

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013110240/28, 06.03.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.03.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 06.03.2013

(45) Опубликовано: 10.07.2014 Бюл. № 19

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2449055C1, 27.04.2012. RU
2449262C1, 27.04.2012. SU938113A1, 23.06.1982.
RU 2461817C1, 20.09.2012. JP 11230921A,
27.08.1999. JP 56003623A, 14.01.1981

Адрес для переписки:

195251, Санкт-Петербург, ул. Политехническая,
29, ФГБОУ ВПО "СПбГПУ", Отдел
интеллектуальной собственности

(72) Автор(ы):

Андреева Валентина Дмитриевна (RU),
Новиков Евгений Васильевич (RU),
Казаков Александр Анатольевич (RU),
Казакова Елена Иосифовна (RU),
Пахомова Ольга Вячеславовна (RU),
Титовец Юрий Федорович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

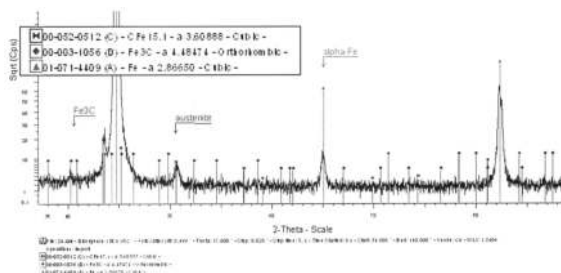
Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
профессионального образования "Санкт-
Петербургский государственный
политехнический университет" (ФГБОУ
ВПО "СПбГПУ") (RU)

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА БЕЙНИТНЫХ СТАЛЕЙ

(57) Реферат:

Использование: для определения фазового состава бейнитных сталей. Сущность изобретения заключается в том, что получают рентгенодифракционный спектр, проводят качественный фазовый анализ и количественно определяют содержание фаз методом Ритвельда с учетом фактора сходимости GOF, при этом в качестве пробы выбирают бейнитную сталь в виде металлографического шлифа, на дифрактограмме выделяют рефлексы,

принадлежащие альфа-фазе и разделяют их на компоненты - пики феррита и бейнитного феррита, задают степень тетрагональности решетки бейнитного феррита, рассчитывают и корректируют количественный и качественный фазовый состав. Технический результат: обеспечение возможности определения качественного и количественного фазового состава бейнитных сталей с выявлением соотношения бейнита и феррита. 5 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2013110240/28, 06.03.2013

(24) Effective date for property rights:
06.03.2013

Priority:

(22) Date of filing: 06.03.2013

(45) Date of publication: 10.07.2014 Bull. № 19

Mail address:

195251, Sankt-Peterburg, ul. Politekhnikeskaja, 29,
FGBOU VPO "SPbGPU", Otdel intellektual'noj
sobstvennosti

(72) Inventor(s):

Andreeva Valentina Dmitrievna (RU),
Novikov Evgenij Vasil'evich (RU),
Kazakov Aleksandr Anatol'evich (RU),
Kazakova Elena Iosifovna (RU),
Pakhomova Ol'ga Vjacheslavovna (RU),
Titovets Jurij Fedorovich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovanija "Sankt-
Peterburgskij gosudarstvennyj politekhnicheskij
universitet" (FGBOU VPO "SPbGPU") (RU)

(54) **METHOD FOR DETERMINING PHASE COMPOSITION OF BAINITIC STEELS**

(57) Abstract:

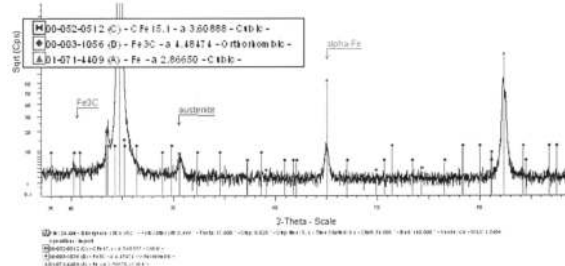
FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: x-ray diffraction spectrum is obtained; qualitative phase analysis is performed and content of phases is determined quantitatively by Rietveld method considering convergence factor GOF; with that, bainitic steel in the form of a metallographic polished section is chosen as a sample; reflexes belonging to alpha-phase are separated on a diffractogram and divided into components - peaks of ferrite and bainitic ferrite; degree of tetragonal ability of a bainitic ferrite pattern is set; quantitative and qualitative phase composition is calculated and adjusted.

