

Wojciech BURIAN, Jarosław MARCISZ

Instytut Metalurgii Żelaza

NUMERYCZNA I FIZYCZNA SYMULACJA UJEDNORODNIANIA NISKOWĘGLOWEJ STALI NIKLOWO-MOLIBDENOWEJ

Technologia produkcji stali stopowych obejmuje proces ujednorodniania, który ma istotny wpływ na kształtowanie właściwości mechanicznych wyrobów finalnych. Proces ten należy zoptymalizować w zakresie temperatury i czasu wygrzewania, a zastosowanie symulacji numerycznej umożliwia znaczne skrócenie czasu niezbędnego do opracowania finalnych parametrów obróbki cieplnej. W artykule przedstawiono wyniki symulacji numerycznych procesu ujednorodniania stali Fe-Ni-Mo-(Al, Cu) o zawartości węgla 0,1% (oznaczonej ND3). Dane do symulacji numerycznych uzyskano na podstawie wyników badań struktury krzepnięcia i mikroanalizy składu chemicznego. Na podstawie obliczeń termodynamicznych i wyników badań mikrostruktury opracowano parametry wyżarzania ujednorodniającego.

Słowa kluczowe: stal stopowa niskowęglowa, proces ujednorodniania, obliczenia termodynamiczne

NUMERICAL AND PHYSICAL SIMULATION OF HOMOGENISATION HEAT TREATMENT OF NI-MO LOW CARBON STEEL

Production technology of alloy steels involves homogenisation heat treatment, which affects the mechanical properties of the final products. That process should be optimised in terms of time and temperature of annealing and application of numerical simulation allows significant reduction of the time required for development of the final heat treatment parameters. In the present paper, the results of numerical simulation of the homogenization process of Fe-Ni-Mo-(Al, Cu) steel of 0.1% carbon content are presented. The input data to numerical simulation was obtained from investigations of solidification structure and microanalysis. Based on the thermodynamics calculations and microstructure investigations the parameters of homogenisation heat treatment were determined.

Key words: low carbon alloy steel, homogenisation heat treatment, thermodynamic calculations

1. WPROWADZENIE

Wysoką wytrzymałość stali NANOS-D3 (w skrócie ND3) uzyskuje się z wykorzystaniem podobnych mechanizmów umocnienia jak w przypadku stali typu maraging. Nowa stal ND3 jest stalą stopową Fe-Ni-Mo-(Ti, Al, Cu) z niską zawartością węgla (do 0,1% masowych), umacnianą nanowydzieleniami faz międzymetalicznych, metalu (Cu) i węglików w wyniku finalnej obróbki cieplnej. Stale niklowo-molibdenowe umacniane dyspersyjnie [1–3] charakteryzują się wysokim stosunkiem wytrzymałości do masy, dobrą ciągliwością z zachowaniem wysokiej wytrzymałości oraz dobrą spawalnością, co jest właściwością unikatową dla stali ultrawytrzymałych. Właściwości wytrzymałościowe stali ND3 zależą głównie od składu chemicznego w zakresie zawartości podstawowych pierwiastków (Ni, Mo, C oraz Ti, Al, Cu) oraz od parametrów obróbki cieplnej. Istotny wpływ na właściwości plastyczne (w szczególności na udarność) mają pierwiastki resztkowe S, P oraz N i O, których zawartość w stali powinna być jak najniższa. Opracowywane w Zakładzie Technologii Wytwarzania i Aplikacji Wyrobów IMŻ gatunki stali stopowej ND3 typu Fe-Ni-Mo-(Al, Cu) zawierają 0,1% węgla i sumarycznie pierwiastków stopowych do ok. 13% masowych [4]. Niskowęglowa stal niklowo-molibdenowa ND3 jest nowym gatunkiem, dla którego należy opracować cha-

rakterystyki materiałowe oraz optymalne parametry wytwarzania. Jednym z etapów technologii produkcji stali stopowych jest proces ujednorodniania, który ma istotny wpływ na kształtowanie właściwości mechanicznych wyrobu finalnego. Proces ten należy zoptymalizować w zakresie temperatury i czasu wygrzewania, a zastosowanie symulacji numerycznych umożliwia znaczne skrócenie czasu niezbędnego do opracowania finalnych parametrów obróbki cieplnej. W artykule przedstawiono wyniki symulacji numerycznych procesu ujednorodniania oraz wyniki badań mikrostruktury krzepnięcia i mikroanalizy składu chemicznego materiału poddanego wyżarzaniu ujednorodniającemu. Zdecydowana większość wyrobów stalowych w procesie wytwarzania jest poddawana przeróbce plastycznej na gorąco, która w istotny sposób zmienia rozkład segregacji. Przedstawione wyniki badań odnoszą się do procesu ujednorodniania materiału w stanie po odlaniu bez uwzględnienia odkształcenia plastycznego.

