Bogdan GARBARZ, Barbara NIŻNIK-HARAŃCZYK

Instytut Metalurgii Żelaza

EKSPERYMENTALNA WERYFIKACJA MOŻLIWOŚCI ZASTOSOWANIA NANOSTRUKTURALNEJ STALI BAINITYCZNO-AUSTENITYCZNEJ DO WYTWARZANIA ODKUWEK MATRYCOWYCH

Artykuł zawiera wyniki badań odkształcalności ultrawytrzymałej stali bainityczno-austenitycznej NANOS-BA[®] w zakresie temperatury charakterystycznym dla kucia na gorąco oraz wyniki pomiarów właściwości mechanicznych i obserwacji mikrostruktury tej stali po zastosowaniu różnych wariantów obróbki cieplnej. Wykonano symulacje kucia wybranego typu odkuwki matrycowej w urządzeniu Gleeble 3800, stosując odkształcanie w zakresie temperatury $800\div1100^{\circ}$ C i regulowane chłodzenie po odkształceniu. Stwierdzono, że maksymalne naprężenie na krzywych płynięcia σ -c w kolejnych następujących po sobie gniotach w stałej temperaturze ulega niewielkim zmianom. Świadczy to o braku umacniania się badanej stali w zastosowanych izotermicznych cyklach odkształcania. Wraz z obniżaniem temperatury odkształcania próbek w symulatorze Gleeble od 1100°C, przez 950°, do 800°C, następował – zgodnie z oczekiwaniami – wzrost maksymalnego naprężenia odkształcenia. Testowano skuteczność zastosowania obróbki cieplnej GSIT (Grain Sectioning and Isothermal Transformation = podział ziarn i przemiana izotermiczna) do zwiększenia udarności stali NANOS-BA[®]. Zastosowanie obróbki GSIT, polegającej na kontrolowanym chwilowym przechłodzeniu poniżej M_S przed obróbką izotermiczną, istotnie zwiększyło udarność Charpy-V stali NANOS-BA[®] może zostać zastosowana do wytwarzania ultrawytrzymałych odkuwek matrycowych.

Słowa kluczowe: ultrawytrzymała stał nanobainityczna, odkształcalność na gorąco, udarność

EXPERIMENTAL VERIFICATION OF POSSIBLE APPLICATION OF NANOSTRUCTURED BAINITE-AUSTENITE STEEL FOR MANUFACTURING OF DROP FORGINGS

Results of deformability investigation of ultra-strength bainite-austenite steel NANOS- BA^{\otimes} in the temperature range characteristic of hot forging, as well as results of measurements of mechanical properties and microstructure observation of this steel subjected to various heat treatment procedures are reported in the paper. Simulations of forging operation of a specific type of drop forging in a Gleeble simulator were carried out applying deformations in the temperature range of 800-1100°C followed by controlled cooling. It was found that the maximum values of the stress read out from the σ - ε flow curves of consecutive compressions at constant deformation temperature only little changed. This is the evidence of lack of the work-hardening of the investigated steel in the consecutive isothermal compressions at applied deformation temperatures of 1100°C, 950° and 800°C. Lowering temperature of deformation in the Gleeble simulator from 1100°C, through 950°, to 800°C, caused – as expected – an increase in the maximum deformation stress. Effectiveness of the GSIT (Grain Sectioning and Isothermal Transformation) heat treatment to increase fracture toughness of NANOS-BA[®] steel was tested. Application of GSIT heat treatment, consisting in short-time undercooling below $M_{\rm S}$ before isothermal transformation, substantially increased Charpy-V fracture toughness of NANOS-BA[®] steel in the whole range of testing temperature, from 20°C to -60°C. Based on the obtained results of investigation it was concluded that NANOS-BA[®] steel can be used for manufacturing of ultra-strength drop forgings.

Key words: ultra-strength nanoibainitic steel, hot deformability, fracture toughness

1. WPROWADZENIE

Nowa klasa ultrawytrzymałych stali konstrukcyjnych o strukturze składającej się z bezwęglikowego bainitu dolnego o wymiarze poprzecznym listew rzędu 40÷80 nm i nieprzemienionego austenitu w ilości 20÷35% objętościowych, nazywanych stalami nanobainitycznymi, charakteryzuje się wysoką wytrzymałością 1,9÷2,2 GPa i jednocześnie dobrą plastycznością. Pierwsze eksperymentalne gatunki nanostrukturalnych stali bainitycznych oparto na składzie chemicznym 0,8%C, 1,6%Si, 2,0%Mn, 0,2%Mo, 1,0%Cr, 1,5%Co i/lub 1,0%Al. Po opublikowaniu w latach 2002–2003 prac dotyczących eksperymentalnych stali nanobainitycznych, rozpoczęto intensywne badania nanobainitu w wielu światowych ośrodkach uniwersyteckich i przemysłowych. Poza pracami poznawczymi, obecnie realizowane są projekty badawcze i aplikacyjne [1–3] mające na celu rozszerzenie zastosowań wyrobów ze stali nanobainitycznych i wdrożenie ich do przemysłowej produkcji.

