

Krzysztof ŻÓŁKIEWSKI
Paweł LUBOWIECKI
Bogusław NOWAK

ALCHEMIA S.A.

Marek SMOLEŃ

Walcownia Blach Batory Sp. z o.o.

Marcin SKURCZYŃSKI

HEATMASTERS Poland Sp. z o.o.

PRZEMYSŁOWA TECHNOLOGIA WYTWARZANIA BLACH ARKUSZOWYCH Z ULTRAWYTRZYMAŁEJ STALI NANOBAINITYCZNEJ

INDUSTRIAL TECHNOLOGY OF MANUFACTURING ULTRA-STRENGTH NANOBAINITIC STEEL PLATES

Gatunki stali nanobainitycznych są nowym materiałem konstrukcyjnym o wytrzymałości w zakresie 1,9÷2,2 GPa i jednocześnie charakteryzującym się dobrą plastycznością. Obecnie prace nad rozwojem stali nanobainitycznych w Łukasiewicz – IMŻ weszły w fazę komercjalizacji. Jednym z głównych zastosowań ultrawytrzymałych blach ze stali nanobainitycznych są systemy opancerzenia. W celu zoptymalizowania parametrów procesu produkcji blach ze stali nanobainitycznej wykonano badania mikrostruktury i pomiary właściwości mechanicznych na pośrednich etapach wytwarzania i po finalnej obróbce cieplnej. Dokonano oceny rezultatów przemysłowych operacji wytwarzania stali i blach obejmujących: wytapianie i odlewanie do wlewnic, przygotowanie wsadu do walcowania, walcowanie na gorąco, wykonanie arkuszy oraz pośrednią i finalną obróbkę cieplną. Zidentyfikowano krytyczne operacje technologiczne mogące wpływać negatywnie na jakość i właściwości użytkowe arkuszy blach. Sformułowano kierunki modyfikacji technologii, które zmniejszają lub eliminują zagrożenia pogorszenia właściwości blach.

Słowa kluczowe: ultrawytrzymała stal konstrukcyjna, nanobainit, wytwarzanie blach arkuszowych, przemiany fazowe, mikrostruktura, właściwości mechaniczne

1. WSTĘP

Na początku lat 2000. Bhadeshia i wsp. [1–4] opracowały podstawy projektowania stali o strukturze składającej się z bezwęglkowego bainitu listwowego i austenitu resztko-

Nanobainitic steel grades are a new construction material with a strength in the range of 1.9–2.2 GPa, at the same time characterised by good plasticity. Currently, the works on the development of nanobainitic steels at Łukasiewicz – IMŻ have entered the commercialisation phase. One of the main applications of ultra-strength nanobainitic steel plates is armour systems. In order to optimise the parameters of the production process of nanobainitic steel plates, microstructure examination and measurement of mechanical properties were carried out at intermediate stages of production and after final heat treatment. The results of industrial steel and plate production operations were assessed, including smelting and casting into ingot moulds, preparation of the rolling mill charge, hot rolling, plate production as well as intermediate and final heat treatment. Critical technological operations that may adversely affect the quality and performance of plates were identified. The directions for technology modification that reduce or eliminate threats of plate deterioration were formulated.

Keywords: ultra-strength structural steel, nanobainite, manufacturing of plates, phase transformations, microstructure, mechanical properties

1. INTRODUCTION

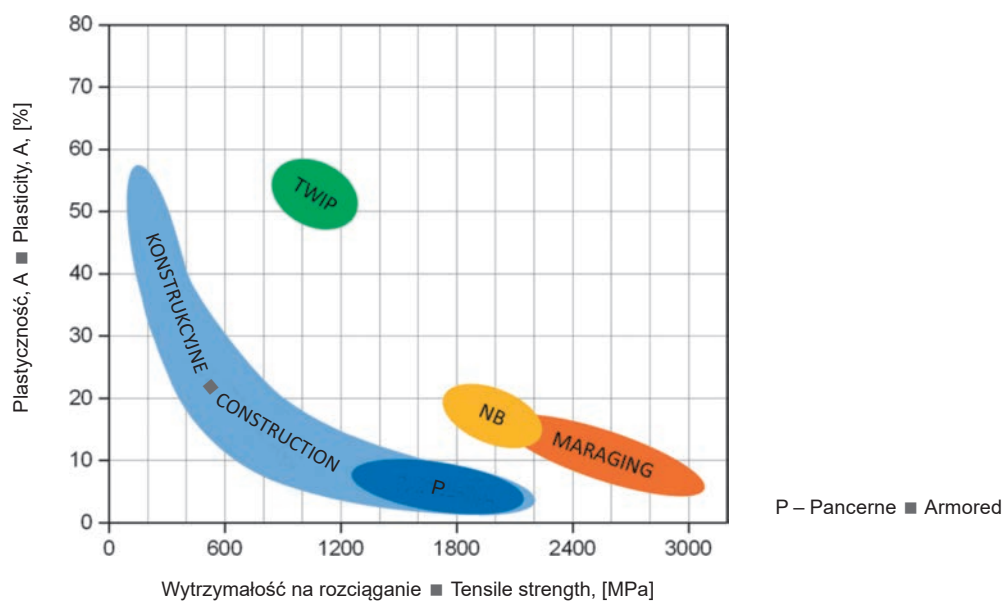
At the beginning of the 2000s, Bhadeshia et al. [1–4] developed the foundations of designing steel with a structure consisting of 15–35% carbide-free lath bainite and retained

wego w ilości 15÷35% o cechach morfologicznych charakterystycznych dla nanostruktury, z zastosowaniem obróbki cieplnej polegającej na sterowaniu przebiegiem przemiany bainitycznej poniżej temperatury 300°C. Chociaż podobne typy morfologiczne bainitu były już otrzymywane w stalach wcześniej (np. [5]), to jednak wyniki badań Bhadeshii i wsp. otworzyły drogę do opracowania przemysłowych procesów wytwarzania nanostrukturalnych wyrobów stalowych w sposób mniej skomplikowany technologicznie od rozdrabniania ziarna metodami wykorzystującymi bardzo duże odkształcenie plastyczne. Umowny termin „nanostruktura” określa stopień drobnoziarnistości osnowy o średniej wielkości ziarn oddzielonych wysokokątowymi granicami mniejszej niż 100 nm, chociaż przyjmowane są także niższe wartości graniczne, z przedziału 20÷50 nm. W przypadku struktury listwowej lub płytkowej, „wielkość ziarna” reprezentowana jest przez średnią cięciwą równą w przybliżeniu podwójnej średniej grubości płytki lub listwy [2, 3, 6].

Gatunki stali nanobainitycznych są nowym materiałem konstrukcyjnym osiągającym wytrzymałość do wartości ok. 2,2 GPa i jednocześnie charakteryzującym się dobrą plastycznością (Rys. 1). W Łukasiewicz – IMŻ badania dotyczące projektowania i rozwoju ultrawytrzymałej stali nanokryształicznej o strukturze nanobainitu i austenitu resztkowego trwają od roku 2008. Na podstawie wyników badań eksperymentalnych w skali laboratoryjnej i w skali półprzemysłowej z wykorzystaniem linii do symulacji procesów wytwarzania stopów metali i wyrobów metalowych (LPS/Ł-IMŻ [7]) wykonanych w ramach zadań badawczych w projektach [8, 9], opracowano podstawy przemysłowej technologii wytwarzania blach ze stali nanobainitycznej NANOS-BA® [10]. Podsumowanie badań wykonanych w Łukasiewicz – IMŻ do roku 2014, mających na celu opracowanie bazy danych materiałowych i parametrów procesowych umożliwiających przystąpienie do przemysłowego wdrażania technologii wytwarzania wyrobów ze stali nanobainitycznej, zawarto m.in. w publikacjach [11–14]. Obecnie realizowane w Łukasiewicz – IMŻ prace nad rozwojem stali nanobainitycznych weszły w fazę komercjalizacji. Na podstawie badań laboratoryjnych i testów ostrzałem pociskami różnego kalibru, wykazano wysoką odporność balistyczną blach ze stali nanobainitycznej,

austenite with morphological features characteristic of nanostructure, using heat treatment consisting in controlling bainitic transformation below 300°C. Although similar morphological types of bainite have already been obtained in steels before (e.g. [5]), the results of the research by Bhadeshia et al. paved the way to the development of industrial processes for the production of nanostructured steel products in a way less technologically complicated than refining grains using methods including very high plastic strain. The conventional term ‘nanostructure’ defines the degree of fine grains in the matrix with an average grain size separated by high-angle boundaries of less than 100 nm, although lower limit values in the range of 20–50 nm are also adopted. In the case of a lath or lamellar structure, “grain size” is represented by the average lineal intercept equal to approximately twice the average thickness of the lamella or lath [2, 3, 6].

Nanobainitic steel grades are a new construction material reaching strength of up to 2.2 GPa, at the same time characterised by good plasticity (Fig. 1). The research on the design and development of ultra-strength nanocrystalline steel with nanobainite and retained austenite structure has been ongoing at Łukasiewicz – IMŻ since 2008. Based on the results of experimental research on a laboratory scale and semi-industrial scale using a line for the simulation of metal alloys and metal products manufacturing processes (LPS/Ł-IMŻ [7]) carried out as part of the research tasks in projects [8, 9], the foundations of industrial technology for the production of NANOS-BA® nanobainitic steel plates were developed [10]. A summary of the research carried out at Łukasiewicz – IMŻ until 2014, aimed at developing a database of materials and process parameters enabling commencement of the industrial implementation of the technology for manufacturing nanobainitic steel products, is included, among others, in publications [11–14]. Currently, the works on the development of nanobainitic steels carried out at Łukasiewicz – IMŻ have entered the commercialisation phase. Based on laboratory tests and firing tests with projectiles of various calibres, high ballistic resistance of nanobainitic steel plates, higher than of currently used steel plates, was shown [15–17]. The results of previous research on the resistance



Rys. 1. Porównanie wytrzymałości i plastyczności stali nanobainitycznych z wybranymi klasami stali korzystnym stosunku plastyczności do wytrzymałości

Fig. 1. Comparison of strength and plasticity of nanobainitic steels with selected steel grades with a favourable plasticity to strength ratio

wyższą od obecnie stosowanych blach stalowych [15–17]. Wyniki dotychczasowych badań dotyczących odporności na oddziaływanie dynamiczne stali nanobainitycznych opracowanych w Łukasiewicz – IMŻ zawiera monografia [18].

W oparciu o zgromadzone wyniki badań i testów blach ze stali nanobainitycznej przygotowano wniosek i uzyskano dofinansowanie NCBR na projekt badawczy aplikacyjny nr POIR.04.01.04.-00-0047/16 „Opracowanie technologii produkcji lekkiego kontenera obserwacyjno-obronnego (LOOK) ze stali nanostrukturalnych ultrawytrzymałych”, do realizacji w okresie 2017–2020 przez Łukasiewicz – IMŻ we współpracy konsorcyjnej z WITPiS i z partnerami przemysłowymi [19]. Niniejszy artykuł zawiera wyniki części badań wykonanych w tym projekcie, które dotyczą m.in. wpływu zmienności parametrów operacji technologicznych w warunkach przemysłowych na właściwości półwyrobów i wyrobów w postaci blach arkuszowych ze stali nanobainitycznych oraz propozycje możliwych działań mających na celu uzyskanie stabilizacji i powtarzalności poszczególnych etapów wytwarzania i – w efekcie – otrzymanie wyrobów o wysokiej i stabilnej jakości. Przedstawiono wyniki laboratoryjnego etapu opracowania składów chemicznych dwóch gatunków stali nanobainitycznej i parametrów technologii produkcji blach arkuszowych z tych gatunków oraz opis i ocenę przemysłowych procesów wytwarzania stali i blach w zakresie: wytapiania i odlewania, przygotowania wsadu do walcowania, walcowania na gorąco, wykonania arkuszy blach, pośredniej obróbki cieplnej oraz finalnej obróbki cieplnej.

2. SPECYFIKA TECHNOLOGII WYTWARZANIA STALI NANOBAINITYCZNEJ I WYROBÓW Z TEJ STALI

2.1. SCHEMAT TECHNOLOGII WYTWARZANIA BLACH ARKUSZOWYCH ZE STALI NANOBAINITYCZNEJ

Opracowany w Łukasiewicz – IMŻ schemat technologii wytwarzania blach arkuszowych dla warunków krajowego przemysłu stalowego i przetwórstwa wyrobów stalowych zamieszczono na rys. 2. Jest to technologia dwuetapowa, składająca się z fazy wytwarzania arkuszy blach (operacje 1–5 na rys. 2) oraz z finalnej obróbki cieplnej w dwóch piecach – do austenitizowania i do niskotemperaturowego wygrzewania izotermicznego bezpośrednio po chłodzeniu z temperatury austenitizowania do temperatury przemiany izotermicznej (operacje 6–9 na rys. 2).

Ze względu na wysoką zawartość węgla (w zakresie $0,55 \div 0,60\%$ dla gatunków klasy NANOS-BA®), stosunkowo duży sumaryczny dodatek pierwiastków stopowych w granicach $5 \div 8\%$ oraz niekonwencjonalną obróbkę cieplną, operacje wytwarzania półwyrobów i wyrobów ze stali nanobainitycznej są technologiami o dużym stopniu trudności, porównywalnym z procesami wytwarzania wyrobów z niektórych gatunków stali narzędziowych (w artykule zawartości pierwiastków w stalach podano w % masowych). Dodatkową trudnością w przypadku wytwarzania blach arkuszowych ze stali nanobainitycznej jest duży format tego wyrobu w porównaniu z typowymi wymiarami narzędzi. W kolejnych podrozdziałach przedstawiono ogólne prawidłowości dotyczące wpływu składu chemicznego i parametrów operacji wytwarzania na makro- i mikrostrukturę oraz na właściwości technologiczne i eksploatacyjne blach ze stali nanobainitycznej.

to dynamic interactions of nanobainitic steels developed at Łukasiewicz – IMŻ are contained in monograph [18].

