

Instytut Podstawowych Problemów Techniki

Polskiej Akademii Nauk



Rozprawa doktorska

Badanie przemian fazowych w stalach w czasie hartowania przy zastosowaniu emisji akustycznej wspomagane metodą sieci neuronowych

mgr inż. Małgorzata Łazarska

Promotor: dr hab. Zbigniew Ranachowski, IPPT PAN

Promotor pomocniczy: dr Ziemowit Klimonda, IPPT PAN

Warszawa, 2021

PODZIĘKOWANIE

Pragnę wyrazić serdeczne podziękowania:

- dr. hab. Zbigniewowi Ranachowskiemu, IPPT PAN
za cenne uwagi w trakcie realizacji pracy, dużą pomoc i życzliwość.
- dr. hab. Tadeuszowi Woźniakowi, UKW
za pomoc w zakresie badań i owocne dyskusje naukowe.

Streszczenie

Dynamiczny rozwój techniki wymusza poszukiwania nowych, bardziej wydajnych i bezpiecznych technologii, również w odniesieniu do wyrobów ze stali. Właściwy dobór metod obróbki cieplnej ma fundamentalny wpływ na optymalne wykorzystanie stalowych elementów konstrukcyjnych. Obecny rynek wywiera nacisk na dokładną analizę i kontrolę stanu materiałów, będących przedmiotem procesów projektowania i wykonywania urządzeń. Znajomość zjawisk zachodzących w czasie obróbki cieplnej jest podstawowym warunkiem wytworzenia produktów o odpowiednich właściwościach użytkowych. Dlatego poszukuje się metod badawczych umożliwiających śledzenie kinetyki przemian fazowych w stalach podczas ich hartowania.

Współcześnie znane są różne metody badań nieniszczących materiałów. Wśród nich bardzo ważne miejsce zajmuje metoda emisji akustycznej. Zastosowanie tej techniki badawczej umożliwia śledzenie nie tylko procesów pękania i powstawania uszkodzeń, ale także badanie zjawisk występujących w czasie obróbki cieplnej stali.

Zastosowanie metody emisji akustycznej w połączeniu z sztuczną siecią neuronową w niniejszej rozprawie umożliwiło analizę i identyfikację przemian fazowych występujących w stalach podczas hartowania izotermicznego. Zastosowanie sztucznej sieci neuronowej do identyfikacji zjawisk było nowym podejściem do badań. Przeprowadzone eksperymenty wykazały, że obraz akustyczny był wynikiem zmian strukturalnych zachodzących podczas hartowania stali.

Badania realizowano na stali łożyskowej 100CrMnSi6-4, oraz narzędziowej C105U. Stal poddano hartowaniu z przemianą izotermiczną. Zakres temperatur hartowania mieścił się w zakresie od 100°C do 180°C. Otrzymane wyniki w formie sygnału emisji akustycznej poddano analizie. Na jej podstawie zaobserwowano, że w procesie hartowania izotermicznego stali w zastosowanych temperaturach występują złożone przemiany austenitu w martenzyt i bainit. Ponadto stwierdzono, że użyte metody badawcze umożliwiły identyfikację składowych sygnału pochodzących od przemiany fazowej powodującej tworzenie martenzytu cienkopłytkowego – midribu. Uważa się, że badania w tym kierunku mogą być z powodzeniem rozwijane dalej do śledzenia procesów zachodzących w czasie hartowania stali. Ponadto wykorzystanie metod akustycznych w zakresie problematyki przemiany bainitycznej stwarza możliwość zastosowania ich w przemyśle. Dodatkowo mogą posłużyć w projektowaniu optymalnych metod obróbki cieplnej, a w konsekwencji do kształtowanie mikrostruktury.

Abstract

The dynamic development of technology forces the search for new, more efficient and safe technologies. Proper selection of the heat treatment method has a fundamental impact on the optimal use of ready-made elements. The current market forces accurate analysis and control of the state of materials, which are elements in the design and implementation of equipment. Knowledge of the phenomena occurring during heat treatment is the basic condition for the production of products with appropriate functional properties. Therefore, research methods are being sought that enable the kinetics of phase transformations in steels during the hardening.

Nowadays, various methods of testing non-destructive materials are known. Among them, the acoustic emission method plays a very important role. The use of this test method makes it possible to track not only cracking and damage processes, but also to study the phenomena occurring during steel hardening.

The use of acoustic emission in connection with the artificial neural network enabled the analysis and identification of phase changes occurring in steels during austempering. The use of artificial neural network for testing metals is a new approach to this research. The experiments carried out have shown that the acoustic image is the result of structural changes occurring during steel hardening.

The tests were carried out on bearing steel 100CrMnSi6-4 and tool steel C105U. The steel was hardened with an isothermal transformation. The hardening temperature range ranged from 100°C to 180°C. The obtained acoustic emission signals were analysed. On the basis of it, it was observed that in the process of isothermal hardening at the temperatures applied, complex transformations of austenite into martensite and bainite occur. In the dissertation, it was found that it is possible to identify signals from the phase transformation causing the formation of thin-plate martensite – midrib. It is believed that the applied research methods can be further developed and successfully used to track processes occurring during steel hardening. Many years of research using acoustic methods in the field of bainitic transformation make it possible to use them in industry. In addition, they can be used in the design of optimal heat treatment methods and the shaping of the microstructure.

Spis treści

Streszczenie.....	4
Abstract.....	6
Spis treści	8
1. Wprowadzenie.....	10
2. Teza pracy i zakres badań.....	14
3. Przegląd literatury	16
3.1 Hartowanie bainityczne z przemianą izotermiczną stali	16
3.2 Mechanizm przemiany bainitycznej.....	20
<i>Definicje bainitu.....</i>	<i>22</i>
3.3 Morfologia bainitu	27
<i>Bainit górny.....</i>	<i>31</i>
<i>Bainit dolny.....</i>	<i>32</i>
<i>Bainit dolny z midribem</i>	<i>33</i>
3.4 Przemiany fazowe w zakresie temperatury M_s	35
3.5 Przemiana martenzytyczna	38
3.6 Emisja akustyczna	40
<i>Źródła emisji akustycznej – przemiany fazowe</i>	<i>42</i>
3.7 Sztuczne sieci neuronowe.....	46
4. Metodyka badań.....	50
4.1 Materiał zastosowany do badań.....	50
<i>Stal łożyskowa 100CrMnSi6-4.....</i>	<i>50</i>
<i>Stal narzędziowa C105U.....</i>	<i>52</i>
4.2 Obróbka cieplna.....	53
4.3 Stanowisko badawcze.....	56
4.4 Rejestracja i zapis sygnału EA	58
4.5 Oprogramowanie do analizy sygnału	59
5. Wyniki badań	66
5.1 Wyniki badań sygnału emisji akustycznej przed filtracją metodą sieci neuronowej	66
<i>Analiza wyników</i>	<i>66</i>

5.2	Filtracja sygnału emisji akustycznej metodą sieci neuronowej.....	72
	<i>Analiza wyników</i>	84
5.3	Wyniki badań mikrostrukturalnych.....	86
	<i>Analiza wyników</i>	89
6.	Podsumowanie i wnioski	92
	Literatura	96

1. Wprowadzenie

Współczesny postęp technologiczny sprawia, że wzrastają wymagania w stosunku do stosowanych materiałów. Rozwój nauki o materiałach, inżynierii materiałowej oraz metaloznawstwa zmierza w kierunku wytwarzania materiałów o własnościach spełniających oczekiwania coraz bardziej wymagających użytkowników. Jedną z metod, za pomocą której można poprawić własności wyrobów stalowych a w konsekwencji jakość gotowych wyrobów jest obróbka cieplna. Obecny rynek wymusza dokładną analizę i kontrolę stanu materiałów będących elementami w procesach projektowania i wykonywania finalnego produktu. Dlatego bardzo istotne jest m.in. dobranie odpowiedniej metody obróbki cieplnej. Hartowanie izotermiczne umożliwia polepszenie właściwości plastycznych obrabianych cieplnie elementów bez utraty wytrzymałości mechanicznej i twardości. Problemy występujące podczas hartowania to przede wszystkim pęknięcia i rozwarstwienia, odkształcenia materiału. Element może ulec odkształceniu pod wpływem naprężeń wywołanych wcześniejszymi działaniami. Odpowiednia znajomość zjawisk występujących podczas hartowania, dobór kombinacji konstrukcji, rodzaju materiału i operacji obróbki cieplnej ma priorytetowy wpływ na własności komponentu funkcyjnego. Hartowanie z przemianą izotermiczną ogranicza możliwość powstawania naprężeń cieplnych i strukturalnych oraz wymienionych wyżej odkształceń i pęknięć. Ten sposób hartowania stosuje się w szczególności do obróbki detali podatnych na odkształcenia i elementów o małych przekrojach.

Warunkiem wytworzenia materiałów o odpowiednich właściwościach użytkowych jest należyta znajomość procesów fizycznych zachodzących w trakcie procesu produkcyjnego. Systematyczne badania zjawisk występujących podczas rozpadu przechłodzonego austenitu dla stali eutektoidalnej zainicjowali E. S. Davenport i E. C. Bain w 1930 roku [1]. W/w badacze zaproponowali zastosowali przemianę izotermiczną jako technikę badania przemian fazowych w funkcji czasu i temperatury. Zobrazowanie zachodzących przemian fazowych w zależności od temperatury roztworu oraz wpływającego czasu w trakcie przemiany izotermicznej Davenport i Bain przedstawili na wykresie czas-temperatura-przemiana CTP_i . Na tym wykresie obserwuje się występowanie charakterystycznych krzywych typu C rozdzielających obszary występowania poszczególnych produktów rozpadu austenitu. Wykres CTP_i stał się podstawą dla wielu dalszych badań izotermicznego tego procesu. W konsekwencji

nastąpił rozwój aparatury dylatometrycznej oraz powstał szereg teoretycznych prac badawczych związanych z mechanizmem wzrostu i rozwoju tworzących się faz. Aktualnie wykresy CTP_i powszechnie wykorzystuje się w procesach obróbki cieplnej stali. Także G. V. Kurdjumow i O. P. Maksimow [2] potwierdzili wcześniejsze wyniki badań Davenporta i Baina dotyczące izotermicznej przemiany martenzytycznej. Wnioskowali, że w stałej temperaturze ilość martenzytu może zwiększyć się wraz z upływem czasu, ponadto stwierdzili, że martenzyt występujący w dwóch postaciach może mieć dwie osobne krzywe typu C. R. T. Howard i M. Cohen [3] przy zastosowaniu metody metalografii ilościowej jako jedni z pierwszych określili dokładny kształt wykresu CTP_i dla stali o zawartości węgla w zakresie 0,75%. Przy pomocy tego wykresu określili termodynamiczne warunki zachodzenia atermicznej przemiany martenzytycznej oraz izotermicznej przemiany bainitycznej. Przemiana bainityczna jest w dalszym ciągu najmniej zbadaną ze wszystkich przemian austenitu w stalach, w związku z tym zainteresowanie nią jest nadal znaczne wśród badaczy. O. Schaber [4] zastosował do badań tej przemiany metodę magnetyczną i dylatometryczną w odniesieniu do stali o zawartości węgla w zakresie 0,36 ÷ 1,08%. Wynikiem tych badań była konkluzja, że kształt krzywych na wykresie CTP_i w zakresie niższych temperatur wskazuje na złożony proces rozpadu przechłodzonego austenitu oraz występowanie dwuetapowej przemiany bainitycznej. S. V. Radcliffe, oraz E. C. Rollason [5] w stalach 0,65 ÷ 1,2% C badanych metodą oporu elektrycznego w warunkach izotermicznych przy temperaturze zbliżonej do początku bezdyfuzyjnej przemiany austenitu w martenzyt (M_s) zauważyli występowanie zjawiska, które nazwali efektem "swing back", odnoszącego się do postaci krzywych na wykresie CTP_i . Przykłady krzywych tego typu, uzyskanych w trakcie przemiany bezdyfuzyjnej zaprezentowano w dalszej części rozprawy na rys. 13. Znaczące osiągnięcia w badaniu zjawiska przyspieszonego początku przemiany uzyskali H. Okamoto i M. Oka [6, 7] wykonując badania dylatometryczne dla stali 0,85 -1,8% C. Na podstawie otrzymanych wyników zaobserwowano, że efekt "swing back", polegający na deformacji krzywych oddzielających obszary tworzenia różnych faz narastał wraz ze wzrostem zawartości węgla w stali. Przypuszcza się, że na to zjawisko wpływa tworzenie się martenzytu izotermicznego cienkopłytkowego. Ten produkt rozpadu austenitu charakteryzuje się występowaniem dużych węglików o charakterystycznym kształcie wewnątrz płytek bainitu. Znaczący wkład do poznania zjawisk związanych z przemianami fazowymi miał H. K. D. H. Bhadeshia [8], który opracował model

mechanizmu omówionej wyżej przemiany. W tym modelu przyczyną formowania się ferrytu bainitycznego jest mechanizm kooperacyjnego ścięcia atomów żelaza w wyniku zmian objętości produktów przemiany austenitu.

Stal po obróbce cieplnej może mieć mikrostrukturę mieszaną, składającą się z różnych produktów przemian. Z kolei produkty przemian mogą być efektem różnych mechanizmów, które mogą na siebie wzajemnie oddziaływać [2, 9-11]. Dlatego odpowiednie poznanie mechanizmów przemian fazowych jest podstawowym kryterium projektowym do wytworzenia nowoczesnych stali, m.in. bainitycznych o pożądanych właściwościach użytkowych. Takie stale są na szeroką skalę stosowane w przemyśle motoryzacyjnym, ale także obronnym, czy lotniczym [10, 12, 13].

Metoda pomiaru emisji akustycznej (EA) jest obecnie szeroko wykorzystywana w różnych dziedzinach nauki i w przemyśle [14-17]. W metodzie EA rejestrowane są fale sprężyste generowane w badanych obiektach pod wpływem zachodzących przemian fazowych lub dekohezji mikrostruktury tych obiektów. Fale sprężyste rejestrowane są przez sensor umieszczony na powierzchni badanego obiektu. Analiza energii i częstotliwości rejestrowanego sygnału umożliwia indykację zmian zachodzących w obrębie źródeł sygnału EA. W szeregu eksperymentów stwierdzono, że deformacja mikrostruktury krystalicznej stali w przemianach typu austenit-martenzyt oraz austenit-bainit jest źródłem powstawania sygnału EA [127].

Automatyzacja procedury pomiaru EA stwarza możliwość sterowania wybranymi procesami obróbki cieplnej. Jednakże w tym celu jest niezbędne pełniejsze zbadanie parametrów sygnału EA, zwłaszcza generowanego w trakcie procesu hartowania z przemianą izotermiczną. Możliwość śledzenia kinetyki przemian fazowych w trakcie hartowania może ułatwić projektowanie nowych sposobów obróbki cieplnej. Natomiast udoskonalone metody obróbki cieplnej może znacząco wpłynąć na jakość otrzymanych w tym procesie wyrobów.

Do analizy sygnału EA generowanego przez dużą liczbę źródeł podlegających ewolucji w funkcji czasu zastosowano algorytm wykorzystujący sztuczną sieć neuronową. Sztuczne sieci neuronowe są z powodzeniem stosowane w przetwarzaniu informacji, rozpoznawaniu mowy, klasyfikacji obiektów przestrzennych i w diagnostyce medycznej. Są używane do analizy różnych procesów oraz zmian fizycznych własności obiektów technicznych. Autorka niniejszej rozprawy badała efektywność metody sieci

neuronowej jako narzędzia do analizy i identyfikacji zjawisk występujących w trakcie hartowania izotermicznego stali [15, 18].

W niniejszej pracy autorka podjęła próbę identyfikacji rodzaju, czasu trwania i zmian intensywności zjawisk w przebiegu izotermicznych przemian fazowych. W tym celu została zastosowana metoda emisji akustycznej, sztuczna sieć neuronowa oraz analiza mikrostruktury badanych stali na podstawie zdjęć wykonanych metodą mikroskopii optycznej oraz elektronowej.

Część prezentowanych badań wykonano w ramach współpracy pomiędzy Uniwersytetem Kazimierza Wielkiego a firmą Frauenthal Automotive w związku z pracami związanymi z optymalizacją procesu obróbki cieplnej detali, stosowanego w w/w firmie.

2. Teza pracy i zakres badań

Teza pracy:

Zastosowanie metody EA i analiza zarejestrowanego sygnału akustycznego przy pomocy sztucznej sieci neuronowej umożliwi identyfikację faz przemiany bezdyfuzyjnej w wybranych stalach stopowych i węglowych oraz prześledzenie zmian ich intensywności w funkcji czasu.

Zakres badań:

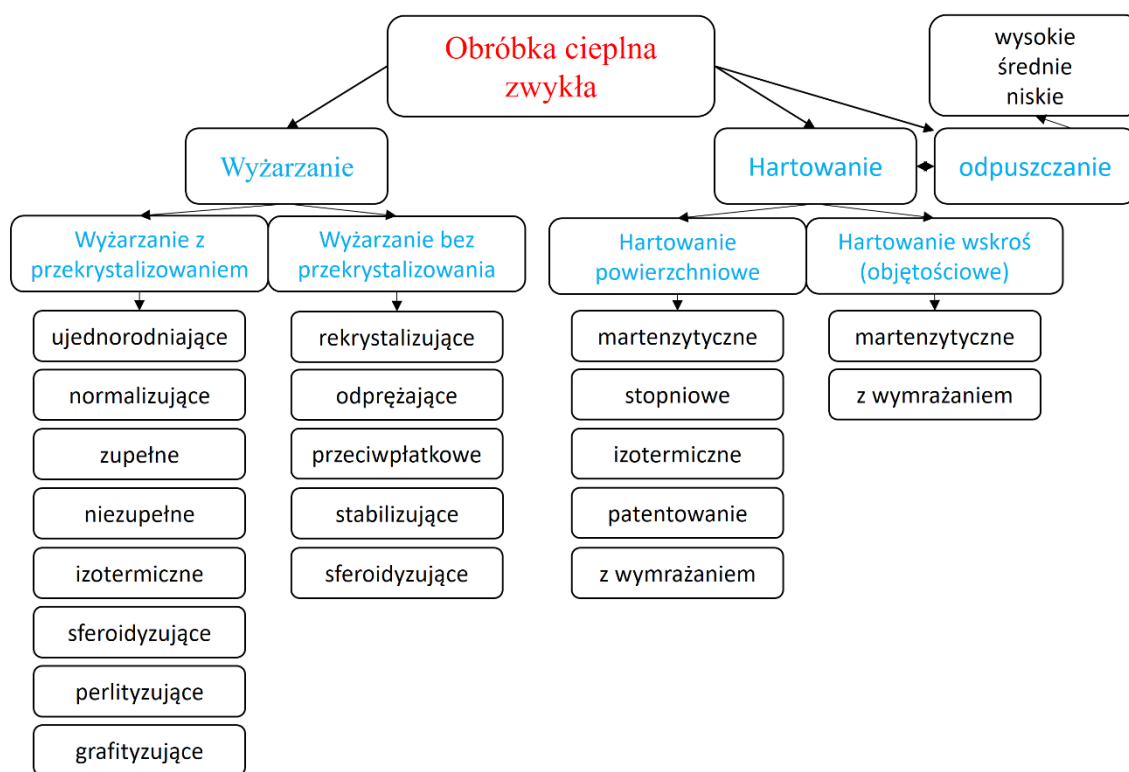
- Przeprowadzenie badań dla dwóch rodzajów stali: stali łożyskowej 100CrMnSi6-4, oraz narzędziowej C105U i dla kilku wybranych temperatur przemian w pobliżu M_s .
 - Przeprowadzenie operacji obróbki cieplnej stali, tj. hartowania izotermicznego.
 - Realizacja eksperymentu w specjalnie do tego celu przygotowanym stanowisku badawczym, które wyposażono w aparaturę do pomiaru sygnału emisji akustycznej.
 - Wyznaczenie przedziałów energii rejestrowanych zdarzeń EA w oparciu o informacje zawarte w sygnale EA oraz separacja zdarzeń EA pochodzących od różnych rodzajów przemian fazowych.
 - Identyfikacja składowych sygnału EA generowanego w trakcie przemian fazowych zachodzących w trakcie hartowania z przemianą izotermiczną przy użyciu metody sztucznej sieci neuronowej.
 - Analiza mikrostrukturalna próbek stalowych.
- ✓ Według wiedzy autorki, przedstawiona w rozprawie metoda identyfikacji składowych sygnału EA generowanego w trakcie przemian fazowych zachodzących w trakcie hartowania z przemianą izotermiczną oraz przeprowadzone przez autorkę badania kinetyki (t.j. czasu trwania i zmian intensywności) przedstawionych przemian fazowych z zastosowaniem metody emisji akustycznej i sztucznej sieci neuronowej mają charakter oryginalny i nie były wykonywane w innych laboratoriach poza laboratorium macierzystym autorki rozprawy.

3. Przegląd literatury

3.1 Hartowanie bainityczne z przemianą izotermiczną stali

Własności stali o ściśle określonym składzie chemicznym zależą od jej struktury.

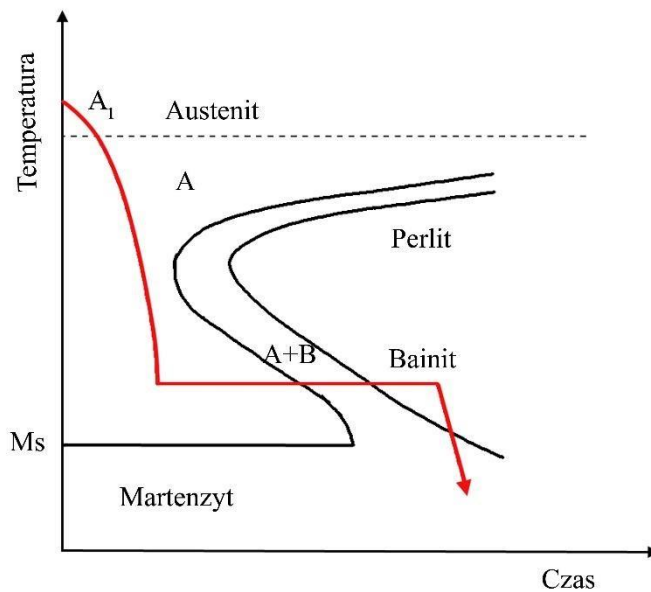
Obróbkę cieplną stosuje się w celu polepszenia i kształtowania w szerokim zakresie własności mechanicznych i fizykochemicznych stali do potrzeb i wymagań eksploatacyjnych. Proces ten polega na wywołaniu zmian strukturalnych stopów w stanie stałym w wyniku podnoszenia lub obniżenia temperatury kształtowanych cieplnie materiałów. Technika obróbki cieplnej sięga daleko w przeszłość, znana i stosowana była od wieków, od kiedy zaczęto wyrabiać broń oraz narzędzia codziennego użytku [105]. Pomimo, iż dawni rzemieślnicy osiągnęli bardzo dobre własności obrabianych przedmiotów, to dopiero od końca XIX wieku, wraz z rozwojem metaloznawstwa zdefiniowano termin obróbki cieplnej. Od tego czasu obserwuje się ogromny rozwój technologii związanej z obróbką cieplną metali i ich stopów. Podstawowe pojęcia charakteryzujące obróbkę cieplną to operacja i zabieg. Operacją określa się część procesu technologicznego, a zatem może to być hartowanie, czy wyżarzanie, Natomiast zabieg jest częścią operacji, zatem jest to nagrzewanie, wygrzewanie i chłodzenie. Ponadto proces technologiczny obróbki cieplnej w zależności od czynników oddziaływujących na formowanie struktury i własności obrabianych cieplnie przedmiotów można podzielić na obróbkę cieplną zwykłą, obróbkę cieplno–mechaniczną (plastyczną), obróbkę cieplno–chemiczną i obróbkę cieplno–magnetyczną. W niniejszej pracy do wykonania badań przeprowadzono hartowanie z przemianą izotermiczną stali, w związku z powyższym poświęcono tej operacji najwięcej uwagi. Klasyfikację metod obróbki cieplnej zwykłej przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Klasyfikacja metod obróbki cieplnej zwykłej, wg. [19]

Stal dostarczona z huty w stanie surowym, wyżarzonym zmiękczająco, w rzadkich przypadkach jest przydatna do bezpośredniego zastosowania. W tej formie można poddać się obróbce mechanicznej, prowadzącej do poprawy jej własności. W większości przypadków dodatkowo stosuje się również obróbkę cieplną. Warunkiem osiągnięcia odpowiedniej struktury stali, to jest materiału, w którym węgiel jest ważnym składnikiem, jest postać w jakiej węgiel występuje w strukturze krystalicznej. Zatem znacząca jest wielkość ziarna oraz forma związku węgla, mianowicie cementyt i węgliki. Odpowiednio dobrane i przeprowadzone warunki obróbki cieplnej w obecnym stanie wiedzy mają zasadniczy wpływ na eksploatację gotowych stalowych wyrobów. W ostatnim czasie bardzo popularnym i ekonomicznym zabiegiem cieplnym jest hartowanie izotermiczne. Ta metoda umożliwia zastąpienie dwóch konwencjonalnych zabiegów cieplnych: hartowania martenzytycznego oraz niskiego odpuszczania [104]. Podobnie jak w przypadku większości zabiegów cieplnych, na pożądaną strukturę stali istotny wpływ wywiera pierwszy etap tego procesu. Jest to etap austenitizacji, przekryształizowania i ujednorodnienia austenitu. Wielkość ziarna austenitu ma istotne znaczenie, ponieważ wielkość nowo powstałego ziarna jest taka sama jak ziarna austenitu macierzystego. Stal

posiadająca zbyt grube ziarno charakteryzuje się zwiększoną kruchością. W związku z tym podczas projektowania operacji hartowania unika się zbyt wysokich temperatur austenizacji, żeby uniknięcia przerostu ziarna i tym samym otrzymania stali gruboziarnistej. Hartowanie z przemianą izotermiczną wykonuje się w ośrodku chłodzącym, którego temperatura jest wyższa od temperatury M_s obrabianej stali. Następnie hartowany element wytrzymuje się w stałej temperaturze aż do czasu zakończenia przemiany austenitu. Schemat hartowania izotermicznego przedstawiono na rys. 2.



Rys. 2. Izotermiczny wykres CTP_i przemiany austenitu dla stali eutektoidalnej: M_s - początek przemiany martenzytycznej, A – faza austenitu, B – faza bairitu (na podstawie [20]). Linia czerwona oznacza przybliżoną zależność czasową temperatury elementu stalowego, poddanego procesowi hartowania izotermicznego

Proces hartowania izotermicznego posiada wiele zalet. Należy do nich zmniejszenie odkształceń finalnych wyrobu. Izotermiczny przebieg przemiany zawiera etap przetrzymania detalu w stałej temperaturze, w trakcie którego następuje relaksacja naprężeń wewnątrz tego detalu. W ten sposób uzyskuje się większą stabilność wymiarową w porównaniu z klasyczną obróbką cieplną. Kolejną zaletą jest wzrost wytrzymałości mechanicznej obrabianych cieplnie elementów, to jest ich zdolności do pochłaniania energii bez wystąpienia pęknięć ich mikrostruktury. Mikrostruktura stopu, wytworzona w tym procesie posiada zwiększoną odporność na ścieranie oraz zmniejszoną podatność

na pękanie wodorowe. Elementy po hartowaniu izotermicznym wykazują wyższą wytrzymałość zmęczeniową, w porównaniu do elementów po zwykłym hartowaniu i odpuszczaniu [21, 24]. Niestety pomimo wielu zalet jakie zapewnia hartowanie z przemianą izotermiczną ma ono także pewne ograniczenia i wady, które nierzadko wykluczają zastosowanie tej cennej metody do produkcji na skalę przemysłową. Głównym słabym punktem tej procedury jest wymóg precyzyjnej kontroli czasu temperatury w trakcie hartowania. Ponadto problemem może być także dostępność wyspecjalizowanej aparatury do przeprowadzenia tego procesu. W przypadku produkcji seryjnej powyższe problemy mogą istotnie skomplikować zaprojektowanie procesu i zasadniczo zwiększyć jego koszt.

W sytuacji, kiedy korzyści przewyższają koszty, hartowanie izotermiczne pozostaje bazową, niezawodną technologią wykorzystywaną do ulepszania cieplnego, m.in. elementów łatwo ulegającym odkształceniom hartowniczym. Są to głównie części wymagające wysokiej wytrzymałości i twardości: elementy złączne, sprężyny, metalowe klipsy sprężynujące, koła zębate, łożyska toczne itp. W związku z dążeniem do podwyższania jakości ulepszanych cieplnie materiałów obserwuje się zapotrzebowanie na udoskonalanie oraz rozwój metod obróbki cieplnej.

3.2 Mechanizm przemiany bainitycznej

Mechanizm przemiany bainitycznej budzi wśród metaloznawców kontrowersje i niesłabnące zainteresowanie, głównie z powodu jej złożoności. Przykładami ilustrującymi ten nurt badań są m.in. prace [37-42]. Przemiana bainityczna tworzy się w zakresie pośrednim temperatur, pomiędzy dyfuzyjną a bezdyfuzyjną przemianą martenzytyczną, zatem jej właściwości mogą być analogiczne do produktów zarówno pierwszej z przemian, czyli ferrytu Widmanstättena, jak i drugiej z nich, tj. martenzytu.

Pierwsze rozważania odnośnie problematyki bainitu rozpoczęły się w drugiej połowie XX wieku. Wówczas to R. F. Hehemann, K. R. Kinsman oraz H. I. Aaronson [25] rozpoczęli debatę nad zagadnieniami związanymi z bainitem i z mechanizmem jego zarodkowania. W wyniku przedstawionych eksperymentalnych dowodów autorzy wywnioskowali, że ferryt, będący fundamentalnym składnikiem bainitu, powstaje w wyniku mechanizmu analogicznego do tworzenia się ferrytu Widmanstättena w całym zakresie przemiany bainitycznej. Ponadto kinetykę przemiany oraz skład faz tłumaczyli oddziaływaniem składników stopowych na granicę międzyfazową. Według autorów debaty wzrost płytek następuje w wyniku migracji tych składników z nieskoordynowanym przejściem atomów przez granicę międzyfazową. Natomiast węgliki w bainicie wydzielają się w fazie austenitu lub na granicy międzyfazowej austenit (γ)/ferryt (α). Przedstawiciele tej teorii byli zdania, że przemiana bainityczna ma charakter typowo dyfuzyjny [26-28].

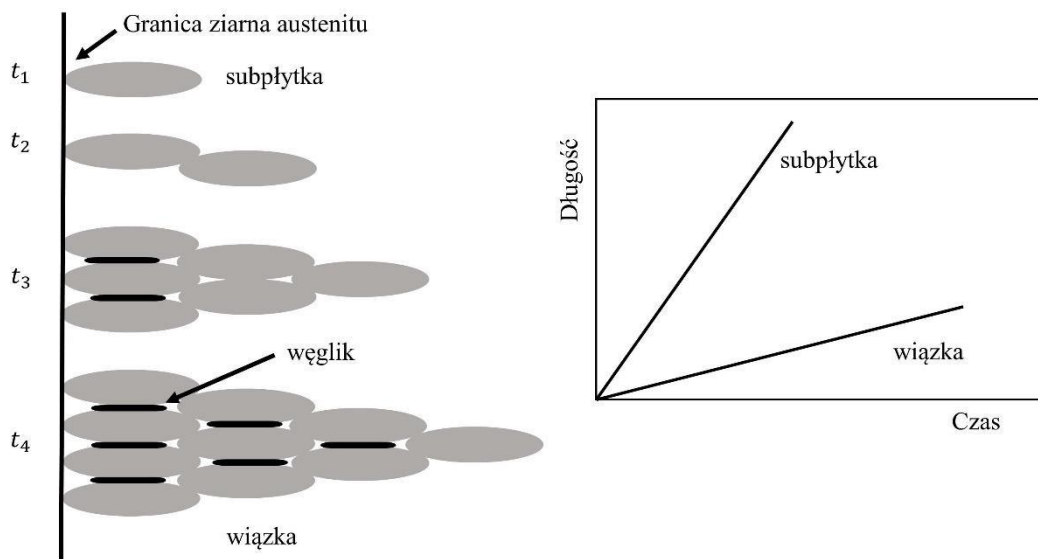
Według przedstawicieli odmiennej teorii, zapoczątkowanej przez C. Zenera [29], T. Ko i S. A. Cottrella [30], J. W. Christiana [31, 32], oraz H. K. D. H. Bhadeshję [10, 33, 34] w temperaturze tworzenia się bainitu nie jest możliwa dyfuzja węgla przez granicę międzyfazową i, w konsekwencji, przemiana bainityczna zachodzi przy pomocy mechanizmu kooperacyjnego ścięcia atomów żelaza. Ponadto przy granicy międzyfazowej austenit (γ)/ferryt (α) są widoczne produkty przemiany martenzytycznej, co zostało także potwierdzone przez Z. Bojarskiego [35, 36]. Produkty te zostały zaobserwowane przy pomocy przeprowadzonych badań reliefu powierzchni z wykorzystaniem kamery wysokotemperaturowej w zakresie podwyższonej temperatury. Wedle zwolenników teorii zarodkowania opartego o mechanizm ścinania atomów żelaza ferryt rośnie bez dyfuzji węgla. Natomiast przesylenie węglem ferrytu zostaje

wyeliminowane w skutek procesu wydzielania węglików. Zatem mechanizm ścinania decyduje o morfologii bainitu.

Zakłada się, że w wyniku mechanizmu ścinania atomy żelaza ulegają skoordynowanemu przemieszczeniu w poprzek granicy międzyfazowej. Żelazo oraz atomy substytucyjne nie ulegają dyfuzji. Prędkość przemiany bainitycznej jest zależna od zmian składu chemicznego, który jest konsekwencją dyfuzji węgla do austenitu.

Mechanizm przemiany bainitycznej zachodzącej przy pomocy mechanizmu ścinania opisali J. M. Oblak i R. F. Hehemann [37]. Przemiana zachodzi sukcesywnie poprzez zarodkowanie kolejnych subpłytek. W wyniku tego, że austenit ulega mechanizmowi ścinania, czy to przez poślizg, czy przez bliźniakowanie, ma miejsce zmiana kształtu obszaru przemienionego, czyli odkształcenie z płaszczyzną niezmienniczą. Opisywany proces jest przedstawiony w publikacjach [34, 38, 39]. W wersji ostatecznej model mechanizmu przemiany został podany przez H. K. D. H. Bhadeshję [8].