EFFECT: providing the possibility of determining

qualitative and quantitative phase composition of bainitic steels with determination of ratio of bainite and ferrite.

5 dwg



Фиг. 1

Изобретение относится к методу рентгеновского анализа и может быть использовано при исследовании структуры и фазового состава металлов в материаловедении.

Известен способ исследования структуры трубных сталей, включающий взаимодействие образца трубной стали с водным раствором сульфосолей, последующие промывку и просушку образца, и выявление областей бейнита реечной морфологии с помощью оптического микроскопа [патент №2449055]. Недостатком является то, что способ предназначен только для определения структуры, без разделения феррита на составляющие.

Известен рентгеновский способ количественного определения фазового состава портландцементных клинкеров, принятый за прототип [RU Патент №2461817]. Способ заключается в получении рентгендифракционного спектра от порошкового препарата, изготовленного из исследуемого портландцементного клинкера, по полученному рентгендифракционному спектру определяют фазовый состав порошкового препарата методом Ритвельда. Предварительно изготавливают аншлиф из исследуемого портландцементного клинкера, по которому визуальнo выявляют присутствующие в аншлифе фазы, после чего фазовые составы сравнивают и осуществляют корректировку фазового состава, который получен по рентгендифракционному спектру, по тем фазам, которые выявлены в наименьших количествах, затем определяют соотношение двух моноклинных модификаций алита, который содержится в наибольшем количестве, путем анализа асимметрии наложенных отражений в интервале углов $2\Theta_{Cu}=31,5-33^\circ$. Далее методом Ритвельда определяют количественное содержание всех обнаруженных фаз, затем - количественное содержание всех фаз в исследуемом клинкере в интервале между их средним содержанием и содержанием, полученным по моноклинной модификации алита, присутствующей в большем количестве. Измерения рентгендифракционного спектра можно производить в порошковом автоматизированном рентгеновском дифрактометре с использованием медного излучения в интервале определенных углов, при напряжении 45 кВ и силе тока 35 мА.

Данный способ не позволяет исследовать структуру бейнитных сталей с разделением альфа-фазы на составляющие - феррит и бейнит.

Задачей изобретения является разработка способа определения качественного и количественного фазового состава бейнитных сталей с выявлением соотношения бейнита и феррита.

На рентгеновском автоматическом дифрактометре проводят съемку рентгенодифракционного спектра металлографического шлифа бейнитной стали. По полученному спектру определяют фазовый состав стали, Фиг.1 - результат качественного фазового анализа бейнитной стали. На дифрактограмме выделяют рефлексы, принадлежащие альфа-фазе, и разделяют их на компоненты - пики феррита и бейнита. Методика разделения основана на визуальной оценке асимметрии дифракционного пика α -Fe, связанной с присутствием феррита с содержанием углерода около 0,02%, и бейнита, имеющего искаженную кристаллическую объемно-центрированную кубическую решетку, обусловленную повышенным содержанием в ней углерода. Задают степень тетрагональности решетки бейнита. Выбирают из базы структурных данных ICSD [Inorganic Crystal Structure Database] параметры атомного строения фаз для расчетов количественного состава (относительные координаты атомов, заселенности позиций и параметры смещения, а также ожидаемые средние размеры и формы кристаллитов), подсчитывают значение фактора сходимости GOF по методу Ритвельда, и, в случае необходимости, производят корректировку качественного и количественного фазового состава стали путем повторного подбора параметров атомного строения фаз до

достижения значений фактора сходимости GOF по методу Ритвельда менее 1,4.

В процессе может быть произведен металлографический анализ шлифа (Фиг.2. *а* - Микроструктура ($\times 500$) и *б* - панорамное изображение структуры после травления в поляризованном свете).