2. ZAKRES I METODYKA BADAŃ

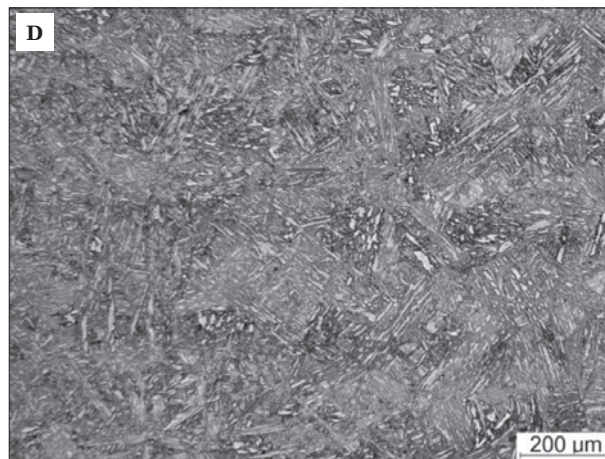
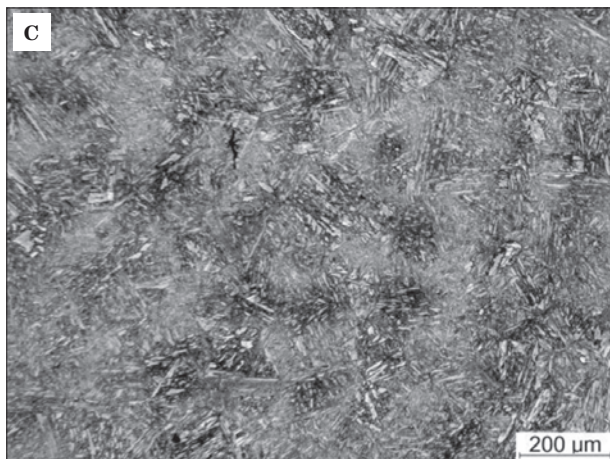
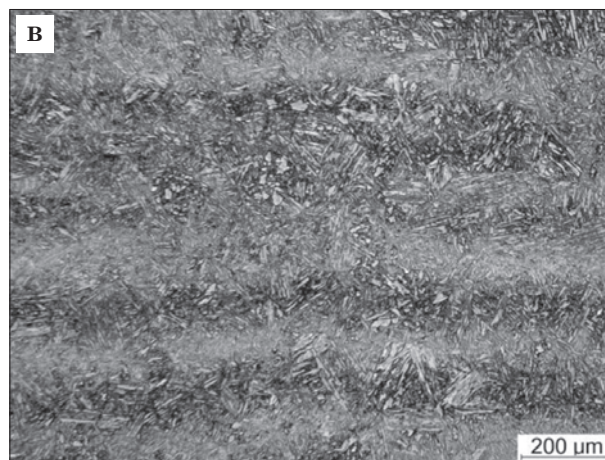
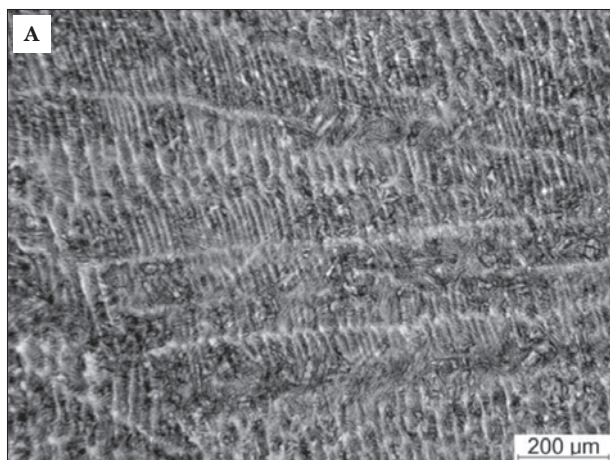
Przeprowadzono badania struktury krzepnięcia po różnych etapach procesu ujednorodniania za pomocą mikroskopu świetlnego i skaningowego mikroskopu

elektronowego (SEM). Za pomocą mikroskopu skaningowego wyznaczono profile liniowe zmian składu chemicznego w mikroobszarach. Zakres symulacji numerycznych obejmował proces ujednorodniania składu chemicznego zachodzący w wyniku wygrzewania w zakresie temperatury 1000÷1350°C bez atmosfery ochronnej. Symulacje wykonano za pomocą programu DICTRA [5]. W symulacjach numerycznych i fizycznych procesu ujednorodniania analizowano zmiany zawartości molibdenu [6], jako pierwiastka o dużym współczynniku segregacji i niskim współczynniku dyfuzji. Pozostałe pierwiastki substytucyjne (Ni, Cu, Al) wykazują niższą podatność do segregacji oraz charakteryzują się wyższymi współczynnikami dyfuzji w stosunku do Mo. W celu opracowania danych wejściowych do symulacji numerycznych przeprowadzono eksperymenty obróbki cieplnej i szczegółowe badania metalograficzne struktury krzepnięcia. Wyniki badań struktury krzepnięcia stanowiły także dane weryfikujące otrzymane wyniki obliczeń termodynamicznych. W tabeli 1 zamieszczono skład chemiczny materiału badań.

Tabela 1. Skład chemiczny materiału badań, % masowe

Table 1. Chemical composition of material examined, weight %

Oznaczenie stali	C	Mn	Ni	Mo	Cu	Ti	Al
ND3	0,09	0,04	8,90	1,90	1,80	0,08	0,95



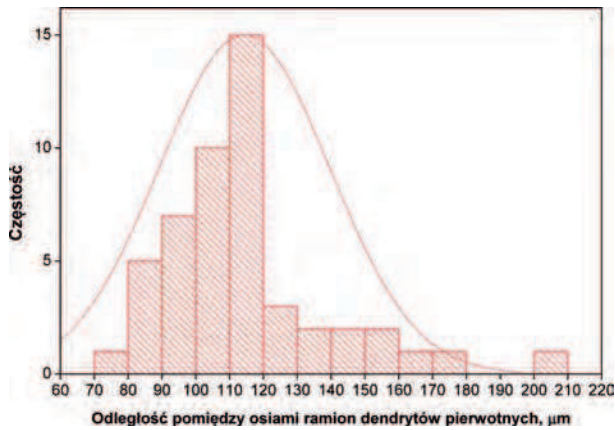
Rys. 1. Struktura krzepnięcia stali ND3: przed procesem ujednorodniania (A), po 4 (B), 8 (C) i 12 (D) godzinnym ujednorodnianiu w temp 1200°C