Autor ten postuluje mechanizm, w którym subpłytki ferrytu rosną bez dyfuzji, a ponadto część węgla dyfunduje do austenitu szczątkowego w chwili ich utworzenia. Przemiana ma swój początek na powierzchni granicy ziarna austenitu w wyniku zarodkowania oraz wzrostu płytek bainitu, co przedstawiono na rys. 3.



Rys. 3. Cztery kolejne etapy rozwoju mikrostruktury bainitu $t_1 - t_4$. Mechanizm ewolucji subpłytek do postaci wiązek, w efekcie zarodkowania kolejnych skupisk subpłytek (na podstawie [40])

W wyniku dyfuzji atomów węgla do austenitu staje się on bardziej stabilny [41], co może blokować wzrost kolejnych subpłytek. W konsekwencji powstałych dyslokacji wzrost subpłytek zostaje zahamowany. Przemiana zostaje zakończona, gdy energie swobodne austenitu i ferrytu o zbliżonym do siebie składzie chemicznym staną się równe. Kinetyka przemiany jest ściśle uzależniona od składu chemicznego źródłowego austenitu.

Definicje bainitu

Problem z jednoznacznym scharakteryzowaniem mechanizmu przemiany bainitycznej utrudnia sformułowanie definicji bainitu. W związku z tym definiuje się go biorąc pod uwagę zjawiska, które wpływają na jego utworzenie. W literaturze występują różne definicje bainitu, mianowicie definicja mikrostrukturalna, definicja kinetyczna oraz definicja oparta na reliefie powierzchni.

Definicja mikrostrukturalna

Definicja mikrostrukturalna została w sposób ostateczny zdefiniowana przez H. I. Aaronsona [42] w 1969 roku. Głosi ona, że bainit jest produktem przemiany eutektoidalnej, tworzących się kolejno dyfuzyjnie dwóch faz ferrytu i węglików o odpowiedniej dyspersji. W myśl tej idei wydzielanie węglików następuje wewnątrz ferrytu oraz na granicy ferryt – austenit. Aaronson kwestionuje wpływ kinetycznej temperatury B_s jako aktywującej przemianę bainityczną, natomiast za temperaturę początku przemiany eutektoidalnej uważa górną temperaturę graniczną rozpadu austenitu A_{e1} . Autor ten nie przyjmuje kryterium morfologii reliefu powierzchni jako metody służącej do klasyfikacji różnych form ferrytu. Ponadto uważa, że znaczący wpływ na kinetykę wzrostu bainitu ma zawartość pierwiastków stopowych. Definicję mikrostrukturalną uważa się za najbardziej właściwie służącą opisowi morfologii bainitu.

Definicja kinetyczna

F. Waver i H. Lange [43] w 1932 roku na podstawie przeprowadzonych badań i obserwacji mikrostrukturalnych podjęli próbę wprowadzenia do literatury definicji

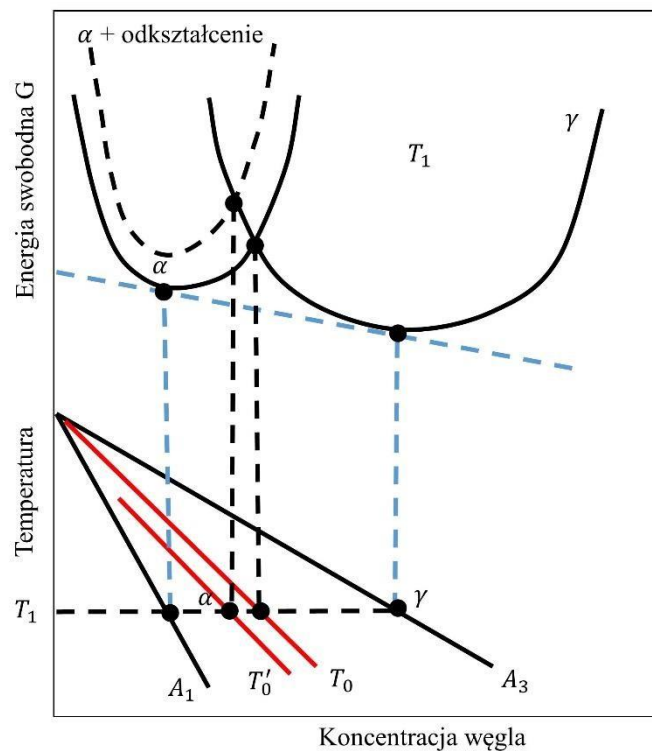
kinetycznej. W/w autorzy odkryli, że bainit na wykresie CTP_i posiada swoją oddzielną krzywą kinetyczną. Ponadto zaobserwowali obszary o znaczącej trwałości austenitu przechłodzonego, w których wzrost ferrytu był zminimalizowany. Obszary ten nazwali „zatokami”. „Zatoki” nie były identyfikowane dla wszystkich stali, w których zachodziła przemiana bainityczna. Bazową cechą kinetyki przemiany bainitycznej jest dla F. Wavera i H. Lange zjawisko niepełnej przemiany. Przedstawiciele zarówno dyfuzyjnego jak i uwzględniającego mechanizm ścinania charakterów przemiany akceptują występowanie zjawiska niepełnej przemiany, jednakże odmiennie interpretują jego mechanizm.

Według K. R. Kinsmana i H. I. Aaronsona [44], przedstawiciele dyfuzyjnego charakteru przemiany bainitycznej, zjawisko niepełnej przemiany nie jest jej decydującą cechą. Nie występuje ono w niektórych stopach potrójnych, tj. głównie w stopach z Si oraz z Ni. W/w autorzy twierdzą, że aby zaszła niepełna przemiana wymagana jest obecność w stopach C, Mo, Cr lub Mn, hamujących proces zarodkowania ferrytu spowodowanego „efektem wleczenia”. W. T. Reynolds i wsp. [45] doprecyzowali zjawisko związane z kinetyką przemiany bainitycznej. Według tych badaczy na wykresie CTP_i na krzywej C bainitu obserwuje się jej rozdzielenie na dwie krzywe. Pierwsza krzywa charakteryzuje zakres perlitu, druga bainitu. W związku z powyższym zaobserwowali występowanie zatoki oraz górnej temperatury **Bs**, czyli temperatury w której rozpoczyna kształtować się bainit. Ponadto do wytłumaczenia obecności zatoki przy temperaturze **Bs** oparto się na teorii wleczenia domieszek, według której możliwe jest obniżenie aktywności węgla w austenicie poprzez wleczenie składników stopowych. W chwili zahamowania zarodkowania i wzrostu ferrytu obserwuje się zjawisko niepełnej przemiany, a w konsekwencji „zahamowanie przemiany”.

Według przedstawicielei teorii bezdyfuzyjnej, bainit na wykresie CTP_i posiada swoją indywidualną krzywą C nie powiązaną z krzywą C dla perlitu. Ci autorzy zakładają, że zjawisko niepełnej przemiany występuje w zakresie poniżej temperatury **Bs** [46-50].

W zrozumieniu zjawiska szczególnie ważne staje się objaśnienie pochodzenia krzywej kinetycznej T_0 . (rys. 4). Energię odkształcenia przemiany bainitycznej zachodzącej w wyniku mechanizmu ścinania, dodaje się do krzywej swobodnej, co w efekcie prowadzi do powstania krzywej T_0 . Na wykresie temperatura-stężenie węgla przedstawiono schemat obrazujący pochodzenie krzywych T_0 oraz T_0' . Krzywa T_0 ilustruje temperaturę, w której ferryt (α) i austenit (γ) o tym samym składzie chemicznym mają także jednakową energię swobodną. Natomiast krzywa T_0' jest to przebudowana krzywa T_0 przy

uwzględnieniu energii odkształcenia sieci krystalicznej. Zatem T_0' jest to temperatura, poniżej której możliwa jest przemiana austenitu w ferryt, które mają ten sam skład chemiczny, po uwzględnieniu energii odkształcenia sieci krystalicznej fazy austenitu, zapoczątkowanego przemianą bainityczną. W wyniku izotermicznej przemiany austenitu nadmiar węgla w bainicie przechodzi do pozostałego austenitu, co determinuje wzrost kolejnych płytek przy granicy faz. W tym procesie faza austenitu zostaje wzbogacona w węgiel [10]. Kiedy zawartość węgla osiągnie wartość pokazaną na krzywej oznaczonej T_0 , i przeciętej linią przerywaną - wówczas proces zatrzymuje się i prowadzi do zjawiska niepełnej przemiany [51].



Rys. 4. Schemat wyjaśniający powstawanie efektu niepełnej przemiany bainitycznej. T_1 - temperatura odpowiadająca krzywom energii swobodnej. Uwzględnienie energii odkształcenia sieci krystalicznej skutkuje modyfikacją biegu przemiany z trajektorii oznaczonej T_0 do trajektorii oznaczonej T_0' , w stronę niższej zawartości węgla. (na podstawie [10, 48], wyjaśnienia w tekście powyżej)

Kinetyka przemiany bainitycznej kontrolowana jest za pomocą określonych warunków termodynamicznych. Oznacza to, że na utworzenie bainitu mają wpływ

termodynamiczne kryteria zarodkowania oraz wzrostu [8, 52]. Zatem powstanie bainitu może zachodzić poniżej temperatury T_0' , natomiast powyżej tej temperatury następuje jego zatrzymanie. Jako kryterium wzrostu przyjmuje się energię odkształcenia sieci krystalicznej G_{SB} austenitu w wyniku zachodzącej przemiany. Jej wartość wynosi się ok. 400 J mol^{-1} [8]. Wobec powyższego bainit może powstać poniżej temperatury T_0' wówczas, gdy spełnione są następujące kryteria:

Kryterium wzrostu

$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} < -G_{SB} \quad (1)$$

Kryterium zarodkowania

$$\Delta G_m < \Delta G_N \quad (2)$$

gdzie:

$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ – zmiana energii swobodnej dla przemiany austenitu bez zmiany składu chemicznego,

G_{SB} – energia odkształcenia,

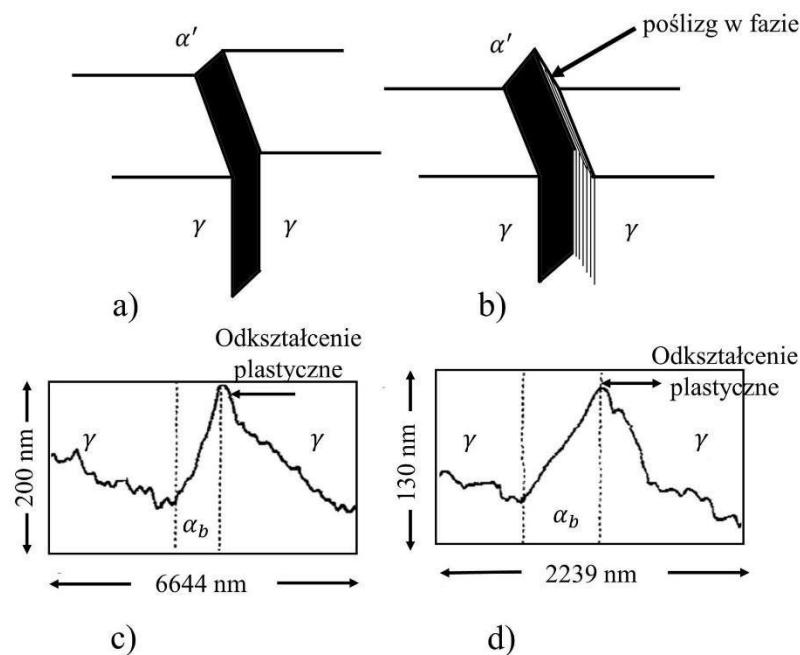
ΔG_m – maksymalna energia swobodna,

ΔG_N – krytyczna siła pędna zarodkowania ferrytu.

Złożony charakter kinetyki bainitu i mechanizmu jego utworzenia oraz różnorodność powstałej mikrostruktury był powodem braku zgodności wśród badaczy tych zjawisk. Jednakże w ostatnim czasie obserwuje się postęp w tym kierunku, spowodowany koniecznością projektowania stali wysokiej jakości. Do tego celu wykorzystuje się teorię kinetyczną, która najpoprawniej łączy model opisywanych procesów przemian fazowych z wynikową mikrostrukturą bainitu.

Definicja oparta na reliefie powierzchni

Definicja opierająca się na reliefie powierzchni została zapoczątkowana przez T. Ko, S. A. Cottrella [30]. Według tej teorii bainit przejawia martenzytyczny relief powierzchni, co z kolei wynika z jego mechanizmu wzrostu przez ścinanie. Dalsze badania nad reliefem powierzchni [33, 38, 53, 54] umożliwiły sprecyzowanie tej teorii. Bainit według jej przedstawicieli złożony jest z listew, które na swobodnej powierzchni próbki kształtują relief z IPS (invariant plain strain), czyli z odkształceniem z płaszczyzną niezmienniczą. Relief powierzchniowy, powstały w czasie przemiany bainitycznej w wyniku zmiany kształtu próbki w otoczeniu subpłytki ferrytu przedstawiono na rys. 5.



Rys. 5. a), b) -plastyczna relaksacja w austenicie w wyniku przemiany bainitycznej.
c), d) -obrazy mikroskopowe SEM, przedstawiające granicę fazy bainitu w poprzek reliefu powierzchniowego, wg. [55, 56]

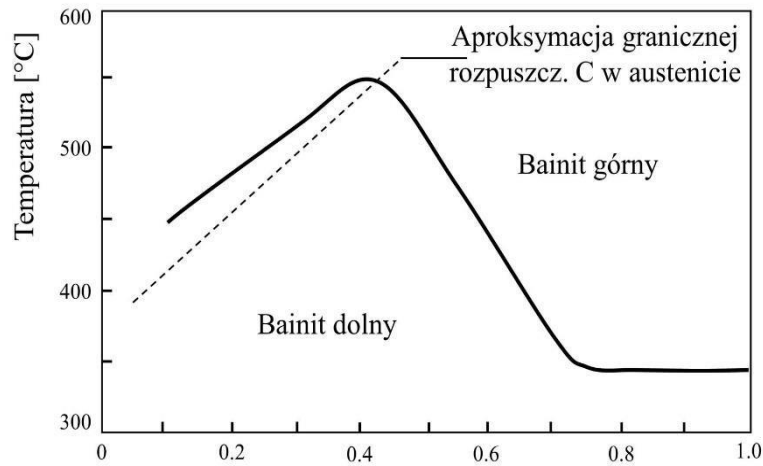
W wyniku deformacji plastycznej w zakresie przemiany bainitycznej kumuluje się dodatkowa siła pędna przemiany, która wystarcza zaledwie do utworzenia zarodków w obszarach zubożałych w węgiel. Siła ta nie jest wystarczająca tak jak w przypadku martenzytu do zarodkowania w wiązce bainitu następnych płytek. Definicja oparta na reliefie powierzchni nie jest w pełni wiarygodna, ponieważ relief może także występować powyżej temperatury eutektoidalnej.

3.3 Morfologia bainitu

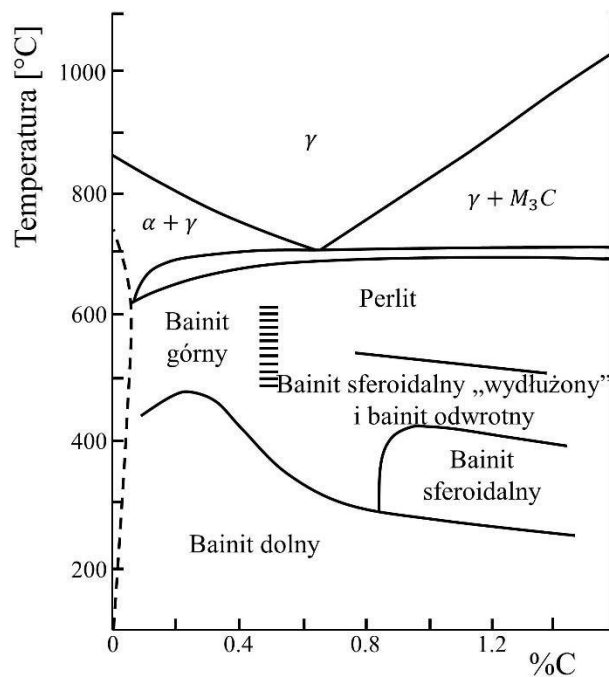
Klasyczny bainit dzieli się na bainit górny i bainit dolny o charakterystycznej morfologii listwowej. W literaturze spotyka się również rozróżnienia morfologiczne na bainit ziarnisty i odwrotny, jednakże, z powodu rzadkiego ich występowania, za podstawowe rodzaje bainitu uważa się dwie wymienione wyżej odmiany.

R. F. Mehl [57] jako pierwszy zaobserwował dwie różne morfologie bainitu. Zauważył występowanie bainitu o morfologii pierzastej i iglastej, powstające w zależności od zastosowanego zakresu temperaturowego przemiany. Podział bainitu na górny i dolny autorstwa Mehla, został zaakceptowany przez kolejnych badaczy zajmujących się przemianami fazowymi i jest stosowany do dnia dzisiejszego. F. B. Pickering [58] w wyniku przeprowadzonych badań struktury bainitycznej dla stali podeutektoidalnych oraz nadeutektoidalnych zawierającej Mo, B, Cr zaobserwował, że na charakter przejścia od bainitu górnego do bainitu dolnego znacząco wpływa zawartość węgla w stali. Dodatkowo spostrzegł, że temperatura rozgraniczająca zakres występowania bainitu górnego i dolnego dla stali podeutektoidalnych wzrasta od 450 do 550°C wraz ze wzrostem węgla, po czym spada do 350°C dla stali nadeutektoidalnych, co schematycznie zilustrowano na rys. 6. Dla stali podeutektoidalnych do ok. 0,4% C linia wskazująca przejście z bainitu górnego do dolnego znajduje się nad linią wskazującą graniczną koncentrację węgla w austenicie.

Graniczna koncentracja węgla w austenicie w różnych temperaturach umożliwia określenie temperatury, powyżej której nie obserwuje się występowania bainitu dolnego. G. Spanos i wsp. [59] opracowali „morfologiczną mapę” występowania bainitu (rys. 7). Mapę opracowano na podstawie otrzymanych wyników morfologicznych wykonanych badań dla stali podeutektoidalnych i nadeutektoidalnych o zawartości od 0,1 do 1,37%C. Obszar na mapie Spanosa, w którym dominuje bainit dolny pokrywa się z wynikami Pickeringa [58].



Rys. 6. Wpływ zawartości węgla na temperaturę przejścia od bainitu dolnego do górnego dla stali zawierającej 0,5%Mo + 1%Cr + B. Linia przerywana oznacza temperaturę, powyżej której nie stwierdzono występowania bainitu dolnego, wg. [58]

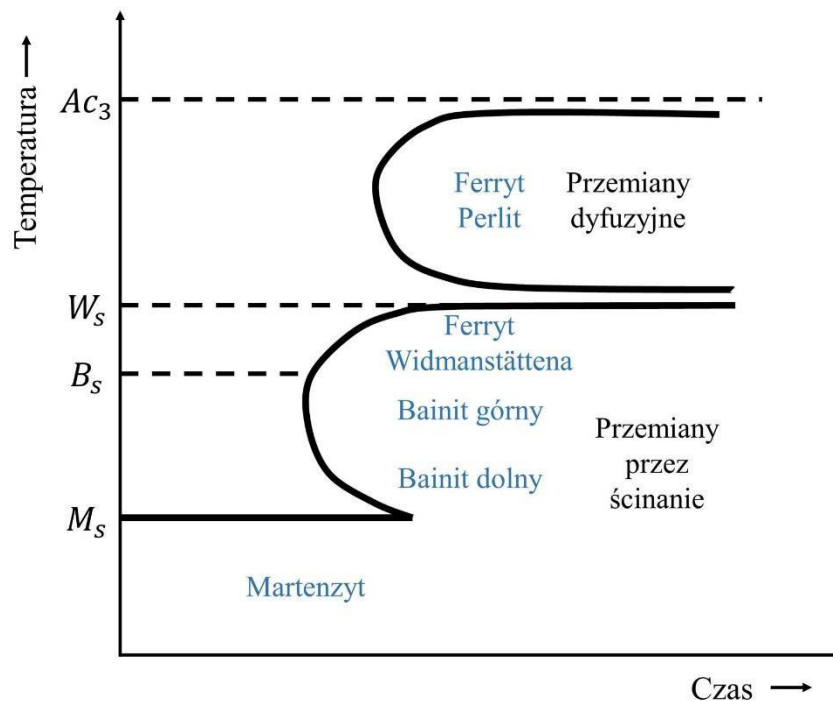


Rys. 7. „Morfologiczna mapa” pokazująca obszary występowania bainitów o różnych morfologiach, wg. [59]

Powyższa mapa została wykonana w oparciu o badania optyczne i TEM. Co więcej badania mikrostrukturalne zostały poparte dodatkowymi obliczeniami kinetycznymi. Na ich podstawie wywnioskowano, że kinetyka zarodkowania oraz wzrostu ferrytu jest

wyższa od kinetyki wzrostu cementytu w obszarze bainitu górnego i dolnego. W odniesieniu do wysuniętych stwierdzeń uznano, że mikrostruktura obu form bainitu determinowana jest wzrostem ferrytu.

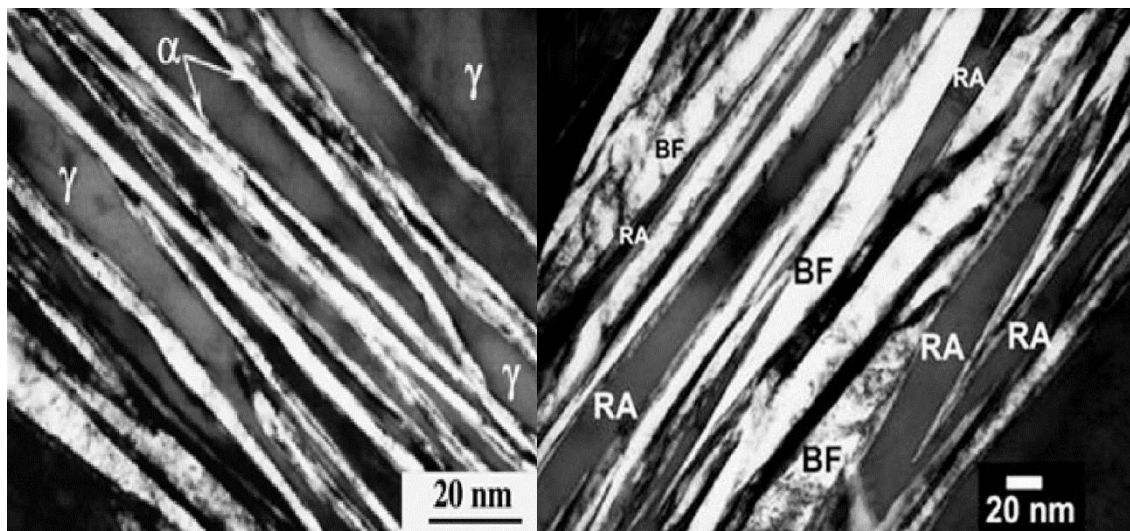
Reasumując, bainit dzieli się na dolny i górny. Podziału powyższego dokonuje się na podstawie sposobu zarodkowania cementytu w ferrycie bainitycznym w zależności od temperatury, w której przemiana zachodzi oraz składu chemicznego stali [60]. Ponadto, za klasyczny bainit uznaje się mieszaninę złożoną z ferrytu bainitycznego oraz węglików, a także produktów przemiany austenitu, takich jak np. martenzyt, czy austenit szczątkowy [61]. Na rys. 8 przedstawiono schemat ilustrujący struktury występujące w określonych zakresach temperaturowych na wykresie CTP (czas-temperatura-przemiana) [62].



Rys. 8. Wykres CTP przedstawiający dwie krzywe typu C ze schematycznie przedstawionymi strukturami występującymi w różnych zakresach temperaturowych, wg. [62]

W ostatnim czasie w odniesieniu do struktury bainitycznej obserwuje się rozwój technologii „nanostrukturyzacji”. Technologia ta umożliwia wytworzenie struktury, czy chociażby jednego jej fragmentu o wymiarze poniżej 100 nm, gdzie 1 nm to 10^{-9} m. Otrzymanie struktury „nano” zachodzi z wykorzystaniem specjalnej metody obróbki cieplnej. Możliwe jest wytwarzanie stali o wysokiej wytrzymałości mechanicznej,

poprzez hartowanie martenzytyczne i odpuszczanie w wysokiej temperaturze. Jednakże stal taka jest twarda i w niewielkim stopniu podatna na obróbkę plastyczną, chyba że zawiera duże ilości pierwiastków stopowych. Dlatego korzystne jest stosowanie procesu hartowania izotermicznego, umożliwiającego większą zdolność kontroli zabiegu, w wyniku którego otrzymuje się pożądaną strukturę bainityczną.



a)

b)

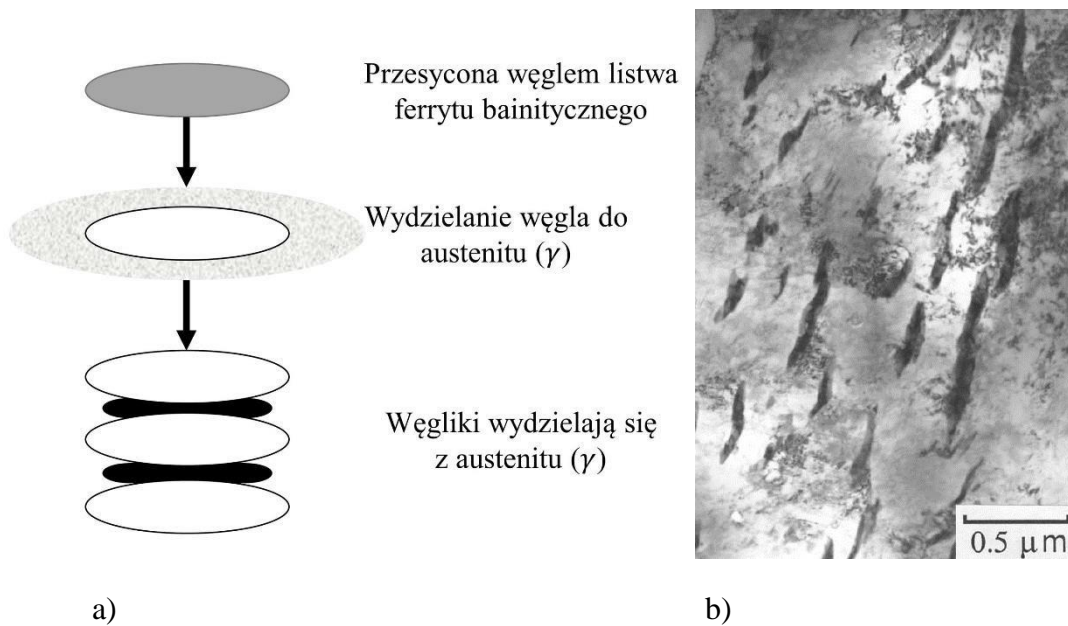
Rys. 9. a) Nanostrukturalny bainit w stali wysokowęglowej, krzemowej poddanej hartowaniu w temperaturze 200°C przez 360 godzin [63]. b) Struktura nanobainityczna w stali NANOBAIN (Fe-1.5 Si-1.9 Mn-1.3 Cr wt.%), poddanej hartowaniu izotermicznemu w temperaturze 200°C przez 144 godziny (mikroskopia elektronowa).

BF –ferryt bainityczny, RA – austenit szczątkowy, wg. [64]

Strukturę nanobainityczną charakteryzuje odmienna budowa w porównaniu do bainitu klasycznego, który składa się głównie z dwóch faz - ferrytu bainitycznego i cementytu. Struktura nanobainityczna zbudowana jest z drobnych, cienkich płytek ferrytu bainitycznego, oraz austenitu szczątkowego, czyli obszarów wzbogaconych w węgiel. Ponadto strukturę „nano” wyróżnia brak występowania węglików, co tłumaczy się wpływem zawartości krzemu (1,5÷2% wag). Stale o strukturze nanobainitycznej cechuje wysoka wytrzymałość, twardość, duża odporność na pękanie i polepszenie ciągliwości. W celu wyjaśnienia mechanizmu przemiany i doboru optymalnych warunków technologicznych powstał szereg prac badawczych, poświęconych omówionemu wyżej gatunkowi stali [65-75].

Bainit górny

Bainit górny powstaje w zakresie wyższych temperatur. Złożony jest z listew ferrytu ułożonych w pakiety, które oddzielają warstwy węglików o wydłużonym kształcie [76]. Listwy ferrytu formują się w wyniku zarodkowania jednych listew na bocznych krawędziach innych listew [77]. Szacuje się, że długość tych utworów wynosi 10-15 μm . Schemat powstawania bainitu górnego oraz jego mikrostrukturę przedstawiono na rys. 10.

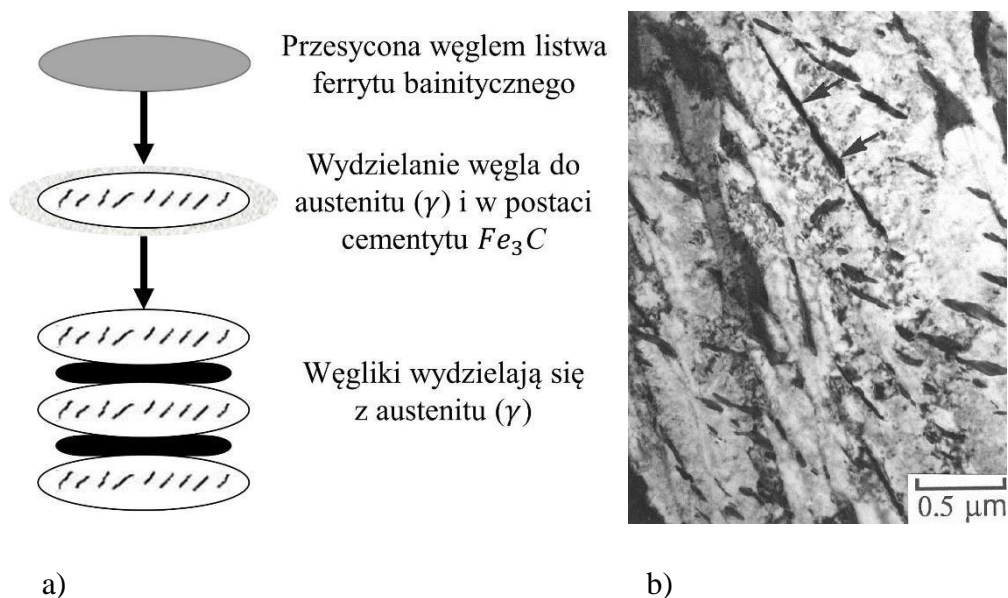


Rys. 10. a) Schemat powstawania bainitu górnego, wg. [78];
b) Zdjęcie metalograficzne mikrostruktury bainitu górnego, wg. [10]

W bainicie górnym przemiana zaczyna się w wyniku powstania przesyconych węglem listew ferrytu. Następnie węgiel dyfunduje do austenitu powodując jego wzbogacenie w węgiel. Na ogół węgliki wydzielają się w formie cementytu Fe_3C między listwami złożonymi z warstw wzbogaconego w węgiel austenitu szczątkowego. Wytrącanie węglików zmniejsza stężenie węgla w austenicie szczątkowym i prowadzi do zubożenia austenitu w węgiel, a w rezultacie stymuluje tworzenie się ferrytu bainitycznego i stymuluje przebieg zachodzącej przemiany.

Bainit dolny

Bainit dolny powstaje w zakresie niższych temperatur. Składa się z listew ferrytycznych, we wnętrzu których następuje płytkowe wydzielanie węglików. Schemat powstawania bainitu dolnego oraz zdjęcie jego mikrostruktury umieszczono na rys. 11.



Rys. 11. a) Schemat powstawania bainitu dolnego, wg. [78];
b) Zdjęcie metalograficzne mikrostruktury bainitu dolnego, wg. [10]

Bainit dolny charakteryzuje wydzielanie drobnych cząsteczek węglików wewnątrz listew ferrytycznych. Węgliki wykazują wobec siebie zbliżoną orientację krystalograficzną. Uważa się, że płaszczyzna habitus z osią listwy bainitycznej tworzy kąt w zakresie $55-65^\circ$ [39, 49, 61]. Różnica pomiędzy bainitem górnym a bainitem dolnym odnosi się przede wszystkim do morfologii węglików. Rozważania naukowe dotyczące mikrostruktury bainitycznej w szerokim zakresie trwają od 1930 roku. Der-Hung Huang i G. Thomas [79] na podstawie wyników przeprowadzonych badań krystalograficznych uważają, że w bainicie dolnym wytrącanie węglików w płycie ferrytycznej następuje wyłącznie na granicy międzyfazowej austenit/ferryt. Tłumaczyli to także tym, że jest wystarczająco dużo czasu na to, aby węgiel mógł dyfundować z przesyconego ferrytu ze względu na niższą temperaturę przemiany. Natomiast w 1990 r. M. Takahashi i H. K. D. H. Bhadeshia [80] przedstawili szkic formowania bainitu dolnego opierając się na hipotezie, że łatwiejsza dyfuzja w ferrycie umożliwia zarodkowanie oraz wzrost wytrąceń węglików z przesyconego roztworu α .

W tym samym roku M. K. Kang i wsp. [81] po przebadaniu stali 40CrMnSiMoV potwierdzili wcześniejsze doniesienia, że wydzielenia węglików w bainicie dolnym mają miejsce bezpośrednio z ferrytu lub z austenitu. Ponadto przemiana zachodziła w dwóch etapach, w pierwszym etapie zaobserwowali powstanie meta-bainitu oraz względnie dużą ilość austenitu szczątkowego. Natomiast w drugim etapie przemiany zauważyli węgliki, charakteryzujące się różną morfologią, wytrącające się z ferrytu oraz z austenitu. A. G. Spanos i wsp. [82] inicjującą płytkę ferrytu nazwali „kręgosłupem”, na której wtórnie zarodkują kryształy ferrytu. Według badaczy kryształy rosną pod kątem 55-65° do „kręgosłupa”, który posiada grubość 0,2 μm , natomiast wydzielenie węglików następuje w szczelinach między wtórnymi płytkami. Zarodkowanie węglików następuje na granicy międzyfazowej austenit/ferryt. W szczelinach austenitu zachodzi nakładanie się pól dyfuzji węgla, co w efekcie prowadzi do skumulowania w nich jego zawartości. W dalszej kolejności następuje wzrost płytek ferrytu, oraz wydzielenie węglików prowadzące do zaniku austenitu szczątkowego.

