

TADEUSZ ZBIGNIEW WOŹNIAK

Uniwersytet Kazimierza Wielkiego w Bydgoszczy

## EMISJA AKUSTYCZNA PODCZAS HARTOWANIA STALI Z PRZEMIANĄ IZOTERMICZNĄ

Badano zjawiska towarzyszące przemianie bainitycznej w zakresie przyspieszonego początku przemiany za pomocą metod akustycznych i mikroskopowych. Przyspieszenie przemiany wywołane jest tworzeniem midribów. Midrib jest cienkopłytkowym martenzytem izotermicznym, utworzonym wcześniej zanim nastąpi zarodkowanie bainitu dolnego. Wprawdzie całkowite zrozumienie natury midribu nie zostało osiągnięte, istnieje jednak pełna zgodność, że cienka płytką midribu jest pierwszym obszarem tworzącej się nowej wiązki bainitu dolnego. Kontrowersje w zakresie natury midribu nie zostały rozstrzygnięte, a badania nad nim są dalekie od rozwiązania końcowego. Do badań zastosowano materiał modelowy, stal węglową nadeutektoidalną o zawartości węgla 1,1%. Analizę efektów akustycznych przeprowadzono podczas hartowania z przemianą izotermiczną, przy temperaturach od 100°C do 150°C, tj. w zakresie tworzenia bainitu dolnego z midribem. W tym celu zbudowano specjalne stanowisko umożliwiające zarówno przeprowadzenie procesu hartowania, jak również jednoczesną rejestrację efektów akustycznych występujących w trakcie tego procesu. Do badań stosowano próbki okrągłe o średnicy 36 mm. Wykorzystano zestaw pomiarowy do rejestracji i analizy EA, zainstalowany w IPPT PAN. Za pomocą głowicy rejestrowano drgania o częstotliwości od 1 kHz do 1 MHz. Po uwzględnieniu technicznych możliwości całego toru obróbki sygnału, efektywne pasmo rejestrowanych częstotliwości sygnału EA wynosiło 10÷700 kHz. Stwierdzono, że midriby stanowią uprzywilejowane miejsca dla zarodkowania bainitu i są pierwszymi elementami tworzących się wiązek bainitu. Przeprowadzone eksperymenty wykazały, że obraz akustyczny jest wynikiem zmian strukturalnych zachodzących tylko na samym początku przemiany, w wyniku których tworzy midrib. Procesy zachodzące podczas tworzenia midribów generują sygnały o wyjątkowo dużej energii. Można uznać, że sygnały EA pozwalają na identyfikację specyficznych zjawisk wywołujących tzw. efekt swing back w kinetyce przemian fazowych.

Słowa kluczowe: emisja akustyczna, bainit, midrib, kinetyka

### 1. WSTĘP

Uzyskiwanie informacji za pomocą metod akustycznych jest szeroko praktykowane w badaniach własności i budowy materii oraz przyczynia się do poznawania zachodzących w niej procesów w skali makro-mikroskopowej [12, 15]. Termin emisja akustyczna (EA) przyjął się jednak powszechnie w inżynierii materiałowej. Emisję akustyczną definiuje się ogólnie jako zjawisko polegające na powstawaniu fal sprężystych wewnątrz lub na powierzchni ośrodka. Sygnał EA jest generowany w materiale w wyniku lokalnego wyzwolenia zmagazynowanej energii wewnętrznej. Na początku lat sześćdziesiątych termin emisja akustyczna zaczął być powszechnie używany. Nie jest on całkowicie ścisły, ponieważ dotyczy sygnałów w szerokim paśmie częstotliwości – od infradźwięków do

ultradźwięków w zakresie od 10 Hz do 50 MHz. Generacja sygnałów EA przez ruchy dyslokacji była przedmiotem badań w wielu laboratoriach na świecie [5, 7, 20]. Jest to nieniszcząca metoda badań, jak i narzędzie wyjaśnienia wielu zjawisk fizycznych.

Pewne przemiany fazowe materiałów wieloskładnikowych mogą przyczyniać się do wytwarzania EA. Przemiany fazowe zachodzące w wyniku powolnych, dyfuzyjnych przemieszczeń atomów nie wywołują większych efektów akustycznych. Przemiana martenzytyczna zachodząca w wyniku bezdyfuzyjnych przemieszczeń poślizgowych wiąże się ze znacznymi objawami EA [15].

Przy odpowiednio niskich wartościach temperatury podczas hartowania z przemianą izotermiczną może zachodzić równoczesny rozpad austenitu na dwa różne składniki strukturalne, zawierające bainit dolny z midribem (BDM) oraz typowy bainit dolny (BD) [25, 26]. Podczas tworzenia tych składników występują efekty EA. Zakres występowania BDM zmienia się w zależności od zawartości węgla w stali [13]. W ostatnich latach nastąpił istotny rozwój teorii J-M-A, który umożliwia jej zastosowanie do opisu przemiany bainitycznej [9]. Pierwsze próby rozdzielenia bainitu dolnego z midribem na dwa składniki mikrostrukturalne zostały dokonane przez T.Z. Woźniaka [23, 24]. Nie ma pełnej zgodności co do natury midribów, które są pierwszymi cienkimi płytkami martenzytu. Kontrowersje co do natury midribu w bainicie nie zostały rozstrzygnięte, a badania nad nim są dalekie od ostatecznego rozwiązania [13, 14, 19].

