

Badanie rozrostu ziaren mikrostruktury stali sprężynowej 61SiCr7

Aleksandra Królicka

Politechnika Wroclawska, Wydział Mechaniczny,
Katedra Materialoznawstwa, Wytrzymałości i Spawalnictwa, e-mail: aleksandra.krolicka@pwr.edu.pl

Streszczenie W artykule przedstawiono wyniki badań z określania rozmiaru ziarna mikrostruktury stali sprężynowej 61SiCr7 (60C2A). Materiał ten wytypowano ze względu na możliwość uzyskania nanostrukturalnego, bezwęglkowego bainitu. Przy wyborze uwzględniono wpływ rozmiaru ziarna na czas przemiany bainitycznej, mikrostrukturę, oraz właściwości mechaniczne tego typu materiałów. Badania wykazały, że dodatek krzemu spowodował trudności w ujawnieniu granic ziaren byłego austenitu. Wyznaczono optymalne parametry obróbki cieplnej, która umożliwiła uzyskanie mikrostruktury do określenia rozmiaru ziarna badanej stali. Przeprowadzono analizę rozrostu ziarna badanej stali w pięciu różnych temperaturach austenitizacji.

Słowa kluczowe: rozmiar ziarna, rozrost ziarna, mikrostruktura, stal 61SiCr7, bainit, stal krzemowa, parametry obróbki cieplnej

Investigation of growing grains in microstructure of the 61SiCr7 spring steel

Abstract: The article presents results from determination of a grain size in microstructure of the 61SiCr7 (60C2A) spring steel. The material was selected with respect to the possibility of obtaining a nano-structured bainite without carbide precipitates. This was conducted basing on an influence of grain size on bainitic transformation time, microstructure and mechanical properties of the material type considered. The experiments indicated, that the addition of silicon caused difficulties related to revealing the grain boundaries of the austenite. Optimal parameters of heat treatment, which enable to reach the microstructure for observing grain sizes of the steel are shown. The growing grains of the tested steel was followed at five values of austenitizing temperature.

Keywords: grain size, grain growth, microstructure, the 61SiCr7 steel, bainite, Si-rich steel, heat treatment parameters

1. Wstęp

Rozmiar ziarna istotnie wpływa na właściwości mechaniczne metali. Spośród nich należy wymienić: granicę plastyczności, wytrzymałość doraźną, twardość i udarność [1-3]. Rozmiar ziarna ma również znaczny wpływ na kinetykę przemiany bainitycznej, między innymi na jej czas [4] i temperaturę [5].

Skład chemiczny stali 61SiCr7 spełnia wymagania stawiane stalom przeznaczonym do nanostrukturyzacji bainitycznej [6]. Badania rozrostu ziarna w tych stalach pozwalają maksymalizować właściwości mechaniczne oraz sterować czasem przemiany. Według [7] bardzo drobne ziarno austenitu ($3 \pm 1,5 \mu\text{m}$) skraca czas trwania przemiany, ale niekorzystnie wpływa na

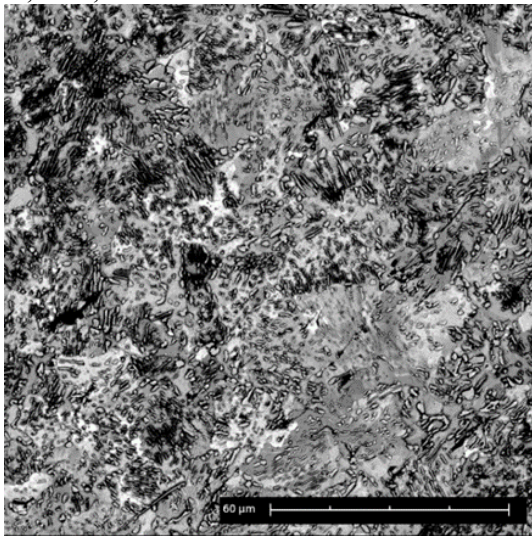
morfologię mikrostruktury oraz udarność. Natomiast duże ziarno ($53 \pm 13 \mu\text{m}$) wpływa korzystnie jedynie na morfologię mikrostruktury, wydłuża czas przemiany a przy tym znacząco obniża udarność. Stwierdzono, iż najwyższe właściwości mechaniczne przy akceptowalnym czasie przemiany wykazuje materiał mający ziarno o średnicy $18 \pm 5 \mu\text{m}$. Wynika więc, że określenie wpływu wielkości ziarna na właściwości mechaniczne stali o strukturze bezwęglkowego bainitu wymaga dalszych badań.