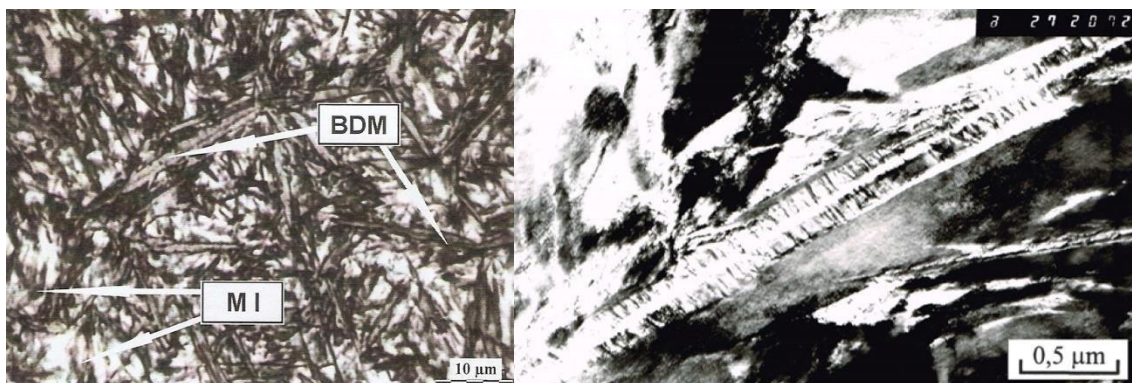
Bainit dolny z midribem

W wyniku hartowania z przemianą izotermiczną stali wysokowęglowych w temperaturze zbliżonej do temperatury M_s badanej stali obserwuje się obecność dodatkowego produktu przemiany, który w literaturze identyfikuje się jako midrib. Midrib jest to martenzyt cienkopłytkowy zbliźniaczony, stanowiący pierwszy element nowo tworzącej się płytki bainitu.

Pierwsze informacje literaturowe świadczące o zaobserwowaniu nietypowego produktu przemiany w formie „cienkopłytkowej” znaleźć można w pracy R. T. Howarda i M. Cohena [3] już w 1949 roku. Produkt ten powstał w wyniku hartowania stali o zawartości 1,35%C w temperaturze powyżej M_s i z pewnością nie był bainitem. Z kolei O. Schaber [4] w stalach 0,3-1,08%C w pobliżu temperatury M_s przy wykorzystaniu badań dylatometrycznych i magnetycznych zauważył występowanie dwuetapowej przemiany izotermicznej. Badacz ten twierdził, że w pierwszym etapie tworzy się martenzyt izotermiczny, poprzedzający powstanie bainitu.

Pierwsze wzmianki odnośnie midribu napotyka się w badaniach nad martenzytem płytkowym, częściowo zbliźniaczonym. Te doniesienia znajdują się w pracach

R. L. Pattersona i C. M. Waymana [83]. Według S. Gorczyca i B. Garbarza [84], midrib, to centralna wstęga - żebro, będące środkowym elementem płytki, równoległym do płaszczyzny habitus. Można go określić jako bazowy element tworzącej się nowej płytki [83, 84]. V. I. Izotov i L. M. Utevsky [85] w swojej pracy sugerują występowanie dwóch etapów przemiany, w konsekwencji prowadzących do powstania płytki martenzytu częściowo zbliźnionego. Pierwszy etap, według autorów, jest wynikiem przemiany egzotermicznej i polega na utworzeniu środkowej części płytki, czyli midribu, którym jest drobny, równoległy bliźniak. Drugi etap polega na wzroście płytki martenzytu, w której obserwuje się zwiększenie występowania dyslokacji. W pracach H. Okamoto i M. Oka [86] zawarto próby wyjaśnienia mechanizmu zjawiska powstawania struktury midribu. Według autorów proces formowania bainitu dolnego z midribem dzieli się także na dwa etapy. W pierwszym powstaje wstęga bainitu dolnego z midribem, a po nim zachodzi dalsza przemiana austenitu w bainit dolny. Reasumując, na bainit dolny z midribem składa się martenzyt izotemiczny oraz bainit dolny. Strukturę bainitu dolnego z midribem przedstawiono na rys. 12.



a)

b)

Rys 12. a) Mikrostruktura stali łożyskowej z uwidocznieniem płytek bainitu dolnego z midribem oraz martenzytu izotemicznego po hartowaniu z przemianą izotermiczną w temperaturze 160°C, wg. [87];
b) midrib, mikroskopia elektronowa, wg. [15]

H. Okamoto i M. Oka [86] po dokonaniu szczegółowych obserwacji z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej zaobserwowali, że na płytce powstałego bainitu dolnego, centralnie wzdłuż jej osi biegnie czarna linia. Dodatkowo mikroskopia elektronowa umożliwiła dokładniejszą obserwację powstałego produktu przemiany i

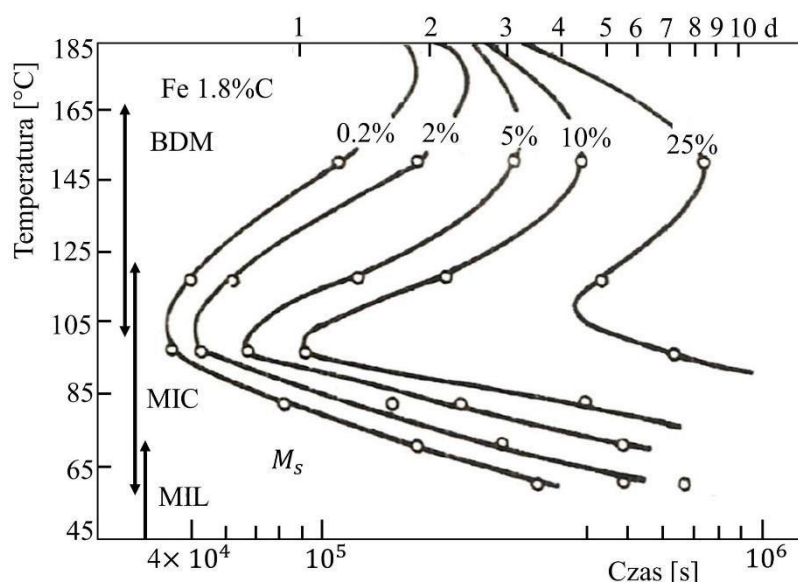
potwierdzenie, że owa linia jest martenzytem cienkopłytkowym zbliżonym, usytuowanym w obszarze bainitu dolnego. Autorzy stwierdzili, że bainit dolny z midribem powstaje w dwóch etapach. W pierwszym etapie przemiany tworzy się martenzyt izotermiczny, który stanowi midrib i wykazuje obecność węglików. W drugim etapie przemiany zachodzi przemiana bainityczna austenitu na granicach midrib/austenit, a w obszarze bainitu dolnego otaczającego midrib występują cząstki cementytu.

3.4 Przemiany fazowe w zakresie temperatury M_s

Izotermiczna przemiana fazowa zachodząca w pobliżu temperatury M_s była obiektem badań wielu naukowców i nie jest do tej pory w pełni poznana. Autorzy zajmujący się tą tematyką nie prezentują jednoznacznej opinii, czy produkt przemiany izotermicznej w zakresie zbliżonym do M_s ma charakter martenzytyczny, czy też czysto bainityczny. Spośród publikacji odnoszących się do tej tematyki wymienić należy pracę E. S. Davenporta i E. C. Baina [1] z 1930 roku. Autorzy wyznaczyli krzywe rozpadu austenitu na wykresie CTP_i , oraz zasygnalizowali przyspieszenie przebiegu przemiany w zakresie niższych temperatur. Podobne spostrzeżenia spotyka się w pracach także innych autorów [2, 88-93]. S. V. Radcliffe i E. C. Rollason, [5] badali kinetykę przemiany izotermicznej dla stali 0,65-1,2%C w pobliżu temperatury M_s z wykorzystaniem metody oporu elektrycznego. W/w autorzy zaobserwowali, że wraz ze wzrostem zawartości węgla w badanej stali i obniżaniem temperatury w kinetyce występuje wyraźne przyspieszenie początku przemiany. Zjawisko to nazwali efektem „swing back”. Dodatkowo odkryli, że dla stali eutektoidalnej o zawartości 0,6%C „swing back” zachodzi poniżej temperatury M_s , natomiast dla stali nadeutektoidalnej zjawisko występuje powyżej temperatury M_s .

Przyspieszenie startu przemiany bainitycznej w zakresie temperatury M_s można tłumaczyć wpływem fazy martenzytycznej na zarodkowanie bainitu. N. F. Kennon przedstawił w pracach [94, 95] wyniki badań przemian fazowych przeprowadzonych w wysokowęglowych stalach eutektoidalnych. W w/w pracach są zawarte konkluzje, że na kształt krzywych CTP_i , w pobliżu M_s znacząco wpływa tworzący się w tym zakresie temperaturowym martenzyt izotermiczny. Krzywe typu C pochodzące od różnych produktów przemian nakładają się na siebie, co skutkuje złożonym przebiegiem wykresu CTP_i w pobliżu temperatury M_s .

Zjawisko “swing back” badali również H. Okamoto i M. Oka. [6, 7] Autorzy wykonali badania metalograficzne i mikroskopowe otrzymanych produktów izotermicznej przemiany dla stali o różnej zawartości węgla i na wykresach CTP_i przedstawili obszary otrzymanych składników strukturalnych. Przykład wyników tych badań pokazano na rys. 13.



Rys. 13. Wykres CTP_i , wykonany w pobliżu temperatury M_s dla stali 1,8%C, BDM – bainit dolny z midribem, MC – martensyt izotermiczny cienkopłytkowy, MIL – martensyt izotermiczny liściasty, wg. [7]. W górnej części rysunku pokazano udział objętościowy przemienionego austenitu dla poszczególnych krzywych w próbce normowej

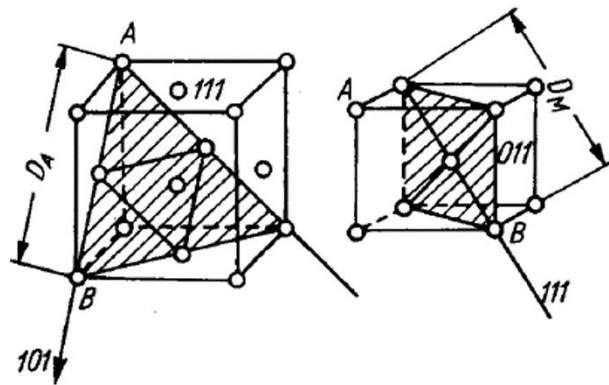
Na podstawie otrzymanych wyników z hartowania izotermicznego stali wysokowęglowej autorzy potwierdzili występowanie zjawiska “swing back” w pobliżu temperatury M_s do ok. 25% objętościowego udziału bainitu. W górnym jego zakresie powstaje bainit dolny z midribem, będący martensytem cienkopłytkowym. Według autorów występowanie zjawiska “swing back” powiązane jest ściśle z tworzeniem się midribów. Ponadto zauważyli, że przemiana ma charakter dwustopniowy, w pierwszym etapie tworzy się bainit dolny z midribem, po czym powstaje klasyczny bainit dolny. Także T. Z. Woźniak [52, 96-98] na podstawie wyników przeprowadzonych badań potwierdził występowanie zjawiska „swing back” oraz dwuetapowego charakteru

przemiany bainitycznej. W oparciu o obserwacje mikrostrukturalne zaobserwował, że struktura bainitu dolnego z midribem uwidacznia ułożenie się płytek w kształt motyla. T. Z. Woźniak tłumaczy to wpływem midribów, będących pierwszym elementem powstającej płytki bainitu. Morfologia płytek w kształcie motyla nie jest do końca wyjaśniona, w literaturze spotyka się ją głównie w odniesieniu do struktury martenzytu, na konstrukcję którego składają się dwie płytki tworzące kąt rozwarty.

Bainit jest składnikiem strukturalnym interesującym wielu badaczy z zakresu przemian fazowych w stali. Wyniki badań izotermicznej przemiany fazowej poniżej temperatury M_s przedstawiono m.in. w [99-102], jednakże, także w tym przypadku jej przebieg nie jest w pełni wyjaśniony. Większość badań wykonano na stalach podeutektoidalnych, wysokostopowych, o znaczącej zawartości Mn. W obszarze niskotemperaturowym zmiany w kinetyce przemiany bainitycznej powodują, że krzywe kinetyczne na wykresie CTP_i przybierają kształt litery S. S.M.C. van Bohemen i wsp. [99] potwierdzili, że bainit może tworzyć się poniżej temperatury M_s dla stali 0.69%Mn, 0.66%C w zakresie temperatur 220-300°C. W wyniku przeprowadzonych badań dylatometrycznych oraz mikroskopii skaningowej w/w autorzy wnioskują, że po powstaniu martenzytu poniżej temperatury M_s , tj. 264°C dla tej stali, austenit w dalszym ciągu ulega przemianie izotermicznej na produkt o charakterze bardziej bainitycznym niż martenzytyczny. P. Kolmskog i wsp. [100] uważają, że ferryt bainityczny może tworzyć się w temperaturze zbliżonej do temperatury tworzenia się martenzytu. Utwory ferrytu bainitycznego formują się tak samo powoli, jak ferryt Widmanstättena powyżej temperatury M_s . Badania przeprowadzone przez P. Komsloga miały na celu potwierdzenie występowania martenzytu i bainitu w tej samej temperaturze. S. Samanta i wsp. [101] produkt izotermicznej przemiany poniżej M_s identyfikują jako bainit. Autorzy zwracają uwagę na fakt, iż kinetyka przemiany jest zgodna z modelem opartym na tworzeniu bainitu przy pomocy mechanizmu ścinania. Natomiast przy wykorzystaniu analizy mikrostrukturalnej wykazano, że bainit oraz martenzyt posiadają podobne cechy krystalograficzne.

3.5 Przemiana martenzytyczna

Przemiana martenzytyczna w stopach żelaza ma charakter bezdyfuzyjny. Zachodzi w zakresie temperatur pomiędzy M_s a M_f , w którym ze względu na niską ruchliwość atomów nie występuje dyfuzja węgla [20]. W trakcie przemiany alotropowej austenitu w martenzyt następuje głównie przebudowa sieci przestrzennej z żelaza γ na żelazo α . G. W. Kurdiumow i G. Sachsa [103] przedstawili wyjaśnienie mechanizmu przemiany martenzytycznej. Schemat ewolucji komórki sieci krystalicznej, zachodzący w trakcie tej przemiany przedstawiono na rys. 14.



Rys. 14. Schemat ewolucji komórki sieci krystalicznej przemiany austenitu w martenzyt, wg. [103] (opis w tekście poniżej)

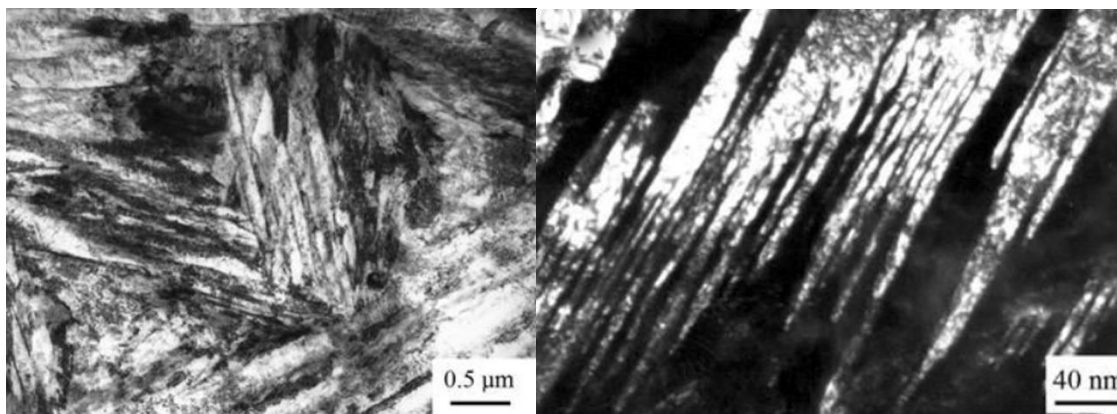
Według autorów, przemiana zachodzi w wyniku nieznacznego przemieszczenia atomów żelaza. Komórki sieciowe Fe_α i Fe_γ posiadają podobne wymiary w kierunku [101], [111]. Natomiast płaszczyzna sieciowa austenitu [111] w wyniku przemiany ulega transformacji na płaszczyznę martenzytu [011]. Struktura krystaliczna austenitu typu ściennie centrowanej przebudowuje się na tetragonalnie przestrzennie centrowaną martenzytu.

Zgodnie z obserwacjami kinetycznymi przemiana martenzytyczna może być atermiczna lub izotermiczna [104]. Postęp przemiany atermicznej jest funkcją spadku temperatury, nie zależy od czasu. Zarodkowanie martenzytu zachodzi bardzo szybko, płytki powstają w czasie ok. 10^{-7} s. Natomiast szybkość zarodkowania martenzytu w

przypadku przemiany izotermicznej uzależniona jest od temperatury. Przemiana martenzytyczna rozpoczyna się natychmiast po przechłodzeniu stali do temperatury M_s , bez okresu inkubacyjnego.

Produktem przemiany martenzytycznej jest martenzyt, będący przesyconym roztworem stałym węgla w żelazie α [105]. W zależności od rodzaju ścinania w jakim zachodzi przemiana, wyróżnia się dwie zasadnicze morfologie martenzytu, mianowicie listwową i płytkową. Gdy w czasie przemiany dominują przemieszczenia sieci krystalicznej typu poślizgu, produktem powstałym będzie martenzyt listwowy, natomiast gdy zachodzi bliźniakowanie, obserwuje się tworzenie martenzytu płytkowego. W czasie przemiany powstają wciąż nowe ziarna martenzytu, których kształt przypomina płytki mające w stosunku do długości małą grubość. Nie obserwuje się natomiast przyrostu już istniejących ziaren. Nowe płytki ustawiają się równolegle do pierwszego utworu, bądź są do niego nachylone pod kątem 60° lub 120° . Wewnątrz płytek obserwuje się znaczącą gęstość dyslokacji, błędów ułożenia oraz bliźniaków [104].

Po osiągnięciu temperatury M_s zarodkowanie martenzytu rozpoczyna się bardzo szybko i przebiega gwałtownie, w związku z tym utrudnione staje się rozróżnienie fazy początkowej oraz wzrostowej. Według K. E. Easterlinga i wsp. [106] występują dwa etapy wzrostu zarodka. W pierwszym etapie zachodzi oddziaływanie pomiędzy dyslokacjami zarodka a polem naprężeń obszaru przemienionego. Następuje utrata koherencji zarodka w skutek nowo powstającej pętli dyslokacji. Drugi etap wzrostu martenzytu płytkowego, będącego wynikiem zarodkowania dyslokacji bliźniakujących oraz wzrostu bliźniaków na końcu płytki, prowadzi do powstania midribu. Zarodek martenzytu ma kształt soczewki o cienkim, koherentnym obszarze. Ponadto utrata koherencji między koherentnym zarodkiem martenzytu a austenitem ma miejsce w momencie wystąpienia odprężenia, kiedy to dyslokacje na granicy międzyfazowej zarodka obniżają energię całkowitą układu. K. E. Easterling i wsp. Wyrazili pogląd, że proces samozarodkowania dyslokacji ma największy wpływ na utratę koherencji zarodka. Według autorów zarodkowanie dyslokacji martenzytu płytkowego występuje na części płytki martenzytu o największym przekroju; wzrost grubości płytki przebiega powoli ze względu na niską prędkość przemieszczania się dyslokacji. Przykładowe zdjęcia mikrostruktury martenzytu listwowego i płytkowego pokazano na rys. 15.



a)

b)

Rys. 15. Mikrostruktura stali hartowanej w oleju, a) martenzyt listwowy, b) martenzyt płytkowy, wg. [107]

Austenit w czasie przemiany doznaje naprężeń ściskających, ponieważ objętość właściwa martenzytu jest większa jak austenitu, co z kolei wpływa hamująco na przemianę. Zmiana objętości jest źródłem zmieniających się pól naprężeń w objętości materiału. Ten efekt jest źródłem generacji sygnału emisji akustycznej, omówionej szerzej w dalszej części rozprawy. Po zakończeniu przemiany pewna ilość austenitu pozostaje nieprzemieniona. Im niższa temperatura końca przemiany, i w konsekwencji, im więcej węgla zawiera stal, tym więcej pozostaje austenitu szczątkowego.

3.6 Emisja akustyczna

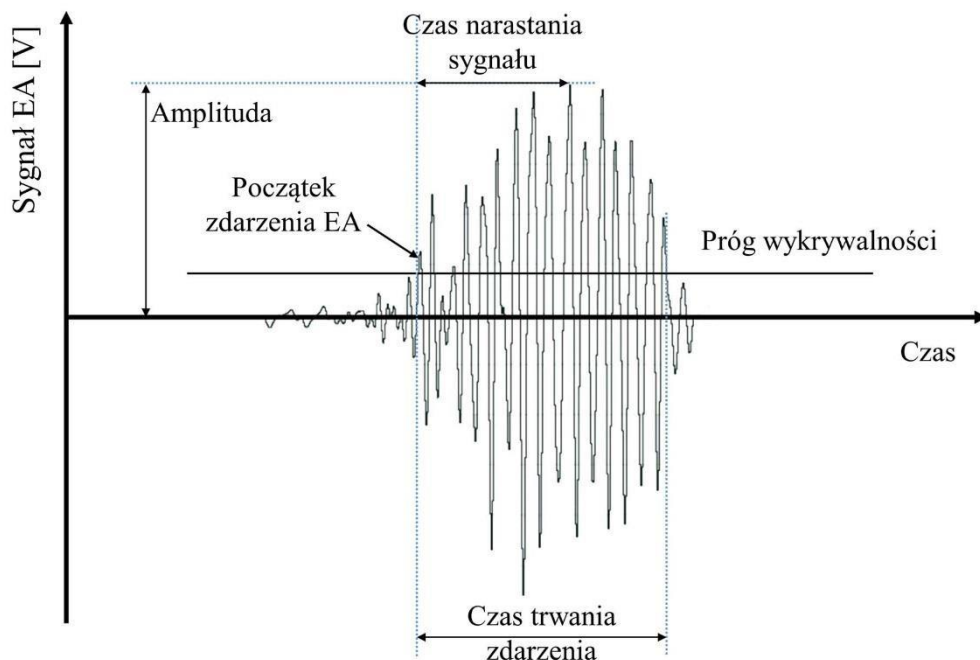
Metoda emisji akustycznej (EA) jest obecnie szeroko stosowana w różnych dziedzinach nauki i techniki zarówno w aplikacjach technicznych jak i naukowych. Metoda EA znajduje także zastosowanie w badaniach własności mechanicznych i przemian fazowych stali [108]. Emisję akustyczną definiuje się jako zjawisko, które polega na powstawaniu fal sprężystych zarówno we wnętrzu, jak i na powierzchni ośrodka. Źródłem generacji fal sprężystych mogą być procesy w skali makro-, polegające np. na propagacji rysy w kruchej matrycy kompozytu lub w skali mikro- procesy związane z rozwojem mikropęknięć, rozwój i anihilacja dyslokacji oraz przeskoki atomów w sieci krystalicznej. EA jest nieniszcząca metodą badawczą, co stanowi jej zaletę. W przypadku większości metod nieniszczących z defektami materiałowymi oddziałują różne formy energii, wprowadzanych do badanego obiektu, natomiast w metodzie EA sam materiał

obiekty jest źródłem informacji. Metoda EA umożliwia wykrycie powstawania wad lub śledzenie przemian fazowych w trakcie pomiarów [108].

Wczesna aparatura do badań EA umożliwiała rejestrację sygnału do częstotliwości ok. 20 kHz i w związku z tym jako określenie opisywanej metody przyjął się termin „emisja akustyczna”. Od lat 70-tych, w wyniku rozwoju urządzeń pomiarowych zakres stosowanych częstotliwości roboczych uległ poszerzeniu do ok. 1 MHz [110, 111]. Przemiany fazowe w stalach są źródłem sygnału EA o częstotliwości w zakresie powyżej 20 kHz, co będzie przedstawione bliżej w podrozdziale 5.1 niniejszej rozprawy. Najważniejsze parametry [14], opisujące emisję akustyczną to przede wszystkim (rys. 16):

- suma zliczeń,
- amplituda sygnału,
- gęstość zliczeń (liczba w jednostce czasu),
- suma zdarzeń,
- gęstość zdarzeń.

Terminy stosowane w badaniach metodą emisji akustycznej są ujęte w normie PN-EN 1330-9 z października 2002 r.



Rys. 16. Parametry sygnału emisji akustycznej- określone w dziedzinie czasu, wg. [112]

Na rys. 16. Przedstawiono przebieg sygnału EA w dziedzinie czasu, a także pokazano minimalny poziom sygnału identyfikowany jako „wykrycie zdarzenia EA”. W dalszej części niniejszej rozprawy będzie omówiona metoda analizy widmowej sygnału EA, tj. określenia jego charakterystyki częstotliwościowej. W tym przypadku możliwa jest identyfikacją zdarzenia EA o energii niższej niż energia zdarzenia wykrywana przy pomocy analizy sygnału w dziedzinie czasu.

Emisja akustyczna może mieć charakter ciągły lub skokowy w zależności od procesu zachodzącego w badanym źródle i uplastycznienia otaczającego je ośrodka. W materiałach kruchych (porcelana ceramika), lub plastycznych, ale mających tendencję do pęknięcia jak materiały kruche (kadm, cynk, uran, tytan) w wyniku powstawania mikro- i makropęknięć obserwuje się emisję skokową. Emisja o charakterze ciągłym jest rejestrowana w czasie np. przemiany martenzytycznej i, zwłaszcza w obiektach, w których jednocześnie jest aktywna duża populacja źródeł. W takim w przypadku identyfikacja zachodzących procesów ma złożony charakter. Utrudnienia w analizie źródeł sygnału EA mają miejsce wówczas, gdy generowane sygnały ulegają zniekształceniu przy propagacji przez ośrodek niejednorodny i gdy ulegają odbiciu od brzegów obiektu. Współczesna aparatura EA, wyposażona w wiele kanałów do jednoczesnej rejestracji sygnału i moduły do analizy tego sygnału w dziedzinie czasu i częstotliwości stwarza możliwość prowadzenia efektywnych pomiarów pomimo w/w utrudnień.

Badania emisji akustycznej są obecnie prowadzone w wielu laboratoriach [14-18, 114-119]. Celem niniejszej rozprawy jest m.in. zaprezentowanie metody analizy sygnału emisji akustycznej generowanej w procesie przemian fazowych w stali.

Źródła emisji akustycznej – przemiany fazowe

W badaniach z wykorzystaniem emisji akustycznej ciał stałych, metali i ich stopów obserwuje się kilka różnych kierunków. Do najważniejszych należy badanie przebudowy struktury atomowej, co ściśle związane jest z dyfuzją domieszek. Kolejny kierunek odnosi się do badań związanych z dyslokacjami, mianowicie badań gęstości dyslokacji, namnażania się dyslokacji oraz geometrii sieci. Za główne źródła emisji akustycznej w metalach i ich stopach uważa się [120-122]:

- przemieszczanie się dyslokacji w wyniku odkształcenia plastycznego,
- tworzenie bliźniaków,
- przemiany fazowe typu przemieszczeniowego.

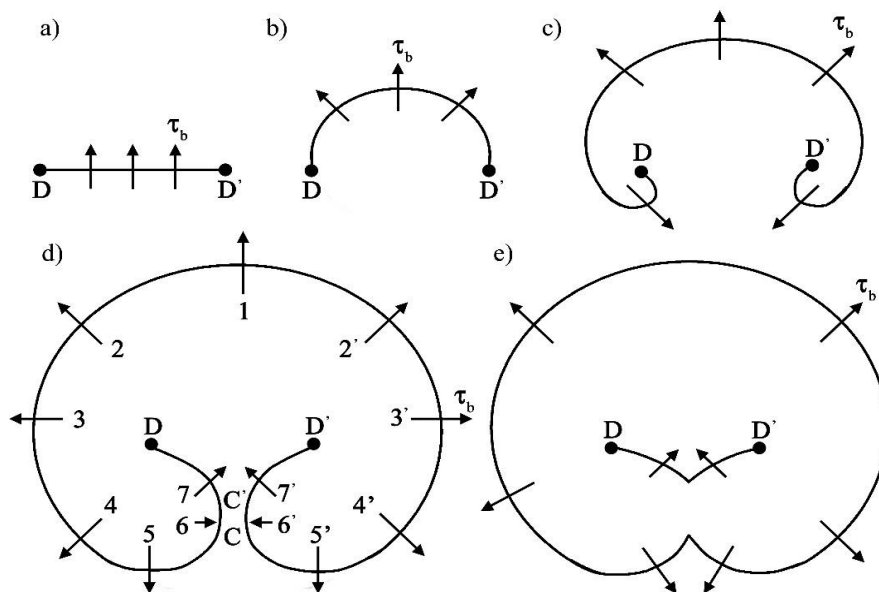
W stalach poddawanych obróbce cieplnej, w trakcie przemian fazowych jest generowany sygnał EA. Jednak nie w każdym przypadku w stali występują efektywne źródła tego sygnału. W sytuacji, kiedy przemiana fazowa polega na bardzo wolnym, dyfuzyjnym przemieszczaniu się atomów (przemiana perlityczna, ferrytyczna), energia sygnału EA jest bardzo niska. Natomiast w przypadku przemiany martenzytycznej rejestrowana energia sygnału EA jest wysoka. Jak to już opisano wyżej, w czasie przemiany martenzytycznej zachodzi przebudowa sieci krystalicznej chłodzonego materiału. W konsekwencji tego, że zmiany położenia atomów realizują się bardzo jest generowany sygnał o wysokiej częstotliwości i znacznej energii. Mając na uwadze, że mechanizm przemiany bainitycznej nie jest do końca poznany, wydaje się, że śledzenie dynamiki zmian sygnału EA towarzyszącego tej przemianie może dostarczyć cennych informacji odnośnie jej charakteru i etapów. Należy podkreślić, że granica międzyfazowa formująca się w przemianie bainitycznej austenit/ferryt ma taki sam charakter jak w trakcie przemiany martenzytycznej, a mechanizm ścinania w zachodzącej przemianie determinuje morfologię powstałych płytek bainitu.

Ponieważ dyslokacje są istotnym źródłem sygnału EA w metalach, w literaturze można znaleźć wiele prac odnoszących się do tego zagadnienia. Prace te dotyczą ruchliwości dyslokacji, mechanizmów ich rozmnażania, wzajemnych oddziaływań, blokowania i anihilacji. J. D. Eshelby [124] w 1962 r. upatrywał przyczyn generacji EA w procesach przyspieszania i opóźniania dyslokacji. W/w autor jako pierwszy sformułował zależność emitowanej energii sprężystej od zmian prędkości przemieszczania się dyslokacji, względnie ruchu drgającego pojedynczego przegięcia na linii dyslokacji. Przemieszczanie się dyslokacji w metalach badano także w pracy [123] i potwierdzono, że znaczącą rolę w generowaniu EA w metalach odgrywa przemieszczanie się dyslokacji.

Ponadto powstawanie i rozchodzenie się fal sprężystych ma miejsce wówczas, gdy obserwuje się kumulację i wyzwolenie energii. Wyzwolenie energii w czasie ruchu dyslokacji zależy od tego, jaki charakter ruchu dyslokacji dominuje. W literaturze spotyka się dwa podstawowe rodzaje przemieszczeń [109]. Pierwszy ma miejsce wówczas, gdy

naprężenia zewnętrzne są większe od oporu poślizgu (ciągłego), wówczas dyslokacja porusza się ze względu na występowanie dodatkowej siły napędowej na całej trajektorii przemieszczenia. Natomiast drugi rodzaj ruchu dyslokacji występuje, gdy naprężenia zewnętrzne są mniejsze od oporu poślizgu (skokowego). Ten wariant ruchu ma pewne ograniczenia, spowodowane tym, że dyslokacja zostaje na pewnych odcinkach zablokowana. Wówczas w wyniku aktywacji cieplnej dyslokacja ulega drganiom, wskutek czego w pewnym momencie pokonuje opór w postaci blokujących ją przeszkód i następuje przemieszczenie do zetknięcia się z następną przeszkodą. W trakcie tego procesu dyslokacja doznaje opóźnień i przyspieszeń, co jest silnym źródłem EA.

A. Pawełek i wsp. [125-128] na podstawie przeprowadzonych badań poddanych ścisłaniu w płaskim polu naprężeń monokryształów metali i ich stopów wykazali, że źródłem sygnału EA w tym przypadku jest z kolektywne przemieszczanie się grup dyslokacji. W/w autorzy przedstawili pogląd, że przemieszczanie się dyslokacji wewnątrz materiału ma związek z przyspieszeniem i z synchronizowaną anihilacją dyslokacji, która zachodzi wewnątrz i na powierzchni badanego tego materiału



Rys. 17. Źródło Franka -Reeda i kolejne stadia jego rozwoju: a) dyslokacja krawędziowa występująca w płaszczyźnie poślizgu, osadzona w punktach D, D', b) wygięcie dyslokacji do półokręgu będące wynikiem rosnącego naprężenia, c) wygięcie linii dyslokacji i powstanie pętli z dwiema spiralami, d) zetknięcie się w punktach C, C' obu części spirali d) powstanie zewnętrznej zamkniętej pętli (dyslokacji zewnętrznej), oraz dyslokacji wewnętrznej D, D', wg. [20]

Anihilacja dyslokacji ma miejsce wówczas, gdy spotykają się dwie dyslokacje różnoimienne, jak na przykład podczas domykania się pętli dyslokacji generowanych ze źródeł typu Franka-Reeda (FR). Przykładowe źródło FR i kolejne stadia jego rozwoju przedstawiono na rys. 17.

Według A Pawełka źródło typu Franka-Reada jest głównym mechanizmem aktywującym rozmnażanie się dyslokacji. Ponadto autor zauważył, że głównym źródłem EA jest efekt anihilacji dyslokacji wewnątrz kryształów. Natomiast dodatkowym zasobem EA są niestacjonarne ruchy dyslokacji pochodzące z jej przyspieszania generowane ze źródła F-R. Inne efekty anihilacyjne, takie jak możliwe dla wielu dyslokacji jej wyjście na powierzchnię swobodną kryształu także mogą mieć wpływ na generację sygnału EA. Do wyjścia dyslokacji na powierzchnię może przyczynić się znoszenie dyslokacji na skutek wpływu zmiennych obciążeń [129]. Także ruch dyslokacji na skutek wpływu sił przyciągania ich przez powierzchnię, w wyniku działania na badany element stałych, czy też zmiennych obciążeń, ale znajdujący się w ośrodku zdecydowanie bardziej agresywnym [130]. Dyslokacyjne źródło FR można także rozważać jako źródło emisji akustycznej generowanej na skutek procesów anihilacji segmentów dyslokacji, za każdym razem w momencie domykania się pętli generowanej ze źródła.