W Instytucie Metalurgii Żelaza stale nanobainityczne są przedmiotem badań od roku 2008 [4] w szerokim zakresie zmienności składu chemicznego (0,50÷1,00% C, 1,50÷2,50% Mn, 1,0÷2,0% Si, 0÷1,70% Co, 0,01÷1,5% Cr, 0,25÷0,80% Mo, 0,08÷0,12% V, 0÷0,025% Ti oraz 0,01÷0,8% Al) i parametrów obróbki cieplnej, w celu opracowania zoptymalizowanych rozwiązań do określonych zastosowań. Uwzględniając kompromisy pomiędzy dążeniem do zmniejszania trudności technologicznych, występujących w procesie wytwarzania, a wymaganymi do uzyskiwania jak najwyższych właściwości użytkowych, w wyniku prac wykonanych w IMŻ zaprojektowano następujący skład chemiczny stali nanobainitycznej o znaku NANOS-BA[®], przeznaczonej na wyroby o grubości przekroju poprzecznego do ok. 20 mm: 0,55÷0,60% C, 2,00÷2,15% Mn, 1,75÷1,95% Si, 1,25÷1,40% Cr, 0,70÷0,85% Mo, 0,09÷0,12% V, 0,006÷0,009% Ti i 0,015÷0,025% Al [5] i testowano proces technologiczny wytwarzania blach z tego gatunku. Stal NANOS-BA® charakteryzuje się bardzo korzystnym połączeniem właściwości wytrzymałościowych i plastycznych, przy kosztach wytwarzania porównywalnych z kosztami standardowych wyrobów ze stali średniostopowych ulepszanych cieplnie. Dotychczasowe badania doprowadziły do osiągnięcia właściwości stali NANOS-BA® (w postaci blach) na następującym poziomie: wytrzymałość min. 1,8 GPa, granica plastyczności min. 1,3 GPa, wydłużenie całkowite w statycznej próbie rozciągania w przedziale 12÷20%, twardość (przy podanych parametrach wytrzymałościowych i plastycznych) w przedziale 550÷650 HV10 oraz udarność KV (mierzona na wyrobach o małym stopniu przerobu plastycznego, wynoszącym 3,5÷4,0) powyżej 10 J w temperaturze minus 40°C, powyżej 12 J w temperaturze minus 20°C i powyżej 15 J w temperaturze otoczenia.

Na podstawie wyników badań własnych [6] i doniesień literaturowych (np. [7, 8]) stwierdzono, że stale nanobainityczne mogą znaleźć zastosowanie do wytwarzania konstrukcyjnych części maszyn i urządzeń o wymaganej dużej odporności na zużycie udarowe i/lub zużycie cierne oraz na zmiennie naprężenia. Ze zgromadzonych danych eksperymentalnych wynikało, że osiągnięcie wymaganych poziomów wytrzymałości i plastyczności statycznej (mierzonej np. wydłużeniem w próbie rozciągania) odkuwek ze stali NANOS-BA® z dużym prawdopodobieństwem jest możliwe, natomiast nowym problemem badawczym jest uzyskanie odpowiednio wysokiej udarności. Standardowa finalna obróbka cieplna wyrobów ze stali NANOS-BA®, bezpośrednio po zakończeniu odkształcenia na gorąco lub po powtórnym austenityzowaniu, polega na chłodzeniu w powietrzu lub w sposób przyspieszony do temperatury przemiany izotermicznej T_i ($T_i = M_S + 10 \div 30^{\circ}C$ i wynosi typowo 210÷250°C) i wytrzymaniu w tej temperaturze w czasie 50÷120 godzin. Wartości parametrów obróbki cieplnej zależą od składu chemicznego konkretnego wytopu i od wymaganych właściwości finalnych wyrobu. Z teorii mechanizmu pekania stali o strukturze listwowej i z wykonanych wstępnych badań wynikało [6], że podwyższenie udarności wyrobów ze stali NANOS-BA® można uzyskać zmniejszając wymiary pakietów listew bainitu. Aby to osiągnać, należy metodami obróbki cieplnej spowodować rozdrobnienie lub podział na mniejsze obszary wyjściowego ziarna austenitu. Efekt taki można uzyskać stosując nową obróbkę, nazwaną GSIT (Grain Sectioning and Isothermal Transformation = *podział ziarn i przemiana izotermiczna*) [9], która w założeniu ma doprowadzić do rozdrobnienia pakietów nanolistew bainitu i w konsekwencji spowodować zwiększenie odporności na pękanie. Obróbka GSIT obejmuje:

- chłodzenie wyrobu z zakresu trwałości austenitu do temperatury $T_{\rm S}$ pomiędzy $M_{\rm S}$ a $M_{\rm F}$,
- wyrównanie temperatury na przekroju do wartości $T_{\rm S}$, w wyniku czego powstaje odpowiadająca temperaturze $T_{\rm S}$ ilość martenzytu w postaci płytek lub listew dzielących ziarna austenitu na subziarna,
- nagrzanie wyrobu do temperatury przemiany izotermicznej austenitu w bainit powyżej temperatury $M_{\rm S}$ i przeprowadzenie przemiany określonej części austenitu w bainit niskotemperaturowy.

W wyniku obróbki GSIT powstaje trójfazowa nanostruktura bainityczno-austenityczno-martenzytyczna (struktura BAM), o korzystnej ze względu na udarność morfologii.

Artykuł zawiera wyniki badań eksperymentalnych, których celem było ustalenie, czy ultrawytrzymała stal nanobainityczna NANOS-BA® może zostać zastosowana do wytwarzania odkuwek matrycowych części maszyn o małej masie jednostkowej (o grubości przekroju poprzecznego nie większej niż 50 mm), o wymaganej wysokiej odporności na oddziaływania udarowe. Główny cel pracy, sprowadzający się do opracowania charakterystyk materiałowych niezbędnych do ustalenia wstępnych parametrów technologii wytwarzania odkuwek matrycowych ze stali NANOS-BA®, osiągnięto wykonując symulacje fizyczne odwzorowujące warunki kucia i regulowanego chłodzenia wybranego typu odkuwki matrycowej z zastosowaniem symulatora Gleeble, pomiary wytrzymałości, plastyczności, udarności i twardości dla różnych rodzajów struktury wytworzonej w wyniku obróbki standardowej i obróbki GSIT oraz badania mikrostruktury i składu fazowego próbek.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

2.1. MATERIAŁ BADAŃ

Wyjściowym materiałem przeznaczonym do wykonania próbek do badań były blachy ze stali NANOS-BA® o grubości z zakresu 9÷20 mm wytworzone w Instytucie Metalurgii Żelaza z zastosowaniem urządzeń wchodzących w skład linii do półprzemysłowej symulacji procesów wytwarzania stopów metali i wyrobów metalowych (LPS) [10]. Blachy wykonano z dwóch wytopów oznaczonych P oraz L, których składy chemiczne podano w tabeli 1. Główny materiał badań przygotowano z wytopu P, a wytop L posłużył do badań porównawczych mających na celu ustalenie wpływu różnej zawartości siarki na właściwości mechaniczne, głównie na plastyczność mierzoną wydłużeniem w próbie rozciągania i na udarność. W wytopie P zawartość siarki wynosi 0,004%, natomiast wytop L zawiera 0,015% S. Odcinki blach przeznaczone do wykonania próbek zmiękczono metodą wygrzewania w temperaturze 695÷700°C w ciągu 5 godzin. Finalna obróbka cieplna próbek do badań właściwości mechanicznych polegała na austenityzowaniu przez 30 minut w temperaturze 950°C w piecu elektrycznym z atmosferą ochronną, chłodzeniu w spokojnym powietrzu do temperatury przemiany izotermicznej wynoszącej 225°C (lub w przypadku Tabela 1. Składy chemiczne badanych materiałów: przemysłowy wytop stali NANOS-BA $^{\circ}$ nr 860492 (P) oraz laboratoryjny wytop stali NANOS-BA $^{\circ}$ nr S274 (L), % masowe