5 Выделение рефлексов альфа-фазы, разделение их на компоненты и задание степени тетрагональности решетки бейнита позволяют выявить различия структурных характеристик феррита и бейнита, что в результате позволяет использовать метод Ритвельда для определения качественного и количественного состава бейнитной стали. Совокупность отличительных признаков является необходимой и достаточной для
10 решения поставленной задачи.

Из образцов бейнитных сталей класса прочности K65 с содержанием углерода до 0,07% изготовили 3 металлографических шлифа.

Рентгеновское исследование полученных образцов производили на автоматизированном дифрактометре D8 Advance фирмы Bruker в Θ - Θ -геометрии с
15 использованием медного излучения, с установленным на дифрагированном (т.е. отраженном) пучке графитного кристалл-монокроматора, в интервале углов $2\Theta=34$ - 120° , при напряжении 40 kV и силе тока 40 mA, с вращением и с регистрацией дифрагированных лучей сцинтилляционным счетчиком. Сканирование осуществляли с шагом $0,02^\circ$ по 2Θ и временем накопления сигнала в каждой точке 9 с. По полученному
20 спектру определили фазовый состав стали, включающий α - и γ -Fe и цементит (Фиг.1. Результат качественного фазового анализа бейнитной стали). Качественный фазовый анализ определяли путем сравнения набора межплоскостных расстояний экспериментально полученной рентгенограммы с рентгенометрическими данными фаз порошковой базы ICDD [International Centre for Diffraction Data - PDF2008].

25 На полученных дифрактограммах выделили рефлексы, принадлежащие альфа-фазе, и разделили их на компоненты - пики феррита и бейнита, предполагая, что решетка бейнита подобна решетке мартенсита, но с чрезвычайно малой (до 1,004) величиной тетрагональности (Фиг.3. Пример разделения пика α -фазы на компоненты - рефлексы феррита и бейнита). Задали степень тетрагональности решетки бейнита.

30 Структурные параметры для расчетов количественного фазового состава по методу Ритвельда (относительные координаты атомов, заселенности позиций и параметры смещения) были взяты из базы структурных данных ICSD [Inorganic Crystal Structure Database]. Подсчитали значение фактора сходимости $GOF=4,68$; $R_{wp}=47,41$.

35 Произвели корректировку качественного и количественного фазового состава стали путем повторного подбора параметров атомного строения фаз до достижения значений фактора сходимости GOF по методу Ритвельда менее 1,4 - $GOF=1,31$; $R_{wp}=11,65$. (Фиг.4. *а* - Вид исходной дифрактограммы; *б* - промежуточный результат обработки дифрактограммы по Ритвельду; *в* - окончательный результат расчета по Ритвельду количества фаз.)

40 В качестве дополнительного критерия соответствия модели и эксперимента может быть принят также вид разностной кривой (Фиг.5. Разложение экспериментального дифракционного профиля, соответствующего линии 110 α -Fe на составляющие феррита (Iron alpha) и бейнита (Bainite)).

45 В процессе может быть осуществлен металлографический анализ исследуемых проб, который позволит визуально определить тип и морфологию структурных составляющих - феррита и кристаллитов бейнита.

