

## OBRÓBKA CIEPLNA WYSOKOWYTRZYMAŁYCH STALI KONSTRUKCYJNYCH Z WYKORZYSTANIEM PRZEMIANY IZOTERMICZNEJ PONIŻEJ TEMPERATURY $M_S$

W artykule przedstawiono wyniki wstępnych badań wpływu izotermicznej obróbki cieplnej poniżej temperatury  $M_S$  na właściwości mechaniczne wysokowytrzymałych stali konstrukcyjnych. Badania wykonano na dwóch gatunkach stali nanobainitycznych oraz na wytwarzanym przemysłowo standardowym gatunku stali niskostopowej do ulepszenia cieplnego. Stwierdzono, że włączenie do obróbki cieplnej stali nanobainitycznych przemiany izotermicznej poniżej  $M_S$ , podwyższa wytrzymałość i jednocześnie zwiększa ciągliwość, a także może zostać wykorzystane do regulowania proporcji  $R_{p0,2} : R_m$ . W przypadku stali niskostopowej do ulepszenia cieplnego, obróbka polegająca na ochłodzeniu do temperatury poniżej  $M_S$  i na przeprowadzeniu przemiany izotermicznej w tej temperaturze, spowodowała wytworzenie mikrostruktury wielofazowej o bardzo korzystnym połączeniu właściwości wytrzymałościowych i plastycznych. W celu opisu typu i morfologii składników fazowych powstałych w wyniku przemian izotermicznych zachodzących w badanych stalach poniżej temperatury  $M_S$  wymagane jest kontynuowanie pracy z zastosowaniem zaawansowanych metod badań dylatometrycznych i mikrostrukturalnych.

*Słowa kluczowe:* stale wysokowytrzymałe, przemiany fazowe poniżej  $M_S$ , właściwości mechaniczne

## HEAT TREATMENT OF HIGH-STRENGTH STRUCTURAL STEELS EMPLOYING ISOTHERMAL TRANSFORMATION BELOW $M_S$ TEMPERATURE

Results of preliminary research work on the effect of isothermal heat treatment below  $M_S$  temperature on mechanical properties of high-strength structural steels are reported in the paper. Two grades of nanobainitic steels and a commercial quenching and tempering low-alloy steel were used in the investigation. It was found that incorporation of an isothermal transformation below  $M_S$  into heat treatment of nanobainitic steels increased strength and also increased ductility, and furthermore it could be used for adjusting the  $R_{p0,2} : R_m$  proportion. Heat treatment of the commercial low-alloy steel comprising cooling to temperature below  $M_S$  and isothermal treatment at that temperature produced multi-phase microstructure characterised with a very attractive combination of strength and ductility. To characterise the type and morphology of phase constituents formed as a result of isothermal transformations below  $M_S$  temperature a continuation of the research work using advanced dilatometric and microstructural research methodologies are needed.

*Keywords:* high-strength steels, phase transformations below  $M_S$ , mechanical properties

### 1. MOŻLIWOŚCI WYKORZYSTANIA W OPERACJACH OBRÓBKI CIEPLNEJ STALI PRZEMIANY IZOTERMICZNYCH PONIŻEJ TEMPERATURY $M_S$

Na podstawie wyników badań mechanizmu i kinetyki izotermicznych przemian fazowych w stalach poniżej temperatury początku przemiany martenzytycznej ( $M_S$ ) oraz wyników analizy morfologii i mikrostruktury produktów tych przemian można oczekiwać, że włączenie izotermicznej przemiany fazowej poniżej  $M_S$  do cyklu obróbki cieplnej, spowoduje polepszenie właściwości mechanicznych obrabianej stali [1–6]. Operacja wytrzymałości izotermicznej poniżej  $M_S$  włączona do obróbki cieplnej jako jeden z kolejnych zabiegów, stwa-

rza możliwość otrzymania ultradrobnej wielofazowej mikrostruktury, warunkującej uzyskanie jednocześnie wysokiej wytrzymałości i dużej ciągliwości. Krótkie podsumowanie dotychczasowego stanu wiedzy na temat przemian izotermicznych w stalach w zakresie temperaturowym poniżej  $M_S$  zamieszczono w artykule [7].