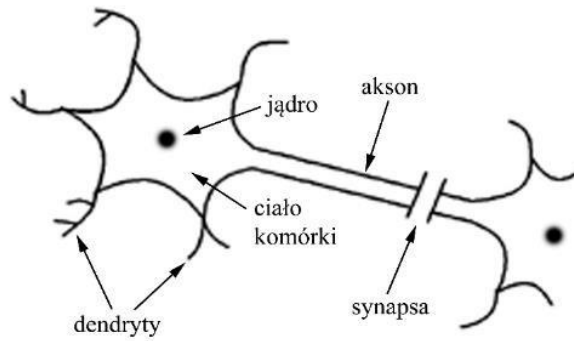
Zjawisko występowania emisji akustycznej w metalach i ich stopach zależy od szeregu różnych czynników, niejednokrotnie bardzo zawiłych i skomplikowanych zjawisk fizycznych. Prowadzonych było wiele prac teoretycznych i doświadczalnych w celu wyjaśnienia mechanizmu występowania EA w materiałach. Badane procesy są związane ze zjawiskami o różnej skali: sub-, mikro-, i makroskopowej. Ponieważ najłatwiej obserwuje się EA w ciałach stałych, a dodatkowo w ciałach bardziej kruchych niż plastycznych, w związku z tym są one najlepiej zbadane.

3.7 Sztuczne sieci neuronowe

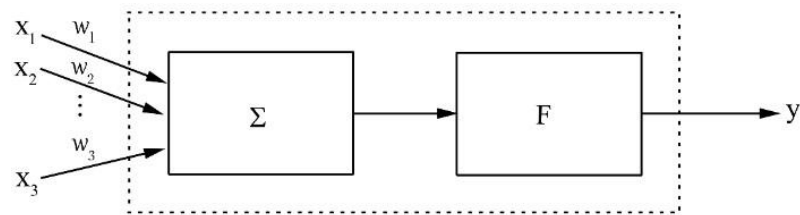
Sztuczne sieci neuronowe znajdują zastosowanie przy rozwiązywaniu złożonych problemów algorytmicznych i analizie obszernych zbiorów danych. W/w metody charakteryzują się wysoką efektywnością obliczeniową, co rzutuje na obniżenie czasochłonności wykonywanych obliczeń i na optymalizację wykorzystania zasobów fizycznych systemów liczących.

Przyjmuje się, że prekursorami aplikacji sztucznych sieci neuronowych byli W. S. McCulloch i W. H. Pitts, którzy wydali w 1943 r. publikację [131]. Autorzy przedstawili w niej model matematyczny sztucznego neuronu, wzorowanego na jego odpowiedniku biologicznym. Model ten posiadał zdolność odwzorowania operacji logicznych, dzięki zastosowaniu kilku skalowalnych wejść do jednostki wykonawczej oraz implementacji funkcji progowej, pełniącej rolę analogiczną do fizjologicznej funkcji aktywacji. Próba odwzorowania sposobu przesyłania i przetwarzania informacji przez mózg, a także postaci generowanych sygnałów elektrochemicznych stała się inspiracją do projektowania różnych konfiguracji sieci syntetycznych. Porównanie sztucznego neuronu z jego biologicznym odpowiednikiem przedstawiono na rys. 18. Z porównania neuronów przedstawionych na w/w rysunku wynika, że schemat funkcjonalny obu struktur jest podobny z tym że, w uproszczeniu, rolę dendrytów w sztucznej sieci pełni wejścia (x_1, x_2, x_3), natomiast rolę aksonu pełni wyjście y .

Ogólnie ujmując, sztuczne neurony posiadają zdolność przetwarzania sygnałów podanych na ich wejścia i wyznaczenia wypadkowego sygnału na wyjściu tego elementu. Sygnały wejściowe są modyfikowane przez ich pomnożenie przez współczynniki wag w_n . W dalszym etapie procesu zmodyfikowane sygnały są sumowane w kolejnym bloku, a następnie są podawane na wejście bloku aktywacji. Blok ten dokonuje pewnego przekształcenia podanego sygnału. Może to być przekształcenie z zastosowaniem funkcji liniowej, z progową aktywacją lub o postaci sigmoidalnej ($1/(1 + \exp(-x))$).



a)



b)

Rys. 18. a) Uproszczona budowa komórki nerwowej, wg. [135];
 b) Model sztucznego neuronu , wg. [136]). Σ oznacza operację sumowania sygnałów podawanych na wejścia sieci, F – przekształcenie sygnału w bloku aktywacji

Sygnał na wyjściu neuronu opisany jest wzorem:

$$y = f(\sum_{i=1}^n w_i x_i) \quad (3)$$

gdzie:

w_i – współrzędne wektora współczynników wag,

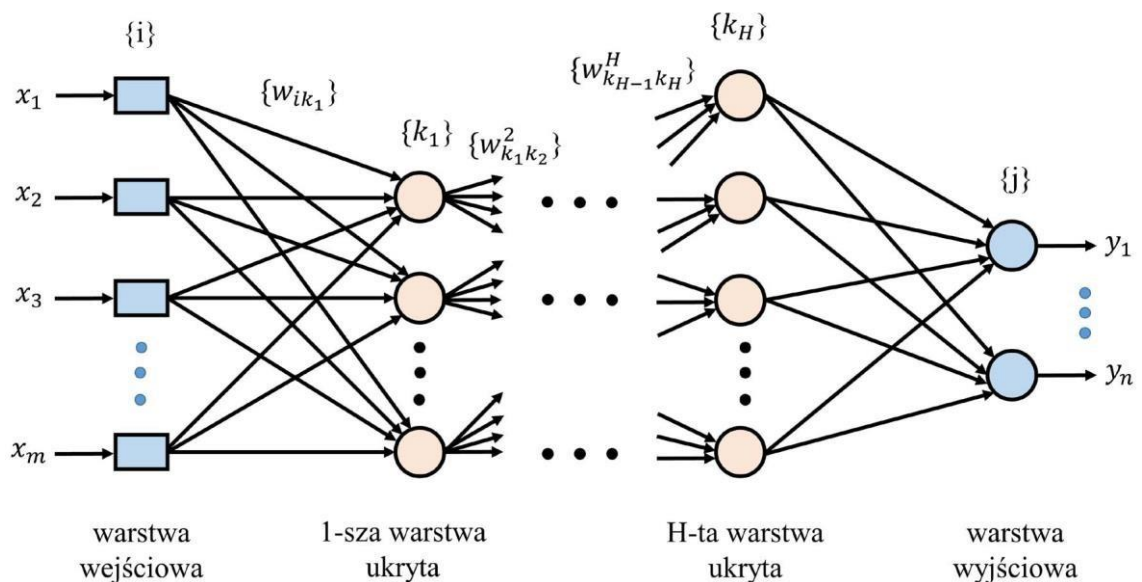
x_i – współrzędne wektora sygnału wejściowego,

$f(\cdot)$ – funkcja aktywacji.

D. O. Hebb kanadyjski psycholog i specjalista w dziedzinie neuropsychologii przedstawił w [132] koncepcję procesu uczenia się sieci neuronowej w tzw. trybie „bez nadzoru”, to jest zjawisko samoorganizacji sieci neuronowej w procesie przyswajania informacji przekazywanej na wejścia tej sieci. Koncepcja ta ma zastosowanie zarówno do systemów biologicznych, jak i syntetycznych.

W latach pięćdziesiątych ubiegłego wieku F. Rosenblatt [133] zaprojektował pierwszą sztuczną sieć neuronową, zwaną perceptronem. Perceptron był układem do segregacji danych z liniową funkcją aktywacji. W tym przypadku została użyta procedura uczenia sieci „pod nadzorem”. Oznacza to, że w trakcie uczenia stan sieci (to jest wartości wektora współczynników wag) jest modyfikowany w kierunku uzyskania określonego sygnału na wyjściu tej sieci.

Istotnym etapem w rozwoju metody sztucznych sieci neuronowych było opracowanie metody uczenia sieci wielowarstwowej o nazwie „algorytmu wstecznej propagacji błędów”. Algorytm ten został opisany przez P. J. Werbosa [134] w 1974 r. Algorytm ten został zastosowany w niniejszej rozprawie i zostanie dalej szerzej przedstawiony. Schemat budowy sieci wielowarstwowej, w której sygnały z wyjść pewnych neuronów są poddawane na wejścia neuronów kolejnych warstw tej sieci jest pokazany na rys. 19.



Rys. 19. Schemat budowy sieci wielowarstwowej, zastosowanej do filtracji sygnału EA w niniejszej rozprawie, wg. [136]

Algorytm uporządkowania współczynników wag w_i metodą wstecznej propagacji błędu wymaga zastosowania określonej procedury uczenia sieci, która jest przedstawiona poniżej w czterech etapach, zgodnie z opisem zamieszczonym w [109] przez autora oprogramowania, wykorzystanego w części eksperymentalnej niniejszej rozprawy:

- Ustawia się losowe wartości współczynników wagowych w_i w celu zainicjowania stanu początkowego sieci.
- Podaje się na wejście sieci wzorzec użyty uczenia sieci o współrzędnych x_i , określa się sygnał wyjściowy y_0 oraz różnicę pomiędzy tym sygnałem, a sygnałem, który wystąpi po poprawnym cyklu uczenia sieci ($y_f - y_0$)
- Dokonuje się zmiany wartości współczynników wagowych wykorzystując do wyznaczenia tej zmiany pochodną funkcji aktywacji neuronów i chwilowe wartości wzorca x_i , według wzoru 6, podanego poniżej.
- Trzy wymienione powyżej operacje powtarza się aż do momentu, kiedy różnica ($y_f - y_0$) będzie niższa od wartości progowej, ustalonej w treści procedury.

Szczegółowy opis implementacji przedstawionego algorytmu zamieszczono w niniejszej rozprawie w punkcie 4.5, zawierającym opis oprogramowania użytego do badań. W pracy [139] omówiono zagadnienie zdolności sieci neuronowych do rozróżniania różnych wektorów o dużej liczbie współrzędnych. Wykazano, że przy zastosowaniu sieci jednowarstwowej pewne klasy wektorów nie mogą być efektywnie rozróżnione. Zastosowanie dwóch połączonych warstw ukrytych, to jest dwóch zbiorów współczynników wagowych i nieliniowej funkcji aktywacji umożliwia klasyfikację większości spotykanych w praktyce zbiorów wektorów odwzorowujących wyniki pomiarów wielkości fizycznych.

Sieci neuronowe znalazły także zastosowanie w badaniach własności materiałów, m.in. jako narzędzie do analizy sygnału EA [15,18]. W cytowanych wyżej publikacjach zastosowanie sztucznych sieci neuronowych miało na celu filtrację sygnału emisji akustycznej pochodzącej od przemian fazowych. W poniższej rozprawie przedstawiono również koncepcję zastosowania w/w metody do identyfikacji przemian fazowych austenitu w martenzyt i bainit poprzez analizę sygnału EA o złożonej postaci.

4. Metodyka badań

Badano przemiany fazowe zachodzące w czasie rozpadu przechłodzonego austenitu w stalach 100CrMnSi6-4 oraz C105U. W celu identyfikacji przemian po hartowaniu z przemianą izotermiczną przeanalizowano parametry sygnału EA poddanego filtracji przy użyciu sieci neuronowej.

W pierwszym etapie badań przeprowadzono operację obróbki cieplnej, polegającą na hartowaniu izotermicznym próbek wybranych gatunków stali. Próbkę stali poddano obróbce cieplnej w zakresie różnych temperatur, poniżej w przybliżeniu i powyżej temperatur M_s , odpowiednich dla danego gatunku materiału. Badania zrealizowano w specjalnie do tego celu przygotowanym stanowisku badawczym, zaopatrzonym w aparaturę do pomiarów EA.

Następnie zarejestrowane sygnały emisji akustycznej poddano obróbce i analizie z zastosowaniem oprogramowania wytworzonego w IPPT PAN [148].

W ostatnim etapie przeprowadzono przegląd mikrostruktury odpowiednio przygotowanych próbek stalowych po hartowaniu z przemianą bainityczną.

4.1 Materiał zastosowany do badań

Do przeprowadzenia badań zastosowano stal łożyskową 100CrMnSi6-4, oraz stal narzędziową C105U.

Stal łożyskowa 100CrMnSi6-4

Stal łożyskowa 100CrMnSi6-4, to stal stopowa, nadeutektoidalna, używana do specjalnych zastosowań. Wykorzystuje się ją między innymi do wytwarzania elementów łożysk tocznych, do wyrobu pierścieni, kulek, wałków oraz igieł krawieckich. Ze względu na swoje przeznaczenie musi charakteryzować się określonymi własnościami spełniającymi wymagania producentów elementów tocznych. W/w produkty

charakteryzują się niezawodnością pracy przy znacznych wartościach obciążeń mechanicznych. Dodatkowo muszą być odporne na wpływ niekorzystnych warunków środowiskowych, cechować się odpowiednią stabilnością wymiarową oraz odpornością na ścieranie i cichobieżnością.

Stal łożyskowa wzbogacona jest o dodatki stopowe, takie jak chrom (Cr), krzem (Si) i mangan (Mn). Obecność tych domieszek wymaga zastosowania specjalnych procedur obróbki cieplnej jeżeli planuje się uzyskanie produktu o wysokiej wytrzymałości i trwałości. Konwencjonalna obróbka stali łożyskowej polegająca na hartowaniu zwykłym z niskim odpuszczaniem w efekcie umożliwia otrzymanie struktury złożonej z drobnoiglastego martenzytu i drobnych węglików [140]. Natomiast zastosowanie hartowania z przemianą izotermiczną umożliwia poprawę własności plastycznych hartowanych elementów, które stają się bardziej odporne na pękanie, nie tracąc przy tym na twardości i wytrzymałości. W konsekwencji otrzymana struktura martenzytowo-bainityczna umożliwia poprawę własności mechanicznych rozpatrywanego gatunku stali [22, 141].

Dodatki stopowe [142] nie tylko pozwalają polepszyć hartowność obrabianych elementów, ale także wpływają bardzo korzystnie na własności użytkowe gotowych wyrobów. Węgiel (C) przy zawartości ok. 1% poprawia twardość oraz odporność na ścieranie. Natomiast chrom (Cr) wpływa znacząco na hartowność stali, umożliwiając tym samym podwyższenie jej parametrów. Chrom przyczynia się do zwiększenia twardości stali, w wyniku zwiększenia zawartości węglików, co w efekcie skutkuje polepszeniem odporności na ścieranie. Zwiększona zawartość węglików zapobiega rozrostowi ziarn austenitu. Dodatek krzemu wpływa na aktywność węgla w austenicie, ponadto obniża współczynnik dyfuzji węgla, a także hamuje wydzielanie cementytu z austenitu, co zostało potwierdzone m.in. w [143]. Krzem zwiększa trwałość austenitu, a tym samym polepsza hartowność stali w zakresie przemiany bainitycznej. Jednakże zawartość krzemu powyżej 0,4% przyczynia się do rozrostu ziarn, a ponadto może powodować pęknięcia hartownicze. Mangan w stali łożyskowej zapewnia stabilność wymiarową po procesie hartowania, obniża temperaturę M_s i stabilizuje fazę austenitu resztkowego.

Stal narzędziowa C105U

Stal narzędziowa C105U, to stal węglowa stosowana na narzędzia pracujące głównie w lekkich warunkach skrawania. Wytwarza się z niej np. narzędzia służące do obróbki metali, kamieni młyńskich, pilniki, ostrze noży, wiertła, frezy, rozwiertniki. Od stali narzędziowej ze względu na różne warunki pracy wymaga się wysokiej twardości, powyżej 60 HRC, odporności na ścieranie i należytej hartowności. Stal C105U posiada niską zawartość dodatków stopowych, jest to stal płytko hartująca się o bardzo dobrej wytrzymałości. Charakteryzuje się znakomitą odpornością na uderzenia, jest bardzo twarda, odporna na korozję i na ścieranie. W związku z dobrymi własnościami mechanicznymi stal ta jest bardzo często wykorzystywana w przemyśle do produkcji części maszyn i urządzeń. Stal przyjęta do badań dostarczona została w postaci prętów walcowanych w stanie zmiękczonego, z jednego wytopu. Wyniki analizy składu chemicznego wykonano na spektrometrze iskrowym firmy BRUKER model TASMAN Q4, co przedstawiono w tabelach nr 1 i 2.

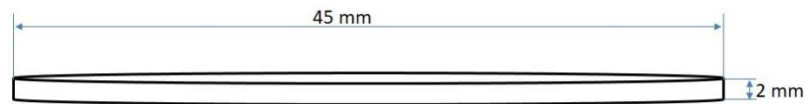
Tabela 1. Skład chemiczny stali łożyskowej 100CrMnSi6-4, zawartość pierwiastków w % wag.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu
0.98	1.10	0.6	0.012	0.009	1.51	0.08	0.02	0.018	0.20

Tabela 2. Skład chemiczny stali narzędziowej C105U, zawartość pierwiastków w % wag.

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu
1.09	0.27	0.28	0.015	0.016	0.15	0.06	0.01	0.0017	0.076

Do przeprowadzenia hartowania izotermicznego w stanowisku badawczym przygotowano okrągłe próbki o średnicy 45 mm i grubości 2 mm. Próbki wycięto przy pomocy wycinarki wodnej WATERJET.



Rys. 20. Wymiar, kształt próbek badanych próbek

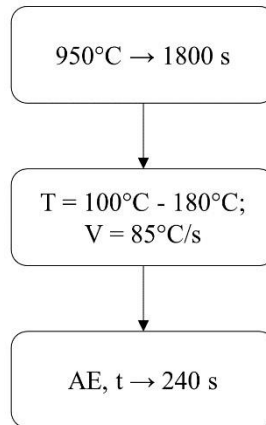
4.2 Obróbka cieplna

Próbki poddano austenitacji w piecu komorowym w temperaturze 950°C przez 30 minut. Parametry austenitacji zaprojektowano w ten sposób, aby możliwe było rozpuszczenie węglików w znacznej ich ilości oraz obniżenie temperatury M_s . Zadane warunki umożliwiły wzrost austenitu szczytkowego w czasie hartowania stali oraz zmniejszenie odkształceń gotowych elementów. Realizację zapisu sygnału akustycznego w trakcie hartowania izotermicznego przeprowadzono na specjalnie przygotowanym stanowisku badawczym, przedstawionym na rys. 24.

Badanie wykonano w następujących etapach:

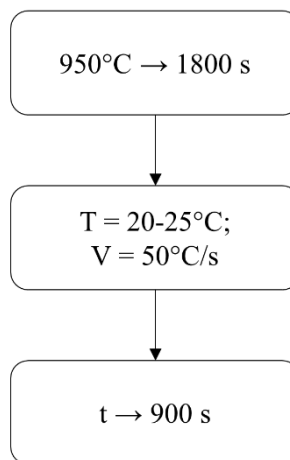
- Austenitacja próbki w piecu komorowym w 950°C przez 1800 s.
- Umieszczenie próbki w stanowisku badawczym (w specjalnej prowadnicy), wypełnionym olejem nagrzanym do odpowiedniej temperatury (100-180°C).
- Dociśnięcie trzpieniami służącymi jako falowody do rejestracji sygnału EA.
- Rejestracja i zapis sygnału EA w czasie 4 minut.

Schemat procesu obróbki cieplnej na stanowisku hartowniczym, z zaznaczonym przedziałem czasu t , w którym rejestrowano sygnał emisji akustycznej przedstawiono na rys. 21.

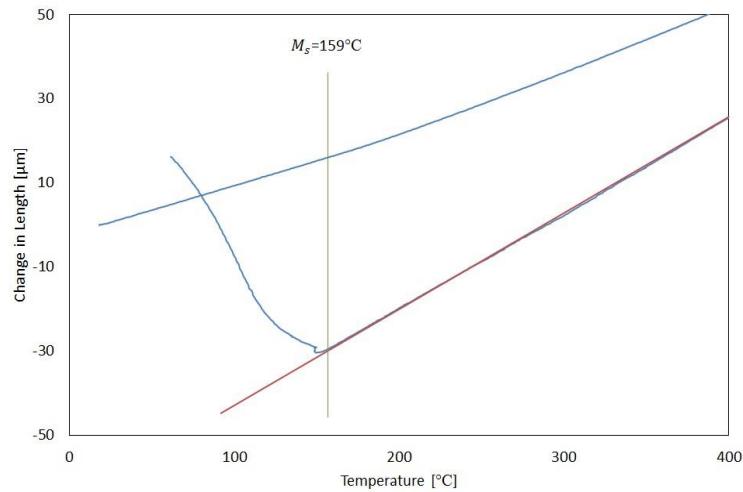


Rys. 21. Schemat procesu obróbki cieplnej z zaznaczonym , z zaznaczonym przedziałem czasu t , w którym rejestrowano sygnał emisji akustycznej

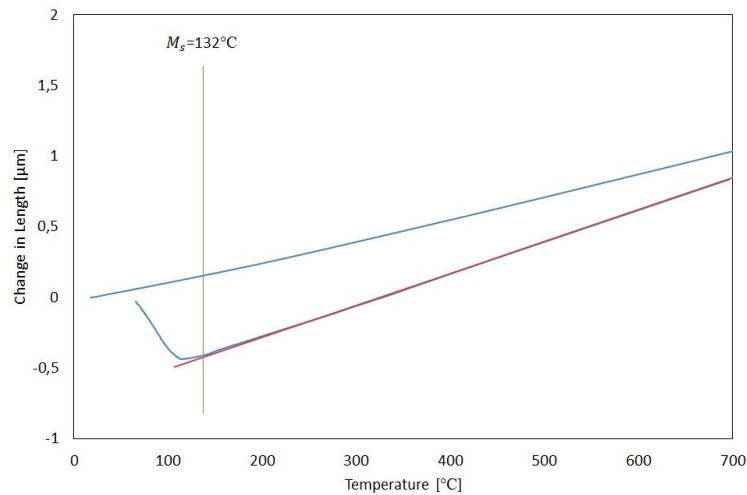
Przed badaniami zasadniczymi wykonano badania dylatometryczne w celu wyznaczenia temperatury M_s przyjętych do doświadczenia próbek stalowych. Zrealizowano je w Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej, na dylatometrze hartowniczym DIL 805 L z kwarcowym systemem pomiarowym, indukcyjnym grzaniem i chłodzeniem realizowanym poprzez nadmuch sprężonego helu o czystości 99,999%. Do badań dylatometrycznych przygotowano próbki o średnicy 2 mm i długości 10 mm. Do wyznaczenia temperatury M_s próbki austenitizowano w temperaturze 950°C przez 900 s., szybkość chłodzenia wynosiła 50°C/s. Następnie próbki ochłodzono do temperatury pokojowej. Schemat procesu oraz fragmenty krzywych z dylatogramu zilustrowano na rys 22, 23.



Rys. 22. Schemat procesu obróbki cieplnej z zaznaczonym przedziałem czasu t prowadzenia badań dylatometrycznych



a)



b)

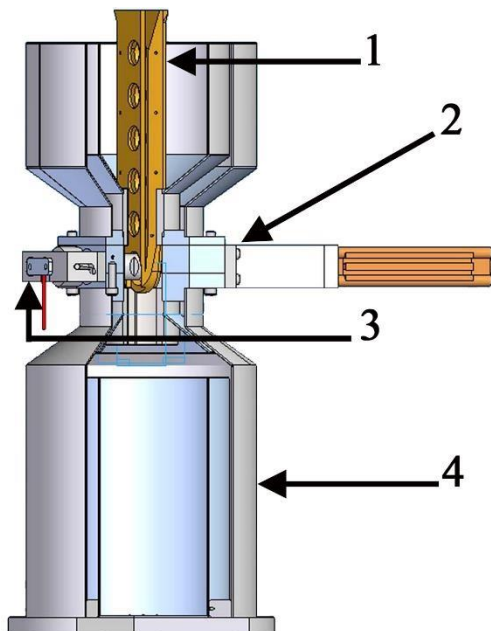
Rys. 2.3 Fragmenty krzywych z dylatogramu z oznaczeniem punktów charakterystycznych dla stali: a) łożyskowej b) narzędziowej

Badania mikrostrukturalne wykonano na mikroskopie metalograficznym świetnym, odwróconym Nikon MA200 oraz skaningowym mikroskopie elektronowym typu Phenom XL. Próbki do obserwacji przygotowano stosując następujące zabiegi:

- wycięcie krążków z badanego materiału przy pomocy wycinarki wodnej WATERJET,
- inkludowanie, szlifowanie na mokro oraz polerowanie,
- trawienie z zastosowaniem odczynników Vilella oraz Nitalu.

4.3 Stanowisko badawcze

Badania EA zrealizowano w oryginalnym stanowisku badawczym [52]. Schemat stanowiska badawczego przedstawiono na rys. 24.



Rys. 24. Schemat stanowiska badawczego do hartowania z przemianą izotermiczną. Hartowanie w oleju z jednoczesną rejestracją efektów akustycznych 1 – prowadnica, 2 – prawy z pary falowodów oraz fragment mechanizmu dociskowego, 3 – sensor ultradźwiękowy, umieszczony na lewym z pary falowodów, 4 – zbiornik oleju

Stanowisko badawcze zostało zaprojektowane przez T. Z Woźniaka w ramach Projektu Badawczo – Rozwojowego Nr R1501002 [114, 116]. Głównym elementem stanowiska jest termostatowany zbiornik wypełniony olejem. We wnętrzu zbiornika zainstalowano prowadnicę do przemieszczania gorących próbek. Do pomiaru temperatury służą dwie termopary zanurzone w oleju, zintegrowane z układem sterowania (regulatorem temperatury) oraz grzałką opaskową. Na końcu jednego z pary trzpieni falowodowych zamocowano sensor ultradźwiękowy do rejestracji sygnału emisji akustycznej generowanych w trakcie procesu hartowania izotermicznego. Do drugiego trzpienia zamocowano siłownik pneumatyczny, umożliwiający uzyskanie prawidłowego docisku próbki do falowodów. Dzięki zastosowaniu materiału o odpowiedniej oporności cieplnej temperatura zewnętrznych końców falowodów w trakcie procesu hartowania nie przekracza 100°C , to jest zawiera się w zakresie bezpiecznej pracy sensora EA. Falowody

wykonano ze stali 4H13, dla której wykonano testy wykluczające zachodzenie przemian fazowych w zakresie temperatur, w zakresie których te falowody są eksploatowane. Fotografie stanowiska badawczego przedstawiono na rys. 25.



Rys. 25. Stanowisko badawcze do hartowania z przemianą izotermiczną w oleju hartowniczym.

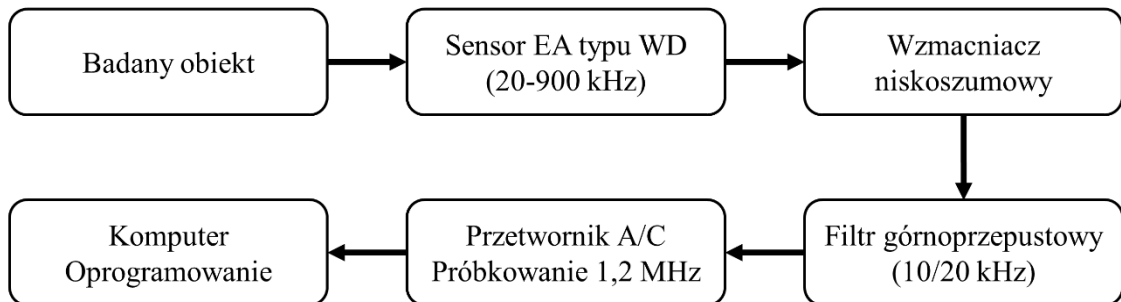
Układ sterowania zawiera:

- przekaźnik sterujący siłownikiem pneumatycznym,
- wskaźniki ciśnienia powietrza na siłowniku i reduktorze
- dwa regulatory temperatury oleju w zbiorniku.

Olej hartowniczy jest podgrzewany za pomocą grzałki opaskowej zainstalowanej w dolnej części zbiornika.

4.4 Rejestracja i zapis sygnału EA

Sygnał EA generowany w wyniku zachodzących przemian fazowych podczas hartowania izotermicznego stali zarejestrowano za pomocą oryginalnego zestawu pomiarowego. Aparatura i oprogramowanie do jej obsługi zostało opracowane w IPPT PAN przez Z. Ranachowskiego [144]. Schemat aparatury akustycznej pomiarowej przedstawiono na rys. 26.



Rys. 26. Schemat stanowiska do badań EA

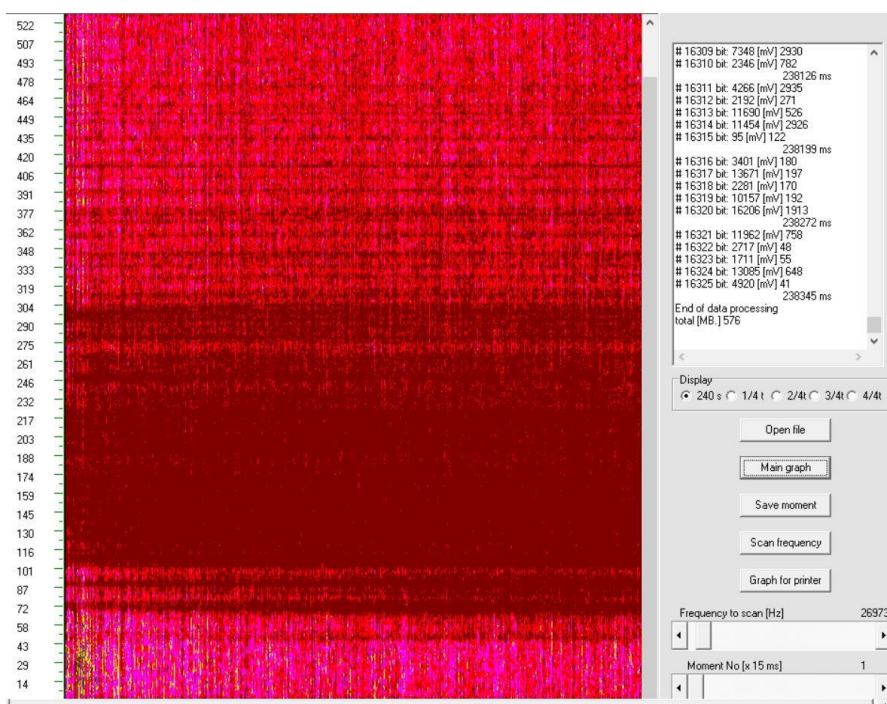
Sygnał EA był rejestrowany przy pomocy różnicowego, szerokopasmowego sensora typu WD (20-900 kHz). Sensor był dołączony do wzmacniacza niskoszumowego, którego poziom szumów w paśmie roboczym nie przekraczał 50 mikrowoltów napięcia skutecznego (peak-to peak). Wzmacniacz umożliwiał wzmocnienie sygnału w zakresie 20 – 60 dB. W trakcie pomiarów zastosowano maksymalne możliwe wzmocnienie sygnału. Filtr górnoprzepustowy, dołączony do wyjścia wzmacniacza, umożliwiał eliminację zakłóceń tła, podchodzących z otoczenia aparatury. Wzmocniony i pozbawiony zakłóceń sygnał EA był przekazany do komputera PC z wbudowaną kartą 12 – bitowego przetwornika analogowo - cyfrowego. Zastosowano przetwornik firmy ADLINK typu 9812 o częstotliwości próbkowania 1.2 MHz. Przedstawiony system pomiarowy umożliwiał prowadzenie rejestracji sygnału EA w czasie 240 sekund. Po zakończeniu rejestracji na dysku sztywnym komputera sterującego generowany był plik w formacie .wav, którego rozmiar wynosił 576 Megabajtów. Zarejestrowany ciąg próbek sygnału v_{EA} , który następnie jest poddawany analizie można przedstawić symbolicznie jako: $v_{EA}(mT_I)$, gdzie m równe 0, 1, 2... jest kolejnym numerem (indeksem) próbki sygnału. T_I jest odstępem czasu pomiędzy kolejnymi próbkami sygnału i wynosi ok. 0.8 mikrosekundy.

4.5 Oprogramowanie do analizy sygnału

System pomiarowy był wyposażony przez jego projektanta w oprogramowanie do analizy zarejestrowanego sygnału. Zestaw oprogramowania zawierał:

- program WIDMO do graficznej prezentacji sygnału EA w postaci spektrogramu, to jest w układzie czas-częstotliwość,
- zestaw programów do filtracji zarejestrowanego sygnału z zastosowaniem sieci neuronowej i w dalszej kolejności do graficznej prezentacji przedstawienia wyników tej operacji.

Przykład wizualizacji fragmentu zarejestrowanego sygnału przy pomocy programu WIDMO pokazano na rys. 27. Kolor ciemno-czerwony przedstawia zakres częstotliwości, w którym moc zarejestrowanego sygnału jest najwyższa.



Rys. 27. Aktywne okno programu WIDMO

Do wygenerowania spektrogramu w programie WIDMO wykorzystano algorytmem STFT (short time Fourier Transform) z oknem Hamminga. Program

umożliwiał wizualizację sygnału EA z rozdzielczością w dziedzinie czasu 15 ms. Każdy 15 milisekundowy segment sygnału zawierał 18000 próbek sygnału. Do konstrukcji spektrogramu wykorzystywano 1647 próbek, w zakresie których wykryto maksymalną energię sygnału EA.

Analiza zarejestrowanego sygnału EA polegała na wyodrębnieniu z tego sygnału elementów składowych, to jest zdarzeń EA, przedstawionych na rys. 16. Założono, że zdarzenie EA jest wynikiem elementarnej przemiany fazowej, zachodzącej w pojedynczym ziarnie hartowanego materiału [50]. Przygotowane oprogramowanie umożliwiała identyfikację zdarzeń EA o określonej wartości ich energii i charakterystyce częstotliwościowej w obrębie populacji zdarzeń zarejestrowanych w trakcie każdego z przeprowadzonych procesów hartowania izotermicznego. Energia zdarzeń [J] wyznaczona została według wzoru:

$$E_{AE} = \frac{1}{2Z} A_i^2 \Delta t \quad (4)$$

gdzie:

A_i - amplituda napięcia w trakcie generowania i-tego zdarzenia [V], Z – impedancja elektryczna sensora EA (1000 [V/A]), Δt – czas trwania i-tego zdarzenia [s].