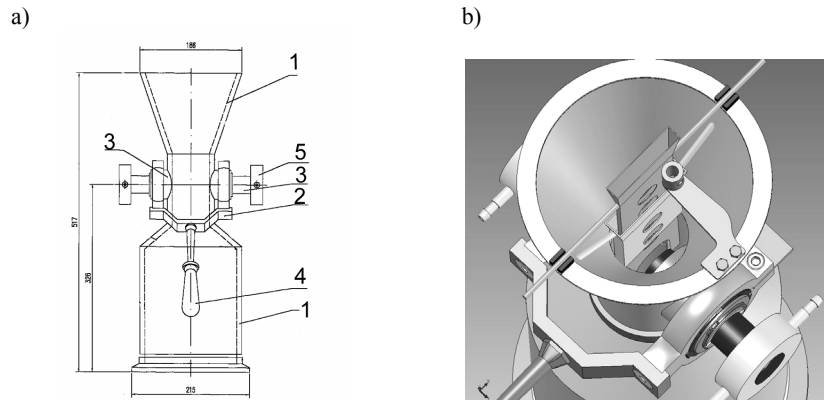
Bainit jest jednym z najbardziej interesujących obszarów badawczych w zakresie przemian fazowych [1, 2, 11]. Stale o takiej strukturze wykorzystywane są w przemyśle motoryzacyjnym, do budowy platform wydobywczych ropy naftowej, w stopach o dużej wytrzymałości w przemyśle obronnym, lotniczym, kosmicznym i budownictwie. Ponieważ pierwszy etap przemiany bainitycznej wywołany jest tworzeniem midribów, wykonano nowatorskie badania rozpadu austenitu bezpośrednio przy temperaturze przemiany z wykorzystaniem metody emisji akustycznej. Wykonano nałożenie krzywych pochodzących od efektów akustycznych na krzywe kinetyczne rozdzielone wcześniej przy zastosowaniu zmodyfikowanej teorii J-M-A [26] oraz badania morfologiczne mikrostruktur.

## 2. MATERIAŁ I METODY BADAŃ

Do badań zastosowano materiał modelowy, stal C105U (PN-EN ISO 4957:2004) o zawartości 1,1% C (mas.). Stal została dostarczona w postaci prętów walcowanych o przekroju prostokątnym 30 x 50 mm w stanie zmiękczonym z jednego wytopu. Badanie efektów akustycznych przeprowadzono w czasie hartowania z przemianą izotermiczną w zakresie temperatury 100÷160°C, tj. w zakresie tworzenia bainitu dolnego z midribem. W tym celu zbudowano specjalne stanowisko umożliwiające przeprowadzenie procesu hartowania z jednoczesną rejestracją efektów akustycznych występujących w trakcie tego procesu (rys. 1). Pomiar temperatury odbywał się za pomocą termoelementu NiCr-Ni umieszczonego przy próbce.

Do badań stosowano próbki okrągłe o średnicy 36 mm i grubości 2 mm. Podczas konstruowania stanowiska uwzględniono efekt zależności wielkości energii sygnału EA od miejsca generacji sygnału [16]. Do końca jednego z trzypięni przymocowano sensor akustyczny, który następnie podłączono do analizatora. Wielkość całego urządzenia tak wyliczono, aby maksymalny przyrost temperatury oleju w trakcie oziębienia próbki z temperatury 950°C nie przekraczał 1°C. Powstające fale sprężyste, docierające

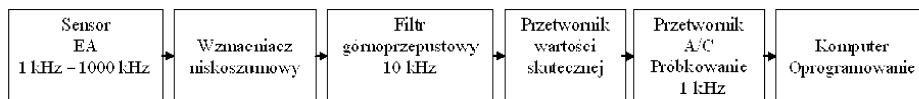
od powierzchni próbki do powierzchni czołowych trzpieni są zamieniane za pomocą przetwornika piezoelektrycznego na sygnał elektryczny.



Rys. 1. a) schemat specjalnego stanowiska badawczego do hartowania z przemianą izotermiczną w oleju, umożliwiającego rejestrację efektów akustycznych podczas rozpadu austenitu przy temperaturze przemiany, 1 – elementy budowy korpusu i podstawy, 2÷4 – łącznik trzpieni przesuwnych z układem dźwigniowym, 5 – układ chłodzenia, b) widok stanowiska badawczego od góry przedstawiający mechanizm transportujący próbki do ruchomych trzpieni, po wrzuceniu ich do oleju

Do analizy EA konieczny jest pomiar amplitudy i czasu trwania impulsów od kilku mikrosekund do dziesiątych części sekundy. Do badań wykorzystano zestaw pomiarowy do rejestracji i analizy EA, zainstalowany w IPPT PAN, którego schemat przedstawiono na rysunku 2.