Fig. 1. Solidification structure of ND3 steel: before homogenization heat treatment (A), after 4 (B), 8 (C) and 12 (D) hours of homogenization heat treatment at 1200°C

3. WYNIKI BADAŃ I ICH DYSKUSJA

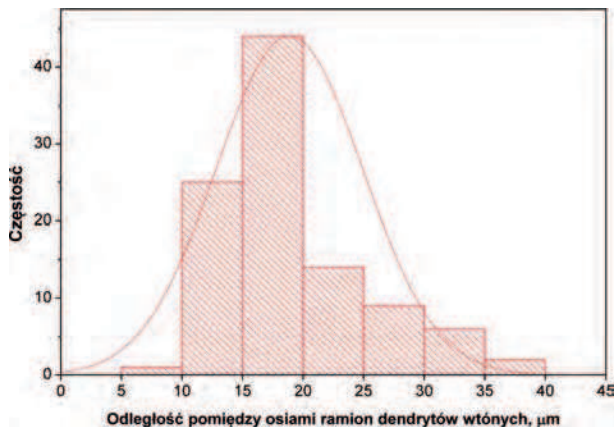
Symulacje numeryczne procesu ujednorodniania stali ND3 przeprowadzono na podstawie rzeczywistych danych dotyczących segregacji Mo, otrzymanych w wyniku badań struktury krzepnięcia. Materiał wyjściowy stanowiły próbki z wlewka laboratoryjnego o grubości 60 mm i szerokości 150 mm. Na rys. 1 przedstawiono dendrytyczną strukturę krzepnięcia stali ND3: przed procesem ujednorodniania (A), po 4 godzinach (B), 8 godzinach (C) i po 12 godzinach (D) ujednorodniania. Proces ujednorodniania prowadzono w temperaturze 1200°C. Na obrazach struktury wyraźnie widoczne są ramiona pierwotne i wtórne dendrytów powstałych w procesie krzepnięcia (Rys. 1A). Otrzymane obrazy mikrostruktury po poszczególnych etapach procesu ujednorodniania wskazują, że po 4 godzinnym ujednorodnieniu (Rys. 1B) zanikają ramiona wtórne dendrytów. Dalsze wydłużenie czasu ujednorodniania w temperaturze 1200°C powoduje wzrost szerokości ramion dendrytów, wynikający ze zmniejszenia stopnia segregacji.

Na obrazach struktury krzepnięcia wykonano pomiary odległości pomiędzy osiami dendrytów za pomocą oprogramowania do cyfrowej obróbki obrazu. Na rys. 2 i 3 przedstawiono rozkład odległości pomiędzy ramionami pierwotnymi (Rys. 2) i wtórnymi (Rys. 3) dendrytów. Średnia odległość pomiędzy ramionami pierwotnymi dendrytów zawierała się w zakresie 100÷120 μm,



Rys. 2. Rozkład odległości pomiędzy osiami ramion dendrytów pierwotnych przed procesem ujednorodniania (w stanie po odlaniu)

Fig. 2. Distribution of primary dendrite arms spacing before homogenization heat treatment (as cast condition)



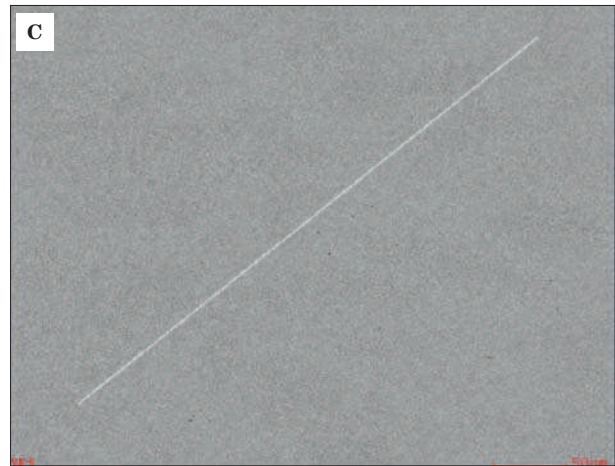
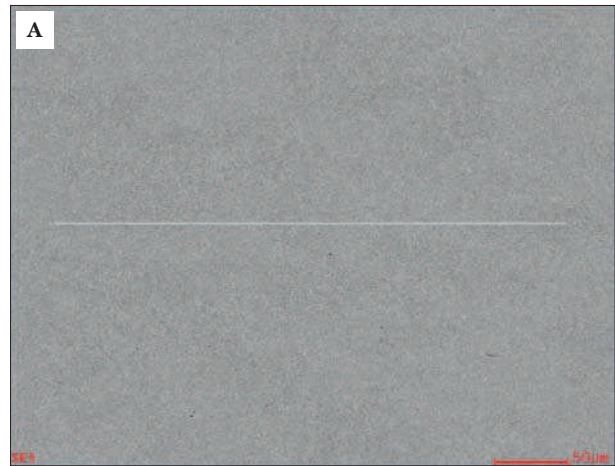
Rys. 3. Rozkład odległości pomiędzy osiami ramion dendrytów wtórnych przed procesem ujednorodniania (w stanie po odlaniu)

Fig. 3. Distribution of secondary dendrite arms spacing before homogenization heat treatment (as cast condition)

natomiast dla ramion wtórnych dendrytów wynosiła od 15 do 20 μm .

W kolejnym etapie wyznaczono zmiany składu chemicznego stali w mikroobszarach przed procesem ujednorodniania. W celu poprawnego określenia poziomu segregacji Mo powstałej w procesie krzepnięcia do analizy składu chemicznego wytypowano pole o wymiarach około $300 \times 300 \mu\text{m}$. W ten sposób analizowano zmiany składu chemicznego w obszarze przynajmniej jednej pary ramion dendrytów pierwotnych. Przeprowadzono mikroanalizę składu chemicznego wzdłuż trzech linii w różnych kierunkach, jak pokazano na rysunku 4.