2. Materiał i metodyka doświadczenia

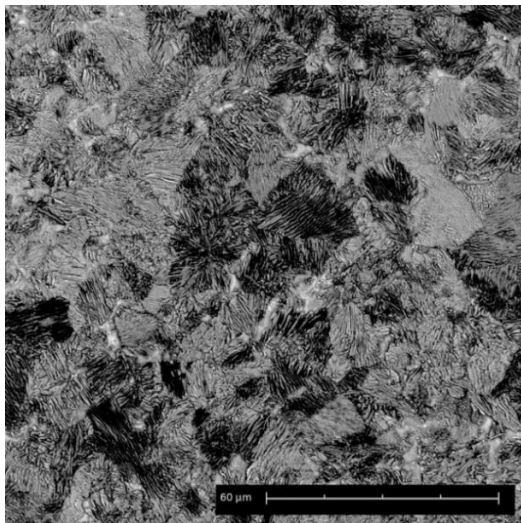
Badaniom rozrostu ziarna poddana została sprężynowa stal krzemowa 61SiCr7 o składzie chemicznym: 0,57%C; 0,69%Mn; 1,89%Si, 0,15%Cr. Stal została dostarczona w stanie

zmiękczone (rys. 1). W mikrostrukturze badanego materiału, po wyżarzaniu sferoidyzującym, obecna była niewielka ilość perlitu. Wydzielenia skoagulowanego cementytu wykazywały zróżnicowane średnice. Ze względu na wyższą stabilność cementytu o morfologii sferoidalnej w porównaniu do budowy płytkowej, wykonano perlityzację. Badaną stal austenitizowano w temperaturze 960 °C przez 1 godzinę, a następnie chłodzono na powietrzu. Analiza materiału pod BSE (rys. 2) wykazała drobnopłytkową mikrostrukturę quasi-perlityczną z wydzieleniami ferrytu na granicy ziarna byłego austenitu. Nie zaobserwowano skoagulowanych wydzieleni cementytu.

Przygotowano prostopadłościowe próbki o wymiarach 10×10×20 [mm]. Stal austenitizowano w sześciu wartościach temperatury tj.: 850, 900, 950, 1000, 1050 oraz 1100 °C.



Rys. 1. Mikrostruktura stali 61SiCr7 w stanie dostawy. Skoagulowany cementyt w osnowie ferrytycznej, niewielka ilość perlitu. Mikroskopia skaningowa, BSE, trawiono Mi1Fe



Rys. 2. Mikrostruktura stali 60SiCr7 po wyżarzaniu. Widoczna znaczna przewaga quasi-perlity nad ferrytem. Mikroskopia skaningowa, BSE, trawiono Mi1Fe

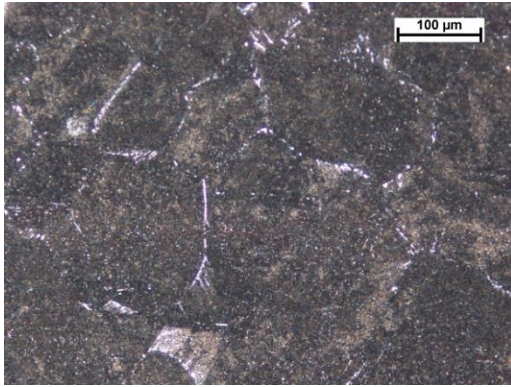
Czas wygrzewania wyniósł 30 minut, następnie próbki chłodzono w wodzie lub oleju. Próbkę chłodzoną w oleju i wodzie odpuszczano w zakresie wartości temperatury 150÷550 °C przez 1 godzinę.

Zgłady metalograficzne wykonano na przekroju poprzecznym próbek. Do trawienia wykorzystano nasycony roztwór kwasu pikrynowego (Mi9Fe). W przypadku niektórych próbek trawienie ich powierzchni prowadzono przy użyciu roztworu kwasu pikrynowego z dodatkiem chlorku miedziowego Cu₂Cl.