#### Konfiguracja z zapisem wartości skutecznej



Rys. 2. Schemat blokowy aparatury pomiarowej z zapisem wartości skutecznej sygnału

Jest on przystosowany do współpracy z komputerem pracującym w środowisku MS Windows XP. Składa się on z następujących elementów: szerokopasmowego sensora emisji akustycznej typu WD-50, prod. Physical Acoustics Corp., jednokanałowego analizatora emisji akustycznej o paśmie przenoszenia 1-1000 kHz z oprogramowaniem, wbudowanym układem filtrów aktywnych i wyjściem przetwornika wartości skutecznej, karty Adlink 9112 oraz National Instruments, oprogramowania do zbierania danych, ich zapisu i analizy.

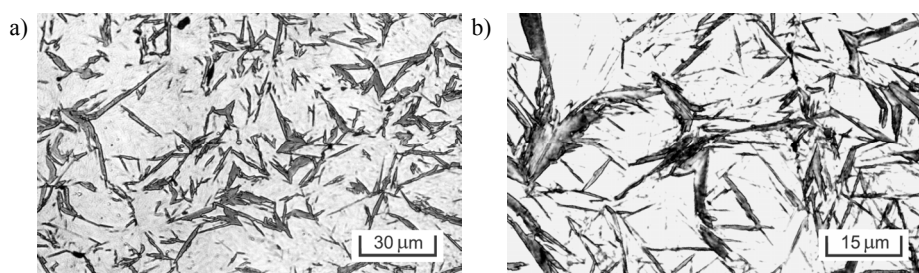
Obróbkę sygnałów odbieranych przez sensor piezoelektryczny wykonano za pomocą analizatora. Po uwzględnieniu technicznych możliwości całego toru obróbki sygnału, efektywne pasmo rejestrowanych częstotliwości sygnału EA wynosi 10÷700 kHz [16]. Częstotliwość próbkowania kart wynosiła 1 kHz, 2 MHz oraz 5 MHz. Sygnał zarejestrowany za pomocą aparatury opisanej powyżej miał postać pliku binarnego z rozszerzeniem dat. Wstępne próby nasłuchu EA na próbkach ze stali 1 H18N9T (PN-EN 10088-1:2005 (U)), pozwoliły ustalić prawidłowe parametry pracy układu.

W celu wykonania krzywych kinetycznych rozpadu austenitu, podczas hartowania z przemianą izotermiczną przy temperaturze w zakresie zbliżonym do  $M_s$ , przeprowadzono badania dylatometryczne oraz uzupełniające w zakresie analizy ilościowej udziału bainitu oraz austenitu szczytkowego. Badania dylatometryczne wykonano na dylatometrze Adamel Lhomargy 04 przy powiększeniach wynoszących 1000x i 2000x. W zależności od stopnia przemiany bainitycznej stosowano bazy czasowe od  $2 \text{ s}\cdot\text{cm}^{-1}$  do  $20 \text{ min}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Do badań stosowano próbki płaskie o wymiarach  $12 \times 3 \times 0,5 \text{ mm}$ . Austenitowanie próbek dylatometrycznych przeprowadzono w piecu wolframowym dylatometru przy temperaturze  $950^\circ\text{C}$  przez 1800 s z dokładnością rejestracji  $5^\circ\text{C}$ . Próbki nagrzewano z szybkością  $10^\circ\text{C s}^{-1}$ . Hartowanie z przemianą izotermiczną przeprowadzono w zakresie temperatury  $130\div 160^\circ\text{C}$ . Czas wytrzymywania przy temperaturze przemiany izotermicznej uzależniony był od temperatury badania.

Badania mikrostruktury przeprowadzono na środkowych obszarach zglądów wykonanych z płaskich próbek dylatometrycznych oraz z próbek z badań EA. Analizę ilościową stosowano do zdjęć metalograficznych tych próbek dylatometrycznych, w których po przerwaniu hartowania z przemianą izotermiczną wystąpiła przemiana martenzytyczna. Do określenia udziałów objętościowych bainitu zastosowano mikrokomputerowy analizator mikrostruktury VFG-512. W próbkach, w których przemiana bainityczna była bliska zakończenia, pomiary zawartości austenitu szczytkowego wykonywano na wadze magnetycznej. Zglądy trawiono odczynnikami zwanymi pod nazwą Vilell [18]. Zdjęcia mikrostruktur wykonano na mikroskopie Neophot 2 przy powiększeniach 500x i 1000x.

### 3. WYNIKI BADAŃ

Badania dylatometryczne oraz wyniki badań uzupełniających umożliwiły wykonanie krzywych kinetycznych rozpadu austenitu podczas hartowania z przemianą izotermiczną. W czasie pierwszego etapu rozpadu austenitu powstaje bainit dolny z midribem BDM, a w czasie drugiego etapu typowy bainit dolny DB. Dwustopniowość przemiany zidentyfikowano także za pomocą badań kinetycznych [22, 23]. Biorąc pod uwagę wyniki uzyskane z rozwiązania równań, przedstawione przez T.Z. Woźniaka [25, 26], analizę mikrostrukturalną przeprowadzono przy czasach, w których nie występuje jeszcze drugi etap przemiany (rys. 3). Przy małych stopniach przemiany zaobserwowano na obrazach mikrostruktur bainit o kształcie motyla.