Table 1. Chemical compositions of investigated materials: industrial heat of steel NANOS-BA $^{\circ}$ no 860492 (P) and laboratory heat of steel NANOS-BA $^{\circ}$ no 8274 (L), weight %

Oznaczenie stali	С	Mn	Si	Р	s	Cr	Мо	v	Cu	Ti	Almet	N ppm	O ppm
Materiał badań NANOS-BA®-P	0,55	1,95	1,82	0,011	0,004	1,29	0,72	0,095	0,12	0,009	0,023	30	18
Materiał badań NANOS-BA [®] -L	0,57	2,10	1,87	0,015	0,015	1,36	0,75	0,10	0,025	0,008	0,016	22	10

stosowania procedury GSIT do temperatury $T_{\rm S}$) i wygrzewaniu w temperaturze przemiany izotermicznej w ciągu 70 godzin w laboratoryjnym piecu elektrycznym w atmosferze powietrza. Po zakończeniu obróbki próbki chłodzono w spokojnym powietrzu. Temperaturę próbek chłodzonych w powietrzu po wyjęciu z pieca do austenityzowania, mierzono pirometrem oraz kontrolowano pomiarem czasu stygnięcia, korzystając z wcześniej sporządzonych charakterystyk szybkości stygnięcia próbek o stosowanych kształtach i wymiarach. W trakcie chłodzenia z temperatury austenityzowania do temperatury przemiany izotermicznej lub temperatury $T_{\rm S}$, próbki zachowały jednofazową strukturę austenityczną. Zostało to zweryfikowane dla poszczególnych grubości próbek przez naniesienie rzeczywistej szybkości chłodzenia zmierzonej w środku próbki na wykres CTPc badanej stali. Wartości parametrów pośredniej obróbki cieplnej wchodzącej w skład obróbki GSIT były następujące: $T_{\rm S}$ = 160°C i czas wytrzymywania w temperaturze $T_{\rm S}$ w laboratoryjnym piecu elektrycznym – 20 minut.

2.2. PRÓBA ROZCIĄGANIA

Z wytworzonych w LPS blach o grubości 9 mm z wytopów NANOS-BA[®]-P i NANOS-BA[®]-L wycięto pasy w kierunku równoległym do kierunku walcowania, z których wykonano próbki do badań wytrzymałościowych o geometrii i wymiarach podanych na rys. 1.



Rys. 1. Geometria i wymiary (w mm) próbek ze stali NA-NOS-BA[®]-P i NANOS-BA[®]-L do badań w statycznej próbie rozciągania

Fig. 1. Shape and dimensions (in mm) of specimens from NANOS-BA $^{\otimes}$ -P and NANOS-BA $^{\otimes}$ -L steels for static tensile testing

Próbki do badań wytrzymałościowych poddano obróbce cieplnej w piecach grzewczych, polegającej na austenityzowaniu w temperaturze 950°C przez 30 minut, następnym chłodzeniu w powietrzu do temperatury 225°C i wygrzewaniu izotermicznym w temperaturze 225°C przez 70 godzin. Właściwości wytrzymałościowe stali NANOS-BA[®]-P i NANOS-BA[®]-L wyznaczono w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze otoczenia zgodnie z normą PN-EN ISO 6892-1:2009 za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick 250 kN. Prędkość odkształcenia próbek wynosiła 2·10⁻³ s⁻¹.

2.3. TESTY Z ZASTOSOWANIEM SYMULATORA GLEEBLE 3800

Z blachy o wymiarach 670 mm × 200 mm × 20 mm ze stali NANOS-BA®-P wycięto w kierunku równoległym do kierunku walcowania pasy, z których wykonano próbki prostopadłościenne o wymiarach 15 mm × 20 mm × 35 mm do ściskania w warunkach płaskiego stanu odkształcenia. Symulacje odkształcania na gorąco wykonano w Zakładzie Symulacji Procesów Technologicznych IMŻ [11]. W trakcie prób rejestrowano temperaturę za pomocą termopary zgrzanej z odkształcaną częścią próbki oraz za pomocą termopary (\u00f6 1 mm) zamontowanej w otworze w środkowej części próbki. Dla wszystkich odkształcanych próbek rejestrowano wartości naprężenia i odkształcenia. Badania mikrostruktury oraz pomiar twardości HV10 wykonano dla wybranych próbek na przekrojach poprzecznych. Schematy wykonanych w symulatorze Gleeble testów zamieszczono na rys. 2. Prędkość odkształcenia we wszystkich operacjach ściskania wynosiła 10 s⁻¹. Zaplanowane parametry cykli odkształcenie - temperatura - czas odzwierciedlają rzeczywiste warunki odkształcania w procesie kucia matrycowego wybranego rodzaju odkuwki.

2.4. POMIAR UDARNOŚCI

Z blach o grubości 14 mm ze stali NANOS-BA[®]-L i NANOS-BA[®]-P wycięto pasy przeznaczone na próbki do badań udarności. Z pasów wykonano próbki udarnościowe o wymiarach 10 mm × 10 mm × 55 mm z karbem V, zgodnie z normą PN-EN 10045:1, w kierunku równoległym do kierunku walcowania, z karbem zorientowanym prostopadle do powierzchni walcowania. Próbki udarnościowe poddano obróbce GSIT (Rys. 3a) oraz standardowej obróbce cieplnej dla dwóch temperatur austenityzowania: 950°C i 1100°C (Rys. 3b). Obrobione cieplnie próbki łamano w temperaturach: -60°C, -40°C, -20°C, 0°C, 20°C, standardowo po 3 próbki na każdy wariant obróbki cieplnej. Na wybranych próbkach udarnościowych wykonano badania mikrostruktury, profilu pękania oraz morfologii przełomów.