W badaniach przemian fazowych w podeutektoidalnych stalach o różnej zawartości pierwiastków stopowych stwierdzono, że w wyniku przemiany izotermicznej poniżej  $M_S$  powstaje bainit o cechach morfologicznych zależnych od składu chemicznego stali [5, 8–10] oraz martenzyt izotermiczny [11]. Należy podkreślić, że zawsze stanem wyjściowym przed rozpoczęciem przemiany izotermicznej poniżej  $M_S$  jest osnowa dwu-

fazowa składająca się z przechłodzonego austenitu ( $A$ ) i martenzytu atermicznego ( $M_a$ ), wytworzonego w wyniku chłodzenia z temperatury austenitowania do temperatury  $T_i$  pomiędzy  $M_S$  a  $M_F$ . Jeśli chłodzenie z zakresu trwałości austenitu następuje z szybkością mniejszą od krytycznej, w osnowie przed początkiem przemiany izotermicznej poniżej  $M_S$  mogą znajdować się także ferryt i / lub bainit. W trakcie wytrzymywania izotermicznego w temperaturze  $T_i$  zachodzą przemiany fazowe przechłodzonego austenitu, dyfuzyjne zmiany w rozmieszczeniu pierwiastków (w szczególności następuje przedyfundowanie części węgla z przemienionej osnowy do pozostałego austenitu – *partitioning process*) oraz procesy odpuszczania produktów przemiany austenitu. W wyniku postępującej przemiany izotermicznej i związanej z tą przemianą dyfuzją wolnych atomów pierwiastków międzywęzłowych (C i N) z produktów przemiany do austenitu, rzeczywista temperatura  $M_S$  nieprzemienionego austenitu ulega ciągłemu obniżaniu.

## 2. CEL I ZAKRES BADAŃ

Celem pracy, której wyniki zawiera niniejszy artykuł, było wykonanie wstępnych badań określających wpływ operacji izotermicznego wytrzymania poniżej  $M_S$  na właściwości mechaniczne wysokowytrzymałych stali konstrukcyjnych. Do oceny wpływu parametrów obróbki cieplnej na właściwości mechaniczne stali zastosowano znormalizowaną próbę jednoosiowego rozciągania w temperaturze otoczenia. Badania wykonano na dwóch gatunkach stali należących do nowej klasy stali nanobainitycznych [12, 13] oraz na wytwarzanym przemysłowo standardowym gatunku 35HGS. Struktura stali nanobainitycznych składa się z bezwęglkowego bainitu listwowego o typowej grubości listew 40÷100 nm oraz z austenitu resztkowego w ilości 15÷35% obj. w postaci cienkich pasm pomiędzy listwami bainitu i submikronowych ziarn. Wyroby wytwarzane przemysłowo z gatunku 35HGS, stosowane są w stanie po ulepszeniu cieplnym lub po izotermicznej obróbce na bainit dolny.

Wyjściowe dane do zaprojektowania obróbki cieplnej obejmującej przemiany izotermiczne poniżej temperatury  $M_S$  opracowano na podstawie wyników pomiarów dylatometrycznych oraz badań mikrostrukturalnych i pomiaru twardości próbek dylatometrycznych. Badania mikrostruktury stali po obróbce izotermicznej poniżej temperatury  $M_S$ , których wyniki wykorzystano w niniejszym opracowaniu, wykonano we wcześniejszych pracach (m.in. w [7]). Szczegółowe badania zależności

pomiędzy mikrostrukturą wytworzoną z udziałem operacji wygrzewania izotermicznego poniżej temperatury  $M_S$  a właściwościami mechanicznymi wysokowytrzymałych stali konstrukcyjnych będą kontynuowane.

## 3. MATERIAŁ DO BADAŃ I ZASTOSOWANE METODY BADAWCZE

### 3.1. PRZYGOTOWANIE MATERIAŁU DO BADAŃ

Składy chemiczne materiałów stanowiących przedmiot badań, którymi były dwa gatunki stali nanostrukturalnej: NANOS-BA oraz NANOS-BAL i przemysłowo wytwarzany gatunek 35HGS, a także sumaryczne zawartości stopowych pierwiastków substytucyjnych w tych stalach, podano w tabeli 1.