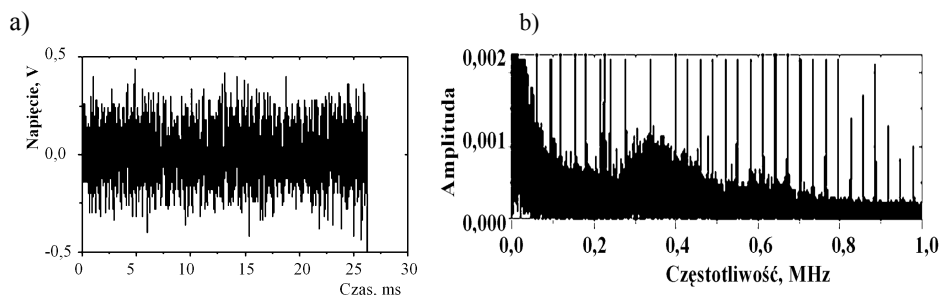


Rys. 3. Mikrostruktura po hartowaniu z przemianą izotermiczną w pierwszym etapie przemiany przy temperaturze  $160^\circ\text{C}$  i trawieniu odczynnikami Vilella: a) czas wytrzymywania 864 s, udział objętościowy bainitu 24%, b) substruktura bainitu, czas wytrzymywania 15,3 ks, udział objętościowy bainitu 48%

Przy krótszych czasach przemiany, na niektórych płytkach, które posiadają odpowiednią orientację krystalograficzną, można zauważyć ciemne linie wzdłuż płytek bainitu o kształcie motyla (rysunek 3a). Stanowią one midriby, których wpływ determinuje cały pierwszy etap przemiany. Takie charakterystyczne efekty w strukturze bainitu zaobserwowane zostały wielokrotnie [21, 24, 27]. Charakterystyczne elementy strukturalne o kształcie motyla najłatwiej zidentyfikować po hartowaniu z przemianą izotermiczną w zakresie temperatury wytrzymywania w kąpeli chłodzącej 130÷160°C (rys. 3b). Kształt płytek najbardziej zbliżony do motyla występuje po hartowaniu z przemianą izotermiczną przy temperaturze 160°C.

Tworzenie bainitu o kształcie motyla jest poprzedzone utworzeniem dwóch przecinających się lub skreconych midribów, które są martenzytem cienkopłytkowym [6]. Przy niższej temperaturze przemiany, w szerokim zakresie czasu jej trwania, obserwuje się tylko pierwszy etap przemiany. Jest on zdominowany przez składniki strukturalne charakterystyczne dla morfologii w postaci motyla. Obserwacje mikrostrukturalne potwierdzają występowanie w zakresie BDM zjawiska autokatalizy charakterystycznego dla przemiany typu martenzytycznego. Całe serie takich płytek wykazują charakterystyczny kształt choinki, co ilustruje rysunek 3b.

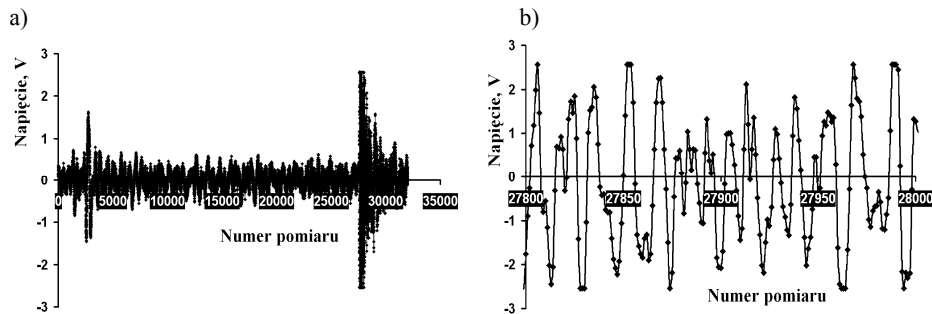
Na podstawie wcześniej przeprowadzonych analiz kinetycznych dobrano parametry obróbki cieplnej do równoczesnej rejestracji efektów akustycznych [24, 26]. Podczas realizacji zasadniczych badań wykonano rejestrację efektów akustycznych w czasie przemiany fazowej powyżej temperatury  $M_S$  oraz analizę Fouriera, co przedstawiono na rysunkach 4 oraz 5.



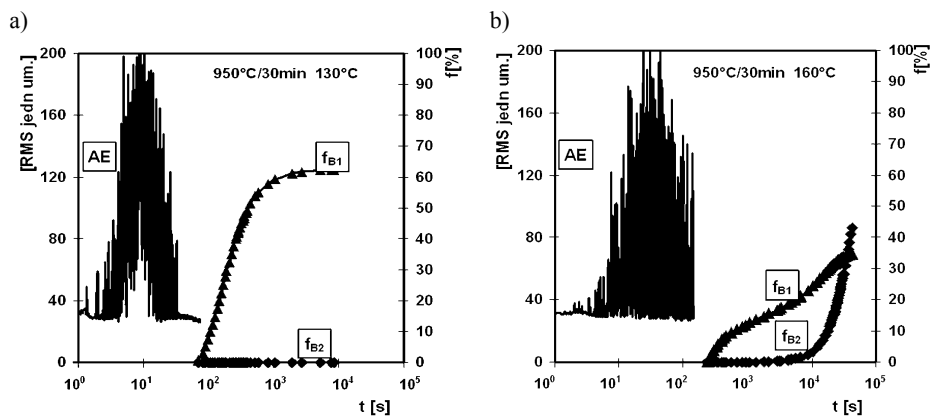
Rys. 4. Sygnał emisji akustycznej przy częstotliwości próbkowania 5 MHz podczas przemiany bainitycznej przy temperaturze 130°C: a) wykres amplitudowo-czasowy, b) charakterystyka widmowa sygnału (przekształcenie Fouriera)