2.5. POMIAR TWARDOŚCI

Pomiary twardości wykonano metodą Vickersa na wybranych próbkach wytrzymałościowych, na próbkach udarnościowych i na próbkach Gleeble. Na każdej próbce na przekroju poprzecznym dokonano co najmniej 6 pomiarów HV10, a na wybranych próbkach udarnościowych wykonano pomiar rozkładu twardości HV10 na przekroju (9 odcisków na próbce).



Rys. 2. Schematy eksperymentów w symulatorze Gleeble oraz parametry obróbki próbek bezpośrednio po wyjęciu z komory symulatora

Fig. 2. Schemes of the experiments in Gleeble simulator and parameters of specimens treatment directly after removing from the simulator chamber



Rys. 3. Schematy obróbek cieplnych próbek udarnościowych Charpy V ze stali NANOS- BA^{\oplus} : a) obróbka cieplna GSIT, b) standardowa obróbka cieplna z temperaturą austenityzowania 950°C lub 1100°C

Fig. 3. Schemes of heat treatments of V-notched Charpy impact specimens: a) GSIT heat treatment, b) standard heat treatment with the austenitising temperature of 950°C or 1100°C

2.6. BADANIA MIKROSTRUKTURY

Badania mikrostruktury i drogi (profilu) pękania próbek udarnościowych oraz mikrostruktury próbek Gleeble wykonano za pomocą mikroskopu świetlnego (MS) z zastosowaniem powiększeń 400× i 800× i metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) z zastosowaniem powiększeń 1000×, 2000×, 5000× i 10000×.

3. WYNIKI BADAŃ

3.1. WYNIKI TESTÓW ROZCIĄGANIA

W tabeli 2 podano wartości $R_{0,2}$, $R_{\rm m}$ i A_5 wyznaczone w standardowej próbie rozciągania próbek wytrzymałościowych ze stali NANOS-BA[®]-P i NANOS-BA[®]-L, obrobionych cieplnie z zastosowaniem następujących

Tabela 2. Wyniki testów rozciągania (wartości $R_{0,2}$, $R_{\rm m}$ oraz A_5) dla próbek ze stali NANOS-BA°-P i NANOS-BA°-L
Table 2. Results of tensile tests (ultimate tensile strength, yield strength for the stress read out at 0.2% of plastic deformation
and the total percentage elongation of the specimen gage) of specimens from steels NANOS-BA®-P and NANOS-BA®-L

Materiał	Oznaczenie próbki	R _{0,2} [MPa]	R _m [MPa]	$egin{array}{c} A_5 \ [\%] \end{array}$
Stal NANOS DA [®] D	P 950/225/70/P1	1333	2014	13,7
Stal NANOS-BA -P	P 950/225/70/P2	1383	2017	13,0
Stal NANOS DA [®] I	L 950/225/70/L1	1337	1969	6,2
Stai NANOS-BA -L	L 950/225/70/L2	1278	1985	6,7

parametrów: austenityzowanie w temperaturze 950°C przez 30 minut, bezpośrednio po austenityzowaniu chłodzenie w powietrzu do temperatury 225°C i wygrzewanie izotermiczne w temperaturze 225°C przez 70 godzin. Dla próbek ze stali NANOS-BA®-P o dużej czystości metalurgicznej (niskiej zawartości siarki wynoszącej 0,004% - Tab. 1) otrzymano typowe dla stali NANOS-BA[®]-P wartości parametrów rozciągania, zbliżone do uzyskiwanych we wcześniejszej pracy [6] dla podobnego składu chemicznego. W przypadku stali NANOS-BA[®]-L, o zawartości siarki 0,015%, uzyskano podobne wartości $R_{0.2}$ i $R_{\rm m}$, ale około dwa razy niższą wartość wydłużenia. Wynika z tego, że w przypadku stali ultrawytrzymałych zawartość wtrąceń niemetalicznych umożliwiająca osiągnięcie wysokiej plastyczności powinna być znacznie niższa od poziomu akceptowalnego dla klasycznych stali konstrukcyjnych.

3.2. ODKSZTAŁCALNOŚĆ NA GORĄCO STALI NANOS-BA®

3.2.1. Wyniki testów odkształcania w symulatorze Gleeble

Cykle odkształcenie – temperatura – czas dla stali NANOS-BA[®] – P zaplanowane do wykonania w symulatorze Gleeble, zamieszczone na rys. 2, opracowano w sposób odzwierciedlający rzeczywiste warunki odkształcania w procesie kucia matrycowego wybranego rodzaju odkuwki. Przy doborze wartości temperatury nagrzewania przed testem i temperatury poszczególnych gniotów uwzględniono temperatury przemian fazowych badanej stali, podane w tabeli 3.

Tabela 3. Temperatury charakterystyczne przemian fazowych wyznaczone metodą dylatometryczną dla stali NANOS-BA $^{\oplus}\text{-P}$

Table 3. Characteristic temperatures of phase transformations for steel NANOS-BA $^{\otimes}\text{-P}$

Stal NANOS-BA [®] -P	A _{c1} ⁰C	A_{c3} °C	M₅ °C
	747	874	204

Wyniki symulacji kucia metodą ściskania w warunkach płaskiego stanu odkształcenia zarejestrowano w formie wykresów naprężenia w funkcji odkształcenia, dla zadanych wartości temperatury wygrzewania przed testem, wielkości i prędkości odkształceń w poszczególnych gniotach w danej sekwencji oraz długości przerw pomiędzy gniotami. Odczytane z wykresów "naprężenie – odkształcenie" wartości naprężenia maksymalnego dla kolejnych odkształceń ε_i w cyklu izotermicznym dla zastosowanych temperatur odkształcenia 1100°C, 950°C i 800°C, zamieszczono na rys. 4. Dla każdej temperatury wykonano po dwa identyczne cykle odkształceń składające się z czterech kolejnych gniotów i jeden cykl składający się z trzech kolejnych gniotów.