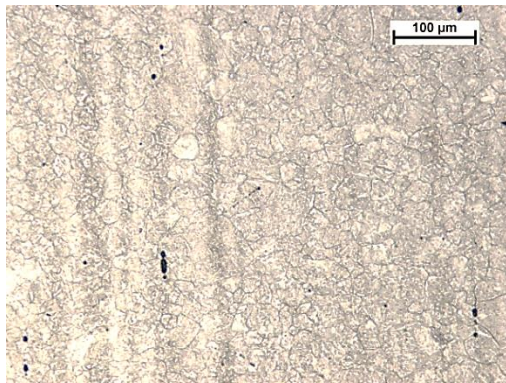
Badania mikroskopowe realizowano stosując mikroskopię świetlną (LM) i elektronową (BSE). Wykorzystano mikroskop świetlny Eclipse MA200 z kamerą CCD Nikon DS-fi oraz niskopróżniowy mikroskop skaningowy PHENOM G2 PRO z detektorem elektronów wstecznie rozproszonych BSE. Analizę rozrostu ziarna wykonano poprzez pomiar średnic 50 ziaren przy wykorzystaniu programu ImageJ. Średnicę ziarna określano jako średnią arytmetyczną wartości dwóch średnic pojedynczego ziarna.

4. Wyniki badań

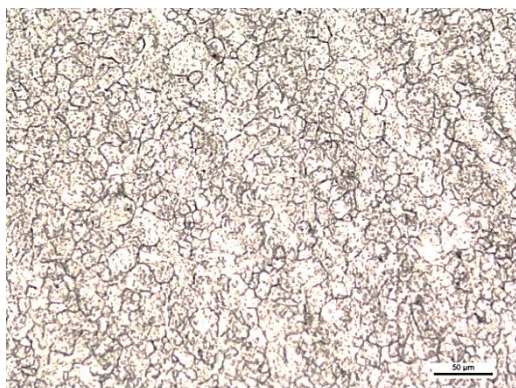
Trawienie nasyconym roztworem kwasu pikrynowego umożliwia ocenę rozrostu ziarna hartowanych stali. Odczynnik trawi cementyt wydzielający się na granicy ziaren, osnowa natomiast pozostaje jasna. W przypadku stali o wysokim stężeniu krzemu i manganu trawienie granic ziaren jest utrudnione [8]. Pierwiastki te, a w szczególności krzem opóźniają wydzielanie się węglików w procesach odpuszczania do wysokich temperatur. Norma zaleca stosowanie nasyconego roztworu kwasu pikrynowego z dodatkiem chlorku miedziowego. Na rys. 3 przedstawiono obraz mikrostruktury próbki trawionej powyższym odczynnikiem. Widoczny jest niewielki zarys ziaren byłego austenitu, ponadto osnowa uległa „mocnemu” trawieniu. W mikrostrukturze widoczny jest bainit górny znajdujący się na granicy byłego ziarna austenitu, co świadczy o zbyt niskiej hartowności materiału. Chłodzenie w oleju jest niewystarczające, aby ominąć przemianę bainityczną. Wydzielenie się bainitu górnego składającego się z płytek ferrytu bainitycznego oraz cementytu nie jest mikrostrukturą korzystną do oceny wielkości ziarna. Temperatura odpuszczania również wykazała istotny wpływ na proces trawienia. Próbkę hartowaną w wodzie oraz odpuszczaną w niskim zakresie wartości temperatury (150÷300 °C) pozwoliły uzyskać jedynie lokalny zarys granic ziaren. Odpuszczanie w temperaturze 450 °C dało mikrostrukturę jak na rys. 4. Występuje w niej niewyraźny zarys granic ziaren byłego austenitu. Natomiast odpuszczanie w temperaturze (550 °C) przyczyniło się do uzyskania mikrostruktury, charakteryzującej się ciągłością zarysów granic ziaren byłego austenitu (rys. 5).