Analiza fourierowska pozwoliła zorientować się w rozkładzie częstotliwości dominujących w badanym sygnale. Zastosowanie technik komputerowych umożliwiło analizę fragmentów sygnału przy częstotliwościach próbkowania 2 MHz oraz 5 MHz.

Powyżej temperatury  $M_S$  (116,6°C) nie zachodzi jeszcze zauważalna przemiana martenzytyczna. Występują jednak bardzo intensywne efekty akustyczne. Są one tym większe, im temperatura, przy której zachodzi przemiana jest bliższa temperaturze  $M_S$  (rys. 6). Przy temperaturze 160°C widmo emisji jest mniej intensywne, a natężenia dźwięków chwilowo spadają nawet do poziomu tła (rys. 6c). Odebrany sygnał EA jest zniekształcony przez tłumienie ośrodka i wielokrotne odbicie od granic materiału. Zastosowanie techniki komputerowej znacznie zwiększyło dokładność pomiarów i pozwoliło na wszechstronną analizę wybranych parametrów sygnałów EA [12, 17].



Rys. 5. Sygnał emisji akustycznej z charakterystycznymi wybuchami przy częstotliwości próbkowania 2 MHz w czasie przemiany bainitycznej przy temperaturze 130°C: a) wykres amplitudowo czasowy przez okres czasu 16 ms, b) fragment sygnału w czasie 0,1 ms w zakresie wybuchu pomiędzy numerami pomiarów 27800 a 28000



Rys. 6. Widmo emisji akustycznej, oznaczone przez AE, nałożone na krzywe kinetyczne z modelu [26] dla składników strukturalnych B1 i B2, w czasie hartowania z przemianą izotermiczną powyżej  $M_S$  przy różnych wartościach temperatury: a) 130°C, b) 160°C

#### 4. INTERPRETACJA WYNIKÓW EMISJI AKUSTYCZNEJ

Gdy temperatura izotermicznej przemiany zbliża się do temperatury startu martenzytu  $M_S$  (116,6°C), występuje nagły wzrost prędkości przemiany. Jest to spowodowane utworzeniem płytek midribów we wczesnym etapie rozpadu austenitu. Stwierdzono, że efekty akustyczne w trakcie tworzenia się midribów są wielokrotnie większe niż podczas formowania dalszych wiązek bainitu. Zarówno wzrost midribów jak i drobnych subpłytek w wiązkach powodują odkształcenie sąsiadującego obszaru osnowy. Jednak bardziej intensywne efekty od midribów są spowodowane prawdopodobnie dużą prędkością ich wzrostu oraz hamowaniem ruchu dyslokacji.

Generacja impulsów EA zachodzi wówczas, gdy występują duże opóźnienia lub przyspieszenia oraz duże prędkości ruchu dyslokacji. Droga hamowania dyslokacji wzrasta proporcjonalnie do ich prędkości. Natomiast energia kinetyczna wzrasta propor-

cjonalnie do kwadratu prędkości [15]. Częstość emitowania impulsów akustycznych jest wprost proporcjonalna do częstości inicjacji ruchów dyslokacji, a amplituda proporcjonalna do energii kinetycznej rozpraszanej wskutek hamowania dyslokacji, tzn. do ich prędkości i długości drogi hamowania. Z charakterystyki widmowej sygnału otrzymanej za pomocą przekształcenia Fouriera wynika, że częstotliwość impulsów emisji akustycznej mieści się w przedziale  $0,2 \div 0,8$  MHz, co przedstawiono na rysunku 4b. Na podstawie analizy poszczególnych fragmentów sygnału można stwierdzić, że wyraźne wybuchy emisji nie dostarczają sygnałów w wyższym paśmie częstotliwości, (rys. 5b). Oznacza to, że wybuchy emisji akustycznej wynikają z przypadkowej kumulacji energii kinetycznej, a wybuchy mniej intensywne występują w całym zakresie badanego sygnału.

Poszczególne płytki martenzytu nowej fazy tworzą się w czasie zaledwie  $10^{-8} \div 10^{-6}$  s. Wywołują one gwałtowne lokalne odkształcenia z przekroczeniem granicy plastyczności i uruchamiają źródła nowych dyslokacji. Oprócz tego, płytki martenzytu mogą ulegać bliźniakowaniu, co jest dodatkowym źródłem EA. Silnie zlokalizowane procesy podczas przemiany fazowej prowadzą w ostatecznym efekcie do znacznego ścinania i odkształceń dylatacyjnych, co stanowi główne źródło EA [15].