Uzyskane w wyniku mikroanalizy składu chemicznego profile zawartości Mo w badanym obszarze poddano wygładzeniu i dopasowano wielomianami 2 i 3 rzędu. W wyniku wygładzania otrzymano profile, które umożliwiły przygotowanie danych wejściowych do programu DICTRA. Na rys. 5 przedstawiono wygładzony profil zmian zawartości Mo w funkcji długości wybranego do analizy odcinka oraz zawartość średnią tego pierwiastka w stali. Cyframi 1, 2 i 3 zaznaczono obszary, w których przeprowadzono symulację procesu ujednorodniania. Z profilu wynika, że istotne różnice w zawartości Mo w badanym materiale występują na

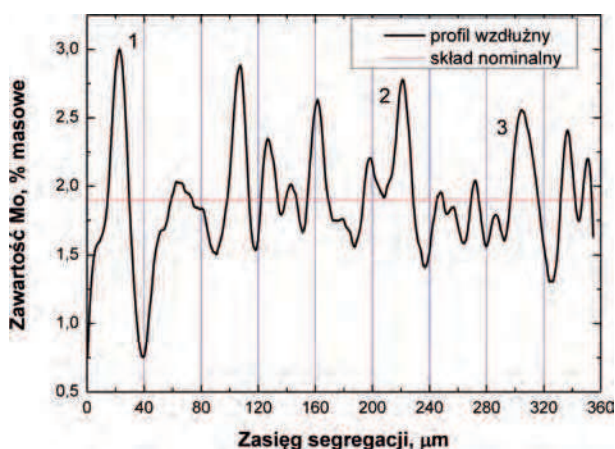


Rys. 4. Obraz powierzchni próbki ze stali ND3 z zaznaczonymi liniami wzdłuż których wykonano pomiary zawartości Mo: A – profil wzdłużny, B – profil poprzeczny, C – profil skośny

Fig. 4. Surface image of ND3 steel with marked lines of Mo content determination: A – longitudinal profile, B – transversal profile, C – oblique profile

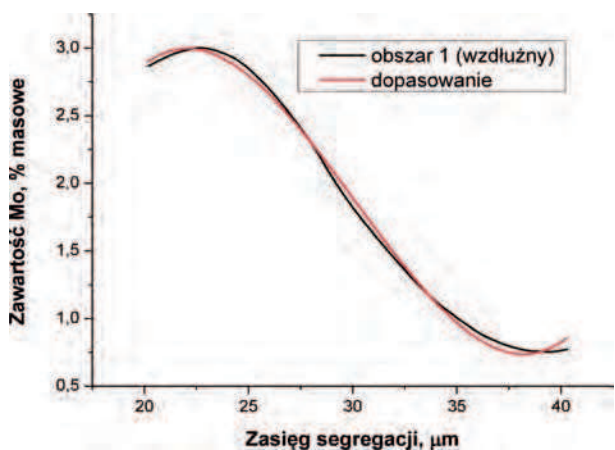
długości około 20 μm , co odpowiada odległości pomiędzy wtórnymi ramionami dendrytów. Z otrzymanych profili zmian zawartości Mo nie można jednoznacznie określić stopnia segregacji pomiędzy ramionami pierwotnymi. Niezależnie od kierunku pomiaru duża ilość ramion wtórnych dendrytów uniemożliwia detekcję zmian zawartości Mo w obszarach pomiędzy ramionami dendrytów pierwotnych. Dla profilu wzdłużnego największy stopień segregacji Mo wynosił około 2,25%

masowych. Symulacje ujednorodnienia dla odległości pomiędzy ramionami pierwotnymi dendrytów przeprowadzono dla tego poziomu segregacji. Na rysunkach 5–8 przedstawiono profile zmian zawartości Mo wraz z dopasowaniem wielomianem trzeciego stopnia.



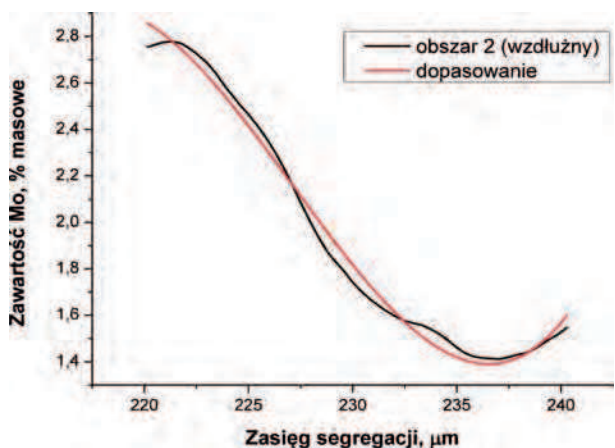
Rys. 5. Profil wzdłużny zawartości Mo. Czerwona linia zaznacza średnią zawartość Mo w stali

Fig. 5. Longitudinal profile of Mo content. Red line represents average content of Mo in steel



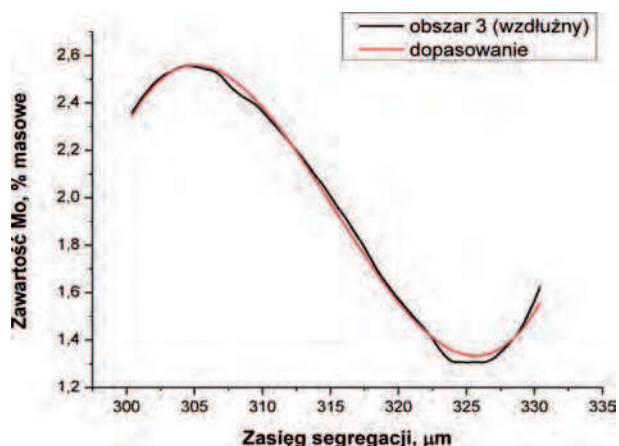
Rys. 6. Dane do symulacji numerycznej procesu ujednorodnienia dla obszaru 1 z profilu wzdłużnego na rys. 5