Rys. 3. Mikrostruktura stali 60SiCr7 po austenitacji w temperaturze 1100°C i chłodzeniu w oleju oraz odpuszczaniu w temperaturze 250°C. Widoczne wydzielenia bainitu górnego na granicy ziaren byłego austenitu. Mikroskopia świetlna, trawiono roztworem kwasu pikrynowego z Cu_2Cl



Rys. 4. Mikrostruktura badanej stali po austenitacji w temperaturze 1000°C i chłodzeniu w wodzie oraz odpuszczaniu w temperaturze 450°C. Niewyraźnie widoczne granice ziaren byłego austenitu. Mikroskopia świetlna, trawiono roztworem kwasu pikrynowego



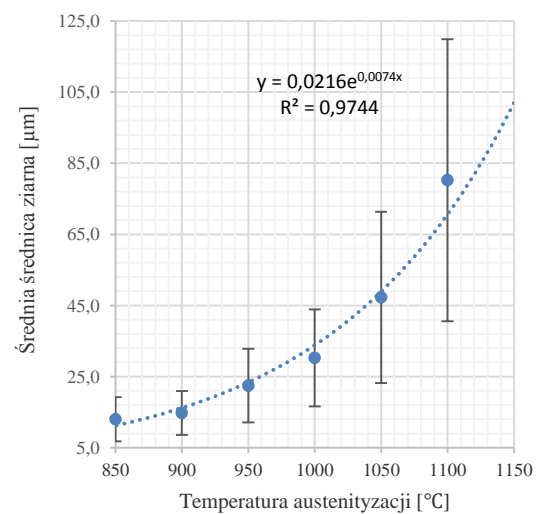
Rys. 5. Mikrostruktura badanej stali po austenitacji w temperaturze 850°C i chłodzeniu w wodzie oraz odpuszczaniu w temperaturze 550°C. Wyraźnie widoczne granice ziaren byłego austenitu. Mikroskopia świetlna, trawiono roztworem kwasu pikrynowego

Należy jednak zaznaczyć, że odpuszczanie w temperaturze 550 °C powoduje wydzielanie się węglików również w osnowie. Zatem dalszy wzrost temperatury odpuszczania nie będzie powodował poprawy procesu trawienia w celu ujawnienia granic ziaren.

Ocenę rozrostu ziarna wykonano wykorzystując próbki hartowane w wodzie i odpuszczone w temperaturze 550 °C (trawiono $Mi9Fe$). Wyniki przedstawiono w tab. 1 wraz z porównaniem do numeru ziarna [G]. Wyniki pomiarów aproksymowano funkcją wykładniczą, rys. 6. Określono również odchylenie standardowe. Jego wartości wzrastały, wskazując na zwiększanie się różnic w średnicach ziaren, ze wzrostem temperatury austenitacji. Zauważono, iż w strukturze pojawiają się ziarna anormalne [9]. Ziarna te zwiększają swoje wymiary szybciej niż pozostałe kolonie ziaren, co wpływa na uzyskiwanie wyższych wartości odchylenia standardowego w wyższych temperaturach. Z tego względu, wyniki badań przedstawiono z podziałem na ziarna o stabilnym wzroście ziarna oraz na ziarna anormalne (tab. 2).

Tab.1. Średnie wartości średnicy ziarna stali 60SiCr7. Uzyskane wyniki porównano do numeru ziarna [G], δ – odchylenie standardowe

Temperatura austenitacji [°C]	Średnia wartość średnicy ziarna [μm]	δ [μm]	G
850	13	± 6,2	9.5
900	14,8	± 6,2	9.0
950	22,5	± 10,3	8.0
1000	30,3	± 13,7	7.0
1050	47,3	± 24,1	6.0
1100	80,2	± 39,7	4.5



Rys. 6. Zależność średniej wartości średnicy ziarna (stabilne+anormalne) stali 60SiCr7 od temperatury austenitacji

Analizując wyniki rozmiaru ziarna w zależności od temperatury (tab. 2) można określić, iż rozrost ziarna jest stabilny do temperatury 950 °C. W temperaturze niższej niż wyżej wymieniona występują ziarna anormalne, jednak ich wzrost jest hamowany. Powyżej tej temperatury ziarna anormalne wyraźnie zwiększają swoje wymiary, przy czym powyżej temperatury 1000 °C wzrost ten jest gwałtowny. Ziarna anormalne wpływają niekorzystnie na właściwości mechaniczne materiału, w szczególności na udarność.