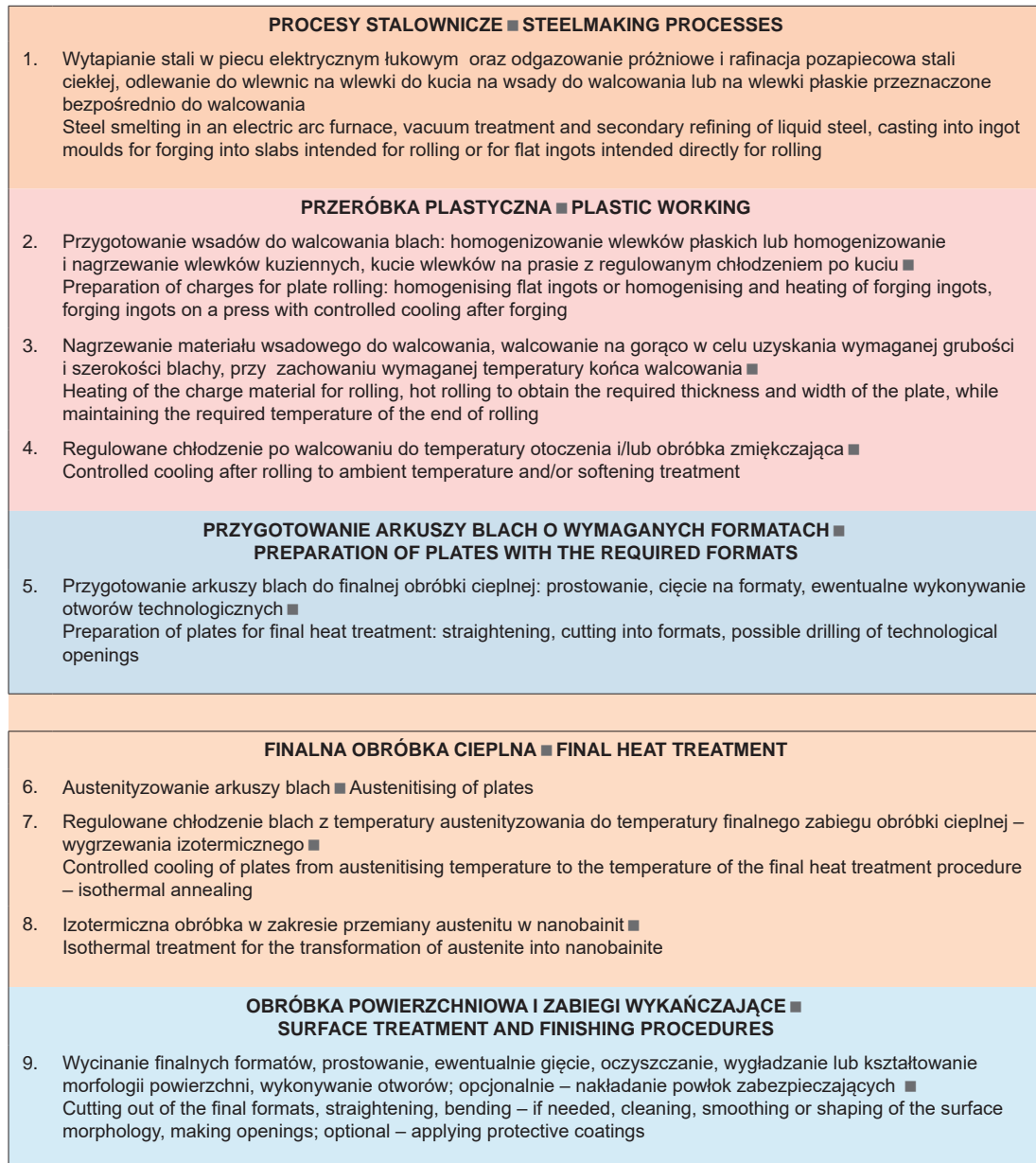
Based on the collected results of research and tests of nanobainitic steel plates, an application was prepared and funding was received from the National Centre for Research and Development for the application research project No. POIR.04.01.04.-00-0047/16 “Development of the technology for the production of a lightweight observation and defence container (LOOK) made of ultra-high strength nanostructured steels” to be carried out in 2017–2020 by Łukasiewicz – IMŻ in consortium cooperation with WITPiS and with industrial partners [19]. This article contains the results of some of the investigation carried out in this project, which concern, among others, the impact of the variability of technological operation parameters in industrial conditions on the properties of semi-finished products and products in the form of nanobainitic steel plates and proposals of possible actions aimed at achieving stability and repeatability of individual production stages and – as a result – obtaining products of high and stable quality. The results of the laboratory stage of developing chemical compositions of two grades of nanobainitic steel and parameters of plate production technology for these grades as well as description and assessment of industrial processes of steel and plate production in the scope of smelting and casting, preparation of the charge for rolling, hot rolling, plate manufacturing, intermediate heat treatment and final heat treatment are presented.

2. SPECIFICITY OF THE TECHNOLOGY FOR PRODUCING NANOBAINITIC STEEL AND PRODUCTS MADE OF THIS STEEL

2.1. DIAGRAM OF TECHNOLOGY FOR PRODUCING NANOBAINITIC STEEL PLATES

The diagram of plate production technology for the conditions of the domestic steel industry and steel products processing developed at Łukasiewicz – IMŻ is presented in Fig. 2. It is a two-stage technology, consisting of a plate production phase (operations 1–5 in Fig. 2) and final heat treatment in two furnaces – for austenitising and low-temperature isothermal annealing directly after cooling from the austenitising temperature to the isothermal transformation temperature (operations 6–9 in Fig. 2).

Due to the high carbon content (in the range of $0.55 \div 0.60\%$ for NANOS-BA® grades), a relatively large total addition of alloying elements within $5 \div 8\%$ and unconventional heat treatment, operations for the production of semi-finished products and nanobainitic steel products are technologies with a high degree of difficulty, comparable to the processes of manufacturing products from some tool steel grades (in the article the content of elements in steels is given in weight %). An additional difficulty when manufacturing nanobainitic steel plates is the large format of this product compared to typical tool dimensions. The following subsections present general rules regarding the effect of chemical composition and parameters of manufacturing operations on macro- and microstructure as well as on technological and operational properties of nanobainitic steel plates.



Rys. 2. Operacje procesu technologicznego wytwarzania blach arkuszowych ze stali nanobainitycznej dostosowanego do warunków krajowego przemysłu

Fig. 2. Operations of the technological process of manufacturing nanobainitic steel plates adapted to the conditions of the domestic industry

2.2. WPŁYW SKŁADU CHEMICZNEGO STALI NANOBAINITYCZNEJ NA SPECYFICZNE WŁAŚCIWOŚCI TECHNOLOGICZNE I EKSPLOATACYJNE PÓŁWYROBÓW I WYROBÓW Z TEJ STALI

W pracach realizowanych w Łukasiewicz – IMŻ dotyczących projektowania składu chemicznego i obróbki cieplnej stali nanobainitycznej o założonej minimalnej wytrzymałości 1,9÷2,2 GPa dla wyrobów o grubości do ok. 20 mm, przyjęto następujące warunki do spełnienia, które kształtują mikrostrukturę i właściwości:

I – Hartowność powinna być na tyle duża, aby w wyrobie o założonej grubości, w trakcie chłodzenia z temperatury austenitzowania, do temperatury przemiany izotermicznej nie zachodziły przemiany typu dyfuzyjnego.

II – Ponieważ wytworzenie listew bainitu o nanometrycznych rozmiarach jest możliwe tylko w niskiej temperaturze

2.2. IMPACT OF THE CHEMICAL COMPOSITION OF NANOBAINITIC STEEL ON SPECIFIC TECHNOLOGICAL AND OPERATIONAL PROPERTIES OF SEMI-FINISHED PRODUCTS AND PRODUCTS MADE OF THIS STEEL

The following conditions, that shape the microstructure and properties, were adopted in the works carried out at Łukasiewicz – IMŻ regarding the design of the chemical composition and heat treatment of nanobainitic steel with an assumed minimum strength of 1.9–2.2 GPa for products with a thickness of up to approx. 20 mm:

I – The hardenability should be high enough that in the product with the assumed thickness, during cooling from the austenitising temperature to the isothermal transformation temperature, no diffusion type phase transformations occur.

II – Since the formation of bainite laths of nanometric size is only possible at a low transformation temperature of

przemiany przechłodzonego austenitu w bainit, w zakresie 210–275°C (lub nawet poniżej tego zakresu), wynika z tego konieczność zapewnienia odpowiednio niskiej temperatury początku przemiany martenzytycznej. Z drugiej strony, czas obróbki izotermicznej austenitu w bainit, który z powodu niskiej temperatury przemiany jest długi, powinien być akceptowalny technologicznie. Czas przemiany w bainit zależy od składu chemicznego roztworu stałego przed przemianą i jego jednorodności, wielkości ziarna austenitu i temperatury przemiany.

III – Zawartość węgla powinna zostać zoptymalizowana z uwzględnieniem głównych oddziaływań tego pierwiastka na właściwości stali nanobainitycznej. Przy zawartości węgla powyżej 0,60÷0,65% w wyniku przemiany martenzytycznej powstaje martenzyt płytkowy zbliżony, wykazujący zwiększoną tendencję do pęknięcia, co stanowi znaczne utrudnienie procesu technologicznego. Poniżej zawartości 0,60÷0,65% C w stalach nisko- i średniostopowych powstaje inna odmiana morfologiczna martenzytu: listwowy martenzyt dyslokacyjny, o mniejszej skłonności do pęknięcia. Ponieważ wpływ zawartości węgla na zwiększenie hartowności stali ulega znacznemu osłabieniu przy zawartości około 0,60%, jako górną granicę zawartości węgla w projektowanej stali nanobainitycznej przyjęto wartość 0,60 (-0,05/+0,00)%.

IV – W celu podwyższenia właściwości plastycznych i odporności na pęknięcie przy ultrawysokiej wytrzymałości, należy zapobiec wydzieleniu cząstek cementytu (lub węglików stopowych) w trakcie przemiany bainitycznej lub bezpośrednio po tej przemianie, co można osiągnąć przez zastosowanie dodatku krzemu w ilości 1,5÷2,0%.

V – Wielkość ziarna austenitu po procesie austenitowania powinna być jak najmniejsza, ponieważ wywiera to istotny wpływ m.in. na udarność finalnych wyrobów. Jednocześnie austenitowanie przed przemianą w nanobainit powinno zapewnić rozpuszczenie węglików w austenicie.

Uwzględniając kompromisy pomiędzy zmniejszaniem trudności technologicznych występujących w procesie wytwarzania a wymaganiami do uzyskania jak najwyższymi właściwościami użytkowymi, zaprojektowano następujący skład chemiczny podstawowego gatunku stali nanobainitycznej (oznaczonego NANOS-BA[®]), przeznaczonego 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 [10]. W kolejnych projektach wykonywanych przez Łukasiewicz – IMŻ badano szereg wariantów składu chemicznego stali nanobainitycznej wytwarzanych w warunkach laboratoryjnych i przemysłowych, różniących się w szczególności od składu NANOS-BA[®], ale zgodnych z zasadami podanymi w punktach I-V.

2.3. KONSEKWENCJE TECHNOLOGICZNE SEGREGACJI PIERWIĄSTKÓW STOPOWYCH W TRAKCIE KRZEPNIĘCIA WLEWKÓW

Niejednorodność rozmieszczenia pierwiastków stopowych, występująca w różnym nasileniu w wyrobach stalowych w kolejnych etapach wytwarzania, jest zjawiskiem istotnie wpływającym na właściwości wyrobów finalnych. W trakcie krzepnięcia następuje rozsegregowanie pierwiastków pomiędzy fazą stałą a fazą ciekłą, prowadzące do niejednorodności rozmieszczenia pierwiastków w obrębie dendrytów i w przestrzeniach międzydendrytycznych. W procesie krzepnięcia stali nanobainitycznej następuje istotna segregacja międzydendrytyczna Mo, Mn, Cr i Si.

supercooled austenite to bainite, in the range of 210–275°C (or even below this range), it is necessary to ensure a sufficiently low temperature of the beginning of martensitic transformation. On the other hand, the isothermal treatment time of austenite into bainite which is long due to the low transformation temperature, should be technologically acceptable. The time of transformation into bainite depends on the chemical composition of the solid solution before the transformation and its homogeneity, austenite grain size and transformation temperature.

III – The carbon content should be optimised, taking into account the main impact of this element on the properties of nanobainitic steel. At a carbon content above 0.60–0.65%, as a result of the martensitic transformation, a twinned plate martensite is formed, showing an increased tendency to crack, which is a significant hindrance to the technological process. Below the content of 0.60–0.65% C in low- and medium-alloy steels, another morphological variety of martensite is formed: lath dislocated martensite, with a lesser tendency to cracking. Since the effect of carbon content on increasing steel hardenability is significantly weakened at a content of about 0.60%, the value of 0.60% (-0.05/+0.00%) was assumed as the upper limit of the carbon content in the designed nanobainitic steel.

IV – In order to increase the plastic properties and resistance to cracking at ultra-high strength, it is necessary to prevent the precipitation of cementite particles (or alloy carbides) during or immediately after the bainitic transformation, which can be achieved by using 1.5–2.0% silicon.

V – The austenite grain size after the austenitising process should be as small as possible, as it has a significant impact on, among others, impact toughness of final products. At the same time, austenitising prior to the transformation into nanobainite should ensure the dissolution of carbides in austenite.

Taking into account the compromise between reducing technological difficulties occurring in the manufacturing process and those required to obtain the highest performance properties, the following chemical composition of the basic grade of nanobainitic steel (designated NANOS-BA[®]), designed for products with a cross-sectional thickness of up to approx. 20 mm, was designed: 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 and 0.015–0.025% Al [10]. In subsequent projects carried out by Łukasiewicz – IMŻ, a number of variants of the chemical composition of nanobainitic steel produced in laboratory and industrial conditions were tested, differing in detail from the composition of NANOS-BA[®], but in accordance with the principles provided in points I-V.

2.3. TECHNOLOGICAL CONSEQUENCES OF SEGREGATION OF ALLOYING ELEMENTS DURING THE SOLIDIFICATION OF INGOTS

The heterogeneity of the distribution of alloying elements occurring to varying degrees in steel products at subsequent stages of production is a phenomenon that significantly affects the properties of final products. During solidification, elements are segregated between the solid and liquid phases, leading to a heterogeneous distribution of elements within dendrites and between dendrite arms. A significant interdendritic segregation of Mo, Mn, Cr and Si occurs in the nanobainitic steel solidification process. The average distance between secondary arms of dendrites formed as a result of

Średnia odległość pomiędzy wtórnymi ramionami dendrytów powstałych w wyniku krzepnięcia wlewków ze stali wysokowęglowych dla małych szybkości stygnięcia – typowych dla krzepnięcia stali we wlewnicy, mieści się w przedziale 350÷450 μm [20], natomiast średnia droga dyfuzji pierwiastków stopowych dla standardowego procesu wygrzewania ujednorodniającego jest kilkukrotnie mniejsza. Średnia droga dyfuzji atomów manganu i molibdenu w procesie ujednorodniania w temperaturze 1200°C w ciągu 24 godzin wyznaczona z zastosowaniem zależności (1) wynosi odpowiednio 36 μm i 44 μm.

$$\bar{x} = \sqrt{2Dt} \quad (1)$$

gdzie:

- \bar{x} – średnia droga dyfuzji pierwiastka w roztworze stałym
- D – współczynnik dyfuzji określonego pierwiastka w funkcji temperatury
- t – czas wygrzewania

Do obliczeń wykorzystano wartości współczynników dyfuzji pierwiastków stopowych w austenicie opisanych zależnościami (2) i (3), z wykorzystaniem współczynników dla Mn i Mo podanych w [21].

$$D_{Mn/\gamma} [m^2/s] = 1,78 \cdot 10^{-5} \exp\left(\frac{-264,2 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) \quad (2)$$

$$D_{Mo/\gamma} [m^2/s] = 3,6 \cdot 10^{-6} \exp\left(\frac{-239,8 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) \quad (3)$$

W procesach przemysłowych nie jest możliwe zupełne ujednorodnienie segregacji pierwiastków substytucyjnych, takich jak Mo, Mn, Si, Cr, w wyniku dyfuzji wyrównawczej w stanie stałym w operacjach cieplnych typowych dla przetwarzania wlewków na wyroby, włączając w to zabieg homogenizacji z zastosowaniem parametrów racjonalnych ekonomicznie. Typową cechą wyrobów stalowych ze stali stopowych, jest niejednorodność rozmieszczenia pierwiastków stopowych, co prowadzi do niejednorodności (pasmowości) mikrostruktury [20]. Konsekwencją niejednorodności chemicznej po przeróbce plastycznej i po finalnej obróbce cieplnej stali nanobainitycznej jest powstanie pasm o wyższym stężeniu pierwiastków (o większej zawartości austenitu resztkowego i o niższej twardości) i pasm o niższym stężeniu pierwiastków (o mniejszej zawartości austenitu resztkowego i o wyższej twardości). Na podstawie pomiarów zawartości pierwiastków w mikroobszarach stwierdzono, że zidentyfikowane różnice w zawartości pierwiastków w blachach ze stali nanobainitycznej powodują powstanie istotnych różnic w lokalnych wartościach temperatury M_s . Pomiędzy średnimi wartościami temperatury M_s w pasmach wzbogaconych w pierwiastki i w pasmach zubożonych w pierwiastki różnica wynosi co najmniej 15°C. Podana różnica jest orientacyjna, ponieważ niejednorodności pierwiastków tworzą w materiale fluktuacje o zmiennej amplitudzie i zmiennym okresie.