Rys. 4. Wykresy maksymalnych naprężeń w kolejnych gniotach ϵ_i w cyklach odkształceń w symulatorze Gleeble, odczytanych z wykresów "naprężenie – odkształcenie" dla zastosowanych temperatur odkształcenia 1100, 950 i 800°C. Na rysunku podano numery cykli wg oznaczeń na rys. 2

Fig. 4. Plots of the maximum stresses in consecutive compressions ϵ_i in series of deformations in a Gleeble simulator, read out from "stress – strain" relationships for the applied deformation temperatures 1100, 950 and 800°C. Numbers of the series according to description in Fig. 2 are shown in the diagram

Z porównania zastosowanych temperatur odkształcenia z temperaturami przemian fazowych badanej stali (Tab. 3) wynika, że odkształcanie w temperaturach 1100°C i 950°C zachodzi w zakresie trwałości austenitu, a odkształcanie w 800°C zachodziłoby w zakresie dwufazowym $\gamma + \alpha$, gdyby materiał znajdował się w warunkach równowagowych lub bliskich równowagi. W przypadku krótkich czasów wytrzymania i odkształcania materiału, w temperaturze 800°C może zostać zachowany metastabilny austenit jako jedyna faza. We wcześniejszej pracy stwierdzono [12], że temperatura rozpuszczania weglików w stali NANOS-BA[®] wynosi (w zależności od składu chemicznego konkretnego wytopu) 930÷950°C co oznacza, że w temperaturze odkształcenia 800°C dodatkową fazą mogą być stopowe węgliki. Z analizy wykresów "naprężenie – odkształcenie" w poszczególnych sekwencjach gniotów w określonej temperaturze wynika, że zmiany maksymalnego naprężenia w trakcie odkształcania w kolejnych gniotach w stałej temperaturze są niewielkie (Rys. 4). Drugi gniot (ε_2) spowodował niewielki wzrost naprężenia w stosunku do pierwszego odkształcenia (ɛ₁), naprężenie w trzecim gniocie (ε_3) miało prawie tę samą wartość jak naprężenie w drugim gniocie, a napreżenie w gniocie czwartym (ε_4) w niewielkim stopniu uległo obniżeniu w stosunku do naprężenia w gniocie poprzednim. Należy podkreślić brak umacniania się stali w kolejnych gniotach w stosunkowo niskiej temperaturze odkształcania 800°C.

Temperatura odkształcenia w badanym zakresie – zgodnie z oczekiwaniami – istotnie wpływa na naprężenie płynięcia stali NANOS-BA[®]-P. Wartości maksymalnego naprężenia w całym cyklu gniotów $\varepsilon_1 \rightarrow \varepsilon_2 \rightarrow \varepsilon_3 \rightarrow \varepsilon_4$ dla poszczególnych wartości temperatury odkształcenia są równe:

- 169 MPa w temperaturze odkształcenia 1100°C,
- 286 MPa w temperaturze odkształcenia 950°C,
- 438 MPa w temperaturze odkształcenia 800°C.

Generalnie, zależność naprężenia od temperatury odkształcenia stali na gorąco ma charakter eksponencjalny i zgodnie z przyjętym empirycznym modelem ma postać [13, 14]:

$$\sigma_{\rm ss} = A_{\rm ss} \left\{ \frac{\dot{\varepsilon} \exp Q_{\rm d}}{RT} \right\}^{q_{\rm ss}} \tag{1}$$

gdzie:

- $\sigma_{ss}~$ naprężenie ustalonego stanu odk
ształcenia,
- $A_{\rm ss}$ parametr zależny od wielkości wyjściowego ziarna austenitu oraz od składu chemicznego austenitu,
 - T temperatura odkształcenia,
- $\dot{\varepsilon}$ prędkość odkształcenia,
- $Q_{\rm d}\,$ energia aktywacji procesu odk
ształcenia, $R,\,q_{\rm ss}-$ stałe

Dla warunków eksperymentów wykonanych w niniejszej pracy na próbkach ze stali NANOS-BA[®]-P, ustalono przybliżoną zależności naprężenia maksymalnego σ_m od temperatury odkształcenia T_d w zakresie 1100÷800°C w postaci:

$$\sigma_{\rm m}$$
 [MPa] = 1160 – 0,9 $T_{\rm d}$ [°C] (2)

Próbki ze stali NANOS-BA[®]-P po wszystkich próbach wykonanych w symulatorze Gleeble zgodnie ze schematami zamieszczonymi na rys. 2 zachowały całkowitą spójność. Nie stwierdzono występowania żadnych pęknięć lub mikropęknięć powierzchniowych lub wewnętrznych.

Próbki odkształcone w symulatorze Gleeble i bezpośrednio po wyjęciu z komory symulatora poddane obróbce izotermicznej w temperaturze 225°C w ciągu 70 godzin, powodującej powstanie nanostruktury bainityczno-austenitycznej, charakteryzowały się nieco wyższą twardością (od ok. 1% do ok. 5%) od twardości

Tabela 4. Wyniki pomiaru twardości HV10 dla wybranych próbek po odkształcaniu w Gleeble i bezpośredniej obróbce na nanobainit

Table 4. Results of HV10 hardness measurements for chosen specimens subjected to deformation in Gleeble and to a direct heat treatment producing nanobainite

Oznaczenie próbek Gleeble	Т	wardoś HV10	Wartość średnia, V10		
Wariant 2 no mus 20	606	606	606	607	
wariant 5 na rys. 2a	612	606	606	607	
Wenient Frank Ob	606	592	592	504	
wariant 5 na rys. 20	592	592	592	094	
Wariant 9 no mus 90	606	599	599	600	
wariant 8 na rys. 2c	599	599	599	600	
Wenient 10 menne Od	599	599	599	700	
wariant 10 na rys. 2d	599	599	599	599	
Wardant 19 and man 9a	620	620	620	690	
wariant 13 na rys. 2e	620	620	620	620	
Wariant 15 no mus of	612	612	612	600	
wariant 15 ha rys. 21	606	606	606	009	

próbek poddanych standardowej obróbce cieplnej, z zastosowaniem identycznych parametrów wygrzewania izotermicznego po austenityzowaniu w temperaturze 950°C. Twardości próbek poddanych bezpośredniej obróbce cieplnej na nanobainit po sekwencji odkształceń w symulatorze Gleeble podano w tabeli 4.