Materiałem wyjściowym do przygotowania próbek ze stali NANOS-BA był odcinek blachy o wymiarach 12,5 mm × 245 mm × 245 mm z wytopu przemysłowego. Wlewek przemysłowy przed walcowaniem poddano wyżarzaniu homogenizującemu w temperaturze 1200°C w ciągu 24 godzin. Odcinek blachy ze stali NANOS-BA przewalcowano na gorąco w walcierce LPS – Moduł B [14] na pasmo o grubości 8,2 mm, a następnie poddano wygrzewaniu zmiękczającemu w temperaturze 695°C w ciągu 5 godzin. Stal NANOS-BAL wytopiono w warunkach laboratoryjnych w piecu próżniowym VSG 100S i odlano w wlewek o wymiarach 60 mm × 150 mm × 870 mm, który – bez zastosowania wyżarzania homogenizującego – poddano walcowaniu na gorąco w walcierce LPS – Moduł B na pasmo o grubości 7,85 mm. Odcinki pasma zmiękczone stosując – podobnie jak w przypadku stali NANOS-BA – wygrzewanie w temperaturze 695°C w ciągu 5 godzin. Wyjściowy materiał ze stali 35HGS miał postać pręta o średnicy 50 mm, który poddano walcowaniu na gorąco w walcierce LPS – Moduł B z zastosowaniem płaskich walców i w wyniku operacji spłaszczania uzyskano płaskownik o grubości 7,85 mm. Bezpośrednio po ostatnim przepuszczeniu płaskownika ze stali 35HGS chłodzono w sposób spowolniony, w celu obniżenia twardości.

### 3.2. METODYKA BADAŃ DYLATOMETRYCZNYCH

Próbki do badań dylatometrycznych w postaci rurek o średnicy zewnętrznej 4 mm, średnicy wewnętrznej 2 mm i długości 10 mm, wykonano w wymaganej liczbie z badanych materiałów z zachowaniem równoległości osi rurki do kierunku walcowania płaskowników. Badania dylatometryczne wykonano za pomocą

Tabela 1. Zawartości pierwiastków stopowych i resztkowych w stalach użytych do badań, %<sup>(1)</sup>

Table 1. Content of alloying and residual elements in the investigated steels, wt %

Stal Σ pierw. stop.	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	V	Ti	Al	N, ppm	O, ppm
NANOS-BA 5,9%	0,55	1,95	1,82	0,011	0,004	1,29	0,72	0,10	0,009	0,023	30	18
NANOS-BAL 4,5%	0,61	1,53	1,67	0,007	0,007	1,30	–	–	0,008	0,015	36	8
35HGS 3,3%	0,36	0,89	1,22	0,017	0,006	1,17	–	–	–	0,020	no	no