Segregacja pierwiastków, poza powodowaniem lokalnych zmian temperatury przemian fazowych powodujących powstawanie pasmowości mikrostrukturalnej, wpływa także na kinetykę i stopień zajścia przemiany bainitycznej. Na podstawie badań porównawczych kinetyki izotermicznej przemiany bainitycznej w próbkach ujednorodnionych w warunkach laboratoryjnych i w próbkach z wyrobów przemysłowych ze stali o składzie chemicznym: 0,44% C, 1,74% Si, 0,67% Mn, 1,85% Ni, 0,83% Cr, 0,39% Mo i 0,09% V stwierdzono, że w stali z segregacją pierwiastków stopień zajścia izotermicznej przemiany bainitycznej w zakresie 440÷320°C (tj. powstały ułamek bainity do momentu zahamowania przemiany) jest mniejszy, niż w próbkach jednorodnych [22].

solidification of high-carbon steel ingots for low cooling rates – typical for steel solidification in ingot moulds, is in the range of 350–450 μm [20], while the average diffusion path of alloying elements for the standard process of homogenisation annealing is several times smaller. The average diffusion pathway of manganese and molybdenum atoms in the homogenisation process at 1200°C over 24 hours determined using formula (1) is 36 μm and 44 μm respectively.

$$\bar{x} = \sqrt{2Dt} \quad (1)$$

where:

- \bar{x} – average diffusion path of an element in solid solution
- D – diffusion coefficient of a given element as a function of temperature
- t – annealing time

The values of alloying elements diffusion coefficients in austenite, described by relations (2) and (3), using the coefficients for Mn and Mo given in [21], were used for the calculations.

$$D_{Mn/\gamma} [m^2/s] = 1.78 \cdot 10^{-5} \exp\left(\frac{-264.2 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) \quad (2)$$

$$D_{Mo/\gamma} [m^2/s] = 3.6 \cdot 10^{-6} \exp\left(\frac{-239.8 \text{ kJ/mol}}{RT}\right) \quad (3)$$

In industrial processes, it is not possible to completely homogenise the segregation of substitution elements, such as Mo, Mn, Si, Cr, as a result of solid equalisation diffusion in thermal operations typical for ingot processing into products, including homogenisation using economically rational parameters. The heterogeneity of the distribution of alloying elements, which leads to heterogeneity (banding) of the microstructure is a typical feature of steel products made of alloy steel [20]. The consequence of chemical heterogeneity after plastic working and after the final heat treatment of nanobainitic steel is the formation of bands with a higher concentration of elements (with higher residual austenite content and lower hardness) and bands with a lower concentration of elements (with lower residual austenite content and higher hardness). Based on the measurement of the content of elements in micro-areas, it was found that the identified differences in the content of elements in nanobainitic steel plates cause significant differences in local M_s temperature values. Between the average M_s temperature values in the element-enriched bands and in the element-low bands, the difference is at least 15°C. The difference is approximate, because the heterogeneity of the elements creates fluctuations with variable amplitude and variable period in the material.

Segregation of elements, in addition to causing local temperature changes of phase transformations resulting in the formation of microstructural banding, also affects the kinetics and the degree of occurrence of bainitic transformation. Based on comparative studies of isothermal kinetics of bainitic transformation in samples homogenised under laboratory conditions and samples from industrial products made of steel with chemical composition: 0.44% C, 1.74% Si, 0.67% Mn, 1.85% Ni, 0.83% Cr, 0.39% Mo and 0.09% V, it was found that in the steel with element segregation, the degree of occurrence of isothermal bainitic transformation in the range of 440–320°C (i.e. the resulting fraction of bainite until the inhibition of the transformation) is smaller than in homogeneous samples [22].

2.4. WYSOKOTEMPERATUROWE OBRÓBK POWODUJĄCE ODWĘGLENIE PRZYPOWIERZCHNIOWE

W wyniku wysokotemperaturowych obróbek cieplnych (homogenizowanie, austenitizowanie, wygrzewanie w zakresie ferrytycznym pomiędzy temperaturą A_{c1} a ok. 600°C) następuje przypowierzchniowe odwęglenie, którego głębokość i stopień powinny być kontrolowane, aby w finalnym wyrobie nie pozostała zbyt głęboka warstwa o niepożądanych właściwościach. Ze względu na dużą dyfuzyjność węgla, odwęglenie może spowodować spadek zawartości węgla także w głębszych warstwach pod powierzchnią wyrobu – co uniemożliwia uzyskanie wymaganej mikrostruktury i właściwości. Stopień odwęglenia oceniany jest na podstawie obserwacji mikrostruktury, rozkładu twardości w funkcji odległości od powierzchni oraz bezpośrednio, metodą analizy chemicznej kolejnych warstw podpowierzchniowych.

W trakcie wysokotemperaturowych zabiegów technologicznych w atmosferze powietrza, odwęglenie zachodzi jednocześnie z utlenianiem powierzchniowym. Te dwa procesy oddziałują na siebie w różnym stopniu w zakresie istnienia fazy austenicznej i fazy ferrytycznej. Jednym z efektów oddziaływania jest częściowa przemiana warstwy odwęglonej w warstwę tlenków. Z pomiarów eksperymentalnych jednoznacznie wynika, że warstwa odwęglona powstała w wyniku wygrzewania w atmosferze powietrza (lub innej atmosferze o utleniającym potencjale) w zakresie ferrytycznym bezpośrednio poniżej temperatury A_{c1} oraz w zakresie dwufazowym $A_{c1} - A_{c3}$, ma większą grubość od grubości warstwy odwęglonej powstałej w wyższej temperaturze w wyniku wygrzewania w zakresie istnienia fazy austenicznej [23, 24]. Jedną z głównych przyczyn tego zjawiska jest różnica w rozpuszczalności węgla w obydwu fazach. Rozpuszczalność węgla w austenicie w wysokiej temperaturze znacznie przewyższa zawartość węgla w stali, natomiast maksymalna rozpuszczalność węgla w ferrycie α (dla układu Fe-C) wynosi 0,022%, co powoduje, że w warunkach utleniającego potencjału na powierzchni, węgiel jest „wypychany” z ferrytu do powierzchni. Na proces odwęglenia poniżej temperatury A_{c1} istotny wpływ wywiera mikrostruktura wyjściowa stali i wynikająca z tego postać występowania węgla (np. jako cementyt w perlicie, drobne węgliki w bainicie lub w roztworze stałym w martenzycie). W wyniku badań wykonanych na próbkach ze stali sprężynowej zawierającej 0,60% C, 0,75% Mn, 1,69% Si oraz 0,14% Cr ustalono, że wygrzewanie w atmosferze powietrza w temperaturze bezpośrednio poniżej A_{c1} i bezpośrednio powyżej A_{c1} , powoduje następujące odwęglenie zupełne [24]:

- po wygrzewaniu w temperaturze 730°C w ciągu 8 godzin grubość warstwy odwęglonej h_1 wyniosła ok. 0,30 mm i powiększała się zgodnie z zależnością

$$h_1 [\text{m}] = 1,66 \cdot 10^{-6} \sqrt{t [\text{s}]} \quad (4)$$

- po wygrzewaniu w temperaturze 760°C w ciągu 8 godzin grubość warstwy odwęglonej h_2 wyniosła ok. 0,45 mm i powiększała się zgodnie z zależnością

$$h_2 [\text{m}] = 2,64 \cdot 10^{-6} \sqrt{t [\text{s}]} \quad (5)$$

2.4. HIGH-TEMPERATURE TREATMENTS CAUSING SUBSURFACE DECARBURISATION

As a result of high temperature heat treatments (homogenising, austenitising, annealing in the ferritic range between temperature A_{c1} and approx. 600°C), surface decarburisation occurs, the depth and degree of which should be controlled so that the final product does not have a too deep layer with undesirable properties. Due to the high diffusivity of carbon, decarburisation can cause a decrease in the carbon content also in the deeper layers under the surface of the product – which prevents obtaining the required microstructure and properties. The degree of decarburisation is assessed on the basis of microstructure observation, hardness distribution as a function of distance from the surface and directly, using chemical analysis of subsequent subsurface layers.

During high-temperature technological operations in the atmosphere of air, decarburisation occurs simultaneously with surface oxidation. These two processes interact to varying degrees in the scope of the existence of the austenitic phase and the ferritic phase. One of the effects of the interaction is the partial transition of the decarburised layer into an oxide layer. Experimental measurement clearly shows that the decarburised layer formed as a result of annealing in an air atmosphere (or other atmosphere with oxidising potential) in the ferritic range immediately below the A_{c1} temperature and in the two-phase $A_{c1} - A_{c3}$ range has a greater thickness than the thickness of the decarburised layer formed at a higher temperature, as a result of annealing in the austenitic phase existence range [23, 24]. One of the main reasons for this phenomenon is the difference in carbon solubility in both phases. The solubility of carbon in austenite at high temperature significantly exceeds the carbon content in steel, while the maximum carbon solubility in ferrite α (for the Fe-C system) is 0.022%, which means that under conditions of oxidising potential on the surface, carbon is “pushed out” from ferrite to the surface. The decarburisation process below the A_{c1} temperature is significantly influenced by the initial microstructure of steel and the resulting form of carbon (e.g. as cementite in pearlite, fine carbides in bainite or in solid solution in martensite). As a result of tests carried out on spring steel samples containing 0.60% C, 0.75% Mn, 1.69% Si and 0.14% Cr, it was found that annealing in the atmosphere of air at a temperature immediately below A_{c1} and directly above A_{c1} causes the following complete decarburisation [24]:

- after annealing at 730°C , within 8 hours, the thickness of decarburised layer h_1 was approx. 0.30 mm and increased in accordance with the following relationship

$$h_1 [\text{m}] = 1.66 \cdot 10^{-6} \sqrt{t [\text{s}]} \quad (4)$$

- after annealing at 760°C , within 8 hours, the thickness of decarburised layer h_2 was approx. 0.45 mm and increased in accordance with the following relationship

$$h_2 [\text{m}] = 2.64 \cdot 10^{-6} \sqrt{t [\text{s}]} \quad (5)$$

2.5. PRZERÓBKA PLASTYCZNA NA GORĄCO I MIĘDZYOPERACYJNE CHŁODZENIE PÓŁWYROBÓW I BLACH

Na podstawie testów odkształcalności stali nanobainitycznej o składzie chemicznym: 0,55% C, 1,95% Mn, 1,82% Si, 1,29% Cr oraz 0,72% Mo w symulatorze Gleeble w warunkach płaskiego stanu odkształcenia stwierdzono m.in., że obniżanie temperatury odkształcania w zakresie 1100÷800°C istotnie wpływa na naprężenie płynięcia [25]. Wartości naprężenia maksymalnego w cyklu kolejnych 4 gniotów dla poszczególnych wartości temperatury odkształcenia wyniosły: 169 MPa w temperaturze odkształcenia 1100°C, 286 MPa w temperaturze odkształcenia 950°C i 438 MPa w temperaturze odkształcenia 800°C. W badanym zakresie temperaturowym stal nanobainityczna wykazuje dobrą odkształcalność, ale w celu zachowania jednorodnego odkształcenia blachy na przekroju, minimalna temperatura warstwy powierzchniowej pasma w trakcie walcowania powinna być wyższa niż ok. 850°C. Aby zapobiec powstawaniu pęknięć po zakończeniu walcowania, blachy należy chłodzić w sposób spowolniony od temperatury końca walcowania do temperatury otoczenia, jeśli to możliwe technicznie, z szybkością nie większą niż ok. 1°C/min, np. ładując blachy do pieca o temperaturze wyższej niż ok. 400°C i chłodząc z piecem. Zastosowanie bardzo wolnego chłodzenia w zakresie austenitu zapobiega zajściu przemiany martenzytycznej, co obniża twardość i poziom naprężeń wewnętrznych.

Jeśli twardość uzyskana po spowolnionym chłodzeniu jest wyższa od wymaganej na tym etapie przetwarzania blach, należy wykonać obróbkę zmiękczającą przez wygrzewanie poniżej temperatury A_{c1} , kontrolując głębokość odwęglenia czasem i temperaturą obróbki i – jeśli to technicznie możliwe – składem atmosfery pieca, aby nie spowodować obniżenia właściwości finalnego wyrobu. Alternatywną obróbką zmiękczającą w stosunku do spowolnionego chłodzenia po walcowaniu może być obróbka polegająca na przeprowadzeniu przemiany perlitycznej bezpośrednio po walcowaniu. Po zakończeniu walcowania, blachy o strukturze całkowicie austenitycznej należy załadować do pieca o temperaturze z zakresu 670÷710°C (optymalnie 680°C) i wytrzymać w tej temperaturze przez minimum 2,5 godziny, z następnym chłodzeniem z piecem lub w spokojnym powietrzu [26]. Jest to obróbka powodująca mniejsze odwęglenie niż zmiękczanie w stanie ferrytycznym poniżej A_{c1} , zapewniająca uzyskanie twardości blach poniżej ok. 350 HB. Pojedyncze blachy o grubości z zakresu 4÷15 mm w trakcie chłodzenia w spokojnym powietrzu zachowują strukturę całkowicie austenityczną aż do osiągnięcia temperatury ok. 350°C. Po zmiękczeniu blachy nadają się do prostowania, cięcia na arkusze o finalnych wymiarach, gięcia oraz do obróbki skrawaniem.

2.6. FINALNA OBRÓBKA CIEPLNA

Finalna obróbka cieplna arkuszy blach ze stali nanobainitycznej składa się z trzech operacji wykonywanych bezpośrednio po sobie:

- austenitizowania w temperaturze z zakresu 930÷960°C (typowo 950°C)
- regulowanego chłodzenia po austenitizowaniu do temperatury przemiany izotermicznej z zakresu 200÷300°C
- wygrzewania izotermicznego w temperaturze z zakresu 200÷300°C, trwającego od ok. 50 godzin do ok. 120 godzin, w zależności od składu chemicznego stali i wymaganych właściwości blachy.

2.5. HOT PLASTIC WORKING AND INTER-OPERATIONAL COOLING OF SEMI-FINISHED PRODUCTS AND PLATES

Based on the deformability tests of nanobainitic steel with chemical composition: 0.55% C, 1.95% Mn, 1.82% Si, 1.29% Cr and 0.72% Mo in a Gleeble simulator in conditions of plane strain, it was found, among others, that lowering the strain temperature in the range of 1100–800°C significantly influences the flow stress [25]. The values of maximum stress in the cycle of subsequent 4 drafts for individual values of strain temperature were: 169 MPa at a strain temperature of 1100°C, 286 MPa at a strain temperature of 950°C and 438 MPa at a strain temperature of 800°C. In the examined temperature range, nanobainitic steel shows good deformability, but in order to maintain uniform deformation of the plate on the cross-section, the minimum temperature of the surface layer of the band during rolling should be higher than approx. 850°C. To prevent cracks after rolling, the plates should be cooled in a slow manner from the temperature of the end of rolling to ambient temperature, if technically possible, at a rate of not more than approx. 1°C/min, e.g. by loading the plates into the furnace at a temperature higher than approx. 400°C and cooling with the furnace. The use of very slow cooling in the austenite range prevents martensitic transformation, which reduces the hardness and level of internal stress.

If the hardness obtained after slowed down cooling is higher than required at this stage of plate processing, softening should be performed by annealing below temperature A_{c1} , controlling the depth of decarburisation with time and processing temperature and – if technically possible – the composition of the furnace atmosphere, so as not to lower the properties of the final product. A treatment consisting in performing pearlitic transformation immediately after rolling may be an alternative softening treatment compared to the slowed down cooling after rolling. After rolling, the plates with a completely austenitic structure should be loaded into a furnace with a temperature in the range of 670–710°C (optimally 680°C) and held at this temperature for a minimum of 2.5 hours, followed by cooling with the furnace or in still air [26]. It is a treatment that causes less decarburisation than softening in the ferritic state below A_{c1} , ensuring obtaining hardness of plates below approx. 350 HB. During cooling in still air, individual plates with a thickness of 4–15 mm retain a completely austenitic structure until reaching approx. 350°C. After softening, the plates are suitable for straightening, cutting into sheets with final dimensions, bending and machining.

2.6. FINAL HEAT TREATMENT

The final heat treatment of nanobainitic steel plates consists of three operations carried out directly in succession:

- austenitising at 930–960°C (typically 950°C)
- controlled cooling after austenitising to isothermal transformation temperature in the range of 200–300°C
- isothermal annealing at 200–300°C, lasting from approx. 50 hours to approx. 120 hours, depending on the chemical composition of the steel and the required plate properties.