Fig. 6. Data for numerical simulation of homogenisation heat treatment for area 1 marked on fig. 5



Rys. 7. Dane do symulacji numerycznej procesu ujednorodnienia dla obszaru 2 z profilu wzdłużnego na rys. 5

Fig. 7. Data for numerical simulation of homogenisation heat treatment for area 2 marked on fig. 5



Rys. 8. Dane do symulacji numerycznej procesu ujednorodnienia dla obszaru 3 z profilu wzdłużnego na rys. 5

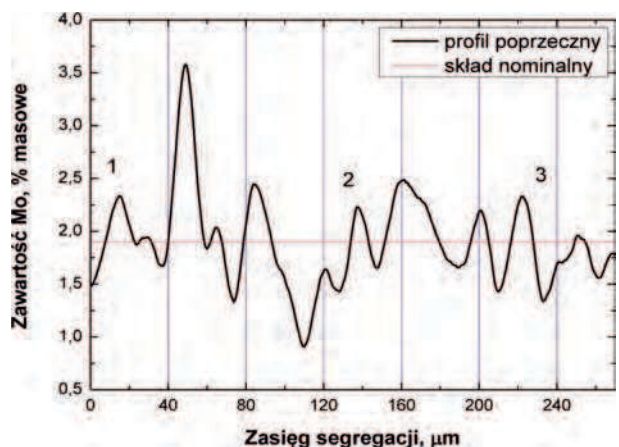
Fig. 8. Data for numerical simulation of homogenisation heat treatment for area 3 marked on fig. 5

Otrzymane w wyniku dopasowania krzywe zostały wykorzystane jako dane wejściowe do obliczeń termodynamicznych za pomocą programu DICTRA.

Na rys. 9 przedstawiono zmiany zawartości Mo w badanym materiale wzdłuż linii poprzecznej (profil poprzeczny). Analogicznie jak dla profilu wzdłużnego wytypowano do symulacji 3 obszary o różnym stopniu segregacji Mo. Rysunki 9–12 przedstawiają profile poprzeczne zawartości Mo po dopasowaniu wielomianem stopnia trzeciego. Dla profilu poprzecznego maksymalny stopień segregacji Mo wyniósł ok. 2,22% masowych.

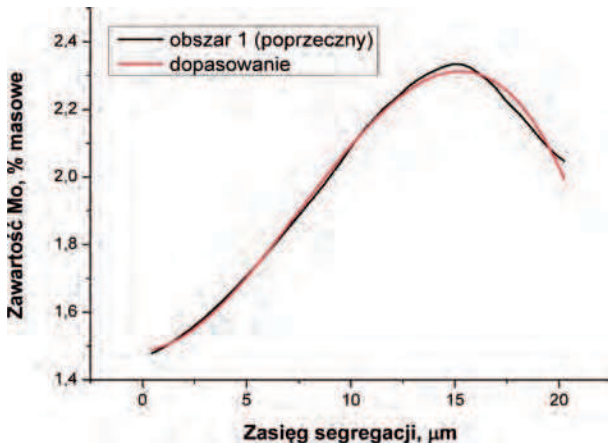
Symulacje numeryczne ujednorodnienia stali ND3 przeprowadzono za pomocą programu DICTRA, który umożliwia obliczenia procesów dyfuzyjnych zachodzących w stalach i stopach. Oprogramowanie umożliwia wykonanie obliczeń dla układów dwuwymiarowych. W obliczeniach przyjęto obszar zachodzenia dyfuzji na podstawie danych wyznaczonych z pomiarów odległości pomiędzy ramionami dendrytów oraz mikroanalizy składu chemicznego wzdłuż wybranych kierunków.

Na rys. 13 przedstawiono wyniki obliczeń dla obszaru 1 profilu wzdłużnego (zaznaczonego na rys. 5) dla długości 110 μm , odpowiadającej odległości pomiędzy pierwotnymi ramionami dendrytów. Obliczenia prze-



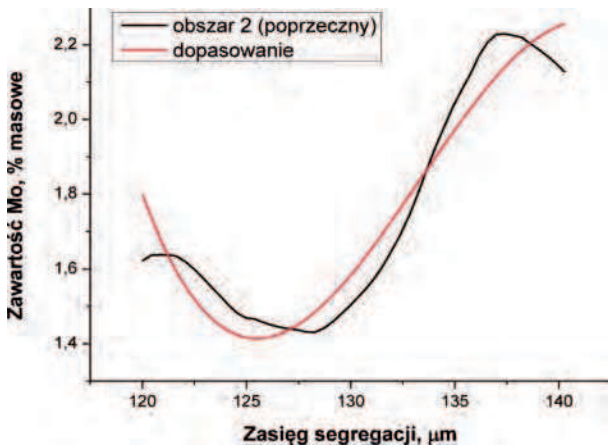
Rys. 9. Profil poprzeczny zawartości Mo w próbce z zaznaczonymi obszarami (1-3). Czerwona linia zaznacza średnią zawartość Mo w stali

Fig. 9. Transversal profile of Mo content with marked areas (1-3). The mean content of Mo in steel is marked by red line