3.2.2. Mikrostruktura próbek ze stali NANOS-BA[®]-P po cyklu odkształceń w symulatorze Gleeble

Obserwacje struktury próbek poddanych sekwencji odkształceń i obróbek cieplnych według schematów zamieszczonych na rys. 2 wykonano na powierzchni przekroju poprzecznego w obszarze środkowym metodami mikroskopii świetlnej i skaningowej mikroskopii elektronowej. Przykładowe fotografie mikrostruktury na wytrawionej powierzchni próbek poddanych odkształceniom i bezpośredniej obróbce cieplnej (wygrzewanie izotermiczne w 225°C w ciągu 70 godzin) zgodnie z wariantami z rys. 2, wykonane za pomocą mikroskopu świetlnego zamieszczono na rys. 5, a skaningowe obrazy na rys. 6 i 7. Próby ujawnienia granic ziarn i innych charakterystycznych cech struktury byłego austenitu na powierzchni próbek szybko chłodzonych z zakresu trwałości austenitu i z zakresu dwufazowego $\gamma + \alpha$ nie doprowadziły do uzyskania wyraźnych obrazów mikrostruktury, które pozwoliłyby na ich jednoznaczną interpretację. Po cyklu odkształceń w zakresie trwałości austenitu w temperaturach 1100°C oraz 950°C i następnej bezpośredniej obróbce izotermicznej w temperaturze 225°C w ciągu 70 godzin (warianty 3, 5, 8 i 10 na rys. 2) powstała typowa struktura nanobaintyczna, o cechach morfologicznych wyraźnie zależnych od wielkości i liczby pojedynczych odkształceń i od temperatury odkształcania. Niższa temperatura odkształcania i większe odkształcenie sumaryczne powoduje większe rozdrobnienie struktury finalnej objawiające się zmniejszeniem wielkości pakietów. Dla zrealizowanych obróbek wariant nr 8 (cztery kolejne odkształcenia w temperaturze 950°C) spowodował największe rozdrobnienie struktury pakietowej (Rys. 5c i 5d). Zmniejszenie wymiarów pakietów listew bainitu powoduje zwiększenie udarności stali.

Nagrzewanie przed odkształceniem do temperatury 850°C powodującym niepełną przemianę w austenit i niecałkowite rozpuszczenie węglików (jeśli istniały przed przemianą), następne odkształcanie próbek w temperaturze 800°C i bezpośrednia obróbka cieplna izotermiczna w temperaturze 225°C w ciągu 70 godzin (warianty 13 i 15 na rys. 2), spowodowało wytworzenie struktury charakteryzującej się znacznym rozdrobnieniem, o morfologii trudnej do identyfikacji przy powiększeniach możliwych do zastosowania w badaniach z zastosowaniem mikroskopu świetlnego (Rys. 5e i 5f). Na obrazach otrzymanych za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego dla wariantów z odkształceniem w temperaturze 800°C stwierdzono występowanie czastek weglików oraz pasmowości strukturalnej, świadczącej o niepełnej rekrystalizacji osnowy przed przemianą izotermiczną. Obrazy SEM mikrostruktury próbek szybko chłodzonych z temperatury austenityzowania 850°C (wariant 11 na rys. 2) oraz z temperatury odkształcenia 800°C (warianty 12 i 14 na rys. 2) jednoznacznie potwierdzają brak pełnej rekrystalizacji po odkształceniach w temperaturze 800°C (Rys. 7a i 7b).



(d) 10 - numer cyklu na rys. 2, pow. 800×

(e) $13 - numer cyklu na rys. 2, pow. 800 \times$

(f) 15 – numer cyklu na rys. 2, pow. 800×

Rys. 5. Obrazy mikrostruktury na wytrawionej powierzchni przekroju poprzecznego próbek Gleeble po testach nr 3, 5, 8, 10, 13 i 15, uzyskane za pomocą mikroskopu świetlnego. Pod fotografiami podano numer wariantu wg schematów na rys. 2 (pogrubiona czcionka)

Fig. 5. Optical micrographs of etched sections surfaces of Gleeble specimens subjected to tests no 3, 5, 8, 10, 13 and 15. Below the micrographs numbers describing the tests according to schemes in Fig. 2 (bold characters) are given



(a) 3 -numer cyklu na rys. 2, pow. 5000×



(b) 8 – numer cyklu na rys. 2, pow. $5000 \times$

Rys. 6. Obrazy mikrostruktury na wytrawionej powierzchni przekroju poprzecznego próbek Gleeble po testach 3 i 8, uzyskane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego. Pod fotografiami podano numer wariantu wg schematów na rys. 2 (pogrubiona czcionka)

Fig. 6. SEM micrographs of etched sections surfaces of Gleeble specimens subjected to tests no 3 and 8. Below the micrographs numbers describing the tests according to schemes in Fig. 2 (bold characters) are given



(a) $12 - numer cyklu na rys. 2, pow. 5000 \times$



(b) 14 – numer cyklu na rys. 2, pow. 5000×

Rys. 7. Obrazy mikrostruktury na wytrawionej powierzchni przekroju poprzecznego próbek Gleeble po testach 12 i 14, uzyskane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego. Pod fotografiami podano numer wariantu wg schematów na rys. 2 (pogrubiona czcionka)

Fig. 7. SEM micrographs of etched sections surfaces of Gleeble specimens subjected to tests no 12 and 14. Below the micrographs numbers describing the tests according to schemes in Fig. 2 (bold characters) are given

3.3. POMIAR UDARNOŚCI STALI NANOS-BA®

Głównym celem badania udarności stali NANOS-BA® była weryfikacja skuteczności obróbki GSIT (Grain Sectioning and Isothermal Transformation = podział ziarn i przemiana izotermiczna) zastosowanej w celu podwyższenia udarności stali nanobainitycznej. Próbki udarnościowe poddano obróbce GSIT zgodnie ze schematem na rys. 3a oraz standardowej obróbce cieplnej dla dwóch temperatur austenityzowania: 950°C i 1100°C (Rys. 3b). Badania wykonano na materiale NANOS-BA[®]-P oraz w ograniczonym zakresie na materiale NANOS-BA®-L (składy chemiczne – Tab. 1). Na wybranych próbkach udarnościowych wykonano badania mikrostruktury oraz profilu pękania.