The most difficult operation to perform, which affects obtaining homogeneous properties throughout the entire volume of the plate at the required level, is cooling the plates

Najtrudniejszą do wykonania operacją, od której zależy uzyskanie jednorodnych właściwości w całej objętości blachy na wymaganym poziomie, jest chłodzenie blach z temperatury austenitowania do temperatury przemiany izotermicznej i ich załadunek do pieca do obróbki izotermicznej w sposób zapewniający jednorodny rozkład temperatury w wąskim zakresie wartości przed załadunkiem blach do pieca do wygrzewania izotermicznego. Trudności wzrastają, jeśli obrabiany jest pakiet blach, a nie pojedyncza blacha. Chłodzenie powinno się odbywać w sposób zapobiegający zajściu przemian dyfuzyjnych przed osiągnięciem temperatury przemiany izotermicznej, tj. z szybkością większą niż ok. $1,0^{\circ}\text{C/s}$ oraz nie powodujący obniżenia temperatury żadnej części blachy poniżej temperatury przemiany izotermicznej. Zastosowane chłodzenie powinno zapewnić jednorodny rozkład temperatury na przekroju i na powierzchni blach.

3. USTALENIE SKŁADÓW CHEMICZNYCH DWÓCH GATUNKÓW STALI NANOBAINITYCZNYCH I WYKONANIE WYTOPÓW PRZEMYSŁOWYCH

3.1. ZAPROJEKTOWANIE SKŁADÓW CHEMICZNYCH I WSTĘPNYCH PARAMETRÓW OBRÓBKII CIEPLNEJ STALI NANOBAINITYCZNYCH NA PODSTAWIE BADAŃ LABORATORYJNYCH

Składy chemiczne laboratoryjnych wytopów stali nanobainitycznej opracowano w oparciu o dotychczasowe wyniki badań wykonanych w Łukasiewicz – IMŻ dotyczących tej grupy gatunkowej stali. Opracowując składy chemiczne uwzględniono m.in. spełnienie następujących warunków:

- możliwość uzyskania wysokiej wytrzymałości – powyżej 2,0 GPa oraz granicy plastyczności powyżej 1,3 GPa, przy zachowaniu dobrej plastyczności – min. 12% wydłużenia w statycznej próbie rozciągania i uderności KV w temperaturze -40°C – min. 12 J dla próbki $10\times 10\times 55$ mm
- zapewnienie hartowności pozwalającej na chłodzenie blach o grubości w zakresie $6\div 9$ mm swobodnie w powietrzu lub w sposób przyspieszony strumieniem powietrza od temperatury austenitowania do temperatury przemiany izotermicznej, bez wywołania dyfuzyjnych przemian austenitu.

Zaprojektowano cztery eksperymentalne składy chemiczne wytopów laboratoryjnych stali nanobainitycznych: L1, L2, L3 i L4, różniące się zawartościami węgla i pierwiastków stopowych, mieszającymi się w zakresie lub zbliżonymi do składu podstawowego gatunku NANOS-BA podanego w podrozdziale 2.2. Celem zróżnicowania zawartości pierwiastków było ustalenie zoptymalizowanego składu stali na podstawie kryterium hartowności, wytrzymałości i ciągliwości oraz właściwości balistycznych, przy jak najniższej stopowości. Z wlewków o przekroju poprzecznym $150\text{ mm}\times 60\text{ mm}$ wykonano metodą walcowania na gorąco w LPS-B [7] płaskowniki o nominalnych grubościach 12 mm, 8 mm, 7 mm i 6 mm. W tabeli 1 podano wyniki analizy chemicznej wykonanych płaskowników przeznaczonych do wariantowej obróbki cieplnej i następnie do kompleksowych badań mikrostruktury, właściwości mechanicznych i do testów ostrzałem.

Na próbkach z wytopów laboratoryjnych L1–L4 wykonano badania dylatometryczne (wyznaczenie temperatur charakterystycznych, opracowanie fragmentów diagramu fazowego CTPc, przeprowadzenie symulacji finalnej obróbki

from the austenitising temperature to the isothermal transformation temperature and loading them into the isothermal treatment furnace in a way that ensures a homogeneous temperature distribution in a narrow range of values before loading the plates into the isothermal annealing furnace. Difficulties increase if a package of plates, not a single plate, is processed. Cooling should take place in a way that prevents the occurrence of diffusion transformations before reaching the isothermal transformation temperature, i.e. at a rate greater than approx. 1.0°C/s and not lowering the temperature of any part of the plate below the isothermal transformation temperature. The applied cooling should ensure a homogeneous temperature distribution across the section and on the surface of the plates.

3. DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOSITIONS OF TWO GRADES OF NANOBAINITIC STEELS AND INDUSTRIAL SMELTING

3.1. DESIGNING CHEMICAL COMPOSITIONS AND PRELIMINARY PARAMETERS OF HEAT TREATMENT OF NANOBAINITIC STEELS BASED ON LABORATORY INVESTIGATION

The chemical compositions of laboratory nanobainitic steel heats were developed based on the results of the research carried out at Łukasiewicz – IMŻ to date regarding this steel grade. When developing the chemical compositions, meeting the following conditions, among others, was considered:

- possibility of obtaining high strength – above 2.0 GPa and yield strength above 1.3 GPa, while maintaining good plasticity – min. 12% elongation in a static tensile and KV impact test at -40°C – min. 12 J for a $10\times 10\times 55$ mm sample
- ensuring hardenability enabling the cooling of plates with a thickness of 6–9 mm freely in the air or in an accelerated manner with a stream of air from the austenitising temperature to the isothermal transformation temperature, without causing diffusive transformations of austenite.

Four experimental chemical compositions of laboratory heats of nanobainitic steels were designed: L1, L2, L3 and L4, differing in carbon and alloying elements content, within the range or close to the composition of the basic NANOS-BA grade given in subsection 2.2. The purpose of varying the element content was to determine the optimised steel composition based on the criterion of hardenability, strength and ductility as well as ballistic properties, with the lowest alloying elements content. Flat bars with nominal thickness of 12 mm, 8 mm, 7 mm and 6 mm were made from ingots with a cross-section of $150\text{ mm}\times 60\text{ mm}$ using hot rolling in LPS-B [7]. Table 1 shows the results of chemical analysis of the obtained flat bars, designed for variant heat treatment and then for comprehensive examination of microstructure, mechanical properties and for firing tests.

Dilatometric tests were performed on samples from laboratory heats L1–L4 (determination of characteristic temperatures, preparation of CCT phase diagram fragments, conducting simulations of final heat treatment in the range of $180\text{--}240^{\circ}\text{C}$ for up to 75 hours) and – after heat treatment according to designed variants – measurement of mechanical properties and microstructural examination was carried out, including measurement of retained austenite.

Tabela 1. Zawartości pierwiastków w eksperymentalnych stalach nanobainitycznych wykonanych w warunkach laboratoryjnych; wyniki analiz na próbkach z płaskowników, [% masowe]

Table 1. Content of elements in experimental nanobainitic steels obtained under laboratory conditions; results of analyses on samples from flat bars, [weight %]

Oznaczenie wytopu ■ Heat identification	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Alc
L1	0,65	2,05	1,75	0,005	0,013	1,34	0,57	0,021
L2	0,59	1,66	1,58	0,008	0,010	1,35	0,44	0,038
L3	0,56	2,15	1,71	0,008	0,011	1,50	0,76	0,020
L4	0,52	2,11	1,84	0,005	0,009	1,51	0,81	0,019

cieplnej w zakresie 180÷240°C w czasie do 75 godzin) oraz – po wykonaniu obróbki cieplnej według zaprojektowanych wariantów – przeprowadzono pomiary właściwości mechanicznych i wykonano badania mikrostrukturalne, w tym pomiar zawartości austenitu resztkowego.

W oparciu o badania próbek z wytopów laboratoryjnych oraz na podstawie wyników badań dylatometrycznych ustalono temperaturę austenitowania równą 950°C oraz dwie wartości temperatury wygrzewania izotermicznego: 210°C oraz 225°C. Próbki nagrzewano do temperatury 950°C przez 10 minut i wygrzewano przez 30 minut, a następnie chłodzono swobodnie w powietrzu do temperatury przemiany izotermicznej i wygrzewano z zastosowaniem czasów od 72 do 144 godzin.

Jako główne kryterium wyboru wariantów obróbki cieplnej przyjęto uzyskanie następujących właściwości mechanicznych: R_m min. 2000 MPa, A min. 12% i KV min. 12 J w temperaturze otoczenia. Dodatkowo analizowano charakter krzywych rozciągania w zakresie odkształcenia jednorodnego i po przekroczeniu siły maksymalnej, wartości różnicy $A - A_{gt}$ i ilorazu $R_m/R_{p0.2}$. Wytypowane warianty obróbki cieplnej zastosowano do płyt z eksperymentalnych wytopów L1–L4 przeznaczonych do testów ostrzałem. Po testach ostrzałem płyty poddano badaniom mikrostruktury w miejscach oddziaływania pocisków. Celem badań makro- i mikrostruktury była m.in. ocena stopnia degradacji materiału i głębokości penetracji pocisku. Na podstawie wyników testów ostrzałem przeprowadzono klasyfikację badanych materiałów pod względem odporności na przebicie, z uwzględnieniem m.in. efektów mikrostrukturalnych (w tym rodzaju i liczby adiabatycznych pasm ścinania), makro- i mikropęknięć, głębokości wnikania rdzenia pocisku oraz degradacji płyty mechanizmem ścinania.

Wyniki badań mikrostrukturalnych i mechanicznych próbek z wytopów laboratoryjnych L1–L4 oraz ocena stopnia degradacji miejsc ostrzału zostały wykorzystane do zaprojektowania składu chemicznego i parametrów wytwarzania materiału w skali przemysłowej. Opracowano składy chemiczne dwóch przemysłowych wytopów stali nanobainitycznej (Tab. 2) oraz wytypowano warianty obróbki cieplnej blach wytworzonych w warunkach przemysłowych. Gatunek P1 zawiera więcej węgla, ale sumarycznie mniej pierwiastków stopowych niż gatunek P2. W tabeli 2, dla składów średnich, podano wartości temperatury przemiany martenzytycznej obliczonej z zastosowaniem zależności (6) [27, 28] oraz wartość równoważnika węgla wyrażonego wzorem (7), określającego w pierwszym przybliżeniu hartowność stali [29]. Z obliczeń wynika, że stal P1 charakteryzuje się niższą temperaturą M_s i mniejszą hartownością od stali P2.

$$M_s [^{\circ}\text{C}] = 539 - 423(\%C) - 30,4(\%Mn) - 12,1(\%Cr) + - 7,5(\%Mo + \%Si) \quad (6)$$

$$C_{EH} = \%C + \frac{\%Cr}{1,8} + \frac{\%Mo}{2,3} + \frac{\%Mn}{6,0} + \frac{\%Si}{38} \quad (7)$$

Based on the examination of samples from the laboratory heats and based on the results of dilatometric tests, an austenitising temperature of 950°C and two values of isothermal annealing temperature were determined: 210°C and 225°C. The samples were heated to 950°C for 10 minutes and annealed for 30 minutes, then cooled freely in the air to the isothermal transformation temperature and held for 72 to 144 hours.

The following mechanical properties were adopted as the main criterion for selecting heat treatment variants: R_m min. 2000 MPa, A min. 12% and KV min. 12 J at ambient temperature. In addition, the nature of the stress curves was analysed in terms of uniform deformation and after exceeding the maximum force, the value of the difference $A - A_g$ and the $R_m/R_{p0.2}$ ratio. The selected heat treatment variants were used for plates from experimental heats L1–L4 intended for firing tests. After the firing tests, the plates were subjected to microstructure examination in places of impact of the projectiles. The purpose of macro- and microstructure investigation was, among others, the assessment of the degree of material degradation and projectile penetration depth. Based on the results of the firing tests, the tested materials were classified in terms of resistance to perforation, including microstructural effects (including the type and number of adiabatic shear bands), macro- and microcracks, projectile core penetration depth, plate degradation with shearing mechanism, etc.

The results of microstructural and mechanical tests of samples from laboratory heats L1–L4 and the assessment of the degree of degradation of the impact areas were used to design the chemical composition and production parameters of the material on an industrial scale. The chemical compositions of two industrial nanobainitic steel heats were developed (Tab. 2) and variants of heat treatment of plates produced in industrial conditions were selected. The P1 grade contains more carbon, but in total less alloying elements than the P2 grade. Martensitic transformation temperature values calculated using formula (6) [27, 28] and the value of the carbon equivalent expressed by formula (7), which approximately determines the hardenability of steel [29], for the average compositions are given in Table 2. Calculations show that the P1 steel has a lower M_s temperature and lower hardenability than the P2 steel.

$$M_s [^{\circ}\text{C}] = 539 - 423(\%C) - 30,4(\%Mn) - 12,1(\%Cr) + - 7,5(\%Mo + \%Si) \quad (6)$$

$$C_{EH} = \%C + \frac{\%Cr}{1,8} + \frac{\%Mo}{2,3} + \frac{\%Mn}{6,0} + \frac{\%Si}{38} \quad (7)$$

Tabela 2. Wymagane zakresy zawartości pierwiastków podstawowych i domieszkowych w wytopach przemysłowych stali nanobainitycznych NBA-P1 i NBA-P2

Table 2. Required ranges of content of basic and residual elements in industrial heats of NBA-P1 and NBA-P2 nanobainitic steels

Oznaczenie stali ■ Steel ID	Skład ■ Composition	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Al _{met}	N ppm	O ppm	Suma dodatków ■ Total additives	M _s obl. ■ calc. [°C]	C _{EH} obl. ■ calc.
NBA-P1	min	0,58	1,65	1,60			1,35	0,55	0,015			5,15		
	max	0,62	1,75	1,70	0,015	0,010	1,45	0,65	0,030	60	25	5,55		
	cel ■ target	0,60	1,70	1,65			1,40	0,60	0,022			5,35	200	1,96
NBA-P2	min	0,54	1,80	1,70			1,45	0,70	0,015			5,65		
	max	0,58	1,90	1,80	0,015	0,010	1,55	0,80	0,030	60	25	6,05		
	cel ■ target	0,56	1,85	1,75			1,50	0,75	0,022			5,50	209	2,08

3.2. WYKONANIE WYTOPÓW PRZEMYSŁOWYCH

Wytopy dwóch gatunków stali nanobainitycznych o zaprojektowanych składach podanych w tabeli 2 wykonano w Alchemii S.A. Oddział Stalownia Batory. Ustalając formaty i masy wlewków uwzględniono możliwość uzyskania dużego stopnia przerobu plastycznego oraz jak największego uzysku materiałowego w całym procesie wytwarzania. Obydwa wytopy wykonano według tej samej technologii, w elektrycznym piecu łukowym EBT. Po uzyskaniu założonego składu chemicznego dla stali ciekłej w piecu EBT przeprowadzono pozapiecową obróbkę stali w urządzeniu VAD obejmującą finalne odtlenienie, uzupełnianie składu chemicznego, odgazowanie oraz ujednorodnienie temperatury. Wyniki analizy chemicznej wykonanej na próbkach pobranych bezpośrednio przed odlewaniem do wlewnic podano w tabeli 3. Zawartości wszystkich nalizowanych pierwiastków w wytopach były zgodne z wymaganymi zakresami podanymi w tabeli 2.

Po obróbce w VAD i uzyskaniu wymaganego składu chemicznego stal odlano w osłonie argonu do zestawu odlewniczego składającego się z trzech wlewnic formatu Q8. Masa wlewka Q8 bez nadlewu wynosi ok. 6700 kg. Po zakrzepnięciu i wyjęciu wlewków z wlewnic wykonano wygrzewanie odprężająco- zmiękczone w piecu przepychowym w temperaturze 720°C i wystudzono z piecem. Po tej obróbce

3.2. INDUSTRIAL SMELTING

The heats of two grades of nanobainitic steels with the designed compositions given in Table 2 were made at Alchemia S.A. Oddział Stalownia Batory. When determining the ingot formats and weights, the possibility of obtaining a high hot work reduction ratio and the largest possible material yield in the entire production process was taken into account. Both heats were made according to the same technology in an EBT electric arc furnace. After obtaining the assumed chemical composition for liquid steel in the EBT furnace, secondary treatment of steel was carried out using a VAD device, including final deoxidation, supplementing of the chemical composition, degassing and temperature homogenisation. The results of chemical analysis performed on samples taken immediately before casting into moulds are given in Table 3. The contents of all analysed elements in the heats were in accordance with the required ranges given in Table 2.