Dzięki energii kinetycznej i siłom bezwładności dyslokacja poruszająca się z dużą prędkością może pokonywać przeszkody, których nie byłaby w stanie przebyć mając mniejszą prędkość. Każdy kontakt z przeszkodą przyczynia się do powstania znacznych opóźnień i przyspieszeń oraz odpowiednich fluktuacji prędkości, co pociąga za sobą generację EA. W przypadku napotykania przeszkód, których dyslokacja w ogóle nie może pokonać (np. granice ziaren, granice faz itp.), droga hamowania jest szczególnie krótka i wtedy amplituda generowanych fal sprężystych jest odpowiednio większa. Zatrzymywanie się dyslokacji przy granicy ziarna przyczynia się do utworzenia i ruchu nowych dyslokacji w sąsiednim ziarnie.

Siła bezwładności dyslokacji  $M(dv/dt)$  wraz z siłą oporu  $Bv$  równoważy siłę napędową  $b(\sigma - r)$ . Rozwiązanie równania ruchu dyslokacji względem  $v$  ma postać opisaną wyrażeniem (1):

$$v(t) = \frac{b(\sigma - r)}{B} * \left[ 1 - \exp\left(-\frac{B}{M}t\right) \right] \quad (1)$$

gdzie:

- $M$  – masa dyslokacji,
- $v$  – prędkość dyslokacji,
- $t$  – czas,
- $B$  – współczynnik oporu poślizgu (oporu lepkości),
- $b$  – wektor Burgersa,
- $\sigma$  – naprężenia zewnętrzne,
- $r$  – naprężenie oporu dyslokacji na przeszkodach.

W chwili przyłożenia naprężenia ( $t = 0$ ) prędkość jest zerowa, a następnie wzrasta w tempie zależnym od wartości współczynnika przyspieszenia  $B/M$ , tzn. od stosunku współczynnika oporu do masy dyslokacji. Dynamiczne oddziaływanie między siłami bezwładności a siłami oporu zaczyna występować wtedy, gdy siła napędowa dyslokacji gwałtownie zmniejsza się, tzn. kiedy np. naprężenie zewnętrzne  $\sigma$  nagle zmniejsza się lub naprężenie  $r$  wzrośnie, gdy dyslokacja natrafi na znaczny opór zbliżając się do przeszkody. Energia kinetyczna zostaje wtedy rozproszona, w zasadzie przedtem nim dys-

lokacja zatrzyma się. Opór poślizgu dyslokacji wzdłuż linii, podczas ruchu dyslokacji ulega znacznym wahaniom. Fakt ten, powoduje występowanie w ruchu dyslokacji lokalnych przyspieszeń i opóźnień oraz wynikających stąd sił bezwładności. Siły te przyczyniają się do pokonywania przeszkód i generowania fal sprężystych. Zmiany prędkości dyslokacji zachodzą w bardzo krótkich przedziałach czasu, ponieważ stała czasowa równania ruchu  $t_c$  jest mała,  $t_c = 10^{-11} \div 10^{-10}$  s. Jeżeli dyslokacja porusza się z prędkością  $v_0$ , a siła napędowa  $b(\sigma - r)$  nagle zmniejsza się do zera, to dyslokacja zatrzyma się po przebyciu drogi hamowania opisanej równaniem (2):

$$y_{ham} = v_0 * t_c = v_0 \frac{M}{B} \quad (2)$$

W temperaturze pokojowej zazwyczaj spełniona jest zależność:

$$\frac{M}{B} = \frac{100b}{v_s} \quad (3)$$

gdzie:

$v_s$  – prędkość dźwięku.

A zatem po podstawieniu wyrażenia (3) do równania (2) otrzymano ostatecznie równanie określające drogę hamowania ( $y_{ham}$ ) dyslokacji:

$$y_{ham} = \frac{100bv_0}{v_s} \quad (4)$$

W przypadku, gdy prędkość ruchu dyslokacji  $v_0 = (0,1 \div 0,5)v_s$  ( $v_s$  – prędkość dźwięku w ośrodku), droga hamowania jest rzędu kilkudziesięciu parametrów sieci [15]. Przy prędkości ruchu dyslokacji  $v_0 \approx 0,01 v_s$  długość drogi hamowania jest tylko rzędu parametru sieci.

Zarodkowanie zarówno midribów wewnątrz ziaren, jak i subpłytek bainitu na granicach międzyfazowych zachodzi w wyniku samoistnej dysocjacji defektów dyslokacyjnych, które są obecne w fazie macierzystej. Procesy dysocjacji prowadzą do utworzenia nowej struktury krystalicznej. Dyslokacje podlegają poślizgom, dlatego taki mechanizm zarodkowania nie wymaga dyfuzji. Jedyną barierą zarodkowania jest opór poślizgu dyslokacji. Płytką wzrasta tylko do bardzo ograniczonego rozmiaru, a jej wzrost zostaje zatrzymany przez odkształcenie plastyczne wewnątrz austenitu. Prędkość wydłużania subpłytki bainitu wynosi tylko ok.  $75 \mu\text{m s}^{-1}$ , podczas gdy dla martenzytu wynosi  $10^6 \mu\text{m s}^{-1}$ . Powoduje to, że poziom efektów akustycznych pochodzących od wzrostu subpłytek bainitu jest znacznie niższy.