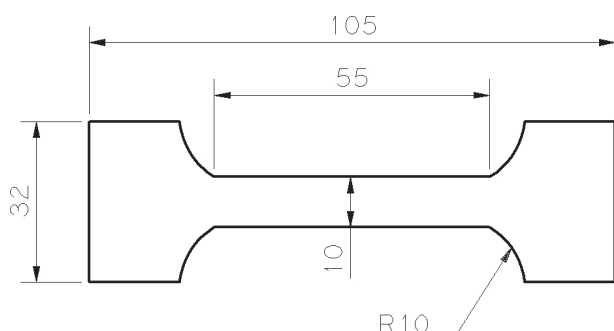
no – nie określono

<sup>1)</sup> w całym artykule zawartości pierwiastków podano w % masy

dylatometrów DIL805 A/D i DIL805A/D/T. Wyznaczono temperatury charakterystyczne badanych stali ( $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$ ,  $M_S$ ), opracowano fragmenty wykresów CTPc oraz CTPi, określono przybliżone składy fazowe po wykonanych cyklach temperaturowo-czasowych oraz wykonano analizę kinetyki przemian izotermicznych. Nagrzewanie oraz wytrzymanie w zadanej temperaturze wykonywano w próżni  $< 5 \cdot 10^{-4}$  mbar. Wyznaczanie temperatur krytycznych oraz zakresów przemian fazowych wykonano z zastosowaniem techniki przykładania stycznej do krzywej dylatacyjnej w pobliżu początku i końca przemiany fazowej [15, 16], a w przypadku analizy przemian nierozdzielnych (występujących bezpośrednio jedna po drugiej lub nakładających się) zastosowano różniczkowanie numeryczne krzywych dylatacyjnych. Do wyznaczania temperatur początku i końca przemian fazowych o słabych efektach dylatacyjnych, wykorzystano metodykę opracowaną w Zakładzie Symulacji Procesów Technologicznych IMŻ, opartą o transformację liniową analizowanego odcinka krzywej dylatacyjnej [17]. Temperatury krytyczne  $A_{c1}$  ( $A_{c1p}$ ,  $A_{c1k}$ ) i  $A_{c3}$  wyznaczono nagrzewając próbki z szybkością  $2,5^\circ\text{C}/\text{min}$ . do temperatury  $1000^\circ\text{C}$ . Pomiary twardości przeprowadzono za pomocą twardościomierza Vickers HTM 1839 przy obciążeniu 98 N. Na przekroju poprzecznym każdej próbki dylatometrycznej wykonano po 4 odciski.

### 3.3. METODYKA POMIARU WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH

Z płaskowników z badanych stali otrzymanych metodą walcowania na gorąco w LPS-B wykonano płaskie próbki wytrzymałościowe z zachowaniem równoległości kierunku rozciągania do kierunku walcowania. Geometrię i wymiary próbki wytrzymałościowej przedstawia schemat na rysunku 1. Wykonano próbki o następujących grubościach: z gatunku NANOS-BA o grubości 2 mm, 3 mm i 5 mm, z gatunku NANOS-BAL o grubości 2 mm, 3 mm i 5 mm i z gatunku 35HGS o grubości 2 mm i 3 mm.



Rys. 1. Kształt i wymiary płaskiej próbki wytrzymałościowej zastosowanej w próbach rozciągania badanych stali

Fig. 1. Shape and dimensions of flat specimen for tensile testing of the investigated steels

Właściwości wytrzymałościowe wyznaczono w próbie jednoosiowego rozciągania w temperaturze otoczenia zgodnie z normą PN-EN ISO 6892-1:2009, za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick 250 kN. Prędkość odkształcenia próbek wynosiła  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Dla każdego wariantu obróbki rozciągano po 2 próbki. Dla wszystkich próbek rejestrowano naprężenie umowne w funkcji wydłużenia względnego. Parametry zastosowanych wariantów obróbki cieplnej próbek wytrzymałościowych

podano w rozdziałach zawierających wyniki badań. Na próbkach wytrzymałościowych po próbie rozciągania wykonano pomiary twardości metodą Rockwella HRC na powierzchni części uchwytywowej, po trzy pomiary na każdej próbce.

## 4. WYNIKI BADAŃ I ICH DYSKUSJA

### 4.1. CHARAKTERYSTYKI MATERIAŁOWE WYMAGANE DO OPRACOWANIA OBRÓBEK CIEPLNYCH BADANYCH STALI OBEJMUJĄCYCH OPERACJĘ WYTRZYMANIA IZOTERMICZNEGO PONIŻEJ $M_S$

Podstawowymi danymi do projektowania operacji obróbki cieplnej są wykresy przemian fazowych w warunkach ciągłego chłodzenia (CTPc) i w warunkach izotermicznych (CTPi) oraz temperatury początku i końca przemian fazowych wyznaczone według standardowej procedury. Wartości temperatur charakterystycznych wyznaczone metodą dylatometryczną w trakcie nagrzewania ( $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$ ) i chłodzenia ( $M_S$ ) podano w tabeli 2.