After processing in VAD and obtaining the required chemical composition, the steel was cast in argon gas into a casting set consisting of three Q8 ingot moulds. The weight of the Q8 ingot without a riser was approx. 6700 kg. After solidification and removal of the ingots from the ingot moulds, stress relief and softening annealing were carried out in a pusher furnace at 720°C and cooled with the fur-

Tabela 3. Wyniki finalnej wytopowej analizy chemicznej pierwiastków podstawowych i domieszkowych w wytopach przemysłowych stali nanobainitycznych NBA-P1 i NBA-P2

Table 3. Results of melt chemical analysis of basic and additional elements in industrial heats of NBA-P1 and NBA-P2 nanobainitic steels

Oznaczenie stali, nr wytopu ■ Steel ID, Heat No.	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Al _{met}	Al _{calc}	N ppm	O ppm	H ppm
NBA-P1, 882917	0,60	1,69	1,65	0,010	0,004	1,41	0,59	0,022	0,023	32	9	0,76
NBA-P2, 883040	0,56	1,85	1,75	0,013	0,003	1,49	0,74	0,024	0,026	20	16	0,55

Rys. 3. Fotografie wlewków formatu Q8 z wytopu nr 882917 – gatunek stali NBA-P1 (a) oraz z wytopu nr 883040 – gatunek stali NBA-P2 (b)
Fig. 3. Photographs of Q8 ingots from heat No. 882917 – steel grade NBA-P1 (a) and from heat No. 883040 – steel grade NBA-P2 (b)

twardość wlewków wynosiła 253÷254 HBW. Stwierdzono, że powierzchnia wlewków jest dobrej jakości, bez pęknięć, nieciągłości lub nierówności (Rys. 3).

3.3. PRZYGOTOWANIE WSADÓW DO WALCOWANIA BLACH

Według opracowanego schematu technologicznego wytwarzania blach, wsadem do walcowania były slaby kute wzdłużnie (długość slabu równoległa do wysokości wlewa) o wymiarach nominalnych 120 mm × 800 mm × 1350 mm z wlewków typu Q8. Kucie wykonano w Alchemii S.A. Oddział Kuźnia Batory. Wlewki nagrzewano z piecem do temperatury 1200°C, a następnie wytrzymało w tej temperaturze przez 30 godzin w celu zmniejszenia stopnia segregacji pierwiastków. Kucie wykonano w zakresie temperatury 1200÷900°C z dopuszczalnym spadkiem temperatury w obszarze naroży i warstwy powierzchniowej do ok. 850°C. Z każdego wlewa wykonano 2 slaby o długości ok. 4400 i 3200 mm, które bezpośrednio po kuciu umieszczono w piecu grzewczym o temperaturze ok. 600°C, a następnie studzono z piecem do temperatury otoczenia. Po studzeniu slaby poddano operacji prostowania na zimno, a następnie podzielono na odcinki wsadowe do walcowania blach. Po cięciu wykonano pomiary grubości i szerokości slabów: grubość mieściła się w zakresie 129÷132 mm, szerokość w zakresie 803÷810 mm, a długość w zakresie 1365÷1370 mm. Gotowe slaby (Rys. 4) poddano obserwacjom powierzchni oraz obszarów naroży. Nie stwierdzono wad powierzchniowych, które mogłyby w istotny sposób wpłynąć na dalszy proces przeróbki plastycznej metodą walcowania na gorąco. Wszystkie slaby z obydwóch wytopów (nr 882917 – gatunek stali NBA-P1 i nr 883040 – gatunek stali NBA-P2) spełniły wymagania w zakresie geometrii, wymiarów oraz jakości powierzchni.

nace. After this procedure, the hardness of the ingots was 253–254 HBW. It was found that the surface of the ingots was of good quality, without cracks, discontinuities or unevenness (Fig. 3).

3.3. PREPARATION OF CHARGES FOR PLATE ROLLING

According to the developed technological route for plate production, the rolling charge consisted of longitudinally forged slabs (slab length parallel to the ingot height) with nominal dimensions of 120 mm × 800 mm × 1350 mm from Q8 ingots. The forging was carried out at Alchemia S.A. Oddział Kuźnia Batory. The ingots were heated with the furnace to 1200°C, and then held at this temperature for 30 hours to reduce the degree of segregation of elements. The forging was carried out in the temperature range of 1200–900°C with an acceptable temperature drop in the area of the corners and surface layer to approx. 850°C. Two 4400 and 3200 mm long slabs were made from each ingot and placed in a heating furnace at approx. 600°C immediately after forging, and then cooled with the furnace to ambient temperature. After cooling, the slabs were subjected to cold straightening and then divided into charge sections for plate rolling. After cutting, the slab thickness and width were measured: the thickness was in the range of 129–132 mm, the width in the range of 803–810 mm, and the length in the range of 1365–1370 mm. Finished slabs (Fig. 4) were subjected to observations of the surface and corner areas. There were no surface defects that could significantly affect the further process of plastic working using hot rolling. All slabs from both heats (No. 882917 – NBA-P1 steel grade and No. 883040 – NBA-P2 steel grade) met the requirements for geometry, dimensions and surface quality.



Rys. 4. Slaby kute z wytopu 882917 – stal NBA-P1 przygotowane w formie odcinków wsadowych do walcowania na gorąco blach
Fig. 4. Slabs forged from heat 882917 – NBA-P1 steel prepared in the form of charge sections for hot rolling of plates

4. WYTWORZENIE BLACH ARKUSZOWYCH Z ZAPROJEKTOWANYCH GATUNKÓW STALI NANOBAINITYCZNEJ

Slaby wykonane w sposób opisany w podrozdziale 3.3 przekazano do Walcowni Blach Batory w celu wytworzenia blach arkuszowych, o wymiarach 1500 mm × 2470 mm o grubości nominalnej w zakresie 6,0÷8,5 mm, metodą walcowania na gorąco. Proces wytwarzania blach obejmował nagrzewanie i wygrzewanie slabów w temperaturze 1250°C, walcowanie

4. PRODUCTION OF PLATES FROM THE DESIGNED NANOBAINITIC STEEL GRADES

The slabs obtained in the manner described in subsection 3.3 were transferred to Walcownia Blach Batory in order to produce 1500 mm × 2470 mm plates with a nominal thickness in the range of 6.0–8.5 mm using hot rolling. The plate production process included heating and annealing of slabs at 1250°C, hot rolling in a reversing quarto rolling mill (Fig. 5), slowed cooling after rolling (from surface tem-

na gorąco w walcierce nawrotnej kwarto (Rys. 5), spowolnione chłodzenie po walcowaniu – od temperatury powierzchni ok. $200\div 300^{\circ}\text{C}$ chłodzenie w stosach (Rys. 6), cięcie wstępne, wyżarzanie zmiękczające w temperaturze 680°C przez 6 godzin z następnym chłodzeniem z piecem do temperatury otoczenia oraz cięcie na arkusze o wymiarach $1500\text{ mm} \times 2470\text{ mm}$. Chłodzenie w stosach zapobiega pękaniu blach, natomiast twardość blach jest zbyt wysoka (do ok. $735\text{ HV}/\sim 697\text{ HB}$), aby w tym stanie stosować cięcie na nożycy gilotynowej lub prostowanie i dlatego niezbędne jest wykonanie obróbki zmiękczającej. Po zmiękczaniu z zastosowaniem podanych powyżej parametrów, twardość blach uległa zmniejszeniu do ok. 350 HBW . Ponieważ po zastosowanym zmiękczaniu także występowały trudności w cięciu za pomocą nożycy gilotynowej, podział na arkusze wykonano metodą cięcia palnikiem gazowym. Po pocięciu arkusze poddano próbie prostowania, która nie we wszystkich przypadkach doprowadziła do otrzymania wymaganej płaskości. Część z blach nie spełniła także wymagań w zakresie tolerancji grubości w odniesieniu do założeń projektowych – uzyskano grubości większe od założonych o $3,5\div 14\%$. W kilku przypadkach dla blach najcieńszych o grubości nominalnej 6 mm , otrzymana grubość była większa o ok. 20% . Prawdopodobnymi głównymi przyczynami trudności w osiągnięciu zakładanej grubości i płaskości był nierównomierny rozkład odkształcenia w walcowanym paśmie w trakcie ostatnich przepustów oraz niewystarczająca plastyczność blach po operacji zmiękczania. Operacje technologiczne obejmujące walcowanie w finalnych przepustach, zmiękczanie po walcowaniu i prostowanie wymagają dalszej analizy i dopracowania, ponieważ były to pierwsze próby walcowania blach ze stali nanobainitycznych w walcierce kwarto w warunkach przemysłowych. Parametry wytworzonych blach w zakresie wymiarów arkuszy oraz jakości powierzchni spełniły wymagania określone dla kolejnego etapu przetwarzania, w celu uzyskania elementów do opancerzenia kontenera LOOK.

perature of approx. $200\text{--}300^{\circ}\text{C}$ – cooling in stacks (Fig. 6), pre-cutting, softening annealing at 680°C for 6 hours with subsequent cooling with the furnace to ambient temperature, and cutting into $1500\text{ mm} \times 2470\text{ mm}$ formats. Stack cooling prevents plate cracking, while the hardness of the plates is too high (up to approx. $735\text{ HV}/\sim 697\text{ HB}$) to carry out cutting with shears or straightening in this condition, which is why softening treatment is necessary. After softening using the parameters given above, the hardness of the plates was reduced to approx. 350 HBW . Since, after softening, there were also difficulties in cutting with shears, the division into plates was made using a gas torch. After cutting, the plates were subjected to a straightening test, which did not lead to the required flatness in all cases. Some of the plates also did not meet the requirements for thickness tolerance in relation to the design assumptions – thickness greater than the assumed by $3.5\text{--}14\%$ was obtained. In several cases, the obtained thickness was about 20% higher for the thinnest plates with a nominal thickness of 6 mm . The probable main reasons for the difficulties in achieving the assumed thickness and flatness were the uneven distribution of deformation in the rolled band during final passes and insufficient plasticity of the plates after the softening operation. Technological operations involving rolling in final passes, softening after rolling and straightening require further analysis and refinement, as these were the first attempts to roll nanobainitic steel plates in a reversible quarto rolling mill in industrial conditions. The parameters of the manufactured plates, in terms of dimensions and surface quality, met the requirements set for the next stage of processing in order to obtain the armouring components of the LOOK container.



Rys. 5. Walcowanie na gorąco blachy ze stali nanobainitycznej

Fig. 5. Hot rolling of a nanobainitic steel plate



Rys. 6. Spowolnione stygnięcie w stosie po walcowaniu blach ze stali nanobainitycznej

Fig. 6. Slowed cooling of a stack after the rolling of nanobainitic steel plates

5. BADANIA BLACH ZE STALI NANOBAINITYCZNYCH WYTWORZONYCH W PROCESIE PRZEMYSŁOWYM W CELU OPRACOWANIA PARAMETRÓW FINALNEJ OBRÓBKIE CIEPLNEJ GATUNKÓW NBA-P1 I NBA-P2

5.1. FINALNY SKŁAD CHEMICZNY BLACH ZE STALI NBA-P1 I NBA-P2

W tabeli 4 podano średnie zawartości pierwiastków oznaczone w próbkach z blach wykonanych w warunkach przemysłowych z wytopów stali NBA-P1 (w skrócie P1) i NBA-P2 (w skrócie P2). Skład chemiczny blach nie różni się istotnie od analizy wytopowej podanej w tabeli 3. Wartości M_S oraz C_{EH} obliczone dla składów finalnych wyrobów są bliskie wartościom projektowanym, podanym w tabeli 2 dla składu średniego.

Tabela 4. Średnie zawartości pierwiastków oznaczone w próbkach z blach z wytopów przemysłowych stali nanobainitycznych NBA-P1 i NBA-P2

Table 4. Average content of elements determined in samples of plates from industrial heats of the NBA-P1 and NBA-P2 nanobainitic steels

Nr wytopu ■ Heat No.	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Al _c	N [ppm]	O [ppm]	M_S (obl. ■ calc)* [°C]	C_{EH}
882917 NBA-P1	0,60	1,69	1,60	0,012	0,004	1,40	0,58	0,022	25	12	200	1,95
883040 NBA-P2	0,56	1,82	1,73	0,017	0,004	1,46	0,74	0,024	27	11	211	2,04

5.2. WPŁYW PARAMETRÓW OBRÓBKIE CIEPLNEJ WYKONANEJ W WARUNKACH LABORATORYJNYCH NA WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNE BLACH ZE STALI P1 I P2

Na próbkach ze stali P1 i P2 przeprowadzono badania dylatometryczne w celu wyznaczenia temperatur przemian fazowych zachodzących w trakcie nagrzewania i chłodzenia. Wyznaczono następujące wartości temperatur charakterystycznych w trakcie nagrzewania: dla stali P1 – $Ac_1 = 747^\circ\text{C}$, $Ac_3 = 847^\circ\text{C}$ oraz dla stali P2 – $Ac_1 = 750^\circ\text{C}$, $Ac_3 = 848^\circ\text{C}$. Wartości temperatury M_S dla wytopów stali P1 i P2 wyznaczono po austenitzowaniu w temperaturze 950°C w czasie 600 s, dla szybkości chłodzenia od 1°C/s , do 100°C/s . W badanym zakresie szybkości chłodzenia temperatura M_S zmieniła się w zakresie $187\div 220^\circ\text{C}$ dla stali P1 oraz w zakresie $194\div 211^\circ\text{C}$ dla stali P2, bez jednoznacznej zależności wartości M_S od szybkości chłodzenia. Stwierdzony rozrzut wartości M_S mógł być spowodowany niejednorodnością chemiczną próbek, typową dla wyrobów przemysłowych. Dla stosowanego w finalnej obróbce cieplej blach ze stali klasy NBA przedziału szybkości chłodzenia wynoszącego $1\div 5^\circ\text{C/s}$, średnie wartości M_S ustalone na podstawie pomiarów dylatometrycznych wynoszą: 213°C dla stali P1 oraz 201°C dla stali P2. Podane w tabeli 4 obliczone wartości M_S odnoszą się do przemiany zachodzącej przy dużych szybkościach chłodzenia. Dla szybkości chłodzenia $50\div 100^\circ\text{C/s}$, średnie wartości M_S ustalone na podstawie pomiarów dylatometrycznych wynoszą: 195°C dla stali P1 oraz 210°C dla stali P2.

W celu weryfikacji parametrów austenitzowania (temperatury i czasu), ustalonych na podstawie badania wytopów laboratoryjnych, na próbkach ze stali P1 wykonano testową obróbkę cieplną z zastosowaniem dwóch wartości temperatury austenitzowania: 930°C i 955°C i czasu austenitzowania 30 minut. Po obróbce cieplnej wykonano badania mikrostruktury w celu stwierdzenia poprawności zastosowanych parametrów na podstawie obecności wydzielen pierwotnych i wielkości ziarna byłego austenitu. Po auste-

5. EXAMINATION OF NANOBAINITIC STEEL PLATES PRODUCED IN AN INDUSTRIAL PROCESS TO DEVELOP PARAMETERS FOR FINAL HEAT TREATMENT OF THE NBA-P1 AND NBA-P2 GRADES

5.1. FINAL CHEMICAL COMPOSITION OF NBA-P1 AND NBA-P2 STEEL PLATES

Table 4 shows the average content of elements determined in samples of plates obtained in industrial conditions from NBA-P1 (abbreviated P1) and NBA-P2 (abbreviated P2) steel heats. The chemical composition of the plates does not differ significantly from the melt analysis, given in Table 3. The M_S and C_{EH} values calculated for the final product compositions are close to the designed values, given in Table 2 for the average composition.