Przyjęto, że w trakcie określonej przemiany fazowej z przemian zachodzących w trakcie procesu hartowania izotermicznego generowane są zdarzenia EA o zbliżonych parametrach. Wyznaczenie charakterystyki częstotliwościowej polegało na wyznaczeniu w oparciu o próbki sygnału zawarte w zdarzeniu EA zbioru parametrów nazywanych charakterystyką widmową. W przypadku sygnału analogowego $v(t)$ w wybranym przedziale czasu, możliwe jest jego przekształcenie na funkcję zależną od parametru częstotliwościowego. Zależność ta jest przedstawiana jako $A(\omega)$, gdzie ω jest analogiem częstotliwości f , określonym jako $\omega = 2\pi f$. Przy założeniu bezwzględnej całkowalności funkcji $v(t)$, może zostać ona przedstawiona jako całka z funkcji gęstości widmowej $A(\omega)$ według poniższego wzoru (przekształcenie Fouriera):

$$v(t) = \frac{1}{\pi} \int_0^{\infty} A(\omega) \sin[\omega t + \phi(\omega)] d\omega \quad (5)$$

gdzie ϕ jest parametrem reprezentującym fazę przekształcanego sygnału.

Wzór przedstawiony powyżej ma zastosowanie do wyidealizowanego procesu opisanego funkcją ciągłą w dziedzinie czasu. W przypadku sygnału w postaci dyskretnej podzielono zbiór jego próbek na segmenty odpowiadające przedziałom czasu dogodnym do analizy (tj po 18000 próbek). W tych przedziałach wyznaczono dyskretną postać funkcji gęstości widmowej. Algorytm przekształcający zbiór próbek sygnału na zbiór współczynników gęstości widmowej c_n , czyli $v_{EA}(mT_1) \Rightarrow c_n(\omega)$ był zrealizowany według poniższego wzoru przybliżonego:

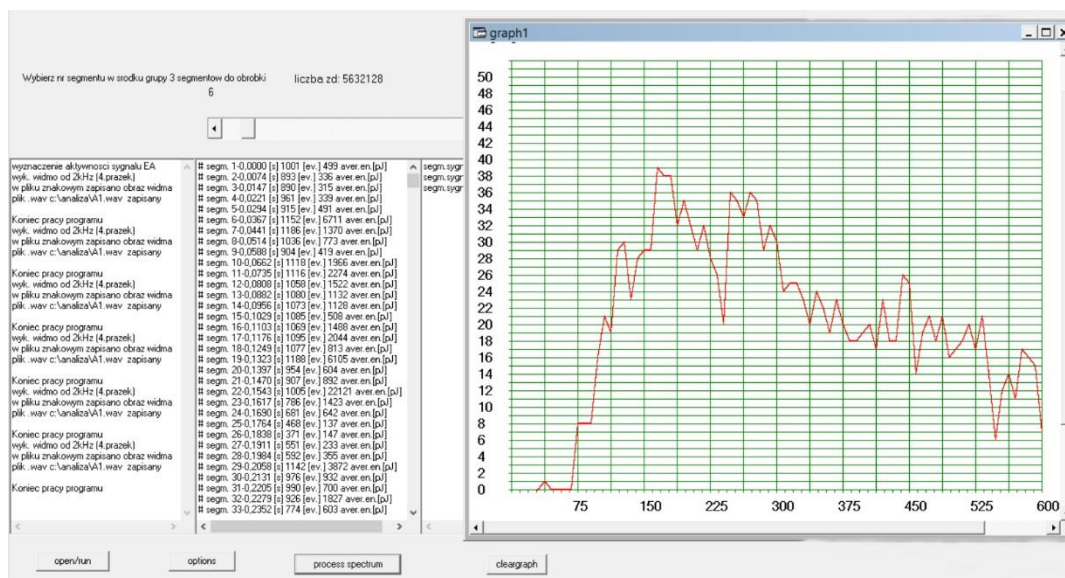
$$c_n \approx \frac{1}{N} \sum_{m=0}^{N-1} v(m \cdot T_1) \cdot \text{mod}(e^{-\frac{jn2\pi m}{N}}) \quad (6)$$

gdzie j oznacza $\sqrt{-1}$, a mod oznacza wartość bezwzględną wyrażenia w nawiasie.

Z badań literaturowych, przedstawionych w podrozdziale 3.2 wynika, że w przypadku izotermicznej przemiany martenzytycznej początkowo formuje się bainit zarodkujący na midribach, natomiast w drugim – typowy bainit dolny. Wynik zastosowania programu WIDMO do wizualizacji zarejestrowanego sygnału EA pokazano niżej na rysunkach 31 – 34. Zastosowanie wymienionego wyżej programu nie umożliwiło identyfikacji różnic w sygnale EA generowanego w trakcie pierwszej i drugiej z tych przemian. W celu bardziej efektywnej identyfikacji zmian w tym sygnale zastosowano metodę sieci neuronowej. Przyjęto dwa założenia przedstawione niżej:

- w trakcie hartowania izotermicznego najpierw zachodzi przemiana austenitu w bainit zarodkujący na midribach, a następnie bainit górny transformuje się w bainit dolny,
- w trakcie tych przemian w objętości badanej próbki panują różne warunki termodynamiczne, co implikuje odmienną postać zbioru współczynników gęstości widmowej c_n , generowanego w trakcie obu tych przemian.

Analiza zarejestrowanego sygnału EA przy pomocy sieci neuronowej przebiegała w trzech etapach, z użyciem trzech programów. W pierwszym z nich został użyty program AUTO_SPECT_VIEWER. Przy jego pomocy program zarejestrowany sygnał był segmentowany na podzbiory o czasie trwania 7,5 ms. Następnie dla każdego podzbiory wyznaczano czterdzieścielementową charakterystykę widmową c_n , dominującego zdarzenia EA, tj. zdarzenia o najwyższej energii. Widok dwóch okien omawianego programu przedstawiono na rys. 28.



Rys. 28. Okna programu „Auto_spect_viewer.exe”. Okno z lewej strony umożliwia wybór segmentu zarejestrowanego sygnału w celu wygenerowania jego dyskretnej charakterystyki widmowej. Okno z prawej strony przedstawia przykładową charakterystykę widmową.

Program AUTO_SPECT_VIEWER umożliwił określenie energii zdarzeń EA, rejestrowanych w trakcie procesu hartowania izotermicznego. Szczegółowa analiza tych danych pozwoliła na uzyskanie informacji, że na pierwszym etapie procesu, tj. przez pierwsze 20 % czasu jego trwania w populacji zarejestrowanych zdarzeń EA dominują zdarzenia o wysokim poziomie energii. W trakcie następnych 40 % czasu trwania dominują odpowiednio zdarzenia o średnim poziomie energii, a następnie dominują zdarzenia o niskim poziomie energii, bliskiej energii tła akustycznego. Dla próbek badanych w niniejszej rozprawie w/w przedziały poziomów rejestrowanej energii zdarzeń EA były następujące:

- zdarzenia o wysokiej energii – powyżej 10 000 pJ,
- zdarzenia o średniej energii – w zakresie 1000 – 10 000 pJ,
- Zdarzenia o niskiej energii – poniżej 1000 pJ .

Program AUTO_SPECT_VIEWER umożliwił również wyznaczenie charakterystyki widmowej zdarzeń wyspecyfikowanych przez operatora. W drugim etapie obróbki sygnału EA wyznaczono po cztery pary wzorców wymaganych do

przeprowadzenia procesu uczenia sieci dla obu gatunków badanej stali. Były to charakterystyki widmowe następujących zdarzeń:

- A1, A2 – wzorce zdarzeń o wysokiej energii,
- B1, B2 – wzorce zdarzeń o średniej energii,
- C1, C2 – wzorce zdarzeń o niskiej energii,
- D1, D2 – wzorce tła akustycznego

Charakterystyki widmowe tych wzorców, to jest czterdziestoelementowe wektory o współczynnikach c_n , zostały następnie przetworzone do postaci umożliwiającej ich wprowadzenie na wejście sieci neuronowej. Użyta sieć neuronowa posiadała 4000 wejść binarnych (tj. zero oznaczało brak sygnału, a jedynka-pojawienie się sygnału). W związku z tym wartości współczynników c_n , zostały przetworzone przy pomocy funkcji logarymicznej w ten sposób, że wartości wynikowe zawierały się w przedziale 0 – 10. Czterdzieści współczynników c_n , skalowanych w zakresie 0 –10 było wprowadzanych na wejścia sieci. Sieć neuronowa zbudowana była z neuronów ułożonych w dwie warstwy. Pierwsza warstwa ukryta zawierała tablicę 200000 współczynników wag, odwzorowujących połączenia między jednostkami warstwy wejściowej, a 50 jednostkami kolejnej warstwy. Druga warstwa ukryta zawierała tablicę 3000 współczynników wag, odwzorowujących połączenia pomiędzy jednostkami poprzedniej warstwy, a sześcioma jednostkami warstwy wyjściowej. Na wyjściach sieci był generowany sygnał uzależniony od stopnia podobieństwa wektora wejściowego i zapamiętanych wzorców.

Do przeprowadzenia uczenia sztucznej sieci neuronowej zastosowano algorytm wstecznej propagacji błędu [144]:

$$\Delta w_{ij}^{(k)} = \eta_1 \left(\frac{d\theta(E_i)}{dE} \right) x_j \delta_i^{(k)} + \eta_2 m_{ij}^{(k+1)} \quad (7)$$

gdzie:

$\Delta w_{ij}^{(k)}$ - zmiana wagi pomiędzy i-tym elementem warstwy k a j-tym z warstwy (k -1),

θ - funkcja aktywacji,

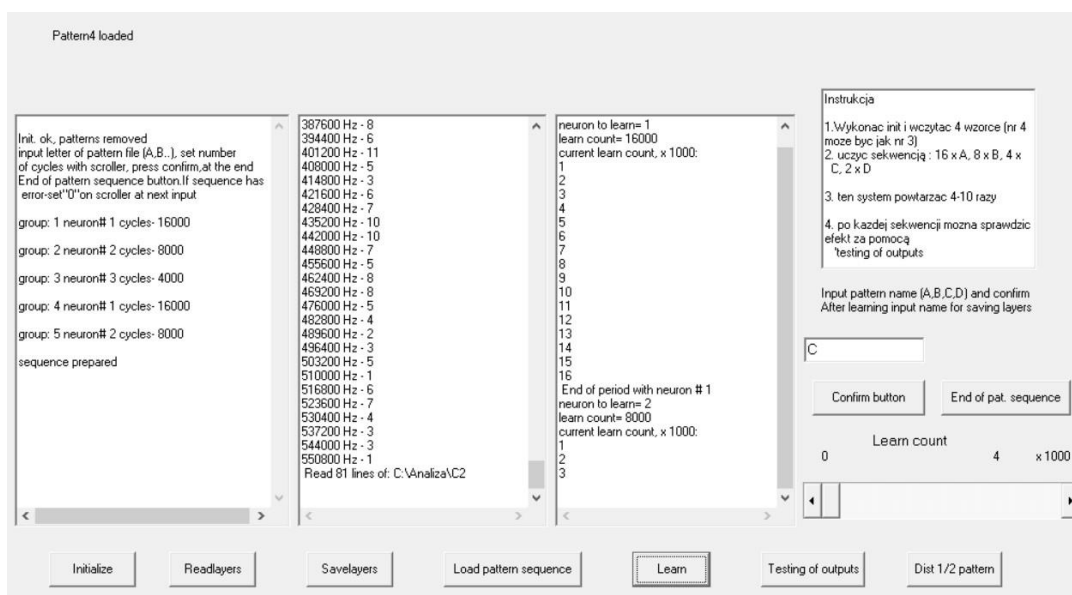
η_1 - współczynnik uczenia,

η_2 - dodatkowy współczynnik zwany momentum, implementujący czynnik bezwładności przy zmianach stanu sieci,

E_i - suma pobudzeń wejść E dla i -tej warstwy ukrytej równa $E_j w_{ij}^{(k)} x_j$

m_{ij} - zmiana wagi z poprzedniego kroku iteracyjnego.

Do przeprowadzenia procedury uczenia sieci neuronowej użyto programu o nazwie ANEU1200_AUTOMAT.exe, którego okno przedstawiono na rys. 29. Program umożliwiał przeprowadzenie procedury uczenia sieci, śledzenie stanu sieci podczas procedury uczenia oraz testowanie stanu wyjść sieci po podaniu na jej wejście wzorców widmowych zdarzeń EA.



Rys. 29. Okno programu „ANEU1200_AUTOMAT.exe” w czasie procesu uczenia.

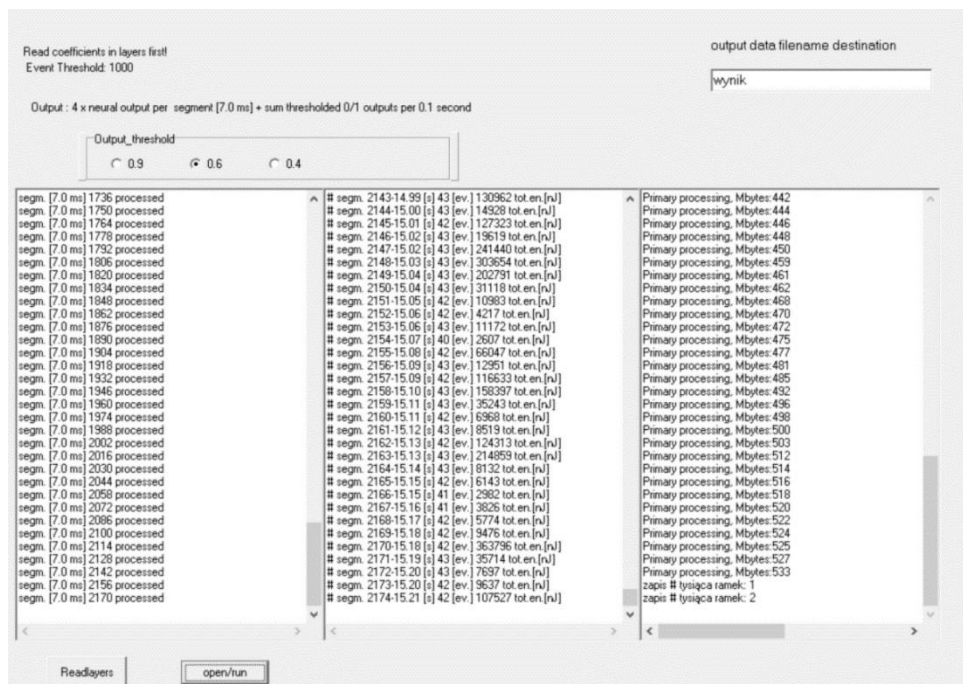
Parametry sekwencji uczącej wprowadza się wykorzystując okienko i przyciski usytuowane z prawej strony okna

W trakcie procedury uczenia sieci, zgodnie z wyrażeniem (6), na jej wejścia podawano dobraną eksperymentalnie sekwencję wzorców oraz wymuszano stan wyjść sieci w ten sposób, żeby na jednym z wyjść sieci występował maksymalny poziom sygnału w przypadku podania na wejście określonego wzorca. W ten sposób na wyjściach sieci występował sygnał, który można było zastosować do klasyfikowania wektorów podawanych na jej wejście. Poglądowo, zależność pomiędzy wektorem wejściowym X dla każdej z warstw sieci a jej wektorem wyjściowym Y , można przedstawić jako:

$$Y = W * X \quad (8)$$

gdzie W jest macierzą zawierającą współczynnik wagowe, a $*$ oznacza operację odwzorowania wejść warstwy sieci na jej wyjścia.

Zgodnie z formułą (7) sieć neuronowa po zakończeniu procedury uczenia uzyskała funkcjonalność klasyfikacji zbiorów charakterystyk widmowych c_n , podawanych na jej wejście w sensie ich podobieństwa do wzorców wyuczonych: A, B, C i D. Do przeprowadzenia procedury klasyfikacji zarejestrowanych zdarzeń EA zastosowano program o nazwie EA_NEUR_FILTER.exe. Program ten miał możliwość wczytania współczynników wagowych sieci neuronowej po procedurze uczenia oraz zaklasyfikowania wektorów c_n , podawanych na wejście sieci. Wyniki tej operacji przedstawiono w formie zależności czasowej częstości wystąpień zdarzeń zgodnych w wybranym wzorcem. Wyniki uzyskane przy zastosowaniu trzech opisanych wyżej programów przedstawiono w następnym rozdziale rozprawy, natomiast okno programu EA_NEUR_FILTER.exe pokazano na rys. 30.



Rys. 30. Okno programu o nazwie „EA_NEUR_FILTER”. W dolnej części okna znajdują się przyciski do uruchamiania procedur wczytania współczynników wagowych sieci neuronowej po procedurze uczenia oraz populacji zdarzeń EA zarejestrowanych w trakcie procesu hartowania izotermicznego.

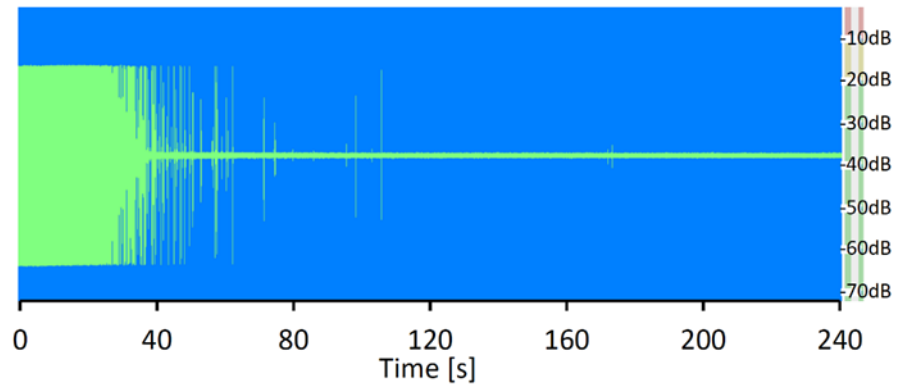
5. Wyniki badań

5.1 Wyniki badań sygnału emisji akustycznej przed filtracją metodą sieci neuronowej

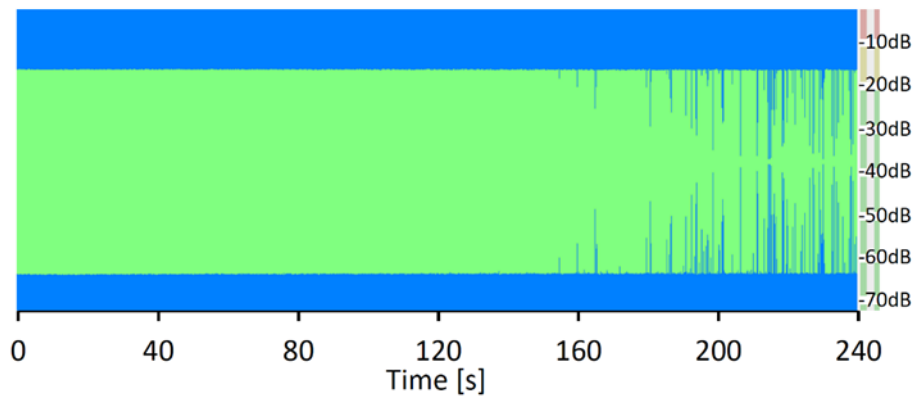
W wyniku przeprowadzonego procesu hartowania izotermicznego stali stopowej i węglowej narzędziowej otrzymano zapisy sygnału EA dla wszystkich przyjętych temperatur procesu. Badania realizowano w zakresie temperatur 100-180°C, poniżej, w otoczeniu i powyżej temperatury M_s badanych stali (na podstawie badań dylatometrycznych przyjęto, że temperatura M_s dla stali łożyskowej wynosi 159°C, a dla stali narzędziowej 132°C). Na rys. 31 i 32 przedstawiono zależność wartości skutecznej sygnału EA od czasu dla wykonanych pomiarów. Na podstawie tych zależności możliwe jest określenie czasu trwania przemiany izotermicznej, jednakże bez możliwości identyfikacji dwóch faz tworzenia się bainitu. Te zapisy sygnału EA przedstawiono na rys. 33 i 34 w postaci spektrogramów, to jest w układzie częstotliwość – czas – energia sygnału.

Analiza wyników

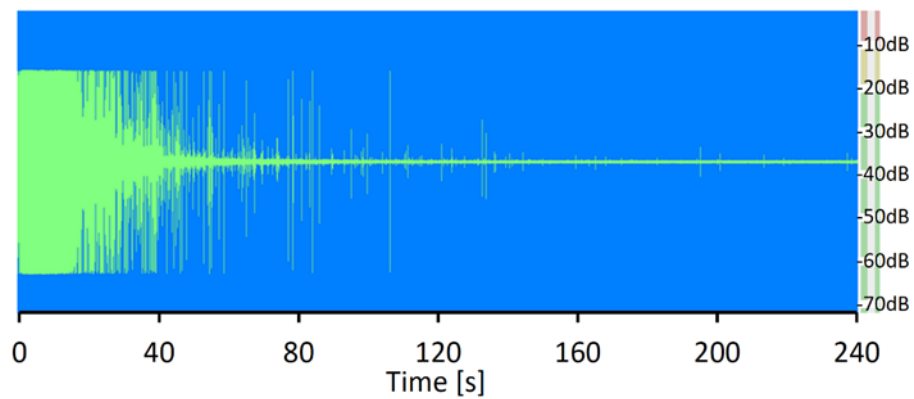
Wyniki pomiarów EA, przedstawionych obrazów spektralnych sygnału emisji akustycznej pochodzącego od różnych przemian fazowych wskazują, że maksymalna energia sygnału jest generowana w zakresie częstotliwości 200-300 kHz. Na spektrogramach przedstawionych na rys. 33 i 34 jest widoczne, że niezależnie od gatunku stali na początku procesu hartowania rejestruje się znaczną liczbę zdarzeń EA o wysokich energiach.



a)

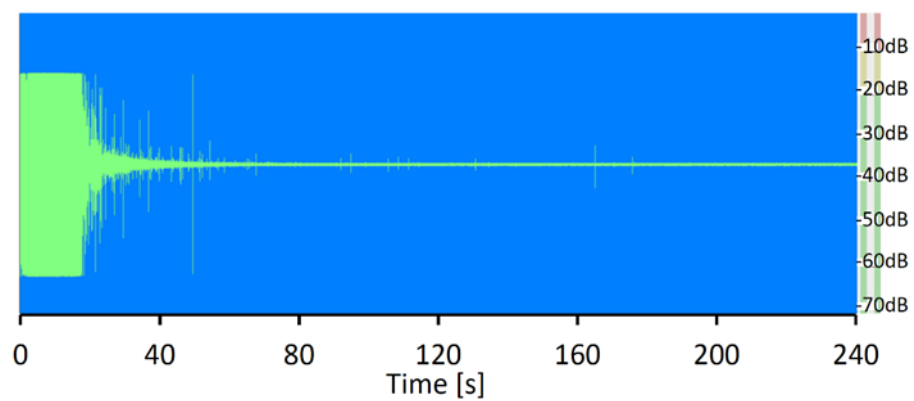


b)

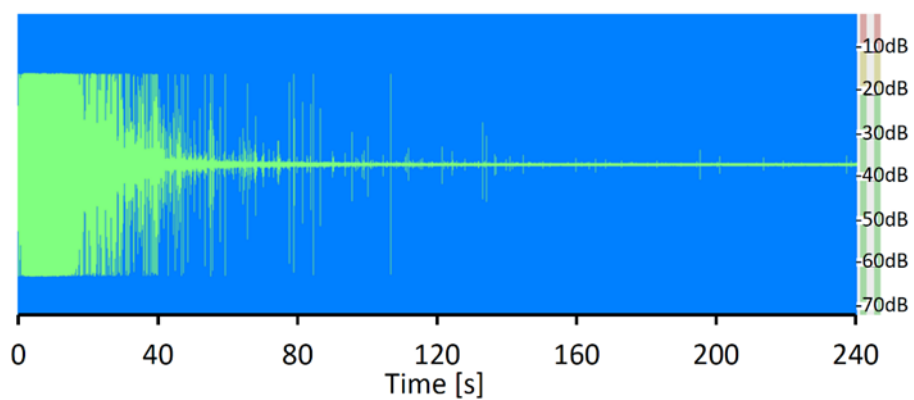


c)

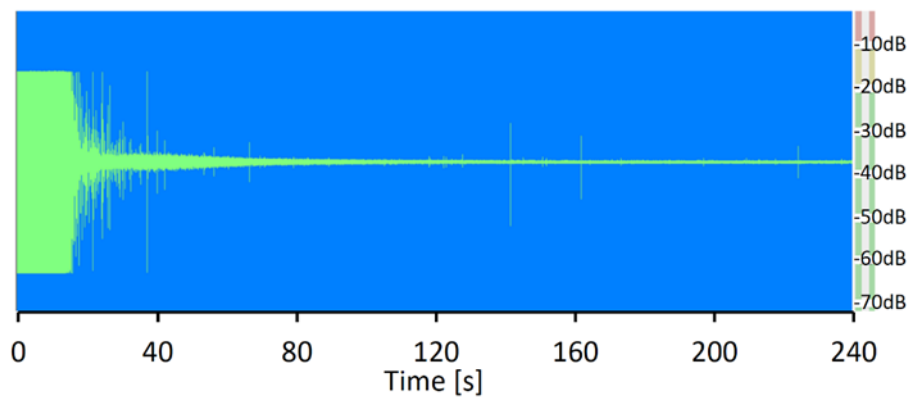
Rys. 31. Porównanie przebiegów czasowych wartości skutecznej sygnału EA, zarejestrowanych w procesie hartowania z przemianą izotermiczną: a) w 130°C, b) w 160°C, c) w 180°C, dla stali węglowej łożyskowej 100CrMnSi6-4



a)

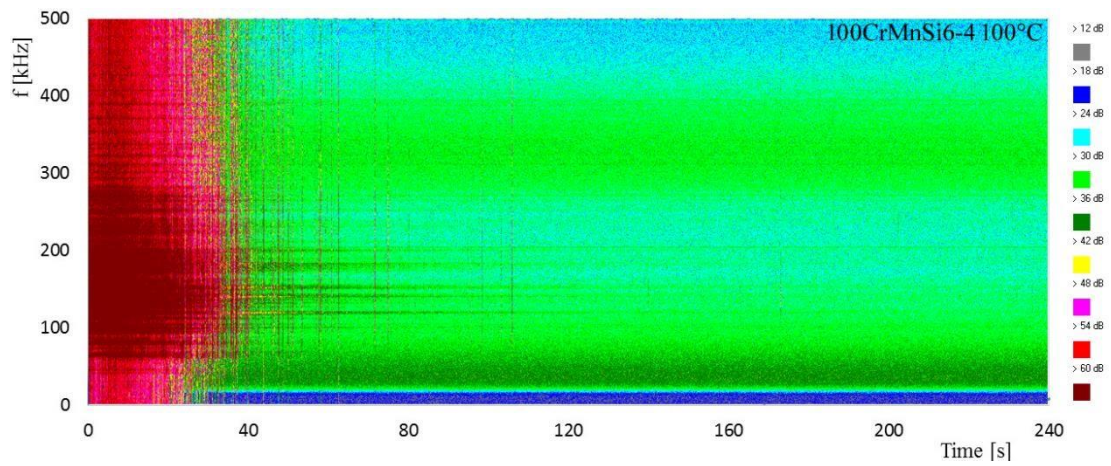


b)

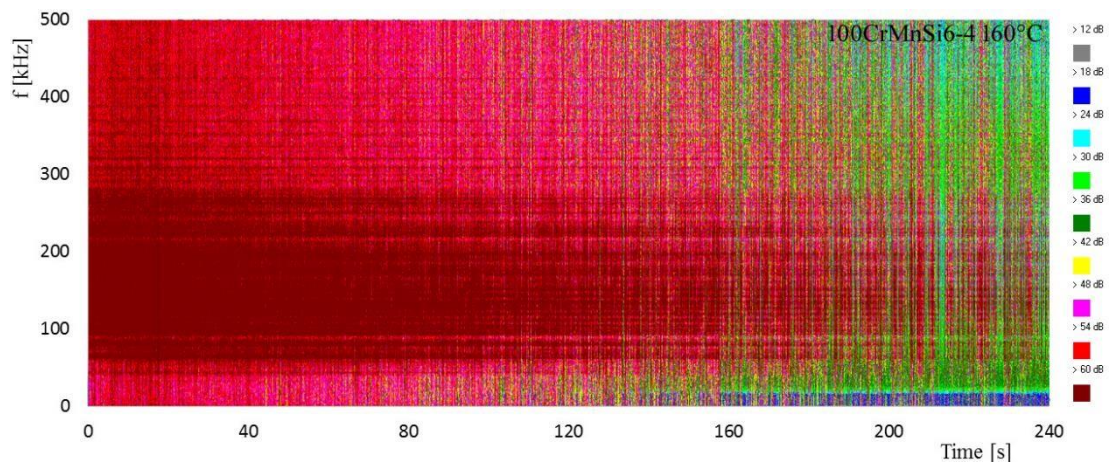


c)

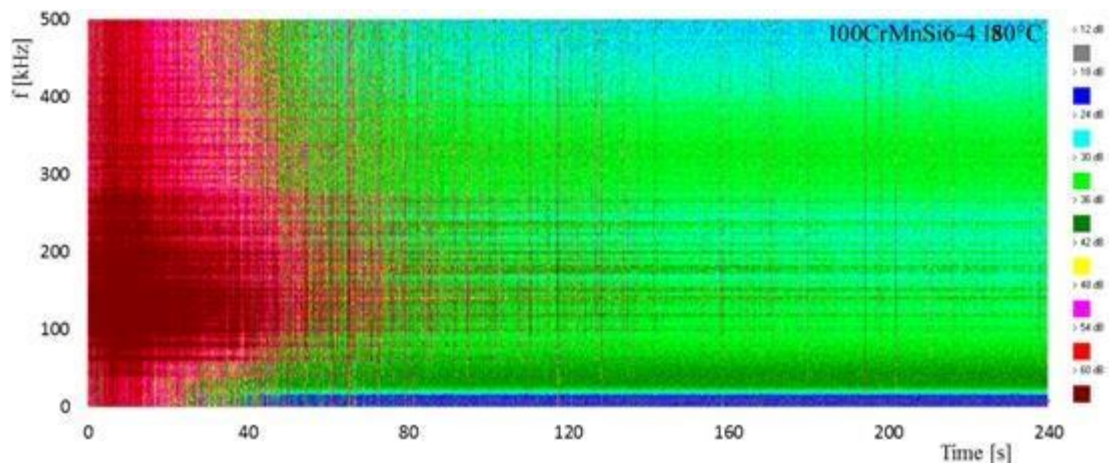
Rys. 32. Porównanie przebiegów czasowych wartości skutecznej sygnału EA, zarejestrowanych w procesie hartowania z przemianą izotermiczną: a) 100°C, b) 130°C, c) 160°C, dla stali stopowej C105U



a)

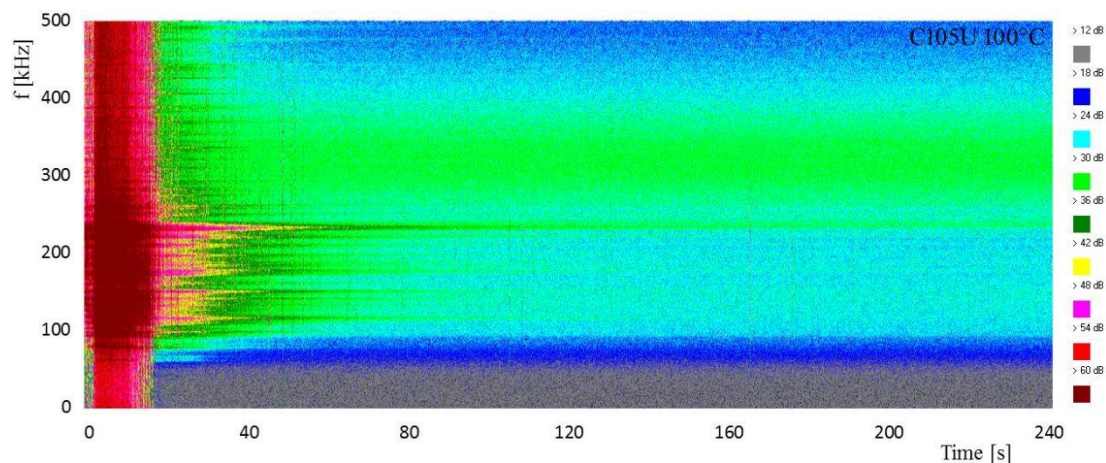


b)

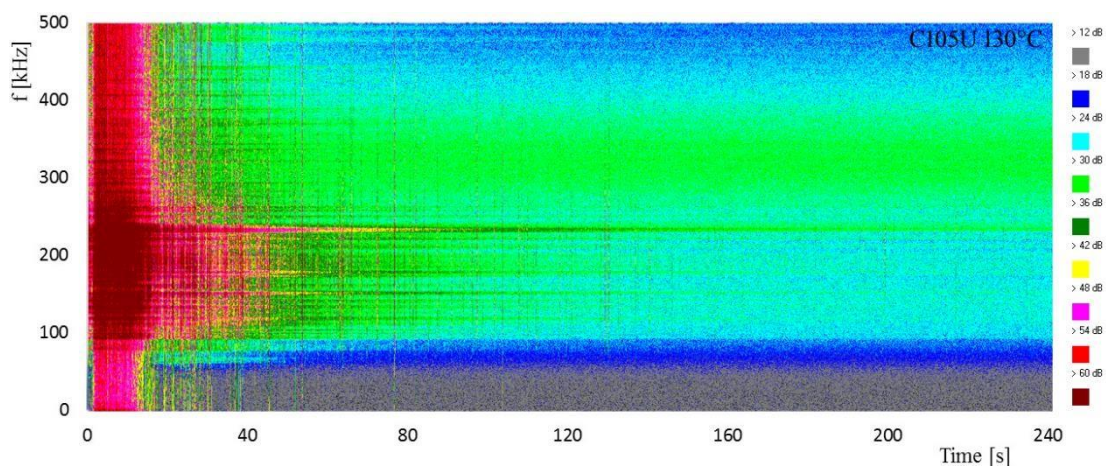


c)

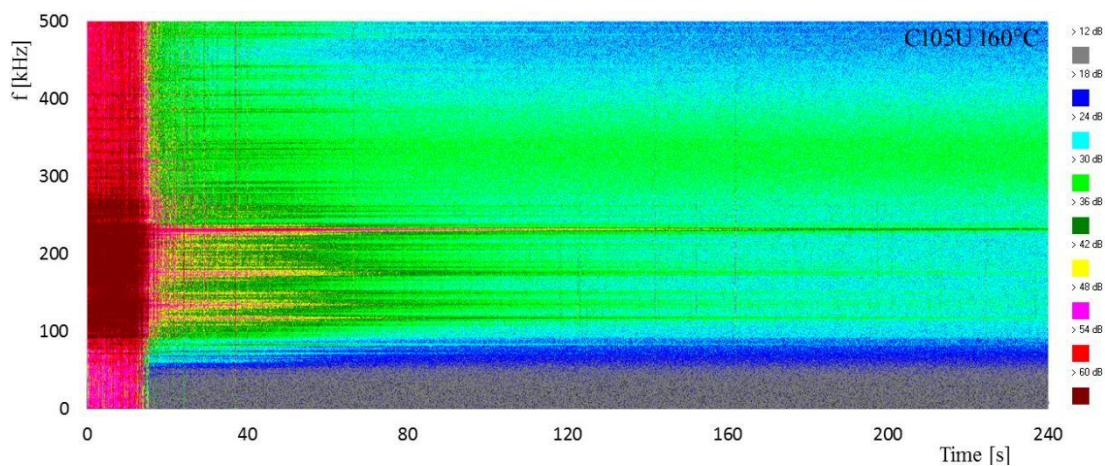
Rys. 33. Spektrogramy widma energii sygnału EA, oś pozioma—czas rejestracji sygnału, oś pionowa—częstotliwość sygnału, stal 100CrMnSi6-4
a) 130°C, b) 160°C, c) 180°C



a)



b)



c)

Rys. 34. Spektrogramy widma energii sygnału EA, oś pozioma–czas rejestracji sygnału, oś pionowa–częstotliwość sygnału, stal C105U
a) 100°C, b) 130°C, c) 160°C

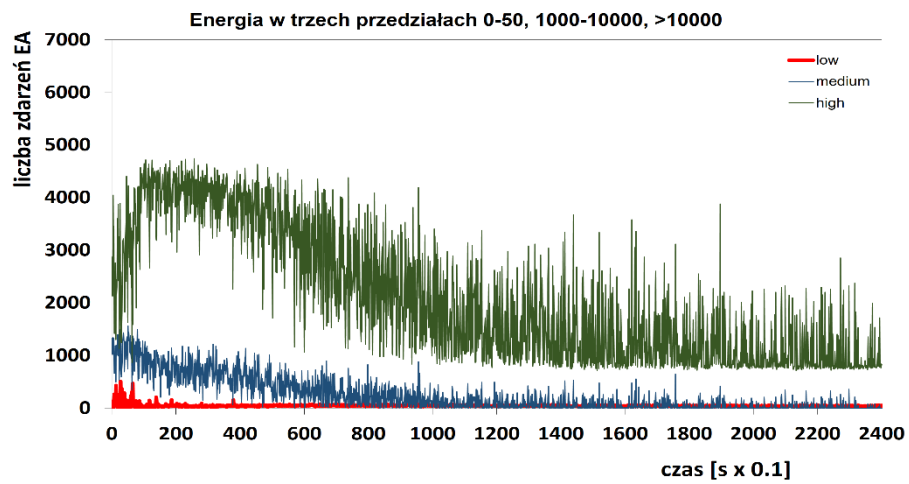
Na podstawie spektrogramów przedstawionych na poprzednich stronach rozprawy można stwierdzić, że maksymalna energia sygnału EA – z uwzględnieniem czasu generacji sygnału EA – zachodzi podczas przemiany w temperaturze zbliżonej do M_s . Jako przyczynę tego efektu można przedstawić wytłumaczenie, że w temperaturze zbliżonej do M_s występuje stan równowagowy pomiędzy wzbogaceniem nieprzemiennego austenitu w węgiel a wydzielaniem się węgla ϵ w płytkach bainitu, co znacząco wpływa na wyższą intensywność procesów, w których zachodzi generacja sygnału EA. Energia sygnału emisji akustycznej dla stali węglowej narzędziowej jest niższa w porównaniu z poziomem i intensywnością sygnału dla stali łożyskowej. Na przedstawionych spektrogramach jest również widoczne, że w przypadku stali węglowej narzędziowej przemiana zachodzi w krótszym czasie, niż ma to miejsce w przypadku badanej stali stopowej.