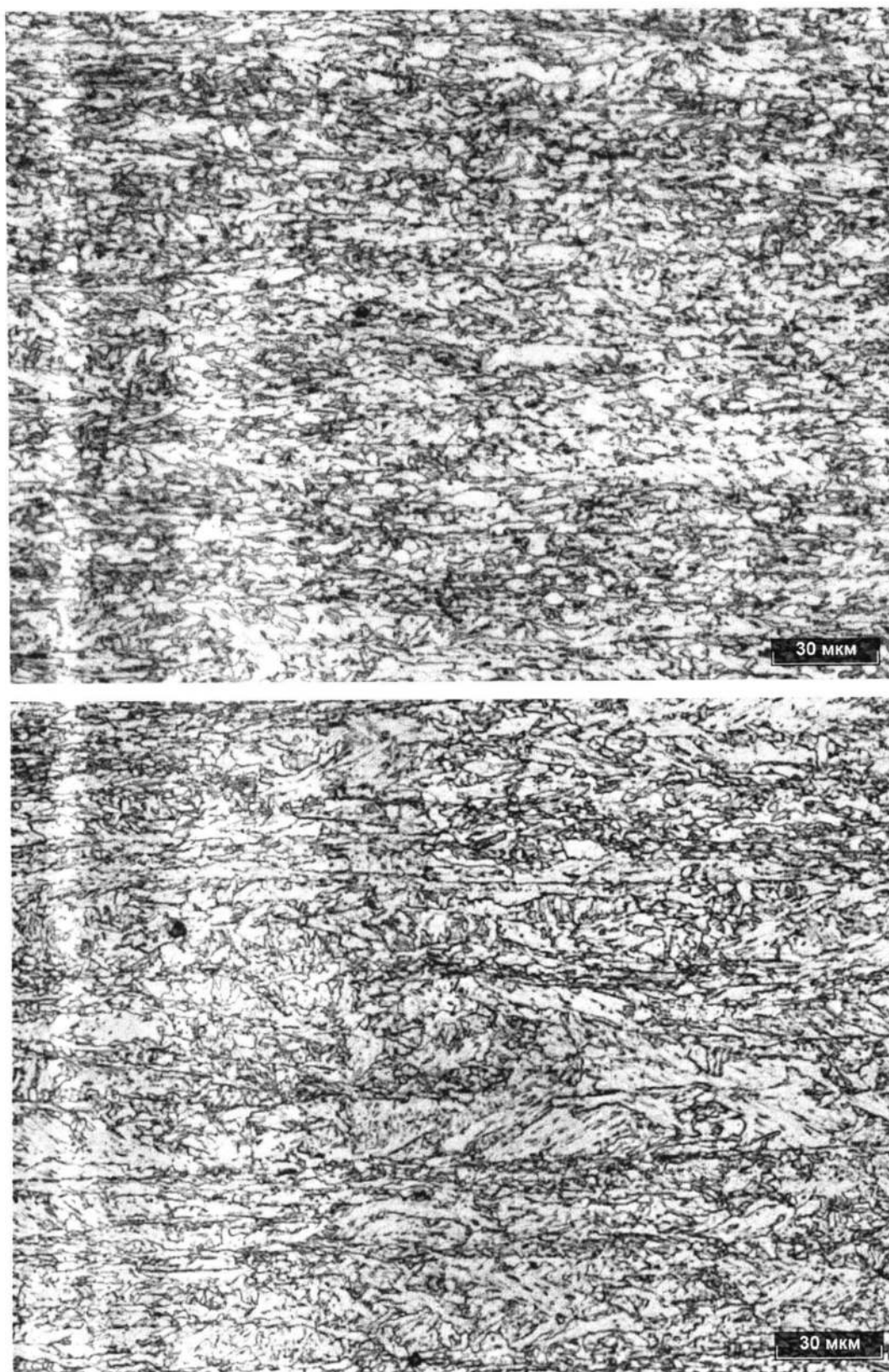
Результаты качественного и количественного фазового анализа исследуемых металлографических шлифов и параметров выявленных фаз представлены в таблице.

	Образец		
	1	2	3
Аустенит, %	0,30	0,09	1,25
Бейнитный феррит, %	48,39	44,57	43,06
Феррит, %	50,39	54,95	55,40
Цементит, %	0,92	0,38	0,29
Параметр решетки аустенита a , Å	3,61128 (5)	3,60871 (5)	3,60852 (7)
Дисперсность карбидов, нм	308	45	67
GOF	1,31	1,36	1,29