W wyniku obróbki standardowej i obróbki GSIT wytworzono struktury o bardzo zbliżonej twardości (Tab. 5). Oznaczenia próbek podane w tabeli 5 składają się z następujących informacji w przypadku obróbki standardowej: P - materiał NANOS-BA®-P, 950°C temperatura austenityzowania, 225°C - temperatura obróbki izotermicznej, 20°C lub 0°C – temperatura łamania próbki udarnościowej oraz w przypadku obróbki GSIT: P – materiał NANOS-BA[®]-P, 950°C – temperatura austenityzowania, 160° C – temperatura $T_{\rm S}$, 225° C - temperatura obróbki izotermicznej, 20°C lub 0°C temperatura łamania próbki udarnościowej.

Obrobione cieplnie próbki łamano w temperaturach: -60°C, -40°C, -20°C, 0°C, 20°C. Wyniki badań w postaci zmierzonej energii łamania podano na zbiorczym diagramie na rys. 8. Typowy obraz mikrostruktury próbek udarnościowych na przekroju prostopadłym do powierzchni przełomu po obróbce cieplnej zgodnie z parametrami standardowymi (950°C/225°C/70 h) zamieszczono na rys. 9a, a po obróbce GSIT na rys. 9b.



Rys. 8. Wykres zależności energii łamania od temperatury testu dla próbek Charpy-V poddanych standardowej obróbce cieplnej: 950°C, 1100°C/225/70h i obróbce GSIT: 950°C/160/225/70h dla stali NANOS-BA®-P i NANOS-BA®-L

Fig. 8. Relationship between the fracture energy and testing temperature for Charpy-V specimens subjected to the standard heat treatment: 950°C, 1100°C/225/70h and GSIT+: treatment for steels NANOS-BA®-P and NANOS-BA®-L

Zastosowanie obróbki GSIT w sposób istotny zwiększyło udarność stali NANOS-BA®-P w całym zakresie temperatury badania, średnio o następujące wartości:

- dla łamania w temperaturze otoczenia, z wartości 17,8 J do 30,1 J (o 69%),
- dla temperatury łamania -60°C, z wartości 8,2 J do 12,4 J (o 51%).

W wyniku zastosowania obróbki GSIT typowa nanostruktura bainityczno-austenityczna została zastąpiona trójfazową strukturą bainityczno-austenityczno-



(a) 950/225/70h/20/2/1/800×

(b) 950/160/225/70h/20/1/2/800×

Rys. 9. Mikrostruktury próbek Charpy-V na przekroju prostopadłym do powierzchni przełomu, obrobionych cieplne zgodnie z parametrami: (a) standardowymi 950°C/225°C/70h, temperatura łamania 20°C; (b) GSIT 950°C/160°C/225°C/70h, temperatura łamania 20°C; PM - oznaczenie przykładowych płytek martenzytu

Fig. 9. Optical micrographs of Charpy-V specimens on section perpendicular to the fracture surface, heat treasted using parameters: (a) standard 950°C/225°C/70h, fractured at 20°C; (b) GSIT 950°C/160°C/225°C/70h, fractured at 20°C; PM - indication of exemplary martensitic plates

Tabela 5. Wyniki pomiaru twardości HV10 dla wybranych próbek udarnościowych ze stali NANOS-BA-P Table 5. Results of HV10 hardness measurements for chosen fracture toughness Charpy-V specimens

Oznaczenie próbek		Tw	ardość, H	V10	Wartość średnia HV10	Odchylenie standardowe HV10	
P/950°C/225°C/20°C	606	612	612	606	612	600	3,2
Obróbka standardowa	606	606	612	606		009	
P/950°C/225°C/0°C	606	599	612	606	606	COF	5,1
Obróbka standardowa	599	599	606	612		609	
P/950°C/160°C/225°C/20°C	606	606	612	606	606	606	3,3
Obróbka GSIT	606	599	606	606		606	
P/950°C/160°C/225°C/0°C	606	606	599	606	592	500	6,1
Obróbka GSIT	592	592	599	599		099	

martenzytyczną (strukturą BAM), zawierającą płytki martenzytu (widoczne na fotografii na rys. 9b), które spowodowały podział ziarn austenitu przed przemianą na mniejsze obszary, co z kolei zmniejszyło wielkość pakietów listew bainitu. Aby wykazać ilościowo słuszność sformułowanej hipotezy dotyczącej przyczyn wzrostu udarności, należy opracować związki ilościowe pomiędzy parametrami morfologii struktury powstałej w wyniku obróbki standardowej oraz obróbki GSIT a właściwościami mechanicznymi stali nanobainitycznej, co zaplanowano wykonać w kolejnej pracy.

4. PODSUMOWANIE WYNIKÓW BADAŃ I WNIOSKI

W wyniku wykonanych badań stwierdzono, że nanobainityczna stal NANOS-BA[®] może zostać zastosowana do wytwarzania ultrawytrzymałych odkuwek matrycowych części maszyn o wymaganych wysokich właściwościach eksploatacyjnych. Uzyskane wyniki stanowią bazę danych do opracowania przemysłowej technologii wytwarzania odkuwek i ich obróbki cieplnej.