Tab. 2. Średnie wartości średnicy ziarna stabilnego oraz anormalnego. Uzyskane wyniki porównano do numeru ziarna [G]

Temp. [°C]	Średnia wartość średnicy ziarna stabilnego [μm]	δ [μm]	G	Średnia wartość średnicy ziarna anormalne [μm]	δ [μm]	G
850	13,6	± 5,2	9.5	32,2	± 4,7	7.0
900	15,0	± 5,1	9.0	33,4	± 4,7	7.0
950	18,8	± 5,6	8.5	34,2	± 3,8	6.5
1000	22,7	± 5,8	8.0	47,6	± 4,8	6.0
1050	34,0	± 12,0	6.5	80,6	± 8,9	4.5
1100	65,5	± 23,8	5.0	131,8	± 20,2	3.0

5. Wnioski

- 1) Ocena rozrostu ziarna stali o podwyższonych stężeniach krzemu jest utrudniona. Przygotowanie próbek wymaga odpowiedniej obróbki cieplnej, która umożliwi prawidłowe trawienie roztworem kwasu pikrynowego.
- 2) Ośrodek chłodzący musi umożliwiać ominięcie przemiany bainitycznej. W przypadku stali 61SiCr7 warunek ten spełniła woda.
- 3) Odpuszczanie stali krzemowych ma istotny wpływ na proces trawienia. Odpuszczanie w temperaturze 500÷550 °C pozwala osiągnąć ciągły zarys granic ziaren byłego austenitu.
- 4) Rozrost ziarna stali 60SiCr7 jest stabilny do temperatury 950 °C, powyżej tej temperatury pojawiają się ziarna anormalne, które zwiększają swoje wymiary w sposób niekontrolowany. Powyżej temperatury 1000 °C następuje ich gwałtowny wzrost.

Literatura

- [1] Prawoto, Y.; Jasmawati, N.; Sumeru, K. *Effect of Prior Austenite Grain Size on the Morphology and Mechanical Properties of Martensite in Medium Carbon Steel*. J. Mater. Sci. Technol. 2012, 28, pp. 461–466.
- [2] Morris, J.W., Jr. *The Influence of Grain Size on the Mechanical Properties of Steel*. In *Proceedings of the International Symposium on Ultrafine Grained Steels*, Fukuoka, Japan, 20–22 September 2001; Takaki, S., Maki, T., Eds.; Iron and Steel Institute of Japan: Tokyo, Japan, 2001; pp. 34–41.
- [3] Białobrzaska, B., Konat, Ł., Jasiński, R., *The Influence of Austenite Grain Size on the Mechanical Properties of Low-Alloy Steel with Boron*, Metals, 2017, 7, 26.
- [4] Matsuzaki, A.; Bhadeshia, H.K.D.H., *Effect of austenite grain size and bainite morphology on overall kinetics of bainite transformation in steels*, Materials Science and Technology, 1999, 5, pp. 518-522.
- [5] Singon, K., Suchul, Y., Seok-Jae, L., Prediction of Bainite Start Temperature in Alloy Steels with Different Grain Sizes, ISIJ Int.2014, 4, pp. 997-999.
- [6] Bhadeshia H.K.D.H., *Nanostructured bainite*, Proc. R. Soc. A, tom 466, nr 2113, pp. 3-18, 2010.
- [7] T. Jiang, H. Liu, J. Sun, *Effect of austenite grain size on transformation of nanobainite and its mechanical properties*, Materials Science & Engineering, tom 666, pp. 207-213, 2016.
- [8] Miyamoto, G.; Oh, J.; Hono, K.; Furuhashi, T.; *Effect of partitioning of Mn and Si on the growth kinetics of cementite in tempered Fe–0.6 mass% C martensite*, Acta Materialia, 2007, 15, pp. 5027-5038.
- [9] Rudnizki, J.; Zeislmaier, B.; Prah, U.; Bleck, W., *Prediction of abnormal grain growth during high temperature treatment*, Computational Materials Science, 2010, 2, pp. 209-216.