Nałożenie widma emisji akustycznej na krzywe kinetyczne rozpadu austenitu na rysunku 5 potwierdza, że w okresie inkubacji przemiany bainitycznej zachodzi intensywny proces tworzenia midribów. Zarodkowanie midribów jest związane także z etapem przygotowania przemiany. Polega on na wytworzeniu w austenicie fluktuacji stężenia węgla [3, 4]. Stwierdzono to w badaniach przebiegu przemian fazowych bezpośrednio przy różnych wartościach temperatury, metodą rentgenografii wysokotemperaturowej. W badaniach stali maraging ujawniono również strukturę modulowaną zawierającą także sprężyste odkształcone strefy zubożone i wzbogacone w węgiel [8, 10].



## 5. PODSUMOWANIE

1. W zakresie temperatury zbliżonym do  $M_s$  występuje przyśpieszony początek przemiany bainitycznej. Identyfikację tego zjawiska ułatwia zastosowana w pracy nowatorska metoda badań rozpadu austenitu z wykorzystaniem emisji akustycznej bezpośrednio przy temperaturze przemian. Tworzenie pierwszych produktów rozpadu austenitu zachodzi na midribach. Zaobserwowane efekty emisji akustycznej wywołane są przemianą martenzytyczną zarodków w midriby w austenicie metastabilnym. Zachodzące procesy podczas tworzenia midribów generują sygnały o wyjątkowo dużej energii.
2. Charakterystyki widma emisji akustycznej świadczą o tworzeniu się centrów wzbogaconych i zubożonych w węgiel w austenicie metastabilnym, które determinują tworzenie midribów. Otrzymane wyniki pozostają w zgodności z osiągnięciami naukowymi Z. Bojarskiego i T. Bolda dotyczącymi przemiany bainitycznej, opartej na metodzie rentgenografii wysokotemperaturowej.
3. Na obrazach mikrostrukturalnych po hartowaniu, w niższym zakresie temperatury przemiany, w obszarze przyspieszonego jej początku, zaznaczają się wyraźnie tworzące się wcześniej ciemniejsze płytki. Te składniki mikrostrukturalne utworzone są w wyniku zarodkowania bainitu na midribach i tworzą morfologię w postaci motyla. Mechanizm tworzenia bainitu dolnego z midribem jest dotychczas w niewielkim stopniu poznany.
4. Wyniki analizy sygnału EA wskazały na celowość podjętych działań. Przy bliższym rozpoznaniu charakterystyki widmowej rejestrowanych sygnałów w przyszłości możliwa będzie dokładniejsza identyfikacja zjawisk występujących podczas rozpadu austenitu metastabilnego w innych materiałach oraz charakterystyka centrów wzbogaconych i zubożonych w węgiel determinujących kinetykę przemian fazowych.

## LITERATURA

- [1] Barbacki A., Mikołajski E., Wachowiak A., 1994. O wpływie krzemu na strukturę i właściwości mechaniczne średniowęglowych stali po hartowaniu bainitycznym. *Inżynieria Materiałowa* 2, 33-36.
- [2] Bhadeshia H.K.D.H., 1989. *Production and Metallurgy of Advanced Bainitic Steels*. Steel Technology International, 289-294.
- [3] Bojarski Z., Böld T., 1973. Struktura i własności bainitu bezwęglowego. *Archiwum Hutnictwa* 18, 365-405.
- [4] Bojarski Z., Böld T., 1974. Structure and Properties of Carbide Free Bainite. *Acta Metallurgica* 22, 1223-1234.
- [5] Frederick R., Felbeck D.C., 1972. Dislocation motion as a source of acoustic emission. *Acoustic Emission, ASTM STP-505*, 129-139.
- [6] Gong H., Gu N.J., 1988. The Compound Formation of Butterfly Martensite. *Metallography* 21, 1-10.