W przypadku badanej stali stopowej, przy wzroście temperatury od 100°C do M_s wartość energii sygnału w trakcie przemiany EA ulega zwiększeniu wraz ze wzrostem temperatury. Najsilniejsze efekty akustyczne występują w czasie do 50 s trwania procesu. W następnym przedziale czasu rejestrowano pojedyncze zdarzenia emisji akustycznej. Natomiast po przekroczeniu 100 s czasu trwania procesu energia sygnału zbliżyła się do poziomu tła akustycznego. Dalsze zwiększanie temperatury przemiany do 180°C powoduje zmniejszenie energii sygnału emisji akustycznej. W tym przypadku godne uwagi jest jednakże występowanie aktywnych, niskoczęstotliwościowych źródeł EA w przedziale czasu powyżej 100 s. Zmniejszenie się energii sygnału EA w trakcie przemiany w wyższym przedziale temperatur może być tłumaczone zmniejszeniem się szybkości zarodkowania na tworzonych midribach.

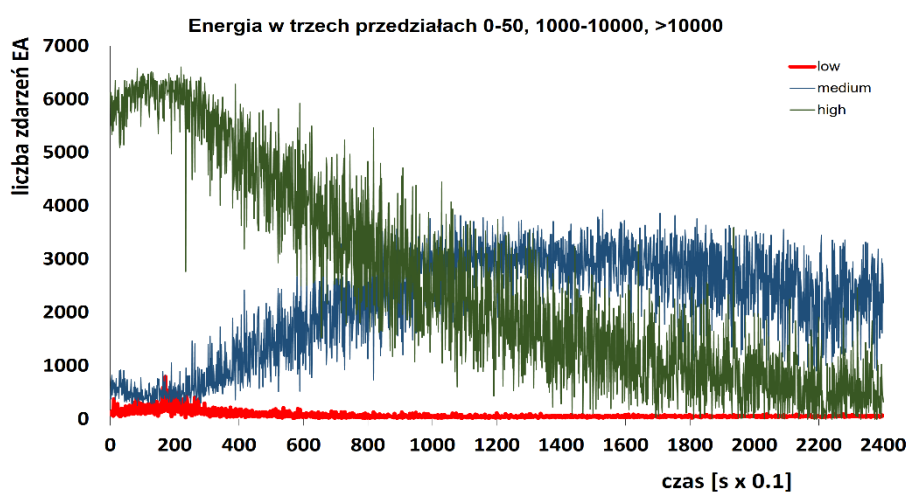
5.2 Filtracja sygnału emisji akustycznej metodą sieci neuronowej

Na rys. 35 i 36 przedstawiono zależność czasową częstości występowania zdarzeń EA o niskiej, średniej i wysokiej energii. Jako jedyne kryterium klasyfikacji wystąpienia przedstawionych zdarzeń przyjęto zatem ich energię w zapisach sygnału EA, rejestrowanego w opisywanych badaniach. Na rysunku 35 jest widoczne, że moment czasowy wystąpienia maksimum częstości generacji zdarzeń o wysokiej energii jest wcześniejszy od momentu maksimum generacji zdarzeń o energii średniej. Na rysunku 36 maksimum generacji zdarzeń o niskiej energii jest znacznie przesunięte w czasie w stosunku do analogicznych maksimumów o wyższych energiach. Zmiany w postaci charakterystyki widmowej generowanego sygnału EA, widoczne na spektrogramach (rys. 33 i 34), były przesłanką do przyjęcia tezy, że bardziej precyzyjna klasyfikacja faz przemiany, to jest jej podział na etap formowania się bairitu zarodkującego na midribie oraz – następnie – formowania się typowego bairitu dolnego, będzie możliwa przy uwzględnieniu zmian charakterystyki widmowej. W tym celu wykorzystano oprogramowanie opisane w podrozdziale 4.5.

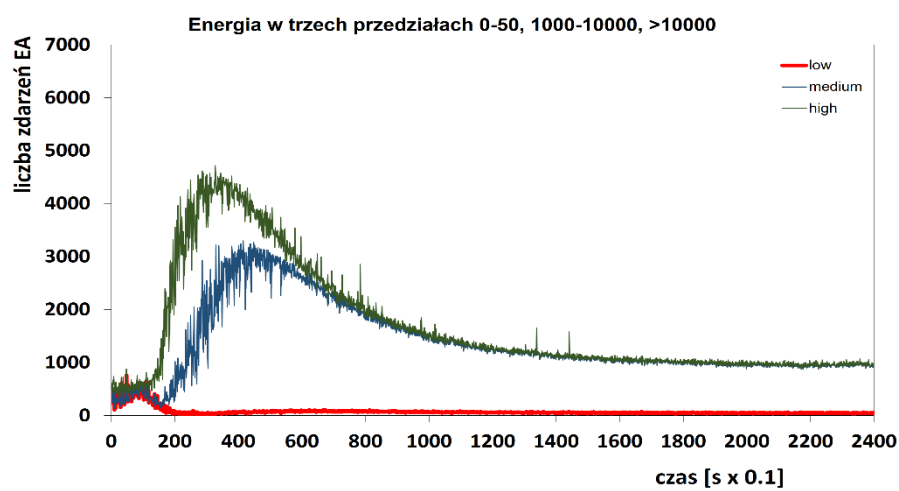
Przy zastosowaniu programu AUTO_SPECT_VIEWER wyznaczono trzy pary wzorców charakterystyk widmowych, wybranych z obszaru o wysokiej, średniej i niskiej energii sygnału oraz parę wzorców tła akustycznego. Charakterystyki widmowe trzech wzorców różniących się energią sygnału EA przedstawiono na rys. 37 i 38. Na tych rysunkach widoczne są istotne różnice w zaprezentowanych charakterystykach widmowych: maksima tych charakterystyk przypadają dla różnych częstotliwości w przypadku wzorców generowanych dla różnych wartości energii generowanych zdarzeń. Widoczne maksima obejmują przedziały częstotliwości różniące się zakresem tych częstotliwości.



a)

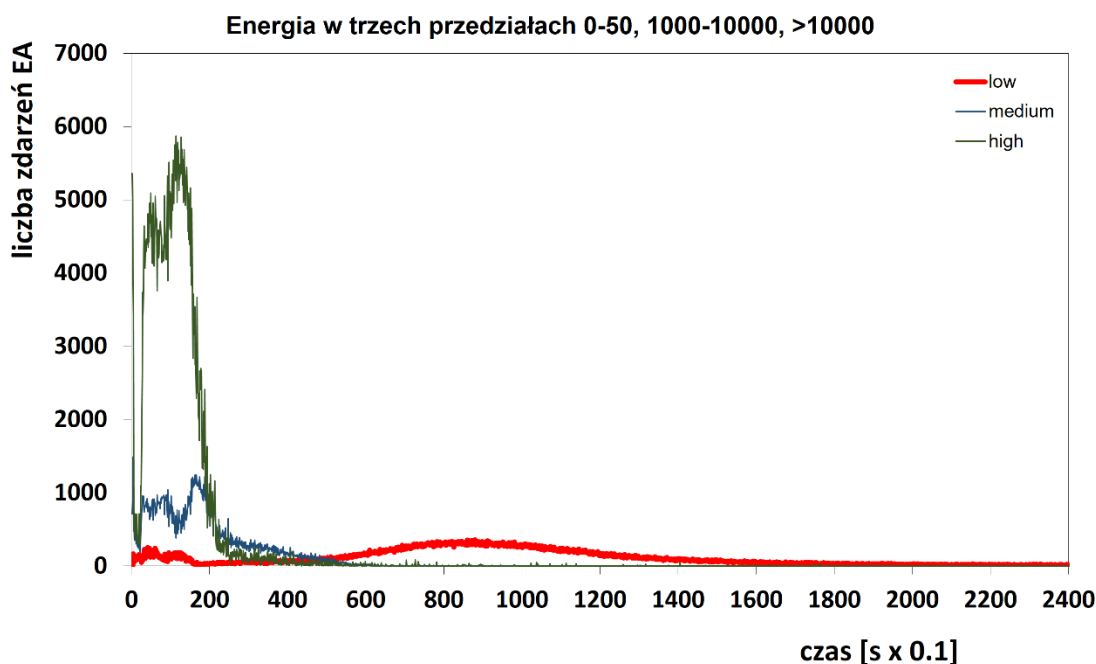


b)



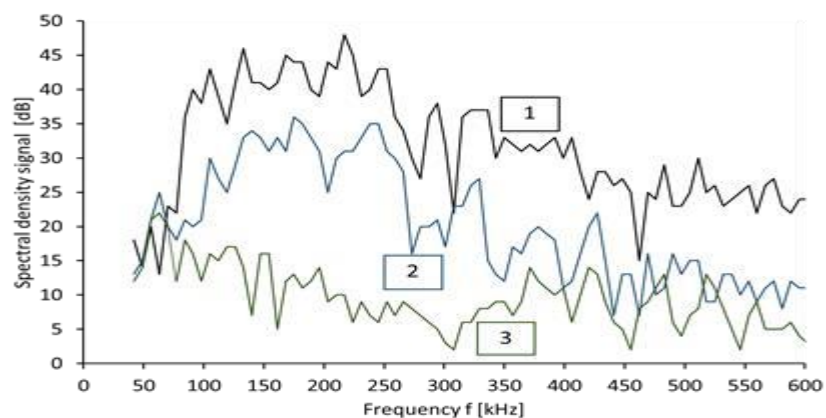
c)

Rys. 35. Klasyfikacja zdarzeń przy pomocy wartości ich energii, stal 100CrMnSi6-4, hartowanie w temperaturze a) 130°C, b) 160°C, c) 180°C

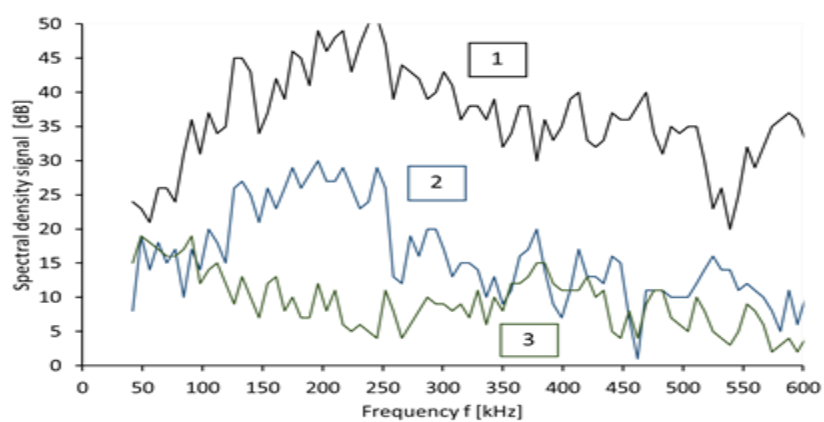


Rys. 36. Klasyfikacja zdarzeń przy pomocy wartości ich energii, stal C105U, hartowanie w temperaturze 130°C

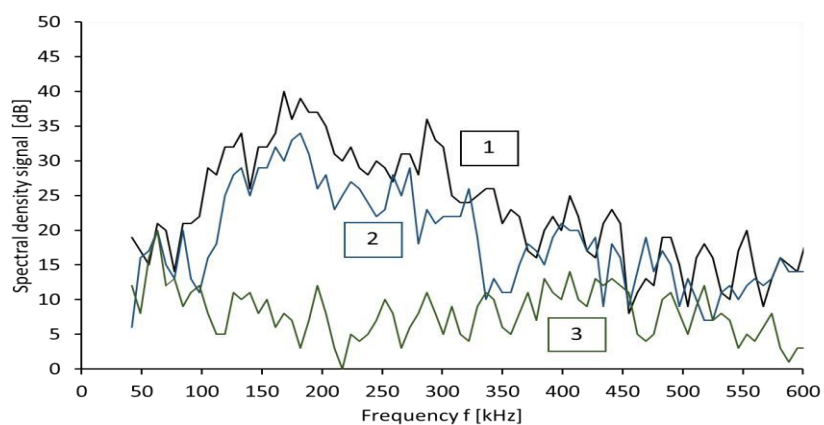
Przedstawione na rys. 37 i 38 wzorce w postaci charakterystyk widmowych zdarzeń o podanych wyżej poziomach energii oraz wzorce tła akustycznego zostały użyte w procedurze uczenia sztucznej sieci neuronowej zgodnie z algorytmem wstecznej propagacji błędu, według formuły (6). Następnie przeprowadzono procedurę klasyfikacji zarejestrowanych zdarzeń EA przy zastosowaniu programu o nazwie EA_NEUR_FILTER.exe. Na rys. 39 – 44 przedstawiono wyniki tej operacji w formie zależności czasowej częstości wystąpień zdarzeń zgodnych w wybranym wzorcu. Pokazane na powyższych rysunkach częstości wystąpień charakteryzują się znacznym rozrzutem i w związku z tym na rysunkach dodano linie trendu wyznaczone jako średnie bieżące z dziesięciu kolejnych wyników.



a)

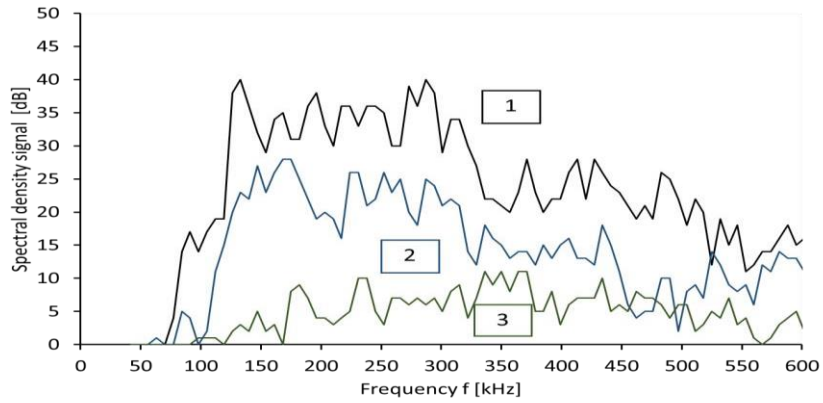


b)

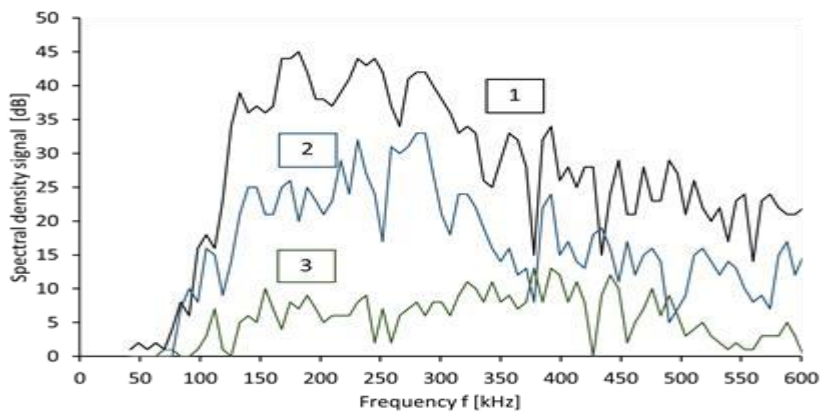


c)

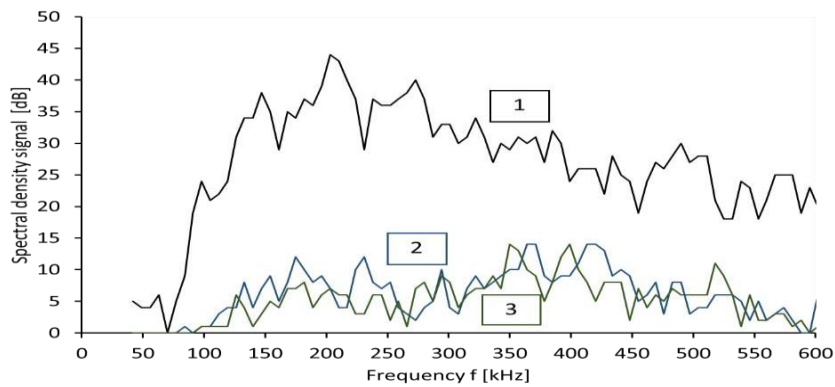
Rys. 37. Charakterystyki widmowe, wyznaczone dla stali 100CrMnSi6-4 i użyte w procedurze uczenia sztucznej sieci neuronowej: 1 - o wysokiej energii zdarzeń 2 - o średniej energii zdarzeń 3 - o niskiej energii zdarzeń; przemiany w temperaturach: a) 130°C, b) 160°C, c) 180°C



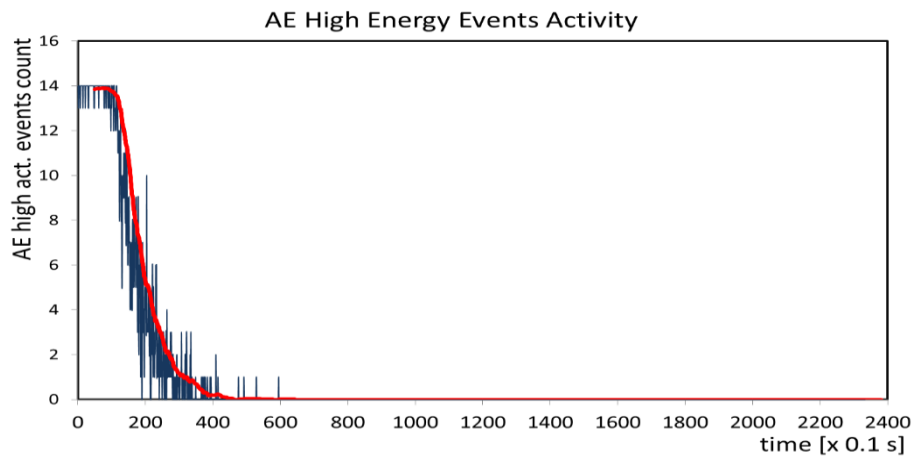
a)



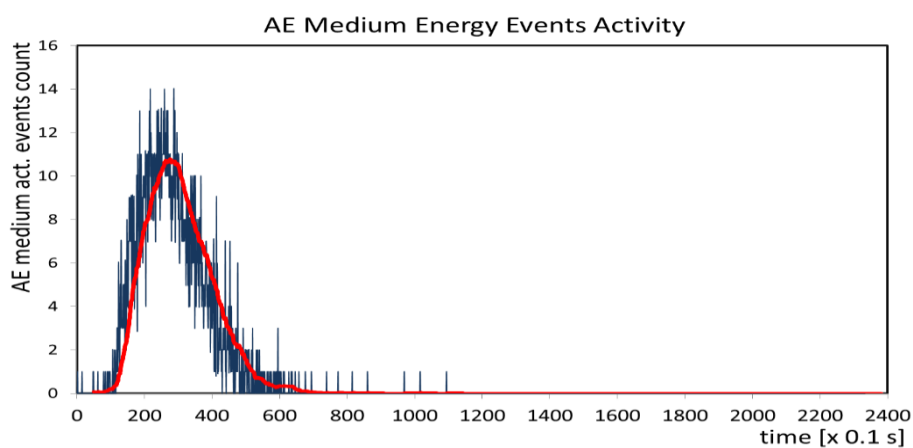
b)



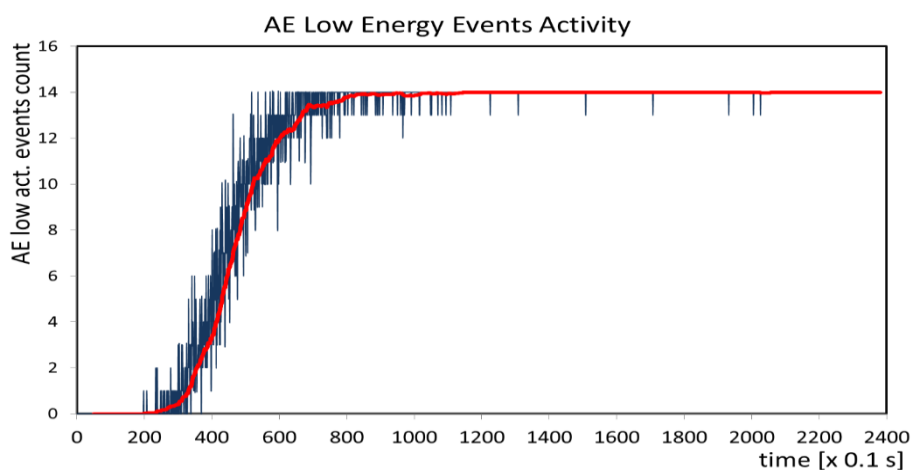
c) Rys. 38. Charakterystyki widmowe, wyznaczone dla stali C105U i użyte w procedurze uczenia sztucznej sieci neuronowej: 1 - o wysokiej energii zdarzeń 2 - o średniej energii zdarzeń 3 - o niskiej energii zdarzeń; przemiany w temperaturach: a) 100°C, b) 130°C, c) 160°C



a)

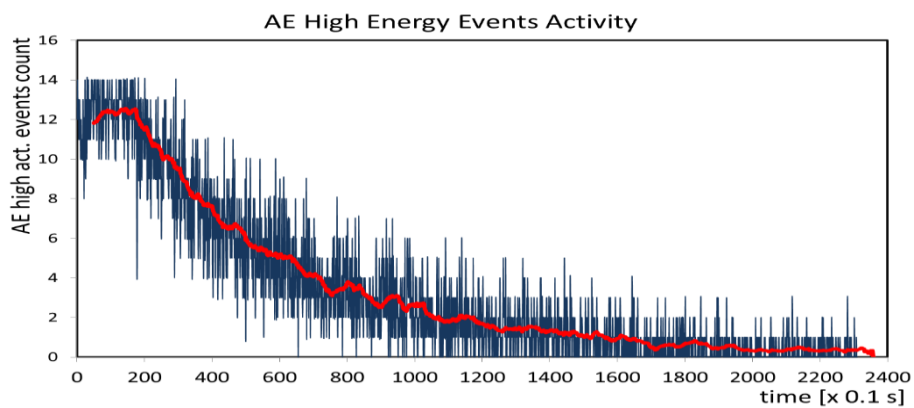


b)

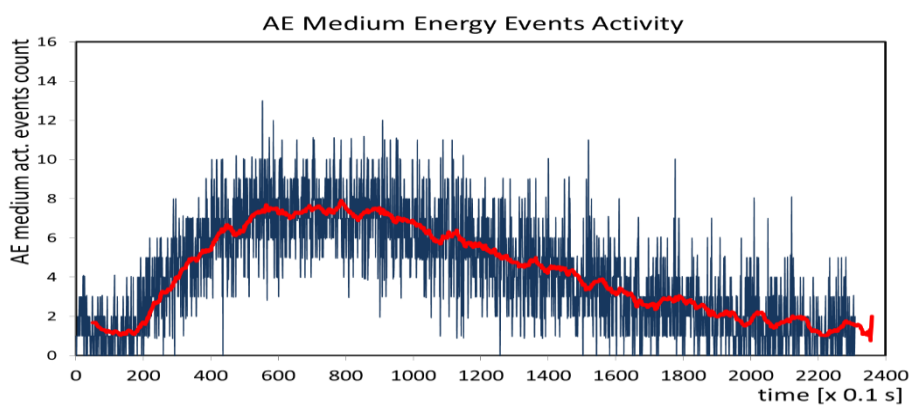


c)

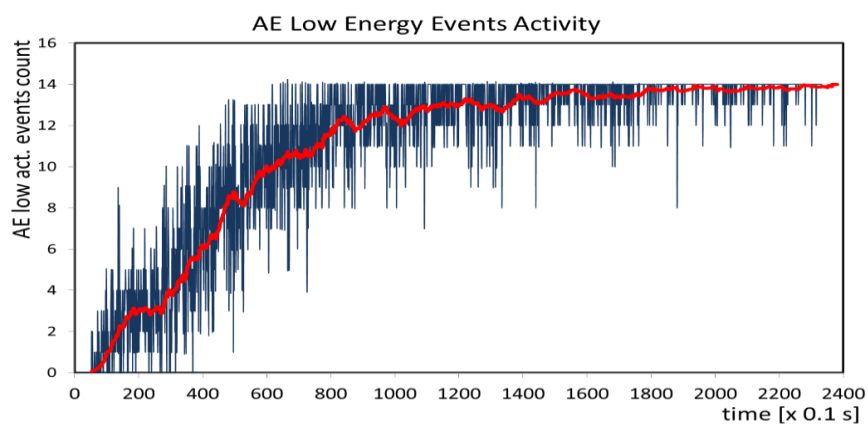
Rys. 39. Zależność czasowa częstości zdarzeń EA skorelowanych ze wzorcami, a) dla zdarzeń o wysokiej energii EA, b) dla zdarzeń o średniej energii EA, c) dla zdarzeń o niskiej energii EA, hartowanie izotermiczne stali 100CrMnSi6-4, temperatura przemiany: 130°C



a)

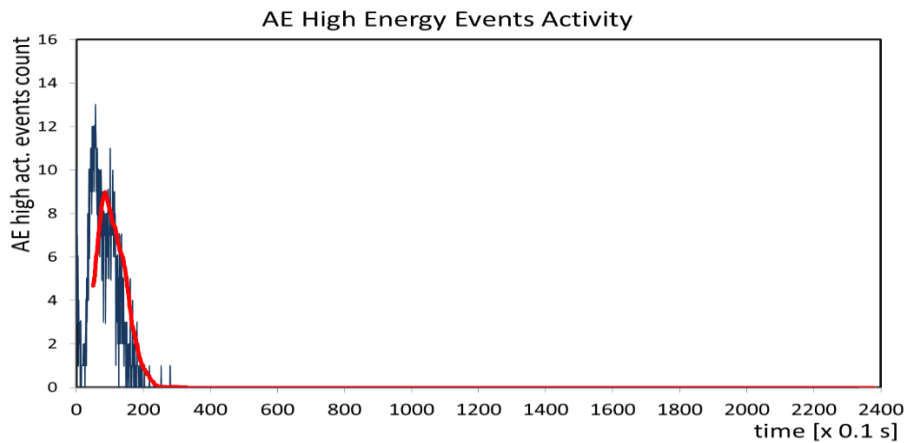


b)

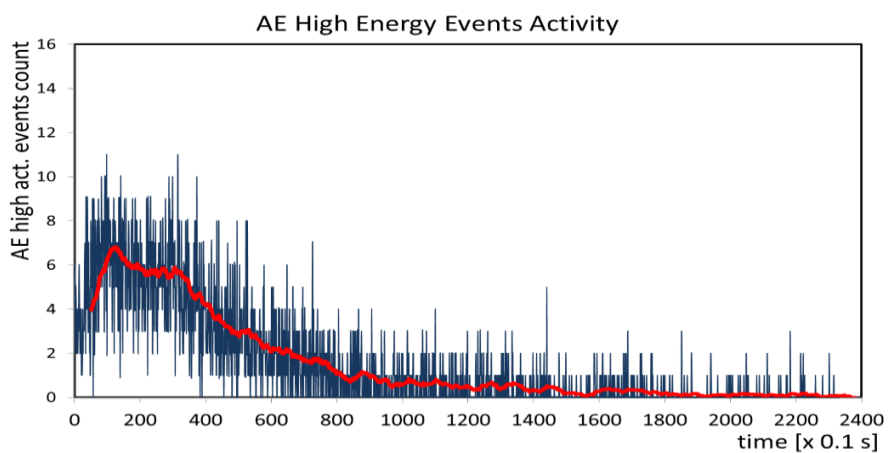


c)

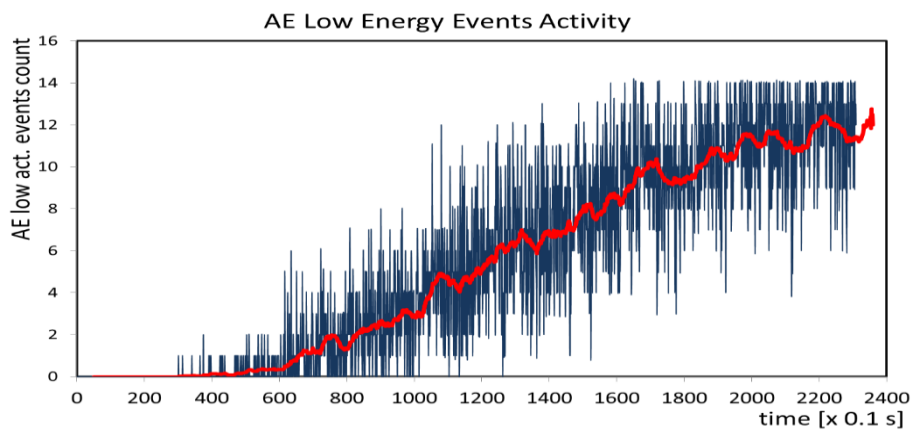
Rys. 40. Zależność czasowa częstości zdarzeń EA skorelowanych ze wzorcami, a) dla zdarzeń o wysokiej energii EA, b) dla zdarzeń o średniej energii EA, c) dla zdarzeń o niskiej energii zdarzeń EA, hartowanie izotermiczne stali 100CrMnSi6-4, temperatura przemiany: 160°C



a)

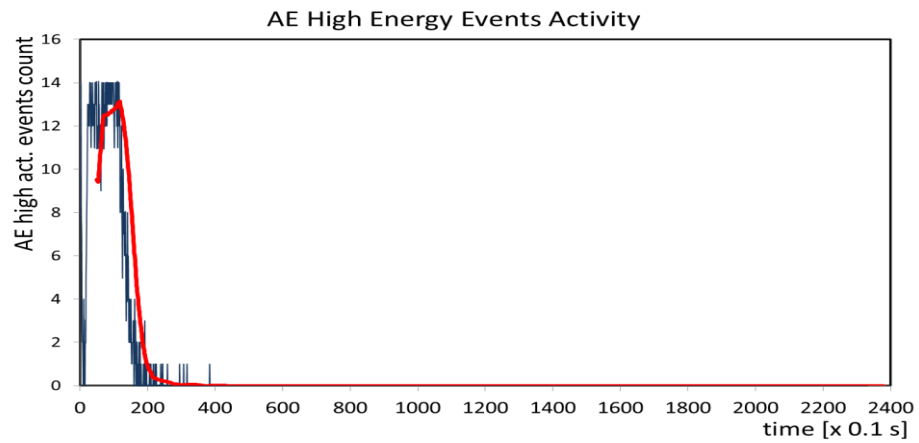


b)

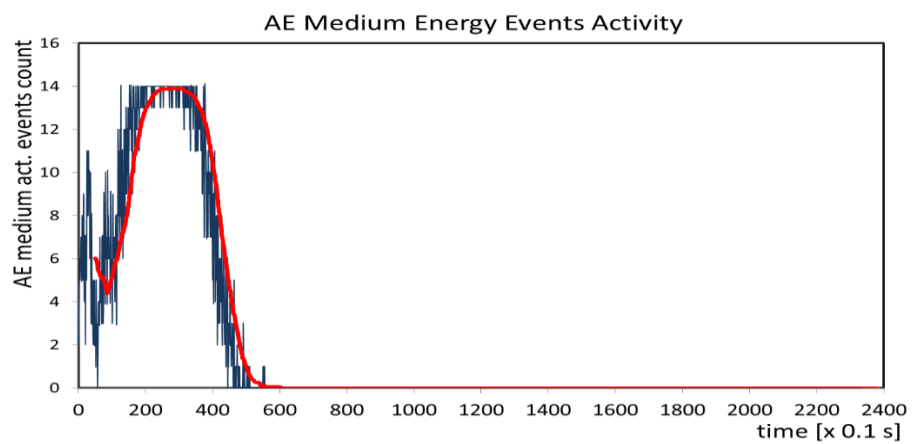


c)