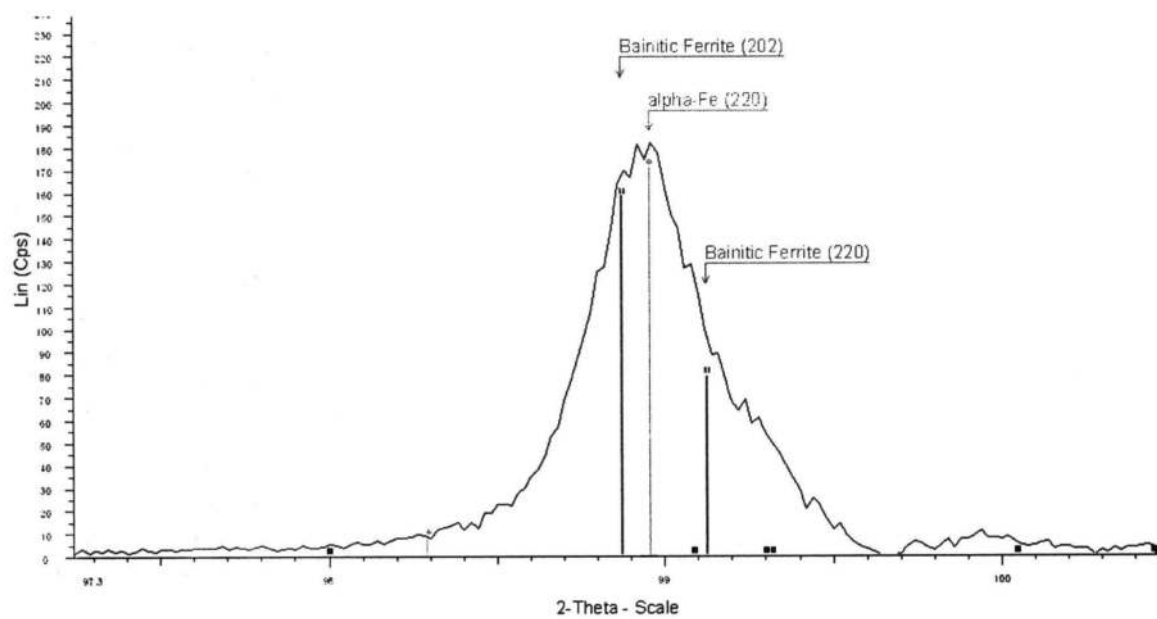
Таким образом, предлагаемый способ позволил установить качественный и количественный фазовый состав высокопрочных трубных сталей с определением соотношения феррита и бейнитного феррита.