- [7] James D.R., Carpenter S.H., 1971. Relationship between Acoustic Emission and Dislocation Kinetics in Crystalline Solids. *Journal of Applied Phys.* 42(12), 4685-4697.
- [8] Jeleńkowski J., 1994. Microstructure and Fracture Toughness of N26MT2Nb Steel after Selected Heat Treatments. *Materials Science and Technology* 10, 1073-81.
- [9] Jones S.J., Bhadeshia H.K.D.H., 1997. Kinetics of the Simultaneous Decomposition of Austenite into Several Transformation Products. *Acta Materialia* 45, 2911-2920.
- [10] Kozubowski J., 1975. *Metody transmisyjnej mikroskopii elektronowej*. Wydawnictwo „Śląsk” Katowice.
- [11] Lis A.K., 1998. *Podstawy kształtowania wysokiej odporności na pękanie ultraniskowęglowych stali bainitycznych*. Rozprawa habilitacyjna, Politech. Częstochowska, Wydział Metalurgii i Inżynierii Materiałowej.
- [12] Malecki I., Ranachowski J., 1994. *Emisja Akustyczna. Źródła Metody Zastosowania*. Wyd. Pascal Warszawa.
- [13] Oka M., Okamoto H., 1988. Swing Back in Kinetics Near  $M_s$  in Hypereutectoid Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A* 19A, 447-453.
- [14] Okamoto H., Oka M., 1986. Lower Bainite with Midrib in Hypereutectoid Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A* 17A, 1113-1120.
- [15] Ranachowski J., 1991. *Problemy Współczesnej Akustyki*. [W:] *Metody akustyczne w badaniach metali*. S. Pilecki, IPPT PAN Warszawa.
- [16] Ranachowski Z., 1994. Comparison of Descriptors Based on Statistical Signal Processing to Characterize Acoustic Emission Signals. *Bull. of the Polish Academy of Sciences* 42 (2) 241-246.
- [17] Ranachowski Z., 1996. *Pomiary i Analiza Sygnału Emisji Akustycznej*. Praca habilitacyjna, IPPT PAN Warszawa.
- [18] Shui C.K., Reynolds Jr W.T., Shiflet G.J., Aaronson H.I., 1988. A Comparison of Etchants for Microstructures in Fe-C-Mo Alloys. *Metallography* 21, 91-102.
- [19] Spanos G., Fang H.S., Aaronson H.I., 1990. A Mechanism for the Formation of Lower Bainite. *Metallurgical and Materials Transactions A* 21A, 1381-1390.
- [20] Stephens R.W.B., Pollock A.A., 1971. Waveforms and Frequency Spectra of Acoustic Emissions. *Journal of the Acoustical Society of America* 50(3), 904-910.
- [21] Woźniak T.Z., Jeleńkowski J., 1997. Morfologia bainitu dolnego w zakresie przyspieszonej przemiany bainitycznej. [W:] *Mat. Konf. Dobór i Eksploatacja Materiałów Inżynierskich*, Politechnika Gdańska, Jurata 22-25 września, 207-215.
- [22] Woźniak T.Z., 1999. Zmiany szybkości przemiany bainitycznej w stali wysokowęglowej w zakresie zbliżonym do  $M_s$ . [W:] *Mat. Konf. II Ogólnopolska Konferencja Naukowa*, Politechnika Krakowska, Kraków, t. III, 171-177.
- [23] Woźniak T.Z., 2002. Modele kinetyczne przemian fazowych. *Zesz. Nauk. ATR w Bydgoszczy, Mechanika* 53, 291-299.
- [24] Woźniak T.Z., 2002. Kinetyka i morfologia produktu przemiany bainitycznej w obszarze zbliżonym do  $M_s$ . *Archiwum Nauki o Materiałach* 23, PAN Katowice, 351-374.

- [25] Woźniak T.Z., 2004. Modelowanie kinetyki równoczesnego rozpadu austenitu na dwa produkty. Zesz. Nauk. ATR w Bydgoszczy, Mechanika 55, 315-329.
- [26] Woźniak T.Z., 2005. Modeling Kinetics of the Austenite Simultaneous Decomposition into Two Bainitic Products in the Range of Swing Back. Materials Science and Engineering A 408(1-2), 309-316.
- [27] Woźniak T.Z., 2006. Analiza strukturalna produktów przemiany bainitycznej w zakresie podwójnego rozpadu austenitu. Inżynieria Materiałowa 2, 53-59.

## ACOUSTIC EMISSION IN STEEL DURING AUSTEMPERING

### Summary

Phenomena accompanying bainitic transformation in the range of swing back were investigated by using acoustic methods and microscope analyses. It is induced by forming midribs. Midrib is a thin-plate isothermal martensite formed before the lower bainite nucleation. Even though the nature of midrib is still not fully understood, it is agreed that a thin plate of midrib is the first area of a new sheaf. Controversies concerning the nature of the midrib have not been settled yet and the studies on it are far from final solution.

In the research, a model material of hypereutectoid carbon steel of 1.1 pct was used. The tests on acoustic effects were carried out during austempering at temperatures from 100°C to 150°C, i.e. in the range of the lower bainite with a midrib formation. For this purpose, a special stand was made to carry out austempering with recording acoustic effects that occur during the process. The research was carried out on cylindrical specimens 36 mm in diameter. In our studies, in order to record and analyse EA, we used an experimental set-up installed at IPPT PAN. The head responded to the wide-band frequency waves and practically recorded vibrations of frequency from 1 kHz to 1 MHz. Considering technical possibilities of the whole path of the signal treatment, the effective band of the recorded acoustic signal frequencies was 10÷700 kHz.

Midribs are the first elements of the formed sheaves of bainite and privileged sites for bainite nucleation. The experiments revealed that the obtained acoustic image is a result of structural transformations taking place just at the start of transformation, when thin-plate martensite, i.e. the midrib, is formed. The processes running during the formation of midribs generate signals of extremely high energy. You can recognize that acoustic signals permit the identification of specific events, inducing the so called effect of swing back in the kinetics. It is a result of midrib formation preceding proper bainitic transformation.

Key words: acoustic emission, bainite, midrib, kinetics