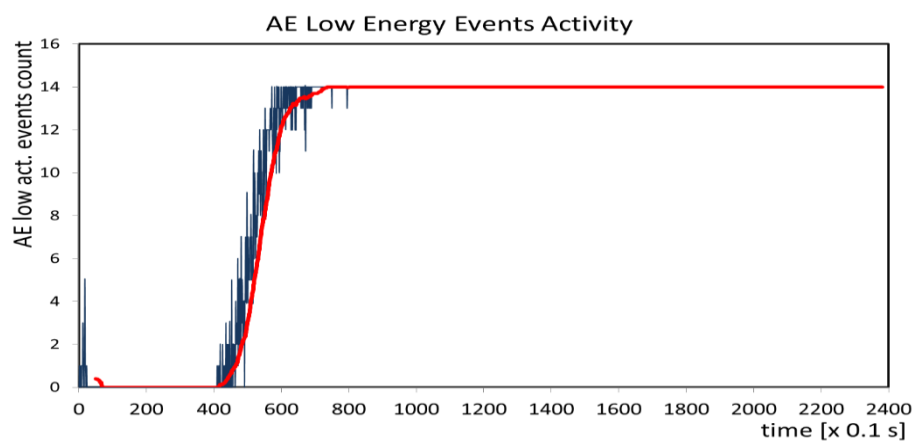
Rys. 41. Zależność czasowa częstości zdarzeń EA skorelowanych ze wzorcami, a) dla zdarzeń o wysokiej energii EA, b) dla zdarzeń o średniej energii EA, c) dla zdarzeń o niskiej energii EA, hartowanie izotermiczne stali 100CrMnSi6-4, temperatura przemiany: 180°C



a)

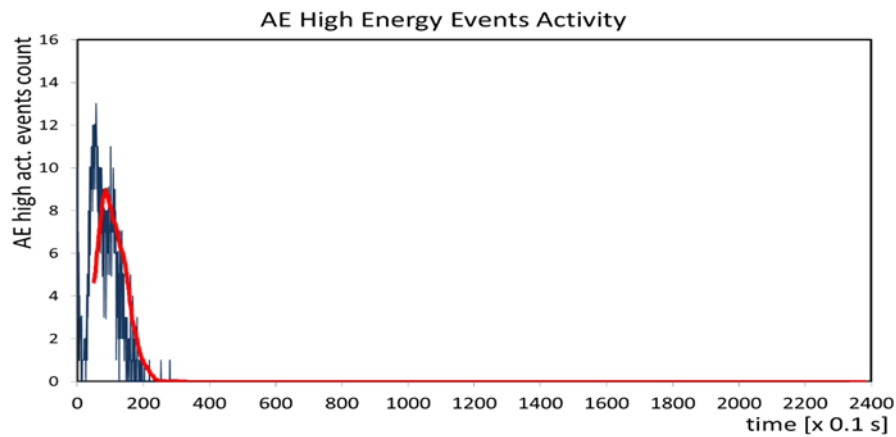


b)

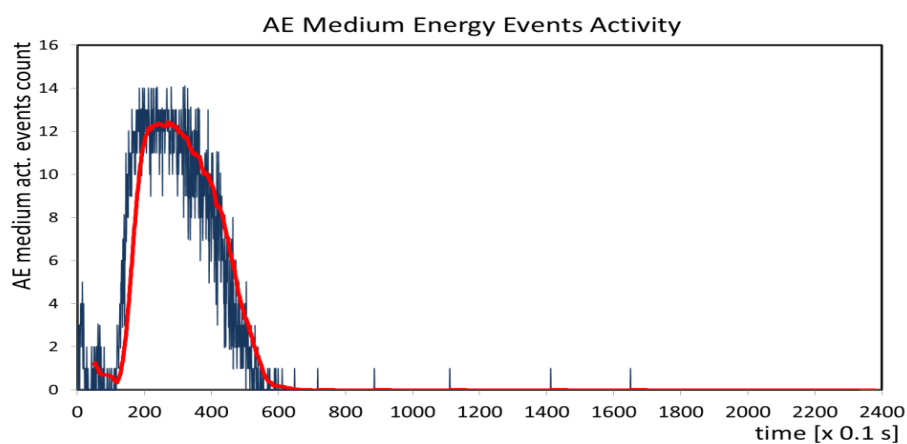


c)

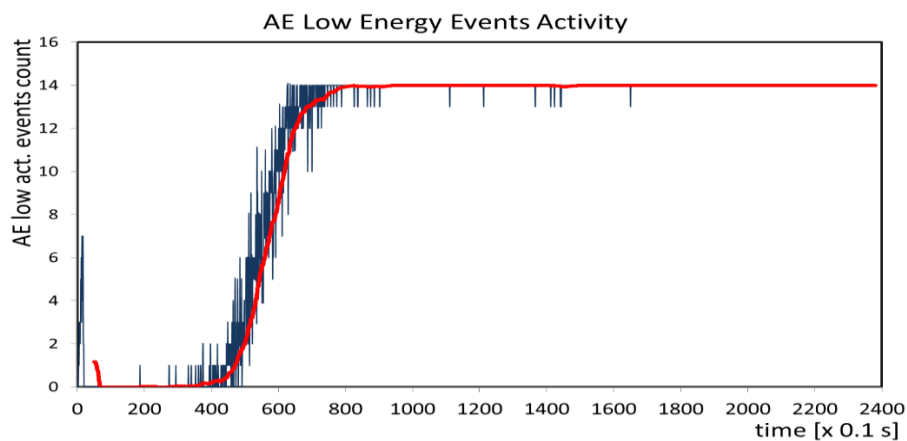
Rys. 42. Zależność czasowa częstości zdarzeń EA skorelowanych ze wzorcami, a) dla zdarzeń o wysokiej energii EA, b) dla zdarzeń o średniej energii EA, c) dla zdarzeń o niskiej energii zdarzeń EA, hartowanie izotermiczne stali C105U, temperatura przemiany: 100°C



a)

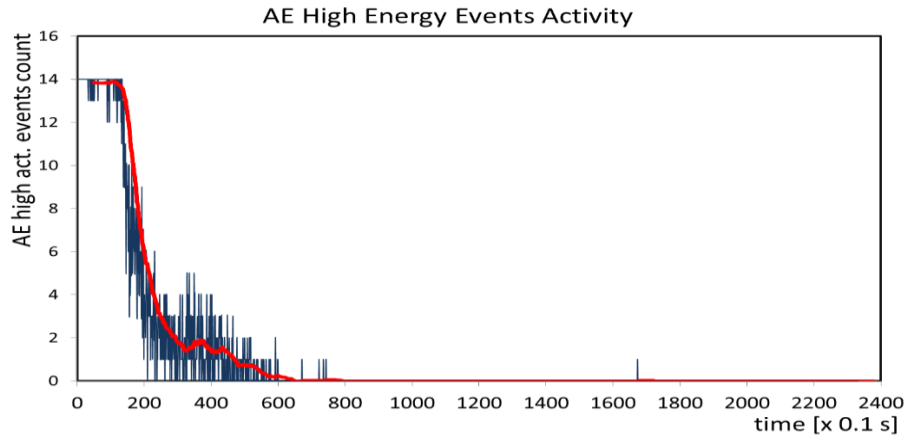


b)

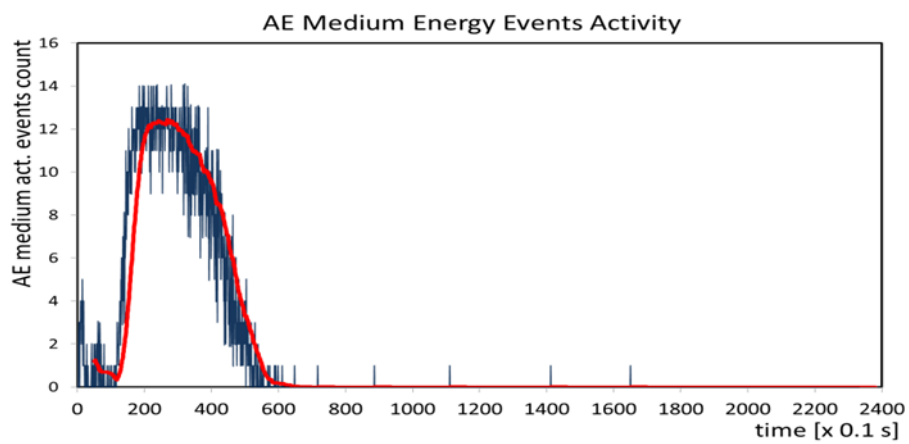


c)

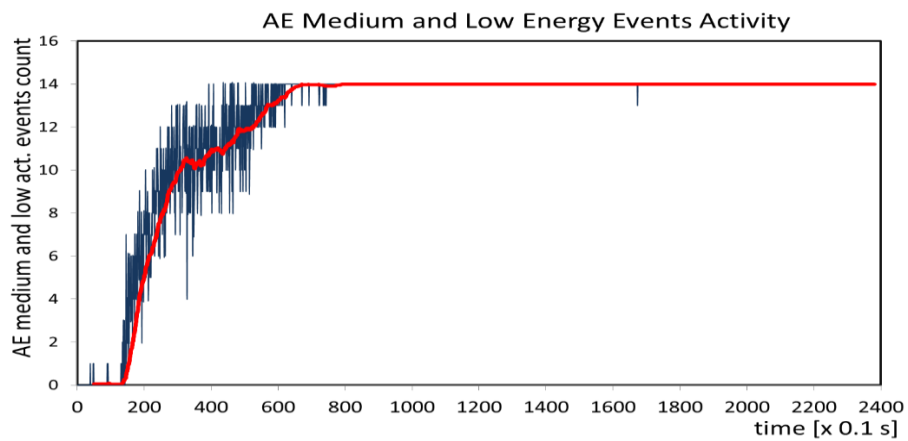
Rys. 43. Zależność czasowa częstości zdarzeń EA skorelowanych ze wzorcami,
a) dla zdarzeń o wysokiej energii EA, b) dla zdarzeń o średniej energii EA,
c) dla zdarzeń o niskiej energii zdarzeń EA, hartowanie izotermiczne stali
C105U, temperatura przemiany: 130°C



a)



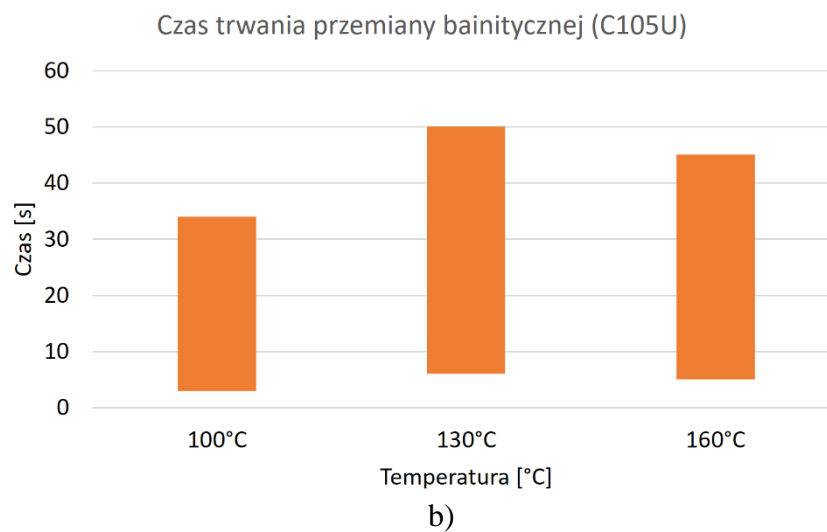
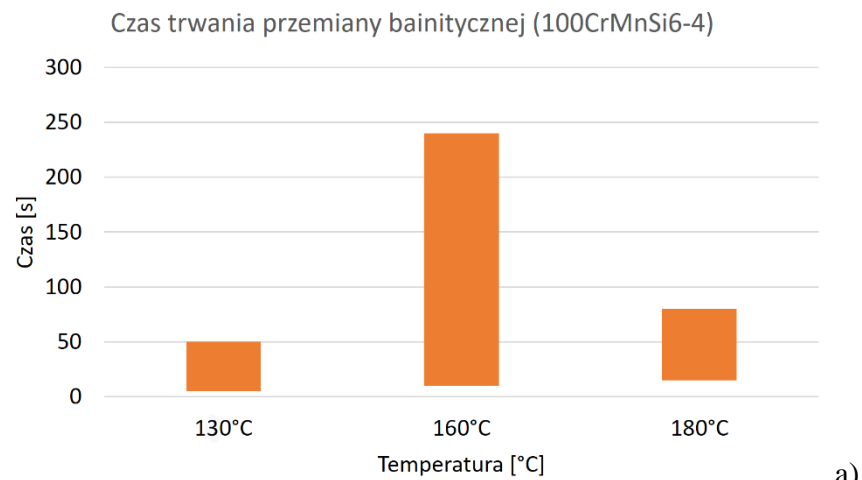
b)



c)

Rys. 44. Zależność czasowa częstości zdarzeń EA skorelowanych ze wzorcami,
a) dla zdarzeń o wysokiej energii EA, b) dla zdarzeń o średniej energii EA,
c) dla zdarzeń o niskiej energii zdarzeń EA, hartowanie izotermiczne stali
C105U, temperatura przemiany: 160°C

Przedstawiono na rys. 45 wykresy zależności czasu trwania przemiany bainitycznej od temperatury hartowania. Wykresy utworzono na podstawie analiz aktywności akustycznej oraz spektrogramów dla przyjętych do badań stali.



Rys. 45. Wykresy zależności czasu trwania przemiany bainitycznej od temperatury hartowania izotermicznego dla stali 100CrMnSi6-4 oraz C105U.

Analiza wyników

Metoda klasyfikacji zdarzeń emisji akustycznej przy pomocy wielkości ich energii umożliwiła wstępną analizę otrzymanego sygnału i zdarzeń EA. W oparciu o otrzymane wykresy czasowe można wywnioskować, że w trakcie procesu hartowania zachodzą co najmniej dwie przemiany fazowe, ponieważ na tych wykresach widoczne są dwa maksima częstości wystąpień zdarzeń o określonych poziomach energii. Ponadto na wymienionych wyżej zależnościach jest widoczne, że dla stali łożyskowej najwyższa aktywność akustyczna jest rejestrowana w temperaturze 160°C, a zatem z temperaturze w pobliżu M_s dla tej stali. W tym zakresie obserwuje się dużą ilość zdarzeń dla wszystkich przyjętych przedziałów energii. Natomiast powyżej M_s , w temperaturze 180°C, ilość zdarzeń o średniej energii jest ograniczona, zdarzenia mogą wykazywać pewien stopień podobieństwa, co może oznaczać że występują tylko dwa zjawiska. Natomiast zdarzenia o niskiej energii dla wszystkich przyjętych temperatur są rejestrowane ze zbliżoną częstością. Oznacza to, że niskie energie pochodzą od tła akustycznego. Dla stali narzędziowej sytuacja wygląda podobnie, w temperaturze bliskiej M_s obserwuje się największą aktywność akustyczną zdarzeń, ponadto zdarzenia o niskiej energii pochodzą od tła. W procesie hartowania stali łożyskowej rejestrowano zdarzenia EA o wysokiej energii w przedziale częstotliwości 100 – 300 kHz. W przypadku stali narzędziowej przedział częstotliwości występowania zdarzeń o wysokiej energii wynosił 100 – 200 kHz, a czas zachodzenia przemiany był wyraźnie krótszy.

Zastosowanie filtracji zarejestrowanego sygnału metodą sieci neuronowej stworzyło możliwość rozseparowania zdarzeń pochodzących od dwóch różnych procesów. Na wyjściach sieci neuronowej zidentyfikowano sygnały skorelowane z uprzednio przygotowanymi wektorami cech, co zatem umożliwiło monitorowanie przemian fazowych podczas hartowania izotermicznego.

Na podstawie wykonanych badań dla stali 100CrMnSi6-4 stwierdzono, że najwięcej zdarzeń o wysokiej energii emisji akustycznej występuje do ok. 20 s czasu trwania sygnału i dla temperatur w pobliżu temperatury M_s . Taki przebieg procesu świadczy o tworzeniu się bainitu zainicjowanego przez utwory martenzytu. Maksymalna ilość zdarzeń o średniej energii jest generowana w różnych przedziałach czasu, zależnie od temperatury przemiany. Przyczyną tego drugiego z zarejestrowanych procesów jest tworzenie się bainitu dolnego z midribem. Narastanie procesu generacji zdarzeń o niskiej

energii akustycznej w dłuższym przedziale czasu wskazuje na identyfikację tła akustycznego.

Z analogicznych wykresach wytworzonych w trakcie badań przemiany w stali C105U wynika, że zdarzenia o wysokiej energii generowane są ok. 8-10 s po rozpoczęciu całego procesu. Prawdopodobnym źródłem sygnału akustycznego dla temperatur w pobliżu i poniżej temperatury M_s jest tworzenie się midribu, który jest martenzytem cienkopłytkowym zbliżonym. Największa intensywność generacji zdarzeń o średniej energii w badanym procesie dla sygnału otrzymanego w trakcie hartowania izotermicznego stali w temperaturze 100°C mieści się w przedziale 20-30 s, w temperaturze 130°C w przedziale 30–35 s.. W następnych przedziałach czasu intensywność zdarzeń gwałtownie maleje. Rejestrowana dynamika procesu wskazuje na formowanie się bainitu zainicjowanego przez martenzyt w zakresie temperatury zbliżonej do temperatury M_s badanej stali. Intensywność generacji zdarzeń EA o niskiej energii dla wszystkich przyjętych temperatur ulega stabilizacji po ok. 60 s. Podobnie jak w przypadku sygnału rejestrowanego w trakcie hartowania stali łożyskowej, w przypadku stali narzędziowej generacja zdarzeń o niskiej energii jest najprawdopodobniej związana z tłem akustycznym.

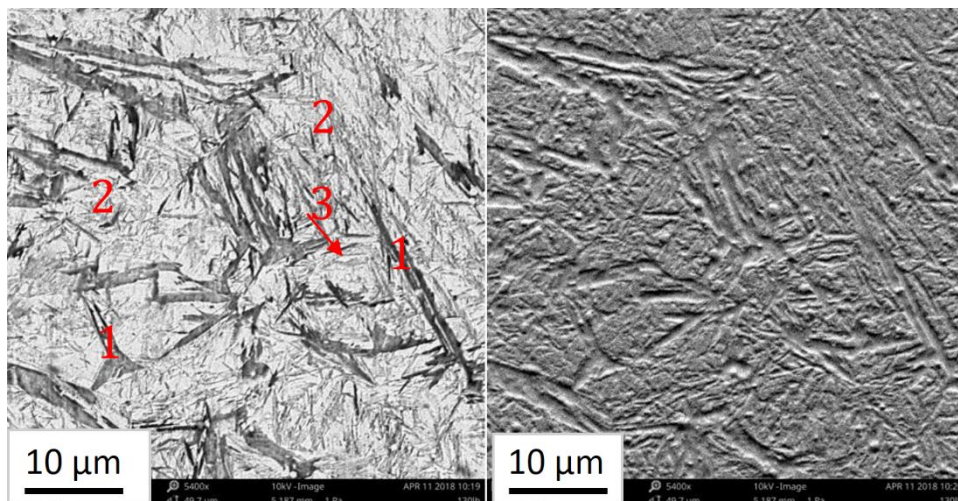
W czasie do 130°C dla stali łożyskowej, 100°C dla stali narzędziowej (rys.45) występuje stopniowy wzrost intensywności sygnału, co jest konsekwencją czasów zarodkowania oraz zatrzymania wzrostu płytek martenzytu w wyniku zmniejszenia się termodynamicznej siły pędnej przemiany. Spowodowane jest to prawdopodobnie masowym charakterem przemiany martenzytycznej i możliwością relaksacji naprężeń zmniejszających tłumienie propagacji fal sprężystych. Wraz ze wzrostem temperatury hartowania izotermicznego od 130°C do temperatury zbliżonej do M_s badanych stali można zaobserwować przedłużony czas trwania przemiany. Przedłużony czas trwania przemiany związany jest ściśle z charakterem zachodzących przemian fazowych, a w szczególności z tworzeniem bainitu i jego zarodkowaniem na midribach. Mechanizm zarodkowania bainitu wiąże się ze zmianą mechanizmu odkształcenia na mechanizm poślizgu. Natomiast zahamowanie wzrostu subpłytek we wiązkach bainitu związany jest z odkształceniem plastycznym otaczającego je austenitu. Niewątpliwie duży wpływ na czas trwania przemiany z zakresie zbliżonym do M_s mają drobne płytki bliźniaków, ponieważ

prędkość dyslokacji bliźniakujących jest dużo większa od prędkość dyslokacji poślizgowych.

Zwiększenie temperatury powyżej M_s powoduje zmniejszenie czasu trwania przemiany. Związane to jest z zmniejszeniem ilości midribów oraz bainitu, który na nich zarodkuje. Natomiast mniejszy udział bainitu zarodkującego na midribach można wyjaśnić zmianą mechanizmu odkształcenia i w związku z tym udziałem martenzytu listwowego i bainitu dolnego. Dodatkowo może to mieć związek ze zmniejszeniem wytrzymałości austenitu oraz zmniejszeniem szybkości chłodzenia,

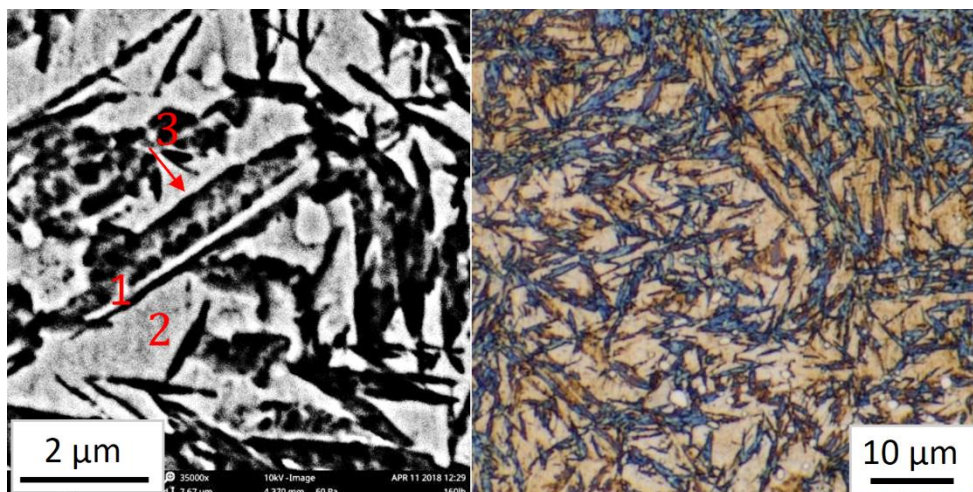
5.3 Wyniki badań mikrostrukturalnych

Analizę mikrostrukturalną stali łożyskowej 100CrMnSi6-4 oraz narzędziowej C105U poddanej hartowaniu izotermicznemu w zakresie temperaturowym 100-160°C. przeprowadzono przy pomocy mikroskopu metalograficznego świetlnego Nikon MA 200 oraz mikroskopu elektronowego skaningowego Phenom XL. Badania mikroskopowe umożliwią porównanie obrazów mikrostruktury po hartowaniu z przemianą izotermiczną po trawieniu struktury bainitycznej i martenzytycznej różnymi odczynnikami: Nital, Vilella, analizowanie stanu powierzchni i ocenę jej morfologii. Wyniki badań mikrostrukturalnych przedstawiono na rys. 46 – 50.

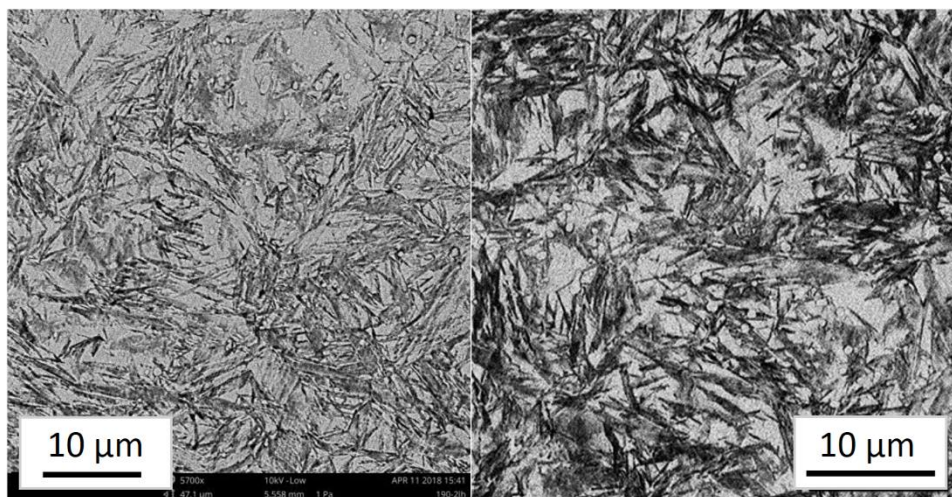


Rys. 46. Obrazy mikrostruktury po hartowaniu izotermicznym stali

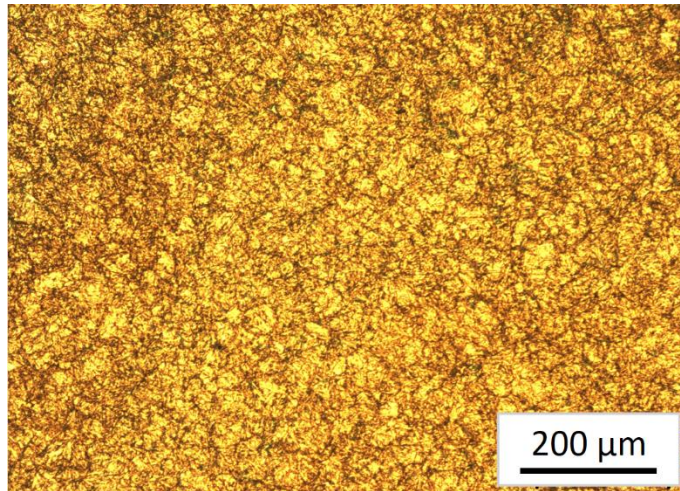
100CrMnSi6-4 w temperaturze 130°C po trawieniu osnowy odczynnikiem Vilella, mikroskop skaningowy. Widoczny wytrawiony: 1 - bainit dolny z midribem, 2 - martenzyt izotermiczny, 3 – austenit szczątkowy.



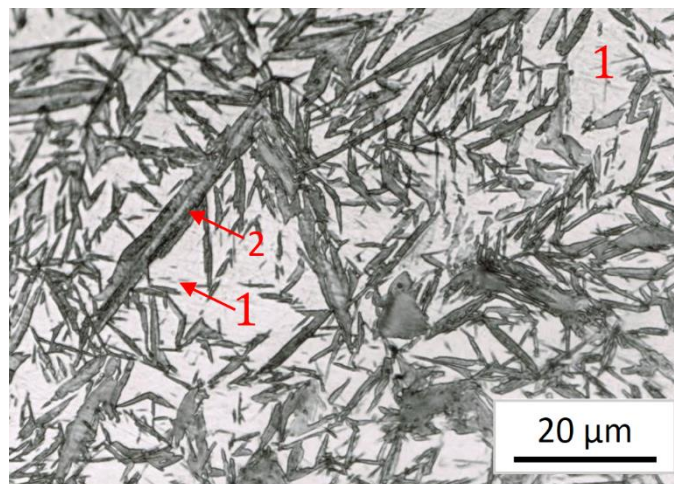
Rys. 47. Obrazy mikrostruktury po hartowaniu izotermicznym stali 100CrMnSi6-4 w temperaturze 160°C, mikroskop skaningowy (z lewej) mikroskop optyczny (z prawej), po trawieniu osnowy odczynnikiem Vilella. Widoczny: 1 – bainit dolny z midribem, 2 – martenzyt izotermiczny, 3 – austenit szczątkowy.



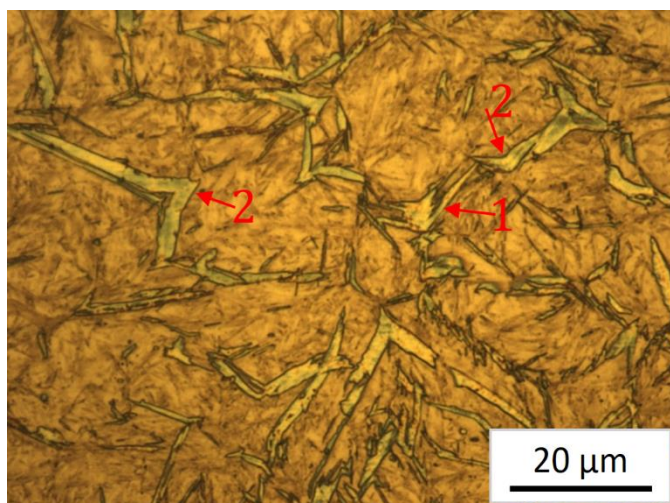
Rys. 48. Obrazóy mikrostruktury po hartowaniu izotermicznym stali 100CrMnSi6-4 w temperaturze 180°C mikroskop skaningowy (z lewej), mikroskop optyczny (z prawej), po trawieniu osnowy odczynnikiem Vilella. Widoczny bainit dolny i martenzyt izotermiczny.



Rys. 49. Mikrostruktura stali C105U po hartowaniu izotermicznym w temperaturze 100°C po trawieniu osnowy odczynnikiem Nital. Widoczny: bainit dolny, martenzyt izotermiczny i austenit szczątkowy.



Rys. 50. Mikrostruktura stali C105U po hartowaniu izotermicznym w temperaturze 130°C po trawieniu osnowy odczynnikiem Nital. Widoczny: 1 – martenzyt izotermiczny 2 - bainit dolny z midribem.



Rys. 51. Mikrostruktura stali C105U po hartowaniu izotermicznym w temperaturze 160°C po trawieniu osnowy odczynnikiem Nital. Widoczny bainit dolny z midribem i martenzyt. Charakterystyczne cechy morfologiczne 1 - bainit o kształcie motyla rozgałęziony, 2 – typowy BDM.

Analiza wyników

Stal 100CrMnSi6-4

Mikrofotografie próbek stali 100CrMnSi6-4 przedstawiają trzy produkty zachodzącej przemiany izotermicznej: igły martenzytu, płytki bainitu dolnego oraz obszary midribu. Przy tworzeniu struktury bainitycznej rozważa się dwa procesy. Niezależne zarodkowanie subpłytki na powierzchni ziarna austenitu i następne zarodkowanie przez autokatalizę na istniejących już pojedynczych subpłytkach. Ten ostatni proces jest zasadniczym dla tworzenia struktury bainitu, podczas gdy pierwszy proces uwzględnia wpływ średnicy ziarna austenitu na ogólną kinetykę przemiany. Według H. K. D. H. Bhadeshii zarodkowanie ferrytu bainitycznego jest podobne do zarodkowania martenzytu. Zgodnie z opisem przemiany przedstawionym w podrozdziałach 3.1, 3.2 i 3.3 w temperaturze hartowania izotermicznego zbliżonej do M_s przemiana zachodzi w dwóch nakładających się na siebie etapach. Pierwszy jej etap to zarodkowanie martenzytu cienkopłytkowego pod postacią midribów. Midrib to martenzyt

cienkopłytkowy zbliźniaczony. Drugi etap to zarodkowanie bainitu na midribach, dyfuzja austenitu poza utworzony martenzyt, w związku z tym jego wzbogacenie w węgiel a w tego następstwie przemiany na bainit dolny. Listwy bainitu zawierają cząstki pasmowych węglików. Rozmieszczenie węglików w postaci równoległych pasm jest charakterystyczne dla płytek typowego bainitu dolnego. Płytki węglików wykazują znaczne wydłużenie i ciągłość lub są pofragmentowane, z oddzielającym je austenitem szczątkowym. W wiązkach bainitu pomiędzy subłytkami, oprócz węglików występuje austenit szczątkowy przesycony węglem. W momencie, gdy wzrost pojedynczej płytki bainitu zostaje zakończony zachodzi redystrybucja węgla do austenitu szczątkowego. Węgliki mogą także wydzielać się w ferrycie, co jest zgodne z mechanizmem przemiany bainitycznej. Austenit wzbogacony węglem zmniejsza do zera siłę pędną przemiany zachodzącej mechanizmem ścinania i zatrzymuje przemianę bainityczną. Austenit szczątkowy, który występuje w przestrzeniach pomiędzy listwami martenzytu i bainitu jest znacznie wzbogacony w węgiel, co skutkuje niejednorodnością składu chemicznego. Bainit z midribem na obrazach mikroskopowych występuje w postaci ciemniejszych płytek. Zróznicowana wielkość tych płytek zależy od wielkości ziaren austenitu. Jasne miejsca uwidocznione na obrazach mikroskopowych wskazują na obecność austenitu szczątkowego. Prędkość wydłużania płytek bainitu jest o wiele mniejsza od prędkości wzrostu płytek martenzytu, co jest wynikiem odkształcenia plastycznego, które zachodzi w czasie wzrostu bainitu.

Znacznie mniejszy udział bainitu z midribem zaobserwowany na obrazach mikrostruktury przy temperaturze hartowania 180°C można tłumaczyć zwiększeniem zmiany mechanizmu odkształcenia i co za tym idzie udziałem martenzytu listwowego i bainitu dolnego. Morfologia martenzytu (listwowa lub płytkowa) oraz rodzaj tej przemiany (atermiczna, wybuchowa, izotermiczna) zależą od energii błędu ułożenia austenitu i temperatury M_s . Przy temperaturze 180°C zmiana mechanizmu może być wynikiem zmniejszenia wytrzymałości austenitu oraz zmniejszenia szybkości chłodzenia.

Stal C105U

Przyjęte parametry austenitizacji w oparciu o dane literaturowe [145, 146] umożliwiły rozpuszczenie znacznej ilości cementytu i przesylenie austenitu w węgiel. Warunki termodynamiczne doprowadziły w efekcie do zwiększenia hartowności badanej

stali powodując jednocześnie rozrost ziarna austenitu. Przechłodzenie austenitu i naprężenia wewnętrzne powodują dryf atomów węgla, pierwiastków stopowych oraz segregację a w konsekwencji otrzymanie mikrostruktury bainitu dolnego z midribem o kształcie motyla w zakresie przyspieszonego początku przemiany. W przypadku stali C105U przemiana bainityczna przebiega również etapowo, co zostało także wykazane w wcześniejszych pracach [4,6,7].