Podatność stali NANOS-BA® do odkształcania na gorąco zbadano metodą symulacji w urządzeniu Gleeble, stosując parametry odkształcania odzwierciedlające rzeczywiste warunki kucia matrycowego wybranego rodzaju odkuwki. Stwierdzono, że zmiany maksymalnego naprężenia w trakcie odkształcania w zakresie temperatury 800÷1100°C w kolejnych gniotach w stałej temperaturze są niewielkie. Należy podkreślić brak umacniania się stali w kolejnych gniotach w stosunkowo niskiej temperaturze odkształcania 800°C. Z wykonanych pomiarów wynika, że zmiana temperatury odkształcenia w badanym zakresie istotnie wpływa na naprężenie płynięcia stali NANOS-BA®-P. Wartości naprężenia maksymalnego w cyklu kolejnych gniotów $\varepsilon_1 \rightarrow \varepsilon_2 \rightarrow \varepsilon_3 \rightarrow \varepsilon_4$ dla poszczególnych wartości temperatury odkształcenia wynoszą: 169 MPa w temperaturze

- Garcia-Mateo C., Sourmail T., Caballero F. G., Smanio V., Kuntz M., Ziegler C., Leiro, A., Vuorinen E., Elvira, R., Teeri T.: Nanostructured steel industrialization: plausible reality. Mater. Sci. Technol., 30 (2014), p. 1071-1078
- RFCS Project: Novel nanostructured bainitic steel for enhanced durability of wear resistant components, 1.07.2014-31.12.2017
- Projekt INNOTECH-K1/IN1/27/150443/NCBR/12 (PI0003) pt.: "Opracowanie nowoczesnej konstrukcji modułu pancerza odpornego na udarowe oddziaływanie strumienia kumulacyjnego i pocisków", Instytut Metalurgii Żelaza, MIKANIT, okres realizacji 1.07.2012-30.06.2015
- Garbarz B., Burian W.: Opracowanie podstaw półprzemysłowej technologii wytwarzania blach z supertwardej stali bainitycznej nowej generacji. Sprawozdanie IMŻ nr S0-0666, sierpień 2008
- Patent nr P.394037 "Stal bainityczna-austenityczna i sposób wytwarzania z tej stali blach" udzielony Instytutowi Metalurgii Żelaza przez Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej, obowiązujący od dnia 25.02.2011 r.
- 6. Garbarz B., Niżnik B., Zalecki W.: Opracowanie podstaw technologii obróbki cieplnej ultrawytrzymałej stali konstrukcyjnej w celu wytworzenia trójfazowej struktury nanokompozytowej o zwiększonej odporności na pękanie w stosunku do poziomu osiąganego obecnie. Sprawozdanie IMŻ nr S0 0835, 2013
- 7. Leiro A., Vuorinen E., Sundin K.G., Prakash B., Surmail T., Smanio V., Caballero F.G., Garcia-Mateo C., Elvira R.: Wear

odkształcenia 1100°C, 286 MPa w temperaturze odkształcenia 950°C i 438 MPa w temperaturze odkształcenia 800°C. Ustalono, że dla zastosowanych warunków eksperymentu i zakresu zmienności mierzonych parametrów, wzrost wartości naprężenia maksymalnego σ_m dla stali NANOS-BA[®]-P następuje w przybliżeniu liniowo z obniżaniem temperatury odkształcenia T_d , zgodnie ze wzorem (2). Próbki ze stali NANOS-BA[®]-P po wszystkich testach wykonanych w symulatorze Gleeble zachowały całkowitą spójność. Nie stwierdzono występowania pęknięć lub mikropęknięć powierzchniowych lub wewnętrznych.

Zweryfikowano skuteczność obróbki GSIT (Grain Sectioning and Isothermal Transformation = podział ziarn i przemiana izotermiczna) zastosowanej w celu podwyższenia udarności stali NANOS-BA[®]. Obrobione cieplnie próbki według obróbki standardowej i obróbki GSIT łamano w temperaturach: -60°C, -40°C, -20°C, 0°C i 20°C. W wyniku zastosowania obróbki GSIT typowa nanostruktura bainityczno-austenityczna została zastąpiona trójfazową strukturą bainityczno-austenityczno-martenzytyczna (strukturą BAM), zawierającą płytki martenzytu, które spowodowały podział ziarn austenitu przed przemianą na mniejsze obszary, co z kolei zmniejszyło wielkość pakietów listew bainitu. Stwierdzono, że zastosowanie obróbki GSIT w sposób istotny zwiększyło udarność stali NANOS-BA®-P w całym zakresie temperatury badania, średnio o następujące wartości:

- dla łamania w temperaturze otoczenia, z wartości 17,8 J do 30,1 J (o 69%),
- dla temperatury łamania -60°C, z wartości 8,2 J do 12,4 J (o 51%).

Publikacja zawiera część wyników badań wykonanych w pracy statutowej Instytutu Metalurgii Żelaza nr S0 0880 / 2014 pt.: "Eksperymentalna weryfikacja możliwości zastosowania nowej klasy stali nanostrukturalnej na elementy konstrukcyjne maszyn i urządzeń".

LITERATURA

of nano-structured carbide-free bainitic steel under dry rolling-sliding conditions. Wear, 298-299 (2013), p. 42-47

- Santofimia M.J., van Bohemen S.M.C., Sietsma J.: Combining bainite and martensite in steel microstructures for light weight applications. Journal of Southern Institute of Mining and metallurgy, 113 (2013), no 2, p. 143-148
- Garbarz B., Niżnik-Harańczyk B.: Modification of microstructure to increase impact toughness of nanostructured bainite-austenite steel. Materials Science and Technology, DOI: http://dx.doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000675
- 10. www.imz.pl: Walcarka do walcowania na gorąco wraz z urządzeniami do obróbki cieplnoplastycznej (moduł B-LPS)
- www.imz.pl: Uniwersalny symulator procesów metalurgicznych – system Gleeble 3800
- 12. Garbarz B., Burian W., Niżnik B., Walnik B., Wojtas J.: Opracowanie wstępnych parametrów obróbki cieplnej wysokowęglowej stali bainitycznej, przeprowadzenie obróbki utwardzającej, badania metalograficzne oraz pomiary składników mikrostruktury z zastosowaniem mikroskopii elektronowej. Sprawozdanie IMŻ nr PS-0001-06-02-01, grudzień 2010
- Sellars C. M.: The Physical Metallurgy of Hot Working. Proc. Int. Conf. on Hot Working and Forming Processes, Eds. C.M. Sellars and C.J. Davies, The Metal Society of London, 1980, p. 3-15
- Elwazri A.M., Wanjara P., Yue S.: Dynamic recrystallization in microalloyed high carbon steels. Mater. Sci. Eng., A339 (2003), p. 209-2015