5.2. IMPACT OF HEAT TREATMENT PARAMETERS CARRIED OUT IN LABORATORY CONDITIONS ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF P1 AND P2 STEEL PLATES

Dilatometric tests were conducted on samples of the P1 and P2 steel to determine phase transformation temperatures occurring during heating and cooling. The following temperature values characteristic during heating were determined: for steel P1 – $Ac_1 = 747^\circ\text{C}$, $Ac_3 = 847^\circ\text{C}$ and for steel P2 – $Ac_1 = 750^\circ\text{C}$, $Ac_3 = 848^\circ\text{C}$. The M_S temperature values for the P1 and P2 steel heats were determined after austenitising at 950°C for 600 s, for cooling rates from 1°C/s to 100°C/s . In the studied cooling rate range, M_S temperature varied in the $187\div 220^\circ\text{C}$ range for steel P1 and in the $194\div 211^\circ\text{C}$ range for steel P2, without a clear relationship between the M_S value and the cooling rate. The observed dispersion of the value of M_S may have been caused by the chemical heterogeneity of the samples, typical for industrial products. For the cooling rate range of $1\div 5^\circ\text{C/s}$ used for the final heat treatment of NBA grade steel plates, the average M_S values determined based on dilatometric measurement are: 213°C for the P1 steel and 201°C for the P2 steel. The calculated M_S values given in Table 4 refer to the transformation occurring at high cooling rates. For the cooling rate of $50\div 100^\circ\text{C/s}$, the average M_S values determined based on dilatometric measurement are: 195°C for the P1 steel and 210°C for the P2 steel.

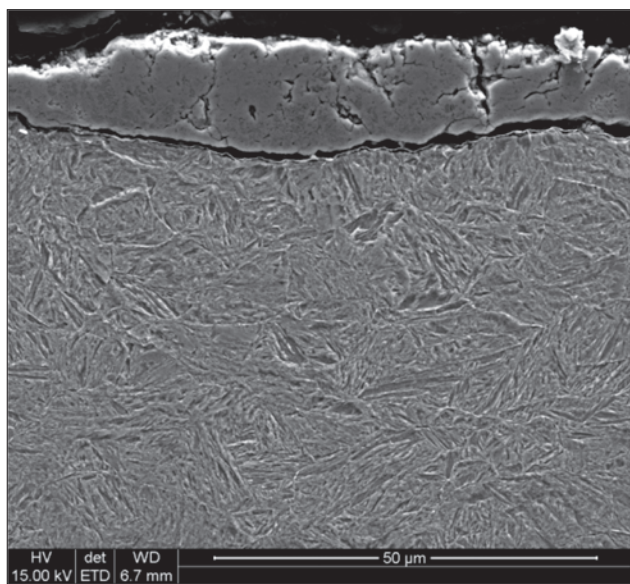
In order to verify the austenitising parameters (temperature and time) determined on the basis of laboratory ingots testing, the P1 steel samples were subjected to test heat treatment using two values of austenitising temperature: 930°C and 955°C and 30 minutes austenitising time. After heat treatment, the microstructure was examined to determine the correctness of the used parameters based on the presence of primary precipitates and the grain size of former austenite. After austenitising at 930°C , Cr and Mo carbide particles were found, while after austenitising at 955°C , car-

nityzowaniu w temperaturze 930°C stwierdzono obecność cząstek węglików Cr i Mo, natomiast po austenitowaniu w temperaturze 955°C sporadycznie występowały węgliki o wielkości poniżej 200 nm. Uwzględniając wyniki badań, wykonanych na wytopach laboratoryjnych i przemysłowych, dla blach wytworzonych w procesie przemysłowym przyjęto temperaturę austenitowania w procesie finalnej obróbki cieplnej równą 950°C i czas wytrzymania w tej temperaturze 30 minut.

5.3. MIKROSTRUKTURA BLACH ZE STALI P1 I P2

Wyniki szczegółowych badań mikrostruktury blach ze stali P1 i P2 po finalnej obróbce cieplnej wykonanej w warunkach laboratoryjnych, w tym wyniki pomiarów ułamka objętości blokowego i listwowego austenitu resztkowego oraz analizy zawartości pierwiastków stopowych w pasmach segregacyjnych, zawiera publikacja [30]. W niniejszym podrozdziale zamieszczono wyniki badania mikrostruktury po wybranych etapach technologii wytwarzania blach, w celu ustalenia potencjalnych zagrożeń powstawania niepożądanych składników fazowych i mikrostrukturalnych.

W procesie wysokotemperaturowego wygrzewania przed walcowaniem, w stosowanym zakresie temperatury 1200–1250°C, w warunkach atmosfery powietrza nie następuje istotne odwęglenie powierzchniowe – z powodów podanych w podrozdziale 2.4, natomiast powstaje warstwa zgorzeliiny stosunkowo silnie związana z powierzchnią slabów. W przypadku stali nanobainitycznych zawierających krzem jako pierwiastek stopowy, na powierzchni powstaje eutektyka $\text{FeO-Fe}_2\text{SiO}_4$ o temperaturze topnienia 1173°C [31], która intensyfikuje utlenianie i może tworzyć ściśle przylegającą warstwę, trudną do usunięcia w procesie zbijania zgorzeliiny, co wpływa na obniżenie jakości powierzchni walcowanego pasma. Na rys. 7 zamieszczono obraz mikrostruktury na przekroju blachy o grubości 6 mm ze stali P1, chłodzonej w spokojnym powietrzu po walcowaniu na gorąco. Mikrografia obejmuje warstwę przypowierzchniową blachy



Rys. 7. Mikrostruktura przypowierzchniowej utlenionej warstwy blachy ze stali P1 o grubości 6 mm po walcowaniu na gorąco i chłodzeniu w spokojnym powietrzu; skaningowy mikroskop elektronowy

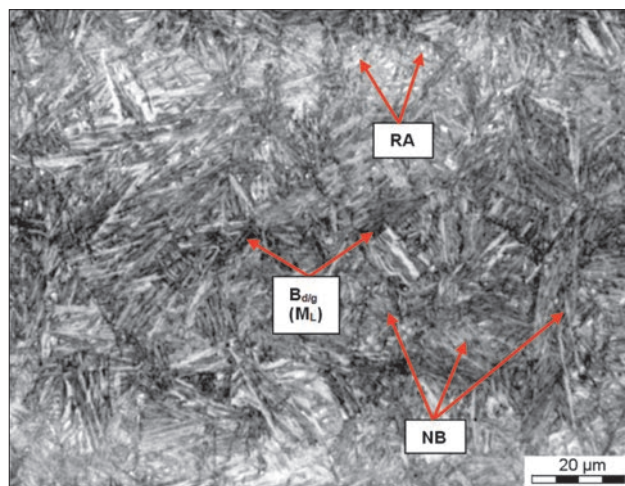
Fig. 7. Microstructure of a 6 mm thick subsurface oxidised layer of a P1 steel plate after hot rolling and cooling in still air; scanning electron microscope

bides smaller than 200 nm sporadically appeared. Taking into account the results of tests carried out on laboratory and industrial heats, for plates manufactured in the industrial process, an austenitising temperature of 950°C and a time of holding at this temperature for 30 minutes was assumed for the final heat treatment process.

5.3. MICROSTRUCTURE OF P1 AND P2 STEEL PLATES

The results of detailed examination of the microstructure of P1 and P2 steel plates after final heat treatment performed in laboratory conditions, including the results of measurement of the volume fraction of retained block and lath austenite, and analysis of the content of alloying elements in segregation bands, are published in [30]. This subsection presents the results of microstructure examination after selected stages of plate production technology to determine the potential risks of undesirable phase and microstructural constituents.

In the high-temperature heating before rolling, in the applied temperature range of 1200–1250°C, there is no significant surface decarburisation in the atmosphere of the air – for the reasons given in subsection 2.4, while a scale layer is formed, which is strongly bonded to the slabs' surface. In the case of nanobainitic steels containing silicon as an alloying element, the $\text{FeO-Fe}_2\text{SiO}_4$ eutectic with a melting point of 1173°C is formed on the surface [31], which intensifies oxidation and can form a tightly adherent layer, difficult to remove in the process of descaling, which reduces the surface quality of the rolled band. Fig. 7 presents an image of a microstructure on a cross-section of a 6 mm thick P1 steel plate, cooled in still air after hot rolling. The micrograph includes the plate's top layer and the oxide layer. In the subsurface layer of the plate, there is a homogeneous martensitic



Rys. 8. Mikrostruktura w środkowym obszarze przekroju poprzecznego blachy o grubości 8,3 mm ze stali nanobainitycznej P2 po obróbce cieplnej wykonanej w warunkach laboratoryjnych: austenitowanie w temperaturze 950°C w czasie 30 minut, chłodzenie do temperatury 215°C i wytrzymanie w tej temperaturze w ciągu 96 godzin; mikroskop świetlny

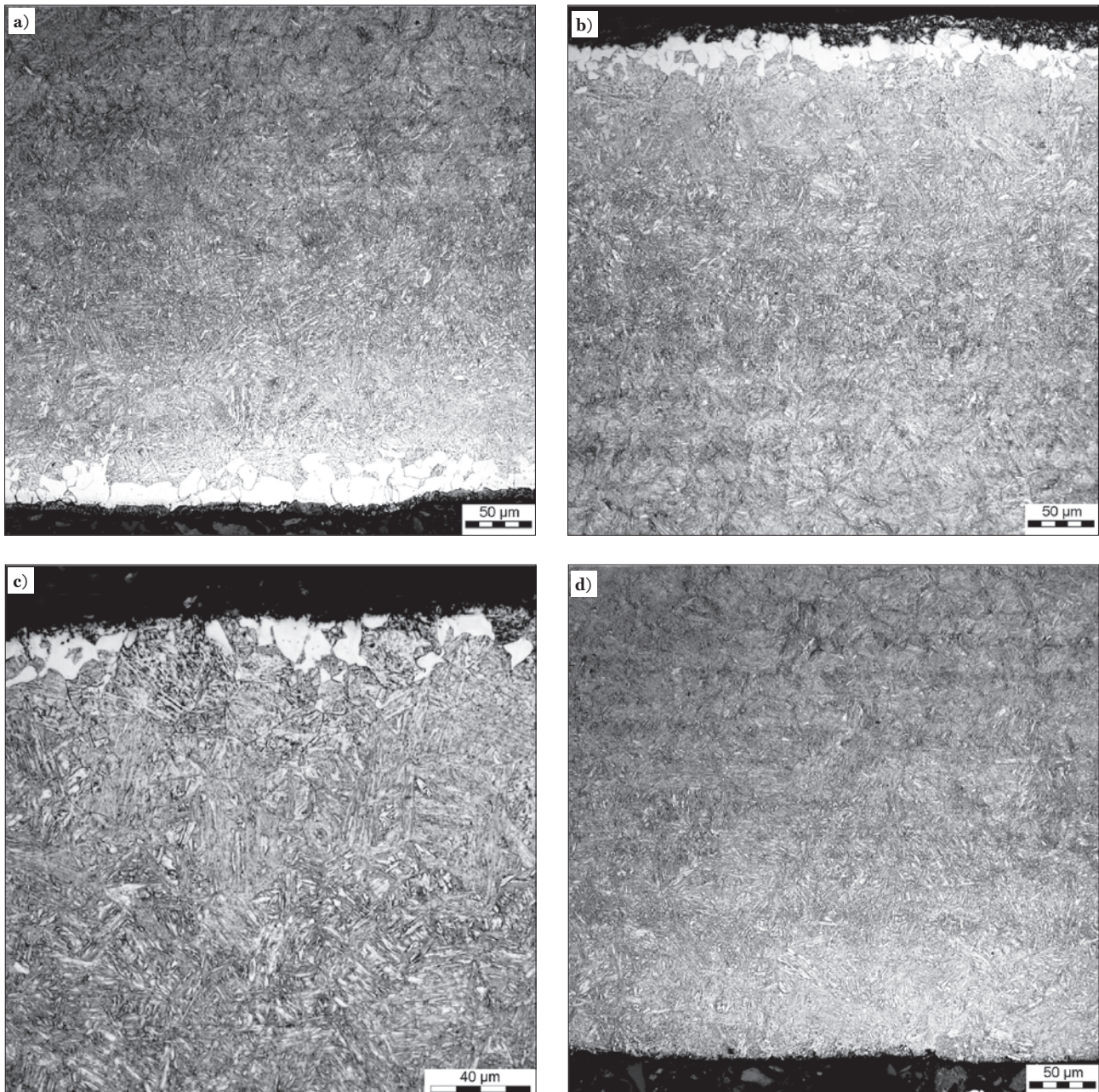
Fig. 8. Microstructure in the central cross-sectional area of a 8.3 mm thick P2 nanobainitic steel plate after heat treatment under laboratory conditions: austenitising at 950°C for 30 minutes, cooling to 215°C and holding at that temperature for 96 hours; light microscope

i warstwę tlenków. W warstwie przypowierzchniowej blachy występuje jednorodna mikrostruktura martenzytyczna powstała w wyniku chłodzenia blachy w powietrzu po walcowaniu na gorąco (nie można wykluczyć także udziału bainitu w powstałej mikrostrukturze), natomiast nie stwierdzono warstwy odwęglonej w sposób zupełny lub niezupełny.

Typową pasmowość mikrostrukturalną występującą w stali nanobainitycznej po przeróbce plastycznej i finalnej obróbce cieplnej ilustruje obraz mikrostruktury na rys. 8. Głównym składnikiem mikrostruktury jest nanobainit, widoczny w postaci pakietów nanolistew. Nanolistwy o średniej grubości poniżej 100 nm są identyfikowalne przy dużych powiększeniach, typowych dla transmisyjnego mikroskopu elektronowego [30]. Poza pakietami nanobainitu – NB na

microstructure resulting from the cooling of the plate in the air after hot rolling (the content of bainite in the resulting microstructure cannot be excluded), but no completely or partially decarburised layer was found.

The typical microstructural banding occurring in nanobainitic steel after plastic working and final heat treatment is illustrated by the microstructure image in Fig. 8. The main component of the microstructure is nanobainite, visible in the form of nano-lath packets. Nano-laths with an average thickness below 100 nm are identifiable at high magnifications, typical for a transmission electron microscope [30]. In addition to the packages of nanobainite – NB on micrographs in Fig. 8, there is significantly more retained block austenite – RA in light bands (with higher elemental



Rys. 9. Mikrostruktura warstwy przypowierzchniowej w różnych obszarach na przekroju poprzecznym blachy o grubości 8,3 mm ze stali nanobainitycznej P2 po zmiękczaniu w warunkach przemysłowych (wygrzewanie w temperaturze 680°C przez 6 godzin) i obróbce cieplnej wykonanej w warunkach laboratoryjnych: austenityzowanie w temperaturze 950°C w czasie 30 minut, chłodzenie do temperatury 215°C i wytrzymanie w tej temperaturze w ciągu 96 godzin; mikroskop świetlny

Fig. 9. Microstructure of the subsurface layer in various cross-sectional areas of a 8.3 mm thick P2 nanobainitic steel plate after softening under industrial conditions (annealing at 680°C for 6 hours) and heat treatment under laboratory conditions: austenitising at 950°C for 30 minutes, cooling to 215°C and holding at that temperature for 96 hours; light microscope

mikrografii na rys. 8, w pasmach jasnych (o wyższym stężeniu pierwiastków i o niższej twardości) występuje istotnie więcej resztkowego austenitu blokowego – RA, natomiast pasma ciemne (o niższym stężeniu pierwiastków i o wyższej twardości) zawierają bainit dolny i prawdopodobnie bainit górny – $B_{d/g}$, a także listwy martenzytu – M_T .

Badania mikrostruktury warstwy przypowierzchniowej na przekroju poprzecznym blach ze stali nanobainitycznej poddanych zmiękczeniu w warunkach przemysłowych (wyrzwanie w temperaturze 680°C przez 6 godzin), a następnie obróbce finalnej wykonanej w warunkach laboratoryjnych, wykazały występowanie obszarów zupełnego i/lub niezupełnego odwęglenia (Rys. 9) w postaci ciągłej warstwy odwęglenia zupełnego (Rys. 9a,b), miejscowego odwęglenia zupełnego (Rys. 9c) lub odwęglenia niezupełnego (Rys. 9d). Sumaryczna grubość warstwy zupełnego i niezupełnego odwęglenia wynosi maksimum ok. 0,5 mm, ale jej wpływ na właściwości użytkowe blachy może być istotny. Zgodnie z mechanizmem powstawania warstwy odwęglonej opisanym w podrozdziale 2.4, obserwowane odwęglenie powstało głównie w trakcie wygrzewania zmiękczającego blach poniżej temperatury A_{c1} .