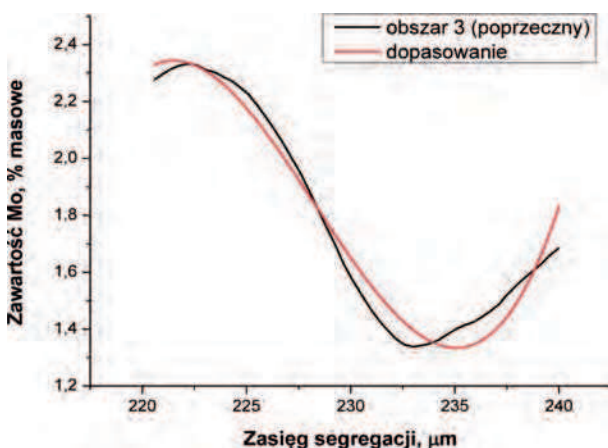
Rys. 10. Dane do symulacji numerycznej procesu ujednorodniania dla obszaru 1 z profilu poprzecznego

Fig. 10. Data for numerical simulation of homogenisation heat treatment for area 1 from transversal profile



Rys. 11. Dane do symulacji numerycznej procesu ujednorodniania dla obszaru 2 z profilu poprzecznego

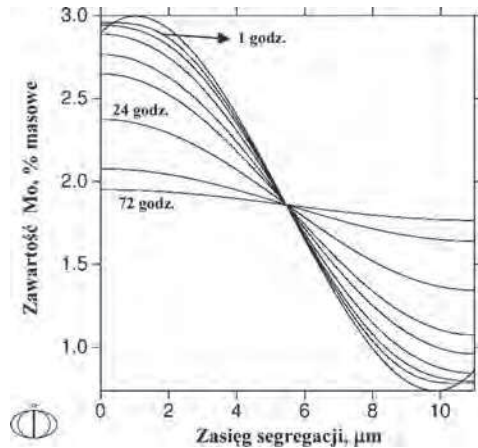
Fig. 11. Data for numerical simulation of homogenisation heat treatment for area 2 from transversal profile



Rys. 12. Dane do symulacji numerycznej procesu ujednorodniania dla obszaru 3 z profilu poprzecznego

Fig. 12. Data for numerical simulation of homogenisation heat treatment for area 3 from transversal profile

prowadzono dla obszaru 1 o najwyższym stopniu segregacji. Z rozkładu odległości pomiędzy pierwotnymi ramionami dendrytów wynika, że największa liczba ramion pierwotnych dendrytów jest oddalona od siebie o 110 μm . Wyniki symulacji numerycznej dla wska-

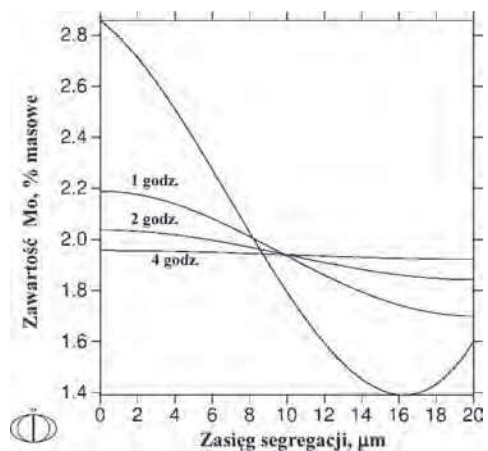


Rys. 13. Wyniki symulacji numerycznej ujednorodniania w obszarze 1 profilu wzdłużnego (temperatura: 1200°C, czas 1, 2, 4, 8, 12, 24, 48, 72 godzin)

Fig. 13. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 1 of longitudinal profile (temperature: 1200°C, time: 1, 2, 4, 8, 12, 24, 48 and 72 hours)

nych wyżej założeń wykazały, że dla wygrzewania w temperaturze 1200°C materiał zostanie ujednorodniony po upływie 48 godzin.

Na rys. 14 zamieszczono wyniki obliczeń zmian stopnia segregacji Mo w obszarze 2 (Rys. 5) na długości 20 μm , odpowiadającej średniej odległości pomiędzy ramionami dendrytów wtórnych.

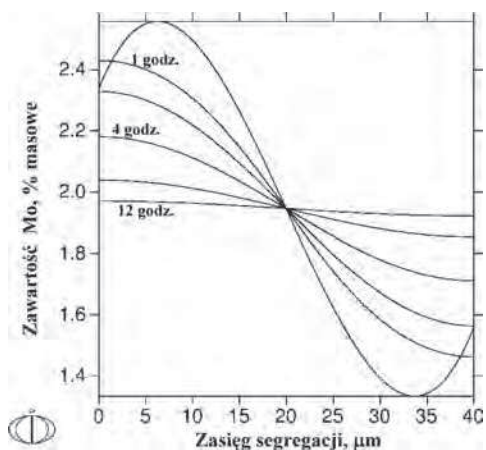


Rys. 14. Wyniki symulacji numerycznej ujednorodniania w obszarze 2 profilu wzdłużnego (temperatura: 1200°C, czas: 1, 2, 4 godziny)

Fig. 14. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 2 of longitudinal profile (temperature: 1200°C, time: 1, 2 and 4 hours)

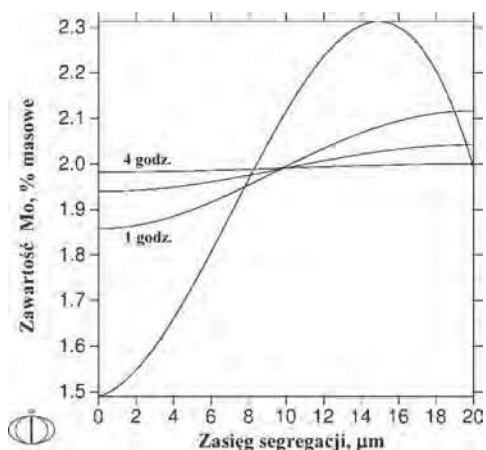
Wyniki obliczeń dla obszaru 2 wykazały, że ujednorodnienie materiału w obszarze dendrytów wtórnych następuje w temperaturze 1200°C po 4 godzinach. Uzyskane wyniki symulacji numerycznej są zgodne z wynikami badań struktury krzepnięcia (Rys. 4).