Формула изобретения

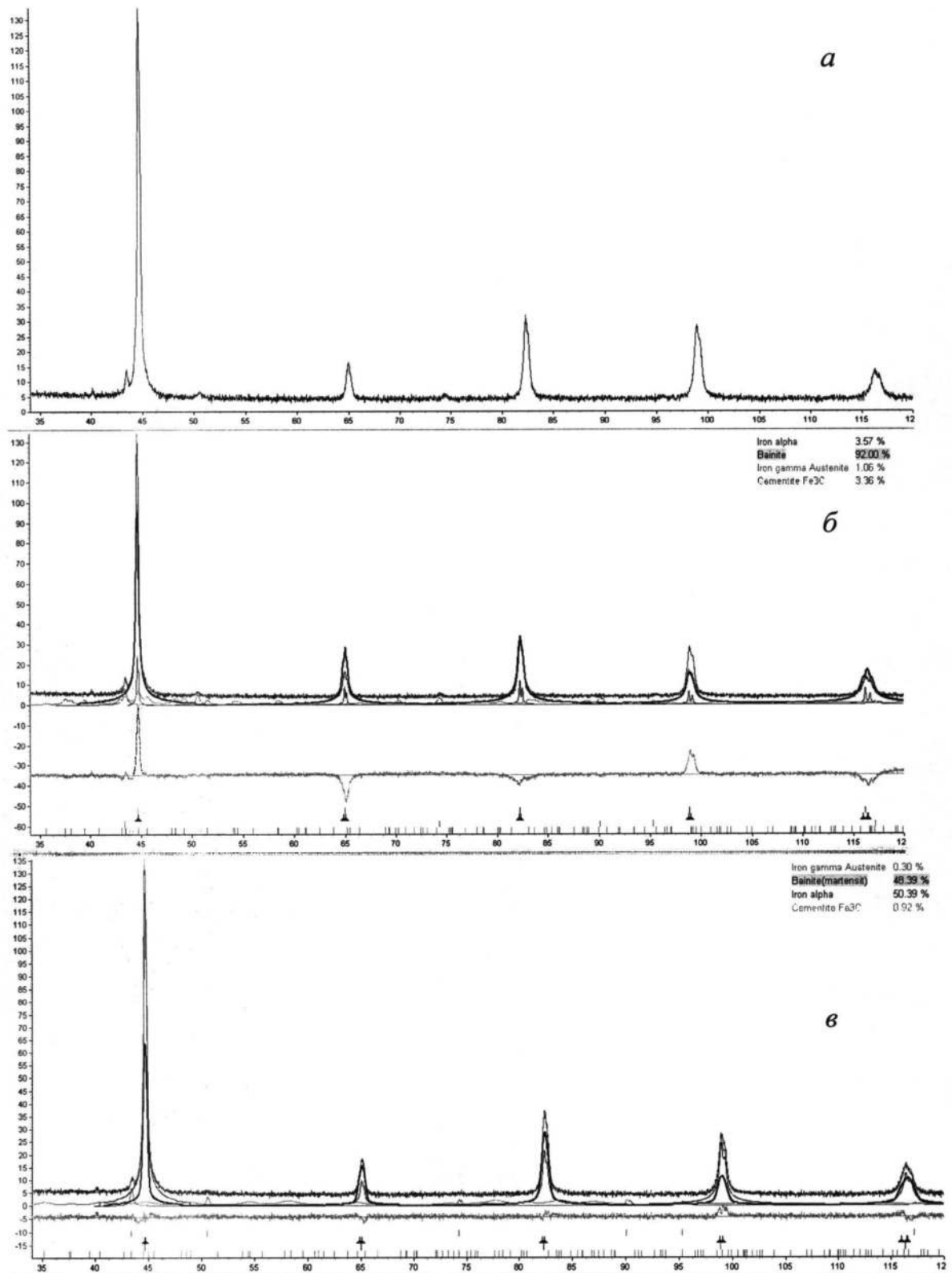
Способ определения фазового состава бейнитных сталей, заключающийся в получении рентгенодифракционного спектра с проведением качественного фазового анализа и количественного определения содержания фаз методом Ритвельда с учетом фактора сходимости GOF, отличающийся тем, что в качестве пробы выбирают бейнитную сталь в виде металлографического шлифа, на дифрактограмме выделяют рефлексy, принадлежащие альфа-фазе и разделяют их на компоненты - пики феррита и бейнитного феррита, задают степень тетрагональности решетки бейнитного феррита, рассчитывают и корректируют количественный и качественный фазовый состав.



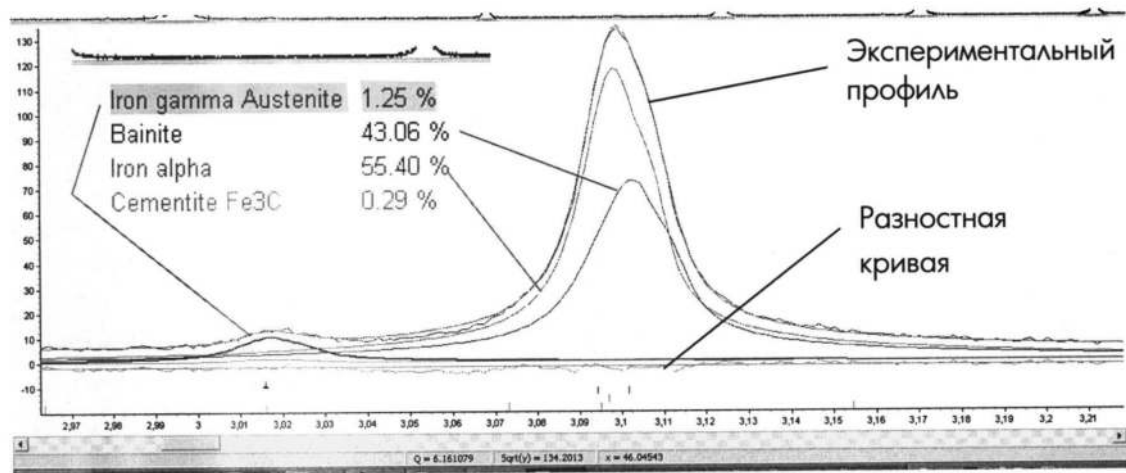
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5