5.4. USTALENIE PARAMETRÓW FINALNEJ OBRÓBKIE CIEPLNEJ BLACH ZE STALI P1 I P2 W WARUNKACH PRZEMYSŁOWYCH

Dobór parametrów finalnej obróbki cieplnej blach ze stali nanobainitycznej w warunkach przemysłowych wykonano na podstawie wyników badań właściwości mechanicznych i mikrostruktury próbek z blach ze stali P1 i P2 wygrzewanych izotermicznie w zakresie temperatury $M_S + (10 \div 25)^\circ\text{C}$, w ciągu 72–120 godzin, z zastosowaniem następujących parametrów:

- dla stali P1: 210°C/96 godz.; 210°C/120 godz.; 215°C/96 godz.; 225°C/72 godz.
- dla stali P2: 210°C/48 godz.; 210°C/72 godz.; 210°C/96 godz.; 210°C/120 godz.; 215°C/96 godz.; 225°C/72 godz.

Szczegółowe wyniki badań właściwości wytrzymałościowych podano w [30]. Najkorzystniejszy zestaw wartości parametrów wytrzymałościowych i uduerności (założone minimalne wartości: $R_m > 2,0$ GPa, $R_{p0,2} > 1,3$ GPa, $A > 12\%$, $KV_{40} > 12$ J), uzyskano dla następujących wariantów obróbki cieplnej dla obydwu badanych stali: 210°C/96 godzin oraz 210°C/120 godzin. Wartości parametrów wytrzymałościowych zbliżone do poziomów wymaganych osiągnięto także dla wariantu 225°C/72 godziny. Na podstawie wyników wszystkich wykonanych badań ustalono następujące parametry przemysłowej finalnej obróbki cieplnej blach ze stali P1 i P2:

1. formowanie wsadu do obróbki cieplnej: pojedyncze blachy lub pakiety blach umożliwiające równomierny rozkład temperatury w trakcie chłodzenia z temperatury austenitowania z szybkością określoną w (4)
2. nagrzewanie do temperatury austenitowania: nagrzewanie wsadu z piecem lub ładowanie do nagrzanego pieca
3. parametry austenitowania: 950±10°C, 30 minut; zalecana atmosfera obojętna lub o niskim potencjale utleniającym
4. chłodzenie od temperatury austenitowania do temperatury wygrzewania izotermicznego: równomierne chłodzenie z szybkością w każdej części blachy większą niż 1,0°C/s
5. ładowanie do pieca do wygrzewania izotermicznego: bezpośrednio przed ładowaniem uzyskanie temperatury w każdej części blachy w zakresie 215(+15)°C

concentration and lower hardness), while dark bands (with lower elemental concentration and higher hardness) contain lower bainite and probably upper bainite – $B_{d/g}$, as well as martensite laths – M_T .

The study on the microstructure of the subsurface layer on the cross-section of nanobainitic steel plates subjected to softening in industrial conditions (heating at 680°C for 6 hours), and then final treatment performed in laboratory conditions, showed the occurrence of areas of complete and/or incomplete decarburisation (Fig. 9), in the form of a continuous layer of complete decarburisation (Fig. 9a), b, local complete decarburisation (Fig. 9c) or incomplete decarburisation (Fig. 9d). The total thickness of the layer of complete and incomplete decarburisation is a maximum of approx. 0.5 mm, but its impact on the functional properties of the plate may be significant. According to the mechanism of formation of the decarburised layer described in subsection 2.4, the observed decarburisation occurred mainly during the softening annealing of the plates below temperature A_{c1} .

5.4. DETERMINATION OF THE PARAMETERS OF FINAL HEAT TREATMENT OF P1 AND P2 STEEL PLATES IN INDUSTRIAL CONDITIONS

The selection of parameters for the final heat treatment of nanobainitic steel plates in industrial conditions was made on the basis of the results of the examination of the mechanical properties and microstructure of samples from P1 and P2 steel plates isothermally annealed in the temperature range $M_S + (10-25)^\circ\text{C}$, within 72–120 hours, using the following parameters:

- for steel P1: 210°C/96 h.; 210°C/120 h.; 215°C/96 h.; 225°C/72 h
- for steel P2: 210°C/48 h.; 210°C/72 h.; 210°C/96 h.; 210°C/120 h.; 215°C/96 h.; 225°C/72 h.

Detailed results of strength properties examination are given in [30]. The most favourable set of strength and impact strength parameters (assumed minimum values: $R_m > 2.0$ GPa, $R_{p0,2} > 1.3$ GPa, $A > 12\%$, $KV_{40} > 12$ J) were obtained for the following heat treatment variants for both tested steel: 210°C/96 hours and 210°C/120 hours. Values of strength parameters close to the required levels were also achieved for the 225°C/72 hours variant. The following parameters of industrial final heat treatment of plates made of steel P1 and P2 were determined based on the results of all performed tests:

1. forming the charge for heat treatment: single plates or plate batches enabling even temperature distribution during cooling from the austenitising temperature at the rate specified in (4)
2. heating to the austenitising temperature: heating the charge along with the furnace or charging into a heated furnace
3. austenitising parameters: 950±10°C, 30 minutes; inert or low oxidising potential atmosphere recommended
4. cooling from austenitising temperature to isothermal annealing temperature: uniform cooling at a rate greater than 1.0°C/s in each part of the plate
5. loading into an isothermal annealing furnace: just before loading, obtaining a temperature in the range 215(+15)°C in each part of the plate

6. parametry wygrzewania izotermicznego: 215(±5°C), 96 godzin
7. chłodzenie po wygrzewaniu izotermicznym: spowolnione stygnięcie w otwartym wyłączonym piecu.

6. WARUNKI TECHNICZNE WYKONANIA PRZEMYSŁOWEJ OBRÓBKII CIEPLNEJ ARKUSZY BLACH ZE STALI NANOBAINITYCZNYCH NBA-P1 I NBA-P2

W ramach projektu POIR 04.01.04.-00-0047/16 wykonawcą finalnej obróbki cieplnej arkuszy blach ze stali nanobainitycznej w gatunkach P1 i P2, o wymiarach 1500×2500 mm i grubości w zakresie 6÷9 mm, jest HEATMASTERS Poland sp. z o.o. Do wykonania operacji opisanych w podrozdziale 5.4 pkt. 1–6 przygotowano linię technologiczną, wyposażoną w system pomiarowy parametrów procesu. Pojedynczy wsad stanowi 10 arkuszy blach podwieszonych w skonstruowanej w tym celu ramie, która umożliwia po austenitowaniu równomierne chłodzenie blach. Stosowany sposób usytuowania blach w trakcie obróbki minimalizuje ryzyko dodatkowych odkształceń i naprężeń, poza wynikającymi ze zmiany temperatury i z przemiany fazowej, które mogą spowodować nieuzyskanie wymaganej płaskości blach. Austenitowanie jest wykonywane w piecu elektrycznym U1016 o wymiarach 3,8 × 3,8 × 2,8 m, bez atmosfery ochronnej, w temperaturze 950°C. Krytyczną operacją technologii obróbki cieplnej jest chłodzenie obrabianej partii blach po austenitowaniu do temperatury obróbki izotermicznej w sposób równomierny, z szybkością minimum 1°C/s w odniesieniu do całej partii blach. W tym celu zastosowano układ dwóch wentylatorów, które działając naprzemiennie według opracowanego cyklu zapewniają równomierne odprowadzanie ciepła z powierzchni blach. Po osiągnięciu temperatury o 10÷15°C wyższej od temperatury przemiany izotermicznej wsad jest umieszczany w nagrzanym komorze elektrycznego pieca niskotemperaturowego U1015/2 o wymiarach 4,6 × 3,8 × 2,9 m w celu długotrwałego wygrzewania w temperaturze przemiany izotermicznej austenitu w nanobainit. Po wygrzewaniu blachy są studzone swobodnie w powietrzu. W trakcie poszczególnych operacji procesu obróbki cieplnej temperatura blach jest kontrolowana i rejestrowana za pomocą termopar przymocowanych do powierzchni arkuszy. Zapewnia to kontrolę i porównanie temperatury arkuszy zewnętrznych oraz arkuszy znajdujących się w środku obrabianego pakietu blach.

7. IDENTYFIKACJA KRYTYCZNYCH OPERACJI PROCESU TECHNOLOGICZNEGO WYTWARZANIA BLACH ARKUSZOWYCH ZE STALI NANOBAINITYCZNEJ W WARUNKACH PRZEMYSŁU KRAJOWEGO

Z analizy i oceny efektów kolejnych etapów wytwarzania i przetwarzania półwyrobów i blach arkuszkowych ze stali nanobainitycznej wynika, że krytycznymi operacjami mogącymi wpływać negatywnie na jakość i właściwości użytkowe wyrobów finalnych w postaci arkuszy blach o ultrasilnej wytrzymałości minimum 1,9 GPa są:

- wygrzewanie ujednorodniające rozkład pierwiastków segregujących w trakcie krzepnięcia wlewków

6. isothermal annealing parameters: 215(±5°C), 96 hours
7. cooling after isothermal annealing: slowed down cooling in an open switched-off furnace.

6. TECHNICAL CONDITIONS FOR INDUSTRIAL HEAT TREATMENT OF NBA-P1 AND NBA-P2 STEEL PLATES

In the POIR 04.01.04.-00-0047/16 project, the final heat treatment of P1 and P2 nanobainitic steel plates, with dimensions of 1500×2500 mm and thickness in the range of 6–9 mm, is carried out by HEATMASTERS Poland sp. z o.o. A technological line, equipped with a process parameter measuring system, was prepared to perform the operations described in subsection 5.4 items 1–6. A single charge consists of 10 plate sheets suspended in a frame constructed for this purpose, which allows for uniform cooling of the plates after austenitising. The method used to position the plates during heat treatment minimises the risk of additional deformations and stresses, in addition to those resulting from temperature changes and phase transformation, which may result in failure to achieve the required flatness of the plates. Austenitising is performed in a 3.8 × 3.8 × 2.8 m U1016 electric furnace without a protective atmosphere at 950°C. The critical operation of heat treatment technology is cooling the processed batch of plates after austenitising to isothermal treatment temperature, in a uniform manner, with a minimum rate of 1°C/s for the entire batch of plates. For this purpose, a system of two fans is used, which, acting alternately according to the developed cycle, ensure even heat dissipation from the plate surface. After reaching a temperature 10–15°C higher than the isothermal transformation temperature, the charge is placed in a heated chamber of a 4.6 × 3.8 × 2.9 m U1015/2 low-temperature electric furnace for long-term treatment at the isothermal transformation temperature of austenite in nanobainite. After the treatment, the plates are cooled freely in the air. During heat treatment operations, the temperature of the plates is controlled and recorded with thermocouples attached to the surface of the sheets. This provides control and comparison of the temperature of the outer plates and the plates in the centre of the plate batch being processed.

7. IDENTIFICATION OF CRITICAL OPERATIONS OF THE TECHNOLOGICAL PROCESS OF PRODUCING NANOBAINITIC STEEL PLATES IN DOMESTIC INDUSTRY CONDITIONS

The analysis and assessment of the effects of subsequent stages of the production and processing of nanobainitic steel semi-finished products and plates show that critical operations that may have a negative impact on the quality and performance of final products in the form of plates with ultra-high strength of a minimum of 1.9 GPa are:

- annealing homogenising the distribution of segregating elements during ingot solidification

- ostatnie przepusty walcowania na gorąco, od których zależy dokładność osiągnięcia założonej grubości i płaskości blach
- obróbka zmiękczająca i uzależniona od efektów zmiękczenia operacja prostowania
- etap finalnej obróbki cieplnej arkuszy blach obejmujący regulowane chłodzenie od temperatury austenitowania do temperatury wygrzewania izotermicznego.

Na podstawie dotychczas zgromadzonej wiedzy w wyniku wykonanych eksperymentów w warunkach laboratoryjnych, półprzemysłowych i przemysłowych, a także analiz teoretycznych dotyczących projektowania i wytwarzania gatunków stali nanobainitycznych i blach arkuszowych z tych stali można sformułować kierunki modyfikacji technologii, które zmniejszają lub eliminują zagrożenia pogorszenia właściwości blach, powstające w trakcie wykonywania wymienionych powyżej operacji technologicznych.

Wygrzewanie ujednorodniające

Niejednorodność rozmieszczenia pierwiastków stopowych pozostająca po kolejnych etapach przetwarzania w wyrobach finalnych może istotnie obniżyć właściwości użytkowe blach ze stali nanobainitycznych. W ciągu technologicznym wytwarzania blach ze stali nanobainitycznych stopień segregacji finalnej najskuteczniej można zmniejszyć podwyższając temperaturę wygrzewania ujednorodniającego wlewków. Przykładowo, podwyższenie temperatury wygrzewania ujednorodniającego o 50°C zwiększa efekt homogenizacji wyrażonej średnią drogą dyfuzji dla manganu i molibdenu o ok. 40%. Z obliczeń wykonanych z wykorzystaniem zależności (1) – (3) wynika, że podwyższenie temperatury wygrzewania homogenizującego od 1200°C do 1250°C zwiększa średnią drogę dyfuzji atomów Mn i Mo w wyniku wygrzewania w czasie 24 godzin – odpowiednio – z 36 μm do 52 μm oraz z 44 μm do 61 μm.

Ostatnie przepusty walcowania blach

W zakresie temperaturowym typowym dla walcowania wysokotemperaturowego wyrobów stalowych, tj. w zakresie 1200÷900°C, stal nanobainityczna charakteryzuje się dobrą odkształcalnością, ale obniżanie temperatury odkształcenia istotnie zwiększa naprężenie uplastyczniające. W celu zachowania jednorodnego odkształcenia blachy na przekroju i uniknięcia zniekształceń i niedotrzymania tolerancji grubości, minimalna temperatura warstwy powierzchniowej w każdej części pasma w trakcie walcowania powinna być wyższa niż 850°C.

Obróbka zmiękczająca i prostowanie blach

Po walcowaniu i spowolnionym chłodzeniu zapobiegającym powstawaniu pęknięć zbyt wysoka twardość blach ze stali nanobainitycznej może uniemożliwiać wykonanie prostowania i cięcia. Z tego powodu stosowana jest operacja zmiękczenia polegająca na wygrzewaniu blach poniżej temperatury A_{c1} . Obróbka ta powoduje jednak odwęglenie przy powierzchniowej warstwy blach (i zmniejszenie zawartości węgla w warstwach głębszych), a wytworzona mikrostruktura w postaci sferoidytu węglkowego w osnowie zrekrytalizowanego ferrytu powstałego z martenzytu nie gwarantuje wystarczającej podatności blach do prostowania i obróbek mechanicznych. Alternatywną obróbką zmiękczającą w stosunku do wygrzewania w zakresie ferrytycznym (martenzytyczno-bainitycznym) jest przeprowadzenie przemiany perlitycznej bezpośrednio po walcowaniu, w sposób opisany w podrozdziale 2.5. Ochłodzenie blachy z temperatury austenitowania do zakresu 670÷710°C (optymalnie 680°C) i wygrzewanie przez 2,5–3 godzin w celu wytworzenia struk-

- final hot rolling passes, which affect the accuracy of achieving the assumed thickness and flatness of the plates
- softening treatment and straightening operation dependent on softening effects
- the stage of final heat treatment of the plate sheets including controlled cooling from the austenitising temperature to the isothermal annealing temperature.

Based on the knowledge accumulated so far as a result of experiments carried out in laboratory, semi-industrial and industrial conditions, as well as theoretical analyses regarding the design and production of nanobainitic steel grades and plates made of these grades, directions for technology modification can be formulated that reduce or eliminate threats of plate deterioration, arising during the performance of the above-mentioned technological operations.