Na rys. 15 przedstawiono wyniki obliczeń dla obszaru 3, dla odległości 40 μm . W tym przypadku, czas ujednorodnienia materiału w temperaturze 1200°C wydłużył się do 12 godzin. Na rysunkach od 16 do 18 zamieszczono wyniki obliczeń zmian stopnia segregacji Mo dla obszarów z profilu poprzecznego (Rys. 9). Przyjęto do analizy obszar odpowiadający segregacji pomiędzy ramionami dendrytów wtórnych i temperaturę 1200°C.



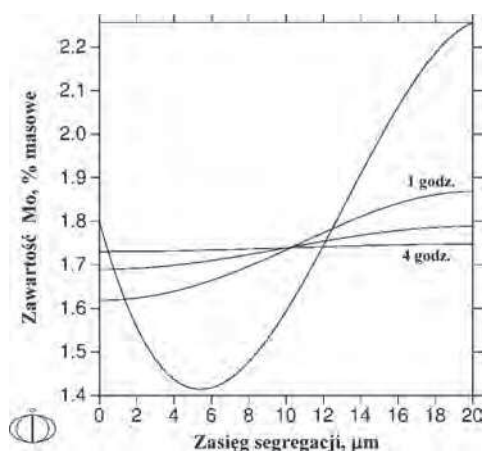
Rys. 15. Wyniki symulacji numerycznego ujednorodniania w obszarze 3 profilu wzdłużnego (temperatura: 1200°C, czas: 1, 2, 4, 8, 12 godzin)

Fig. 15. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 3 of longitudinal profile (temperature: 1200°C, time: 1, 2, 4, 8 and 12 hours)



Rys. 16. Wyniki symulacji numerycznej ujednorodniania w obszarze 1 profilu poprzecznego (temperatura: 1200°C, czas: 1, 2, 4 godziny)

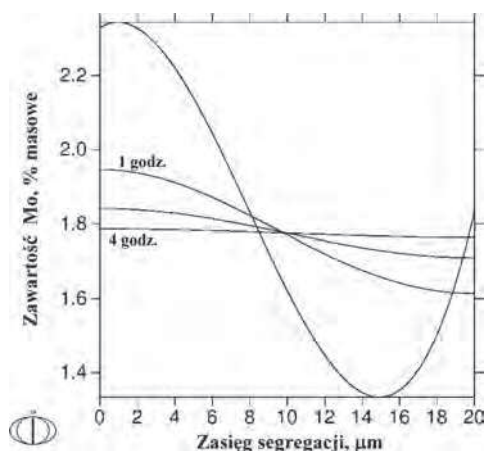
Fig. 16. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 1 of transversal profile (temperature: 1200°C, time: 1, 2 and 4 hours)



Rys. 17. Wyniki symulacji numerycznej ujednorodniania w obszarze 2 profilu poprzecznego (temperatura: 1200°C, czas: 1, 2, 4 godziny)

Fig. 17. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 2 of transversal profile (temperature: 1200°C, time: 1, 2 and 4 hours)

Uzyskane wyniki obliczeń są analogiczne z wynikami otrzymanymi dla profilu wzdłużnego. Ujednorodnienie tych obszarów mikrosegregacji w stali ND3 następuje po ok. 4 godzinach wygrzewania w temperaturze 1200°C.



Rys. 18. Wyniki symulacji numerycznej ujednorodniania w obszarze 3 profilu poprzecznego (temperatura: 1200°C, czas: 1, 2, 4 godziny)