Wyniki badań mikrostrukturalnych ukazane na obrazach (rys. 49,50) uwidaczniają kształt bainitu o morfologii motyla. Można zaobserwować także elementy o charakterze bardziej rozgałęzionym (rys. 51 - 1). Większe płytki o kształcie motyla często składają się z dużej ilości tego samego typu mniejszych subpłytek, które zwiększają grubość i długość „skrzydła”. Płytki posiadają różne wymiary, co szczególnie można zaobserwować na rys. 50. Bywają rozłożone w różnych kierunkach, mniejsze z nich zazwyczaj posiadają parę prostych granic międzyfazowych, natomiast większe z płytek są grubsze, zbudowane z dużej ilości subpłytek tego samego rodzaju, i najczęściej to wzdłuż ich środka obserwuje się midriby. W wyniku krótszych czasów przemiany na niektórych płytkach posiadających odpowiednią orientację krystalograficzną wzdłuż płytki bainitu zauważa się ciemną linię, którą jest właśnie midrib. Midrib jest obszarem zbliźnionym. Lokalny przyrost temperatury w wyniku jego utworzenia w powiązaniu z naprężeniami wewnętrznymi będącymi efektem przemiany martenzytycznej przyczyniają się do przyspieszenia przemiany bainitycznej. Wówczas na obrazach mikrostruktury zauważa się smugę wzdłuż płytki. Proces selektywnego wytrawienia midribu znacznie utrudnia jego obserwację na mikroskopie. Na przedstawionych obrazach mikrostrukturalnych obserwuje się midrib w postaci białej smugi zlokalizowanej w środku płytki (rys. 50 BDM). Uważa się, że przecinające się midriby są pierwszym elementem tworzącym morfologię motyla.

W drugim etapie przemiany zachodzi zwykła przemiana bainityczna. Powstaje klasyczny bainit dolny, który jest widoczny na załączonych mikrofotografiach.

6. Podsumowanie i wnioski

Problemy z identyfikacją przemian fazowych zachodzących w czasie hartowania stali wynikają ze złożoności procesów termodynamicznych zachodzących w objętości hartowanego obiektu oraz z powstawania różnych produktów przemiany w tym samym czasie. Przedstawione wyżej wyniki badań sygnału akustycznego i zaproponowanej metody jego obróbki okazały się efektywne do śledzenia wymienionych zjawisk. W zarejestrowanym sygnale EA wykryto zdarzenia o różnych energiach i charakterystykach widmowych. W oparciu o wyznaczone charakterystyki zdarzeń EA w zarejestrowanych zapisach sygnału zidentyfikowano charakterystyczne etapy badanej przemiany.

Użycie sztucznej sieci neuronowej do analizy sygnału EA umożliwiło rozseparowanie zachodzących procesów. W oparciu o wyznaczone charakterystyki widmowe wygenerowano wzorce cech użyte w procedurze uczenia sieci. Przygotowana w ten sposób sieć neuronowa uzyskała możliwość klasyfikacji sygnałów podawanych na jej wejście w sensie ich podobieństwa do wyuczonych wzorców. Przy zastosowaniu tej procedury wyznaczono zależności częstości wystąpień charakterystycznych zdarzeń EA w funkcji czasu w celu monitorowania procesów i identyfikację przemian fazowych zachodzących w badanym materiale.

W rozprawie wykazano, że metoda emisji akustycznej z zastosowaniem sztucznych sieci neuronowych może być z powodzeniem stosowana do badań przemian fazowych występujących w stalach. Ponadto wyniki badań z wykorzystaniem tych metod badawczych mogą mieć zastosowanie w przyszłości w projektowaniu optymalnych metod obróbki cieplnej, a w konsekwencji umożliwić pożądane w badaniach kształtowanie mikrostruktury. Przykładem potencjalnej aplikacji opisywanych metod może być zjawisko pasmowości cementytu, pogarszające stykową wytrzymałość zmęczeniową stali. Uniknąć tego niekorzystnego efektu można zmieniając warunki standardowej obróbki cieplnej i odpowiednio dobrać warunki austenitizacji. Śledzenie kinetyki przemian fazowych zachodzących w stali może tu być pomocne.

Monitorowanie procesów obróbki cieplnej ma istotne znaczenie na wartości użytkowe gotowych wyrobów przemysłowych. W wyniku śledzenia kinetyki rozpadu przechłodzonego austenitu można regulować i ulepszać procesy przemysłowe. Zoptymalizowanie procesów może umożliwić ekonomiczne wykorzystywanie czasu bez

pogorszenia jakości produkowanych wyrobów. Wykorzystanie metod umożliwiających kontrolę początku i końca przemian fazowych może zatem w przyszłości przyczynić się do optymalizacji procesów przemysłowych.

Na podstawie przeprowadzonej analizy wyników badań wyciągnięto następujące wnioski:

- W temperaturach 130°C dla stali narzędziowej i 160°C dla stali łożyskowej obserwuje się maksymalną aktywność akustyczną. W tym zakresie temperaturowym, zbliżonym do M_s dla obu stali przyjętych do badań występuje dominujący obszar przemiany przechłodzonego austenitu na bainit dolny z midribem.
- Przemiana fazowa zachodzi dwustopniowo. Pierwszy etap przemiany to zarodkowanie martenzytu cienkopłytkowego pod postacią midribów. W drugim etapie następuje zarodkowanie bainitu na midribach, wzbogacenie austenitu w węgiel i w konsekwencji utworzenie bainitu dolnego.
- Midrib jest martenzytem cienkopłytkowym zbliżniaczonym, jest pierwszym elementem tworzącej się płytki bainitu w zakresie przyspieszonego początku przemiany.
- W trakcie procesu hartowania otrzymano mikrostrukturę składającą się z cząstek węglików o złożonej dyspersji w osnowie bainityczno-martenzytycznej.
- Morfologia motyla jest charakterystyczna dla bainitu dolnego z midribem, co obserwuje się na obrazach mikrostrukturalnych stali C105U.
- Czas trwania przemiany bainitycznej w badanym zakresie temperatur zależy ściśle od temperatury hartowania izotermicznego stali. Wraz ze wzrostem temperatury do M_s badanych stali obserwuje się przedłużony czas trwania przemiany.
- Umożliwienie kontroli procesu tworzenia struktury bainityczno-martenzytycznej może ułatwić otrzymanie stali o korzystniejszych właściwościach użytkowych.
- Dominujący przedział widma sygnału EA generowanego w trakcie badań mieści się w granicy 100-300 kHz. Ponadto maksymalną gęstość widmowa obserwuje się przy częstotliwości 180–200 kHz.

- Oprogramowanie identyfikujące zdarzenia EA o różnych wartościach energii umożliwiło rozseparowanie zdarzeń EA pochodzących od przemian fazowych, a ponadto na śledzenie kinetyki przemian występujących w czasie hartowania stali.
- W badanym sygnale EA zidentyfikowano obszerną populację zdarzeń o różnych wartościach energii. W celu efektywnej analizy tego sygnału konieczne okazało się wyznaczenie wzorców charakterystyk widmowych użytych następnie do identyfikacji etapów zachodzącej przemiany fazowej.

Literatura

- [1] E. S. Davenport, E. C. Bain, Transformation of Austenite at Subcritical Temperatures, *Trans. AIME*, 90, 1930.
- [2] G. V. Kurdjumov, O. P. Maksimova, Kinetics of Austenite to Martensite Transformation at Low Temperatures, *Dokl. Akad. Nauk. SSSR*, 61, 61-93. 1948.
- [3] R. T. Howard, M. Cohen, Austenite transformation above and within the martensite range, *Trans. AIME*, 176, 384–400, 1948.
- [4] O. Schaber, Some Observations on Isothermal Austenite Transformation Near the Ms Temperature, *Trans. AIME*, 203, 559–560, 1995.
- [5] S. V. Radcliffe, E. C. Rollason, The Kinetics of the Formation of Bainite in HighPurity Iron-Carbon Alloys, *JISI*, 191, 56–65, 1959.
- [6] H. Okamoto, M. Oka, Lower Bainite with Midrib in Hypereutectoid Steels, *Metallurgical and Materials Trans. A*, 17A, 1113–1120, 1986.
- [7] M. Oka, H. Okamoto: „Swing Back in Kinetics Near Ms in Hypereutectoid Steels”, *ibidem*, A, 19A, 447–453 1988.
- [8] H. K. D. H Bhadeshia J.W. Christian, Bainite in Steels, *ibidem*, A, 21A, 767–797, 1990.
- [9] Zhi-Gang Yang, Hong-Sheng Fang, An overview on bainite formation in steels, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 9, 277-286, 2005.
- [10] H. K. D. H. Bhadeshia, *Bainite in Steels*, 2-nd ed. London, The Institute of Materials, 2001.
- [11] T. Z. Woźniak, Modelowanie kinetyki równoczesnego rozpadu austenitu na dwa produkty, *Zeszyty Naukowe, ATR, Bydgoszcz, Mechanika*, 55, 243, 315– 329, 2004.
- [12] H. Leda, Przemysłowe zastosowanie stali ze strukturami bainitycznymi, *Inżynieria Materiałowa*, 27 (3), 182–185, 2006.
- [13] A. Barbacki, E. Mikołajski, A. Wachowiak, O wpływie krzemu na strukturę i właściwości mechaniczne średniowęglowych stali po hartowaniu bainitycznym, *Inżynieria Materiałowa*, 2, 33–36, 1994.

- [14] S. M. C. Van Bohemen, An acoustic emission study of martensitic and bainitic transformations in carbon steel, University Press Delft, 2004.
- [15] M. Łazarska, T. Z. Woźniak, Z. Ranachowski, A. Trafarski, G. Domek, Analysis of acoustic emission signals at austempering of steels using neural networks, *Metals and Materials International*, 23, 426-433, 2017.
- [16] Yang Li, Gui-yong Xiao, Lu-bin Chen, Yu-peng Lu, Acoustic emission study of the plastic deformation of quenched and partitioned 35CrMnSiA steel, *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 21, 1196–1204, 2014.
- [17] A. Pawełek, W. S. Ozgowicz, Z. Ranachowski, S. Kúdela, Behaviour of Acoustic Emission in Deformation and Microcracking Processes of Mg Alloys Matrix Composites Subjected to Compression Tests, *Archives of Current Research International* 8(2):1-13, 2017.
- [18] M. Łazarska, T. Z. Woźniak, Z. Ranachowski, P. Ranachowski, A. Trafarski, The application of acoustic emission and artificial neural networks in an analysis of kinetics in the phase transformation of tool steel during austempering, *ibidem*, 62 (2), 599-605, 2017.
- [19] K. Przybyłowicz, *Nowoczesne metaloznawstwo*, Wydaw. Naukowe AKAPIT, Kraków, 2012.
- [20] S. Rudnik, *Metaloznawstwo*, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 1996.
- [21] J. Chakraborty, D. Bhattacharjee, I. Manna, Austempering of bearing steel for improved mechanical properties. *Scripta Materialia*, 59, 247-250, 2008.
- [22] H. K. D. H Bhadeshia, C. H. Young, Strength of mixtures of Bainite and Martensite. *Materials Science and Technology*, 10, 209-214, 1994.
- [23] Cheng-Yi Chen, Fei-Yi Hung, Truan-Sheng Lui and Li-Hui Chen, Microstructures and Mechanical Properties of Austempering SUS440 Steel Thin Plates, *Metals*, 6, 35, 2016.
- [24] Najeeb Niazi, Salman Nisar, Aqueel Shah, Austempering Heat Treatment of AISI 4340 Steel and Comparative Analysis of Various Physical Properties at Different Parameters, *International Journal of Multidisciplinary Sciences and Engineering*, 5, (10), 2014.
- [25] R. F. Hehemann, K. R. Kinsman, H. I. Aaronson, A debate on the bainite reaction. *Metall. Trans.*, 3, 1077–1094, 1972.
- [26] H. I. Aaronson, J. M. Rigsbee, R. K. Trivedi, Comments on an overview of the bainite reaction. *Scripta Metall.* 20, 1299-1304, 1986.

- [27] H. I. Aaronson, Atomic mechanisms of diffusional nucleation and growth and comparisons with their counterparts in shear transformations. *Metall Trans.* 24A, 241-276, 1993.
- [28] H. I. Aaronson, The proeutectoid ferrite and the proeutectoid cementite reactions. [In:] *Decomposition of Austenite by Diffusional Processes*, H.I. Aaronson, V.F. Zackay (eds). Interscience Publishers, New York, 387-546, 1962.
- [29] C. Zener, Kinetics of the decomposition of austenite. *Trans. AIME* 167, 550-583, 1946.
- [30] T. Ko, S.A. Cottrell, The Formation of Bainite. *J. Iron Steel Inst.*, 172, 307-313, 1952.
- [31] J. W. Christian, *Theory of Transformations in Metals and Alloys*. 2nd edition, Pt. 1, Pergamon Press, Oxford, 1975.
- [32] J. W. Christian, Crystallographic theories, interface structures, and transformation mechanisms. *Metall. Mater. Trans.* 25A, 1821–1839, 1994.
- [33] H. K. D. H. Bhadeshia, A rationalization of shear transformations in steels. *Acta Metall.* 29, 1117-1130, 1981.
- [34] H. K. D. H. Bhadeshia, Edmonds D.V., The mechanism of bainite formation in steels. *Acta Metall.* 28, 1265-1273, 1980.
- [35] Z. Bojarski, T. Bołd, Structure and Properties of Carbide Free Bainite. *Acta Metall.* 22, 1223–1234, 1974.
- [36] Z. Bojarski, T. Bołd, Struktura i własności bainitu bezwęglkowego. *Archiwum Hutnictwa*, 18, 365–405, 1973.
- [37] J. M. Oblak, R. F. Hehemann, Structure and growth of Widmanstätten ferrite and bainite. In: *Ann Arbor, MI, Climax Moly. Transformation and hardenability in steels*, 15–33, 1967.
- [38] H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite: overall transformation kinetics. *J. Phys. Paris*, C43 (Colloq. C4), 443–448, 1982.
- [39] H. K. D. H. Bhadeshia, D. V. Edmonds, The bainite transformation in a silicon steel. *Metall. Trans. A*, 10, 895–907, 1979.
- [40] G. I. Rees, H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite transformation kinetics. Part 1. Modified model. *Mater. Sci. Technol.* 8, 985–993, 1992.
- [41] T. Z. Woźniak, Wpływ warunków hartowania na zawartość austenitu szczątkowego i kinetykę przemiany bainitycznej. *Zeszyty Naukowe, WSP, Bydgoszcz, Studia Techniczne*, 15, 43–59, 1990.

- [42] H. I. Aaronson, On the problem of the definitions and the mechanisms of the bainite reaction. In: *The Mechanisms of Phase Transformations in Crystalline Solids*. Institute of Metals, London, U.K., 270–281, 1969.
- [43] F. Wever, H. Lange, The transformation kinetics of austenite – I – magnetic investigations of the decomposition of austenite. *Mitt. Kaiser-Wilhelm-Inst. Eisenforschung* 14, 71–83, 1932.
- [44] K. R. Kinsman, H. I. Aaronson, *Transformation and Hardenability in Steels*. Climax Molybdenum Co., Ann Arbor, 39, 1967.
- [45] W. T. Reynolds Jr., F. Z. Li, C. K. Shui, H. I. Aaronson, The Incomplete Transformation Phenomenon in Fe-C-Mo Alloys. *Metall. Trans.* 21A, 1433-1463, 1990.
- [46] H. I. Aaronson, W. T. Reynolds Jr., The bainite reaction. *Proc. of the Conference “Phase Transformations’87”*. Institute of Metals, London, 301-308.
- [47] H. K. D. H. Bhadeshia, High Performance Bainitic Steels. *Materials Science Forum* 500-501, 63-74, 1988, 2005.
- [48] Z. Ławrynowicz, Próba wykorzystania mechanizmu przemiany bainitycznej do modelowania kinetyki i mikrostruktury stali niskostopowych, Bydgoszcz: Wydawnictwo Uczelniane Uniwersytetu Technologiczno-Przyrodniczego, 2009.
- [49] G. R. Srinivasan, C. M. Wayman, The Crystallography of the Bainite Transformation. *Acta Metall.* 16, 621-636, 1968.
- [50] T. Z. Woźniak, Analiza przemian fazowych podczas hartowania izotermicznego stali łożyskowej metodą emisji akustycznej, Bydgoszcz, Wydawnictwo Uniwersytetu Kazimierza Wielkiego, 2012.
- [51] H. K. D. H. Bhadeshia, A.R. Waugh, Bainite: An atom-probe study of the incomplete reaction phenomenon. *Acta Metallurgica*, 30(4), 775-784, 1982.
- [52] T. Z. Woźniak, Kinetyka i morfologia produktu przemiany bainitycznej w obszarze zbliżonym do Ms, *Archiwum Nauki o Materiałach*, Katowice 2002.
- [53] J. W. Christian, The origin of surface relief effects in phase transformations. [In:] *Decomposition of austenite by diffusional processes*, H.I. Aaronson, V.F. Zackay (eds). Interscience Publishers, New York, 371-386, 1962.
- [54] S. A. Mujahid, H. K. D. H. Bhadeshia, Coupled diffusional/displacive transformations: addition of substitutional alloying elements. *J. of Physics D: Applied Physics* 34, 2573-2580, 2001.

- [55] S. B. Singh, H. K. D. H. Bhadeshia, Estimation of bainite plate thickness in low alloy steels. *Mater. Sci. Eng. A* 245, 72–79, 1998.
- [56] E. Swallow, H. K. D. H. Bhadeshia, High resolution observations of displacements caused by bainitic transformation. *Materials Science and Technology*, 12, 121–125, 1996.
- [57] R. F. Mehl: *Hardenability of Alloy Steels*, ASM, Metals Park, OH, 41-44, 1939.
- [58] F. B. Pickering: *Transformations and Hardenability in Steels*, Climax Molybdenum Co., Ann Arbor, MI, 109-29, 1967.
- [59] G. Spanos, H.S. Fang, D.S. Sarma, and H.I. Aaronson, Influence of carbon concentration and reaction temperature upon bainite morphology in Fe-C-2 Pct Mn alloys, *Metall. Trans. A*, 21A, 1391-1411, 1990.
- [60] Z.-G. Yang, H.-S. Fang, An overview on bainite formation in steels”, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 9, 277-286, 2005.
- [61] H. K. D. H. Bhadeshia, D.V. Edmonds: "The mechanism of bainite formation in steels" *Acta Metall.* 28, 1265-1273, 1980.
- [62] H. K. D. H. Bhadeshia "Bainite in steel", *Materials Science and Metallurgy, Part II, Course C9, Alloys*.
- [63] F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, Very strong bainite. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*;8 (3–4), 251–257, 2004.
- [64] F. G. Caballero, M. K. Miller, C. Garcia-Mateo: "Carbon supersaturation of ferrite in a nanocrystalline bainitic steel" *Acta Materialia* 58, 2338-2343, 2010.
- [65] H. K. D. H. Bhadeshia: "The first bulk nanostructured metal" *Science and Technology of Advance Materials* 14, 1-7, 2012.
- [66] H. K. D. H. Bhadeshia: "Nanostructured bainite" *Proceeding of Royal Society A*, 3-18, 2010.
- [67] I. B. Timokhia, H. Beladi, X. Y. Xiong, Y. Adachi, P. D. Hodgson, Nanoscale microstructural characterization of a nanobainitic steel, *Acta Materialia* 59, 5511-5522, 2011.
- [68] J. Dong, H. Vethers, H.W. Zoch, Shortening the duration of heat treatment in the lower bainitic range, *Trans. of Materials and Heat Treatment Proceeding of the 14th IFHTSE Congress*, 25 (5), 555-560, 2004.
- [69] T. Lund, S. Larsson, P. Olund, Method of complete bainite hardening, Patent US6149743 A, 2000.

- [70] K. Hase, C. Garcia-Mateo, H. K. D. H. Bhadeshia, Bimodal size-distribution of bainite plates, *Materials Science and Engineering A*, 145-148, 2006.
- [71] D. Luo, M. Peet, S.W. Ooi, P. Yan, Z. Yin, H. K. D. H. Bhadeshia, Spheroidisation of hypereutectoid state of nanostructured bainitic steel, *Materials Science and Technology*, 30, 1282-1286, 2014.
- [72] J. Dworecka, E. Jezierska, K. Roźniatowski, W. Świątnicki, Nanobainitic structure recognition and characterization using transmission electron microscopy, *Archives of Metallurgy and Materials*, 59, (4) 1637-1640, 2014.
- [73] J. Dworecka, E. Jezierska, J. Rębiś, K. Roźniatowski, W. Świątnicki: "TEM & AFM - complementary techniques for structural characterization of nanobainitic steel" *Archives of Metallurgy and Materials*, 60, (3A), 1591-1594, 2015.
- [74] H. K. Bhadeshia, C. Garcia-Mateo, P. Brown: "Bainite steel and methods of manufacture thereof", Patent US 20110126946A1, 2011.
- [75] B. Avishan, C. Garcia-Mateo, S. Yazdani, F.G. Caballero: "Retained austenite thermal stability in a nanostructured bainitic steel" *Materials Characterization* 81, 105-110, 2013.
- [76] R.W.K. Honoeycombe, F.B. Pickering, "Ferrite and Bainite in Alloy Steels", *Met. Trans.*, 3 (5), 1099-1112, 1972.
- [77] H. I. Aaronson, C. Wells, "Sympathetic Nucleation of Ferrite", *JOM*, 1216-1223, 1956.
- [78] C. Garcia-Mateo, F. Caballero: "Ultra-high-strength bainitic steel" *ISIJ International*, 45 (11), 1736-1740, 2005.
- [79] Der-Hung Huang, G. Thomas: "Metallography of bainitic transformation in silicon containing steels", *Mat. Trans.*, 8, 1661-1674, 1977.
- [80] M. Takahashi and H.K.D.H. Bhadeshia: "Model for transition from upper to lower bainite", *Mater. Sci. Tech. Lond.*, 6, 592-603, 1990.
- [81] M. K. Kang, J. L. Sun, Q. M. Yang: „High-temperature transmission electron microscopy in situ study of lower bainite carbide precipitation,, *Mat. Trans. A*, 21, (4), 853-858, 1990.
- [82] A. G. Spanos, H.S. Fang and H.I. Aaronson: "A mechanism for the formation of lower bainite", *Metall. Trans. A*, 21, 1381-90, 1990.
- [83] R. L. Patterson, C. M. Wayman: „ The crystallography and growth of partially twinned martensite plates in Fe-Ni alloys", *Acta Met.*, 14, 347, 1966.

- [84] S. Gorczyca, B. Garbarz B, „Struktura martenzytu w stopach żelaza”, *Hutnik*, 44 (6), 276-283, 1977.
- [85] V. I Izotov, L. M. Utevsky: „Structure of Martensite Crystals of High-Carbon Steel”, *Physics of Metals and Metallography*, 25, 98-110, 1968.
- [86] H. Okamoto, M. Oka: „Lower bainite with midrib in hypereutectoid steels”, *Met. Trans. A*, 17, 1113–1120, 1986.
- [87] T. Z. Woźniak: „Analiza przemian fazowych podczas hartowania izotermicznego stała łożyskowej metodą emisji akustycznej”, *Wydawnictwo UKW*, 2012.
- [88] A. Hultgren, Isothermal Transformation of Austenite. *Trans. ASM*, 36, 915–989, 1947.
- [89] B. L. Averbach, M. Cohen: “The isothermal Decomposition of Martensite and Retained Astenite” *Trans. ASM*, 41, 1024-60, 1949.
- [90] M. F. Smith, G. R. Speich, M. Cohen: „Anomalous Kinetics of the Bainitic Transformation just above the Martensitic Range”, *Trans. TMS-AIME*, 215, 528, 1959.
- [91] S. R. Pati, M. Cohen: „Nucleation of the isothermal martensitic transformation”, *Acta Metall.*, 17, 189-99, 1969.
- [92] P. W. Brown, D. Mack: “Electrical resistivity and microstructural changes accompanying the isothermal decomposition of austenite in eutectoid steel”, *Met. Trans.*, 4, 2639, 1973.
- [93] N. F. Kennon, R. H. Edwards: “Isothermal transformation of austenite at temperatures near ms. Pt. 1. Transformation products”, *J. Aust. Inst. Metals*, 15, 195, 1970.
- [94] N. F. Kennon, Schematic Transformaton Diagram for Steel. *Metallurgical and Materials Trans. A*, 9A, 57–66, 1978.
- [95] N. F. Kennon, N. A. Kaye, Isothermal Transformation of Austenite to Pearlite and Upper Bainite in Eutectoid Steel. *Metall. Trans.*, 13, 6, 975–978, 1982.
- [96] T. Z. Woźniak, J. Jeleńkowski. Morfologia bainitu dolnego w zakresie przyspieszonej przemiany bainitycznej. W: *Mat. Konf. Dobór i Eksploatacja Materiałów Inżynierskich. Politechnika Gdańska, Jurata, 22–25 września*, 207–215, 1997.
- [97] T. Z. Woźniak, *Analiza Strukturalna Produktów Przemiany Bainitycznej w Zakresie Podwójnego Rozpadu Austenitu. Inżynieria Materiałowa*, 2, 53–59, 2006.

- [98] T. Z. Woźniak, T. Z. Analiza kinetyki przemian fazowych w czasie hartowania stali łożyskowej w oparciu o metodę emisji akustycznej, *Zagadnienia Mechaniki Stosowanej, Zeszyty naukowe PTMTS, UTP, Bydgoszcz*, 3, 55-57, 2011.
- [99] S. M. C. van Bohemen, M. J. Santofimia, J. Sietsma, Experimental evidence for bainite formation below M_s in Fe-0.66C, *Scripta Materialia*, 58, 488–491, 2008.
- [100] P. Kolmskog, A. Borgenstam, M. Hillert, P. Hedström, S. S. Babu, H. Terasaki and Y. Komizo, Direct Observation that Bainite can Grow Below M_s , *Metallurgical And Materials Trans., A* 43, 4984-4988, 2012.
- [101] S. Samanta, P. Biswas, S. Giri, Shiv B. Singh, S. Kundu, Formation of bainite below the M_s temperature: Kinetics and crystallography, *Acta Materialia* 105, 390-403, 2016,
- [102] M. Łazarska, T. Z. Wozniak, Z. Ranachowski, A. Trafarski, S. Marciniak, The Use of Acoustic Emission and Neural Network in the Study of Phase Transformation below M_s , *Materials*, 14, 551. 2021.
- [103] G. W. Kurdiumow, G. Sachs, "Über den Mechanismus der Stahlhärtung" *Zeit. Phys*, 324, 1930.
- [104] M. Blicharski: „Przemiany fazowe”, Wydawnictwo AGH, Kraków, 1990.
- [105] I. A. Dobrzański: „Podstawy kształtowania struktury i właściwości materiałów metalicznych”, Gliwice, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, 2007.
- [106] K. E. Easterling, A. R. Tholen: "On the growth of martensite in steel", *Acta Met.*, 28, 1229-1234, 1980.
- [107] Q. Luo: „A New XRD Method to Quantify Plate and Lath Martensites of Hardened Medium-Carbon Steel”, 25, 2170-2179, 2016.
- [108] I. Malecki, J. Ranachowski: „Emisja Akustyczna. Źródła. Metody. Zastosowania.”, Wyd. Pascal, 1994.
- [109] Z. Ranachowski: „The Application of a Neural Network to Classify the Acoustic Emission Waveforms Emitted by the Concrete under Thermal Stress ”, *Archives of Acoustics*, 21 (2), 89-98, 1996.
- [110] H. L. Dunegan, G. A. Tatro: „Acoustic emission – a new non-destructive testing tool. Ultrasonics”, *Review of Scientific Instruments*, 38, 1967.
- [111] P. H. Hutton, D. L. Parry: „Assessment of Structural Integrity by Acoustic Emission”, *Materials Research and Standards, MTRSA*, 11, 25-32, 1971.

- [112] Z. Ranachowski, "Acoustic emission in the diagnosis of civil structures", *Roads and Bridges*, 2, 151-173, 2012.
- [113] Yang Li, Gui-yong Xiao, Lu-bin Chen, Yu-peng Lu, Acoustic emission study of the plastic deformation of quenched and partitioned 35CrMnSiA steel, *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 21, 1196–1204, 2014.
- [114] T. Z. Wozniak, K. Różniatowski, Z. Ranachowski, Application of acoustic emission to monitor bainitic and martensitic transformation, *Kovove Materialy – Metallic Materials*, 49, 319-331, 2011.
- [115] S. M. C. Van Bohemen, J. Sietsma, M. J. M. Hermans, I. M. Richardson: "Analysis of acoustic emission signals originating from bainite and martensite formation", *Philos. Magazine*, 85, 1791-1804, 2007.
- [116] T. Z. Woźniak, Z. Ranachowski, „Acoustic emission during austenite decomposition into lower bainite with midrib”, *Archives of Acoustics*, 31 (3), 319-333, 2006.
- [117] B. I. Voronenko: "Acoustic emission during phase transformations in alloys", *Met. Sc. and Heat Treatment*, 24, 545-553, 1982.
- [118] A. Planes, L. Mañosa, E. Vives: „ Acoustic emission in martensitic transformations”, *Journal of Alloys and Compounds*, 577, S699-S704, 2013.
- [119] E. A. Pieczyska, H. Tobushi, K. Takeda, D. Stróż, Z. Ranachowski, K. Kulasiński, Jr S Kúdela, J. Luckner:” Martensite transformation bands studied in TiNi shape memory alloy by infrared and acoustic emission techniques”, *Kovove materialy – Metallic materials*, 50, 309-318, 2012.
- [120] N. Kieseletter, P. Schiller: "The acoustic emission from moving dislocation in aluminium", *Phys. Stat.*, 38, 569-575, 1976.
- [121] G. R. Speich, A. J. Schwoeble: "Acoustic emission during phase transformation in steel", 571. 40-58, 1975.
- [122] P. C. Clapp: „ How Would we Recognize a Martensitic Transformation if it Bumped into us on a Dark Austy Night ?”, *J. Phys. IV*, 5, C8-11-C8-19, 1995.
- [123] F. Rejmund: „Związek emisji akustycznej z ruchem dyslokacji w kryształach”, *Rozp. Dokt. IPPT PAN*, 1981.
- [124] J. D. Eshelby: „The distortion and electrification of plates and rods by dislocations”, *Physica Status Solidi*, 2. 1021-1028.
- [125] A. Pawełek, On the Dislocation-Dynamic Theory of the Portevin-Le Châtelier Effect, *Z. Metallkunde* 80, 614-618, 1989.

- [126] A. Pawełek, I. Malecki, Emisja akustyczna a plastyczność kryształów, Prace IPPT PAN, 22/1993, Warszawa 1993.
- [127] A. Pawełek, Dyslokacyjne aspekty emisji akustycznej w procesach odkształcenia plastycznego metali, Polska Akademia Nauk, Instytut Metalurgii Inżynierii Materiałowej w Krakowie, Wyd. OREKOP S.C., Kraków, 2006.
- [128] A. Pawełek, J. Kuśnierz, J. Bogucka, Z. Jasieński, Z. Ranachowski, P. Ranachowski, F. Rajmund, T. Dębowski, Acoustic emission and the Portevin – Le Châtelier effect in tensile tested Al alloys processed by ARB technique, Archives of Acoustics 32, (4), 955-962, 2007.
- [129] S. Pilecki: “Wstęp do dyfuzyjnej teorii zmęczenia metali”, Prace IPPT PAN, 8, 1970.
- [130] S. Pilecki: “Dislocation-diffusion mechanism of fatigue crack formation”, Fracture, 2, 687-694, 1977.
- [131] W. S. McCulloch, W. H. Pitts, A logical calculus of the ideas imminent in nervous activity. Bulletin of Mathematical Biophysics, 5, 115–133, 1943.
- [132] D. O. Hebb, “The Organization of Behavior: A Neuropsychological Theory”, Wiley, 1949.
- [133] F. Rosenblatt: “The perceptron – a perceiving and recognizing automaton”, Spraw. tech. Buffalo, NY: Cornell Aeronautical Laboratory, 1957.
- [134] P. J. Werbos, Beyond Regression: New Tools for Prediction and Analysis in the Behavioral Sciences. PhD thesis, Harvard University, 1974.
- [135] D. Attwell, S. B. Laughlin, An energy budget for signaling in the grey matter of the brain. Journal of Cerebral Blood Flow and Metabolism 21 (10): 1133–1145, 2001.
- [136] J. Korbicz, A. Obuchowicz, D. Uciński, „SZTUCZNE SIECI NEURONOWE”, Akademicka Oficyna Wydawnicza PLJ, Warszawa 1994.
- [137] S. Osowski: „Sieci neuronowe w ujęciu algorytmicznym” Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1996.
- [138] S. Haykin: „Neural Networks, a Comprehensive Foundation. Macmillan College Publishing Company, New York, 1994.
- [139] C. M. Bishop, Neural Networks for Pattern Recognition. Oxford: Clarendon Press, 1995.
- [140] W. Luty: „Stale łożyskowe”, Wydawnictwo Naukowo Techniczne, Warszawa, 1996.

- [141] Y. Tomita, K. Okabayashi, Mechanical Properties of 0.4%C-Ni-Cr-Mo High Strength Steel Having a Mixed Structure of Martensite and Bainite, *Metall. Trans.*, 14, 485-492, 1983.
- [142] W. Luty: „Metaloznawstwo i obróbka cieplna stali łożyskowych”, Wydawnictwo Naukowo Techniczne, Warszawa, 1980.
- [143] A. Barbecki, E. Mikołajski, A. Wachowiak, O wpływie krzemu na strukturę i właściwości mechaniczne średniowęglowych stali po hartowaniu bainitycznym, *Inżynieria Mater.*, 2, 33-36, 1994.
- [144] Z. Ranachowski, Dokumentacja techniczna – EA Signal Analyzer 10/20 kHz – 800 kHz, oprogramowanie szybkiej karty Adlink 9812, IPPT PAN, Warszawa, 2008.
- [145] R. P. Brobst, G. Krauss, The effect of austenite grain size on microcracking in martensite of an Fe-1.22C alloy, *Metallurgical Transactions*, 5, 457–462. 1974.
- [146] W. Ozgowicz, M. Opielak, A. Grajcar, E. Kalinowska-Ozgowicz, W. Krukiewicz, Metallurgical Products of Microalloy Constructional Steels, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 44, 1, 7-34, 2011.