Homogenisation annealing

The heterogeneity of the distribution of alloying elements that remains after subsequent processing stages in final products can significantly reduce the performance of nanobainitic steel plates. During the technological production of nanobainitic steel plates, the degree of final segregation can be most effectively reduced by increasing the homogenisation annealing temperature of the ingots. For example, increasing the homogenisation annealing temperature by 50°C increases the homogenisation effect expressed by the average diffusion pathway for manganese and molybdenum by approx. 40%. Calculations made using the relations (1) – (3) show that increasing the homogenisation temperature from 1200°C to 1250°C increases the average diffusion path of Mn and Mo atoms as a result of annealing during 24 hours from 36 μm to 52 μm and from 44 μm to 61 μm respectively.

Final plate rolling passes

In the temperature range typical for high-temperature rolling of steel products, i.e. in the range of 1200 – 900°C, nanobainitic steel is characterised by good deformability, but lowering the deformation temperature significantly increases the flow stress. In order to maintain a uniform deformation of the plate in the cross-section and to avoid distortions and breach of thickness tolerance, the minimum surface layer temperature in each part of the band during rolling should be higher than 850°C.

Softening treatment and plate straightening

After rolling and slowed cooling to prevent cracks, too high nanobainitic steel plate hardness may prevent straightening and cutting. For this reason, the softening operation, which consists in annealing the plates below temperature A_{c1} , is used. However, this treatment causes decarburisation of the subsurface layer of plates (and reduction of carbon content in deeper layers), and the microstructure produced in the form of carbide spheroidite in the matrix of recrystallised ferrite formed from martensite does not guarantee sufficient susceptibility of the plates to straightening and mechanical treatments. The performance of pearlitic transformation immediately after rolling, as described in subsection 2.5, is an alternative softening treatment compared to annealing in the ferritic (martensitic-bainitic) range. Cooling of the plate from austenitising temperature to 670–710°C (optimally 680°C) and annealing for 2.5–3 hours to create a pearlitic structure results in lesser decarburisation than longer annealing in 6–8 hours in a martensitic-bainitic state at the temperature range of 680°C – A_{c1} .

tury perlitycznej, powoduje mniejsze odwęglenie niż dłuższe wygrzewanie w ciągu 6–8 godzin w stanie martenzytyczno-bainitycznym w temperaturze z zakresu 680°C – A_{c1} .

Regulowane chłodzenie od temperatury austenitizowania do temperatury przemiany izotermicznej austenitu w nanobainit

Na etapie finalnej obróbki cieplnej, składającej się z dwóch oddzielnych operacji – austenitizowania i wygrzewania izotermicznego – najtrudniejszym do wykonania zabiegiem, od którego zależy uzyskanie jednorodnych właściwości w całej objętości blachy na wymaganym poziomie, jest chłodzenie z temperatury austenitizowania do temperatury przemiany izotermicznej. Trudności te są większe w przypadku obróbki pakietu blach. Chłodzenie powinno się odbywać w sposób zapobiegający zajściu przemian dyfuzyjnych przed osiągnięciem temperatury przemiany izotermicznej, tj. z szybkością większą niż ok. 1,0°C/s, w sposób nie powodujący obniżenia temperatury żadnej części blachy poniżej temperatury górnej granicy temperaturowego zakresu obróbki izotermicznej. W pakiecie następuje oddziaływanie cieplne pomiędzy blachami i dlatego w celu przyspieszenia odbioru ciepła ze środkowych części pakietu stosowane jest regulowane chłodzenie strumieniami powietrza. Ustalenie optymalnego rozmieszczenia blach w pakiecie oraz parametrów chłodzenia strumieniami powietrza tylko z wykorzystaniem testów w warunkach rzeczywistych jest długotrwałe i pracochłonne i może nie doprowadzić do ustalenia optymalnych warunków chłodzenia. Pomocnym narzędziem w ustalaniu konfiguracji blach w pakiecie w zależności od ich grubości oraz parametrów chłodzenia strumieniem powietrza byłby numeryczny model cieplny chłodzenia pakietu blach.

8. PODSUMOWANIE

Prace nad rozwojem ultrawytrzymałych stali nanobainitycznych realizowane w Łukasiewicz – IMŻ weszły w fazę komercjalizacji. Obecnie celem badań i testów jest optymalizowanie parametrów technologii przemysłowej i uzyskanie powtarzalności poszczególnych etapów wytwarzania blach arkuszowych ze stali nanobainitycznej, aby finalne wyroby charakteryzowały się wysoką jakością i stabilnymi parametrami użytkowymi.

Przedstawiono kolejne etapy wytwarzania w warunkach krajowego przemysłu dwóch gatunków stali nanobainitycznych i blach arkuszowych z tych stali. Wytypy gatunków stali zaprojektowanych przez Łukasiewicz – IMŻ wykonano w Alchemii S.A. Oddział Stalownia Batory w elektrycznym piecu łukowym, poddano obróbce pozapiecowej i odlano do wlewnic. Po obróbce ujednorodniającej wlewków w Alchemii S.A. Oddział Kuźnia Batory wykonano wsady do walcowania blach w postaci kutech slabów. Blachy arkuszowe odwalcowano w Walcowni Blach Batory w walcierce nawrotnej kwarto. Na podstawie wyników badań blach wytworzonych w projekcie, z uwzględnieniem testów ostrzałem wykonanych w Wojskowym Instytucie Techniki Pancernej i Samochodowej, ustalono parametry przemysłowej finalnej obróbki cieplnej dla badanych gatunków stali nanobainitycznej, wykonywanej przez HEATMASTERS Poland sp. z o.o.

Na podstawie oceny efektów kolejnych etapów wytwarzania i przetwarzania półwyrobów i blach arkuszowych ze stali nanobainitycznej zidentyfikowano krytyczne operacje mogące wpływać negatywnie na jakość i właściwości użytkowe arkuszy blach. Sformułowano kierunki modyfikacji technologii, które zmniejszają lub eliminują zagrożenia pogorsze-

Controlled cooling from austenitising temperature to the temperature of isothermal transformation of austenite into nanobainite

At the stage of final heat treatment, consisting of two separate operations – austenitising and isothermal holding, the most difficult procedure to perform, which affects obtaining homogeneous properties throughout the entire volume of the plate at the required level, is cooling from the austenitising temperature to the temperature of the isothermal transformation. These difficulties are greater in the case of plate batch treatment. Cooling should take place in a way that prevents the occurrence of diffusion transformations before reaching the isothermal transformation temperature, i.e. at a rate greater than about 1.0°C/s and in a way that does not lower the temperature of any part of the plate below the temperature of the upper temperature limit of isothermal treatment range. A thermal interaction occurs between the plates in a batch, and therefore controlled air flow cooling is used in order to accelerate the removal of heat from the central parts of the batch. Determining the optimal arrangement of plates in the batch and air stream cooling parameters using only tests in real conditions is long and laborious, and may not lead to the establishment of optimal cooling conditions. A numerical thermal model of plate batch cooling would be a helpful tool in determining the configuration of plates in a batch depending on their thickness and air stream cooling parameters.

8. SUMMARY

The works on the development of ultra-strength nanobainitic steels carried out at Łukasiewicz – IMŻ have entered the commercialisation phase. Currently, the goal of the research and tests is to optimise the parameters of industrial technology and achieve repeatability of individual stages of the production of nanobainitic steel plates so that the final products are characterised by high quality and stable performance parameters.

The consecutive stages of production of two grades of nanobainitic steels and sheet plates from these steels in the domestic industry conditions are presented. The steels designed by Łukasiewicz – IMŻ were smelted at Alchemia S.A. Oddział Stalownia Batory in an electric arc furnace, subjected to secondary treatment and cast into ingot moulds. After the homogenising treatment of the ingots, Alchemia S.A. Oddział Kuźnia Batory prepared charges for plate rolling in the form of forged slabs. The plates were rolled at Walcownia Blach Batory on a reversing quarto rolling mill. Based on the results of tests on plates produced in the project, including the firing tests carried out at Wojskowy Instytut Techniki Pancernej i Samochodowej, the parameters of the industrial final heat treatment for the tested grades of nanobainitic steel, performed by HEATMASTERS Poland sp. z o.o, were determined.

Based on the assessment of the effects of consecutive stages of the production and processing of nanobainitic steel semi-finished products and plates, critical operations that may adversely affect the quality and performance of the plates were identified. Directions for technology modification that reduce or eliminate threats of plate properties

nia właściwości blach, powstające w trakcie wykonywania poszczególnych operacji technologicznych.

Artykuł zawiera wyniki badań zrealizowanych w ramach projektu finansowanego z funduszy strukturalnych POIR 04.01.04.-00-0047/16 pt.: Opracowanie technologii produkcji lekkiego kontenera obserwacyjno-obronnego (LOOK) ze stali nanostrukturalnych ultrawytrzymałych.



LITERATURA ■ REFERENCES

- [1] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones, P. Brown. Very strong low temperature bainite. *Mater. Sci. Technol.*, 2002, 18 (3), s. 279-284.
- [2] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia. Development of Hard Bainite. *ISIJ Int.*, 2003, 43 (11), s. 1238-1243.
- [3] C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia. Acceleration of Low-temperature Bainite. *ISIJ Int.*, 2003, 43 (11), s. 1821-1825.
- [4] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia. Very strong bainite. *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.*, 2004, 8, s. 251-257.
- [5] L. Wenyan, Q. Jingxin, S. Hesheng. Fatigue crack growth behaviour of a Si-Mn steel with carbide-free lathy bainite. *Journal of Mater. Sci.*, 1997, 32, s. 427-430.
- [6] L.C. Chang, H.K.D.H. Bhadeshia. Austenite films in bainitic microstructures. *Mater. Sci. Technol.*, 1995 (11), s. 874-881.
- [7] Łukasiewicz – IMŻ. *Walcarka do walcowania na gorąco wraz z urządzeniami do obróbki cieplnoplastycznej (moduł B-LPS)*. [Online] Dostępny z: www.imz.pl [Dostęp 18.02.2020].
- [8] Sprawozdania IMŻ z zadań w projekcie badawczym rozwojowym N R07 0008 04/2008/NCBR (PR 0015) *Opracowanie podstaw przemysłowych technologii kształtowania struktury i właściwości wyrobów z metali i stopów z wykorzystaniem symulacji fizycznej i numerycznej*, zrealizowany w okresie 1.06.2008 – 31.05.2011 przez IMŻ (koordynator i główny wykonawca), Wydział IMiP AGH, Wydział IPMiFS Pol. Cz., Wydział IMiM Pol. Śl. i Wydział IM PW [nieopublikowane].
- [9] Sprawozdania IMŻ z zadań w projekcie badawczym rozwojowym UDA-POIG.01.03.01-00-042/08-05/OPI *Technologie wytwarzania supertwardych materiałów nanostrukturalnych ze stopów żelaza oraz ich zastosowanie w pancierzach pasywnych i pasywno-reaktywnych* zrealizowany w okresie 1.02.2009 – 31.08.2013 przez IMŻ (lider konsorcjum) oraz WITU (członek konsorcjum) [nieopublikowane].
- [10] B. Garbarz, W. Burian. *Stal bainityczno-austenityczna i sposób wytwarzania z tej stali blach*. Zgłoszenie patentowe nr P. 394037 25 lutego 2011.
- [11] B. Garbarz, W. Burian. Microstructure and properties of nanoduplex bainite-austenite steel for ultra-high-strength plates. *Steel Research Int.*, 2014, 85 (12), s. 1620-1628.
- [12] B. Garbarz, B. Niżnik-Harańczyk. Modification of microstructure to increase impact toughness of nanostructured bainite-austenite steel. *Mat. Sc. Technol.*, 2015, 31 (7), s. 773-780.
- [13] B. Garbarz. Perspektywy rozwoju technologii wytwarzania i zastosowań wyrobów z ultrawytrzymałych stali nanobainitycznych. *Prace IMŻ*, 2015, 67 (2), s. 65-79.
- [14] B. Garbarz, J. Marcisz, W. Burian. Technological peculiarities of manufacturing nanobainitic steel plates. W: *Proceedings of the METEC&ESTAD Conference*. CD, Düsseldorf, 15-19 czerwca 2015, s. 1-9.
- [15] J. Marcisz, W. Burian, J. Stępień, L. Starczewski, M. Wnuk, J. Janiszewski. Static, dynamic and ballistic properties of bainite-austenite steel for armours. W: *28th International Symposium on Ballistics*. Atlanta, USA, 2014, s. 1348-1361.
- [16] W. Burian, J. Marcisz, B. Garbarz, L. Starczewski. Nanostructured bainite-austenite steel for armours construction. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2014, 59 (3), s. 1211-1216.
- [17] J. Marcisz, J. Janiszewski, W. Burian, B. Garbarz, J. Stępień, L. Starczewski. Badania właściwości dynamicznych wysokowytrzymałej stali nanostrukturalnej. *Prace IMŻ*, 2015, 67 (2), s. 96-105.
- [18] J. Marcisz. *Statyczne i dynamiczne właściwości mechaniczne oraz mikrostruktura stali bainitycznych nanostrukturalnych*. Gliwice, Instytut Metalurgii Żelaza, Monografia nr 11, 2018.
- [19] Sprawozdania IMŻ z zadań w projekcie badawczym aplikacyjnym nr POIR.04.01.04.-00-0047/16 *Opracowanie technologii produkcji lekkiego kontenera obserwacyjno-obronnego (LOOK) ze stali nanostrukturalnych ultra wytrzymałych*, realizowanym w okresie 2017-2020 przez Łukasiewicz – IMŻ we współpracy konsorcyjnej z WITPIS i z partnerami przemysłowymi [nieopublikowane].
- [20] B. Garbarz. Struktura wlewków ciągłych ze stali niestopowych i niskostopowych oraz jej ewolucja w wyniku przeróbki plastycznej na gorąco. *Prace IMŻ*, 2018, 70 (4), s. 1-22.
- [21] A. Paul, S. Divinski (Editors). *Handbook of solid state diffusion*. Vol. 2. Amsterdam: Elsevier, 2017.
- [22] S.A. Khan, H.K.D.H. Bhadeshia. The bainite transformation in chemically heterogeneous 300M high-strength steel. *Met. Trans. A*, 1990, 21 (3), s. 859-875.
- [23] S. Choi, S. van der Zwaag. Prediction of Decarburized Ferrite Depth of Hypoeutectoid Steel with Simultaneous Oxidation. *ISIJ Int.*, 2012, 52 (4), s. 549-558.
- [24] F. Zhao, C. L. Zhang, Y. Z. Liu. Ferrite decarburization of high silicon spring steel in three temperature ranges. *Arch. Metall. Mater.*, 2016, 61 (3), s. 1715-1722.
- [25] B. Garbarz, B. Niżnik-Harańczyk. Eksperymentalna weryfikacja możliwości zastosowania nanostrukturalnej stali bainityczno-austenitycznej do wytwarzania odkuwek matrycowych. *Prace IMŻ*, 2015, 67 (1), s. 5-13.
- [26] B. Garbarz, B. Niżnik, W. Zalecki. *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 SO-0835, 2013 [nieopublikowane].
- [27] C.Y. Kung, J.J. Rayment. An Examination of the Validity of Existing Empirical Formulae for the Calculation of M_s Temperature. *Metall. Trans.*, 1982, 13A, s. 328-331.
- [28] K.W. Andrews. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. *J. Iron Steel Inst.*, 1965, 203, s. 721-729.
- [29] T. Kasuya, Y. Hashiba. Carbon Equivalent to Assess Hardenability of Steel and Prediction of HAZ Hardness Distribution. *Nippon Steel Technical Report*, 2007, 95 (January), s. 53-61.
- [30] J. Marcisz, B. Garbarz, J. Stępień, T. Tomczak, L. Starczewski, R. Nyc, M. Gmitrzuk, M. Goluński. Protective effectiveness of armour made of nanobainitic steel. *Journal of Metallic Materials*, 2020, 72 (1), s. 21-38.
- [31] T. Fukugawa, H. Okada, Y. Maehara. Mechanism of Red Scale Formation in Si-added Hot-rolled Steel Sheets. *ISIJ Int.*, 1994, 34 (11), s. 906-911.