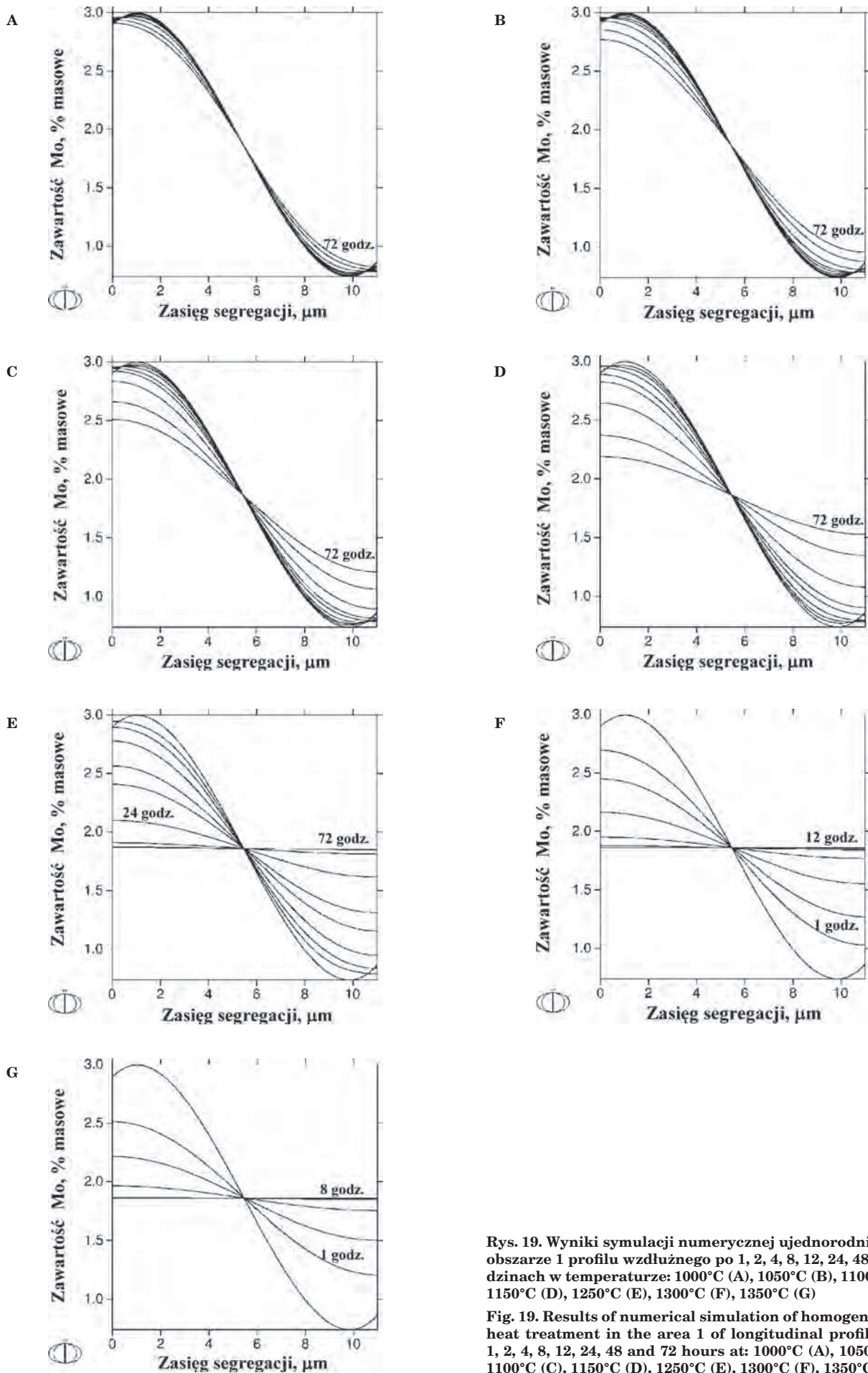
Fig. 18. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 3 of transversal profile (temperature: 1200°C, time: 1, 2 and 4 hours)

Na rysunku 19 przedstawiono wyniki obliczeń dla procesu ujednorodniania obszaru 1 profilu wzdłużnego (Rys. 5) dla długości 110 μm w temperaturach od 1000°C do 1350°C.

Wyniki obliczeń procesu ujednorodniania w temperaturach od 1000°C do 1350°C wykazały, że temperatura wygrzewania ujednorodniającego w sposób istotny wpływa na czas ujednorodnienia składu chemicznego materiału. W temperaturach poniżej 1200°C czas potrzebny do ujednorodnienia materiału był dłuższy niż 72 godziny. W temperaturach powyżej 1200°C proces ujednorodniania zachodzi szybciej, ale zbyt wysoka temperatura sprzyja intensywnemu utlenianiu materiału.

4. PODSUMOWANIE

Wyniki symulacji ujednorodniania stali ND3 wykonane za pomocą programu DICTRA wykazały dobrą zgodność z badaniami eksperymentalnymi struktury krzepnięcia. Wyniki symulacji mogą być wykorzystywane do projektowania technologii wytwarzania tej grupy gatunkowej stali. W wyniku analizy numerycznej i badań struktury krzepnięcia ustalono optymalne parametry ujednorodniania wlewków laboratoryjnych o przekroju poprzecznym 60×150 mm – temperatura 1200°C i czas 12 godzin. Parametry te dotyczą temperatury i czasu wygrzewania wlewków, ale uwzględniają również zminimalizowanie utleniania materiału. W wyniku ustalonych parametrów obróbki cieplnej uzyskuje się całkowite ujednorodnienie w obszarach dendrytów wtórnych oraz znaczne zminimalizowanie segregacji pomiędzy osiami dendrytów pierwotnych. W badaniach i symulacjach numerycznych ujednorodniania nie uwzględniono wpływu przeróbki plastycznej na gorąco, która przy zastosowaniu wymaganego stopnia przerobu znacznie minimalizuje segregację w finalnych wyrobach stalowych.



Rys. 19. Wyniki symulacji numerycznej ujednorodniania w obszarze 1 profilu wzdłużnego po 1, 2, 4, 8, 12, 24, 48, 72 godzinach w temperaturze: 1000°C (A), 1050°C (B), 1100°C (C), 1150°C (D), 1250°C (E), 1300°C (F), 1350°C (G)

Fig. 19. Results of numerical simulation of homogenisation heat treatment in the area 1 of longitudinal profile after 1, 2, 4, 8, 12, 24, 48 and 72 hours at: 1000°C (A), 1050°C (B), 1100°C (C), 1150°C (D), 1250°C (E), 1300°C (F), 1350°C (G)

LITERATURA

1. Luo i inni, *Material Science and Technology*, t. 28, Nr 12, 2012, s. 1443
2. Wu X.C. and Xu L.P.: *Proc. Int. Conf. on 'Advanced steels'*, Beijing, The Metallurgical Industry Press, 2010, s. 409
3. Ernst C. and Pannes W.: *Proc. Int. Conf. on Tooling*, (ed. Bergstrom J. et al.) 271–284; 2002, Karlstad, Karlstad University
4. Zgłoszenie patentowe IMŻ: Sposób otrzymywania ultrawytrzymałej stali umacnianej wydzieleniowo, 2012 (autorzy: Garbarz B., Marcisz J., Adamczyk M.)
5. www.thermocalc.com
6. Lippard H.E., Campbell C.E., Bjorklind T., Borggren U., Kellgren P., Dravid V.P., Olson G.B., *Metallurgical and Materials Transactions B*, t. 29B, 1998, s. 205