderen Untersuchungen mit der Verteilung und dem Konzentrationsprofil der Elemente in der Grundmatrix und der verschiedenen Karbidsorten in Abhängigkeit von der Värmebehandlungsbedingungen ergänzen.

Es besteht eine Differenz in der Zusammensetzung der kompakten eutektischen Karbide, und der Bereiche der konzentrierten dünnkörnigen Sekundärkarbide in geglühten untergehärteten und normalgehärteten Proben. Die ersten haben viel weniger Fe, viel mehr Mo und V, die Unterschiede in Cr sind viel kleiner.

Das Mikrogefüge ist bei den überhitzten Proben wesentlich anders. Es tretten grosse Unterschiede zwischen dem Eutektik, den Korngrenzen und den verschiedenen Karbidsorten auf. Der Eutektik ist ziemlich unhomogen, besonders in der Hinsicht der Molybdänkonzentration.

Die Karbide bestehen im inneren des Kornes aus mehr karbidbildenden Elementen, wie der Eutektik.

An den Proben im geglühten in normalgehärteten und beim Härten stark überhitzten Zustand ist auch eine Serie der Quantitativen Messungen der Zusammensetzung der einzelnen Phasenkomponenten durchgeführt worden. Die Zusammensetzung der Karbide, welche nach dem morphologischen Aussehen gleich sind, unterscheidet sich erheblich.

SUMMARY

High-alloyed C. 4850 — OCR 12 VM tool steel with 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo, and 0.92 % V is one of 11 types of tool steel which are systematically investigated in the research project of ledeburite steel.

From the total matrix program of variations of heat teatment only some typical states were chosen, i. e. annealed, underquenched, normally quenched, overheated, and tempered at high temperatures.

Analyses by electron microanalyzer should complete numerous other tests, giving distribution and concentration profiles of elements in matrix, and various types of carbides depending on the conditions of heat treatment.

In annealed, underquenched, and normally quenched samples, difference between the composition of compact eutectic carbides and regions of concentrated small secondary carbides exists. The first mentioned carbides have less iron, much more molybdenum and vanadium, while differences in cromium content are smaller.

In the overheated samples, microstructure is essentially different, and rather great differences exist between the eutectic on the grain boundaries and various types of carbides. Eutectic is rather non-homogeneous, especially with the respect to molybdenum concentration. Carbides inside the grain contain more carbide-forming elements than eutectic.

A series of quantitative measurements of composition of single phase components was made on samples as annealed, as normally quenched, and as highly overheated in quenching. Composition of carbides, similar by morphological appearance, differ a great deal.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Высоколегированная инструментальная сталь марки С.4850 -ОСR 12 VM с 1,52 % С, 11,4 % Сг, 0,82 % Мо и 0,92 % V представляет собой одну из 11 различных марок инструментальных сталей, которые наш металлургический завод Равне систематически исследует по программе исследования ледебуритных сталей. Из общей массы варнаций термообработки выбрано несколько типичных состояний- отожженно, закаленно с недогревом, закаленно нормально, прогрето, высоко отпущенно.

Анализ выполнен микроанализатором дополнить многочисленные другие исследования о распределении и о профилю концентраций элементов в основной массе, а также о распределению различных видов карбидов в зависимости от режима термообработки.

Установленно, что при отожженных, закаленных с иедогревом и нормально закаленных образцах существует разница в составе компактных эвтектических карбидов и областей концентрированных мелких вторичных карбидов. Первые содержат гораздо меньше Fe, гораздо больше Мо и V, разницы при Cr гораздо меньше.

При прогретых образцах микроструктура существенно другая; получаются большие разницы между эвтектикой по границах зерен и различными видами карбидов. Эвтектик очень негомогенный в особенности при концентрациях молибдена. В внутренности зерен карбиды содержат больше карбидообразующих элементов чем эвтектик.

На образцах в отожжениом состоянии, нормально закаленных и сильно прогретых при закалке выполнена также серија колвчественных определений состава отдельных компонент фаз. Состав карбидов, которые морфологически выглядуть одинаково весьма различный.