Tabela 2. Temperatury charakterystyczne badanych stali wyznaczone metodą dylatometryczną

Table 2. Characteristic temperatures of the investigated steels determined by dilatometric method

Oznaczenie stali	Temperatury charakterystyczne przemian fazowych, $^\circ\text{C}$		
	$A_{c1}$	$A_{c3}$	$M_S$ dla $v_{\text{chłodz}} = 5+10^\circ\text{C/s}$
NANOS-BA	747	874	203
NANOS-BAL	719	811	200
35HGS	762	831	315

Dla badanych stali opracowano wykresy CTPc (dla stali NANOS-BA wykres CTPc opracowano we wcześniejszej pracy [18]) w zakresie szybkości chłodzenia obejmującym wszystkie przemiany fazowe oraz fragmenty wykresów CTPi obejmujące w szczególności zakresy temperatury bezpośrednio powyżej i poniżej temperatury  $M_S$ . Opracowane fragmenty wykresów przemian fazowych, które wykorzystano do zaprojektowania operacji obróbki cieplnej badanych stali, zamieszczono w następnym rozdziale.

Eksperymenty obróbki cieplnej badanych stali wykonano na próbkach wytrzymałościowych o grubości 2 mm, 3 mm i 5 mm i o wymiarach podanych na rysunku 1. Obróbka cieplna obejmowała austenitowanie próbek w piecu z atmosferą ochronną, swobodne chłodzenie w powietrzu z rejestracją temperatury powierzchni próbek za pomocą pirometru optycznego i po osiągnięciu wymaganej temperatury próbek, wykonanie zaplanowanych etapów obróbki izotermicznej w piecach o odpowiednio ustalonych temperaturach komory roboczej.

Aby ocenić rodzaj przemian, które mogą zachodzić w próbkach z badanych stali w trakcie swobodnego chłodzenia w powietrzu z temperatury austenitowania, dokonano pomiaru charakterystyk chłodzenia próbek o wymienionych grubościach z zaplanowanych do zastosowania temperatur austenitowania, a krzywe chłodzenia zarejestrowane termoparami umieszczonymi w środku próbek, naniesiono na diagramy CTPc badanych stali zamieszczone w rozdziale 4.2.



#### 4.2. OPACOWANIE PARAMETRÓW EKSPERYMENTALNYCH OBRÓBEK CIEPLNYCH

Na podstawie analizy wyników badań dylatometrycznych w postaci wartości temperatur początku i końca przemian fazowych, diagramów CTPc i CTPi oraz wyników badań mikrostruktury i pomiaru twardości próbek dylatometrycznych, opracowano parametry obróbek cieplnych badanych stali z wykorzystaniem zabiegu wytrzymania izotermicznego poniżej  $M_S$ , w celu wytworzenia wielofazowej drobnoziarnistej mikrostruktury. Parametry opracowanych eksperymentalnych obróbek podano w tabeli 3, a schematy tych obróbek naniesione na fragmenty wykresów przemian fazowych CTPc i CTPi zamieszczono na rysunkach 2–4. Wartości temperatury austenitzowania stali NANOS-BA i NANOS-BAL ustalono na takim poziomie, aby uzyskać rozpuszczenie w austenicie cząstek węglików stopowych. Dla stali 35HGS przyjęto standardową temperaturę austenitzowania tego gatunku przed hartowaniem lub normalizowaniem.

Całkowite czasy obróbek izotermicznych badanych stali dobrano w taki sposób, aby ich zakończenie nastąpiło po wyhamowaniu izotermicznej przemiany austenitu. Czasy obróbek izotermicznych stosowanych w celu wytworzenia ultradrobnoziarnistego bainitu

dolnego, prowadzącego do uzyskania jednocześnie wysokiej wytrzymałości i ciągliwości, są dłuższe lub znacznie dłuższe od czasów konwencjonalnych obróbek cieplnych. Należy jednak podkreślić, że obróbki nisko-temperaturowe powodują stosunkowo małe zużycie energii, a ich zastosowanie przeznaczone jest do wyrobów o wyjątkowo wysokich wymaganiach eksploatacyjnych. W przypadku wyrobów ultrawytrzymałych do wymagających zastosowań, długie czasy wykonywania proponowanych niestandardowych obróbek nie są czynnikiem decydującym, tak jak ma to miejsce w przypadku produkcji masowej.

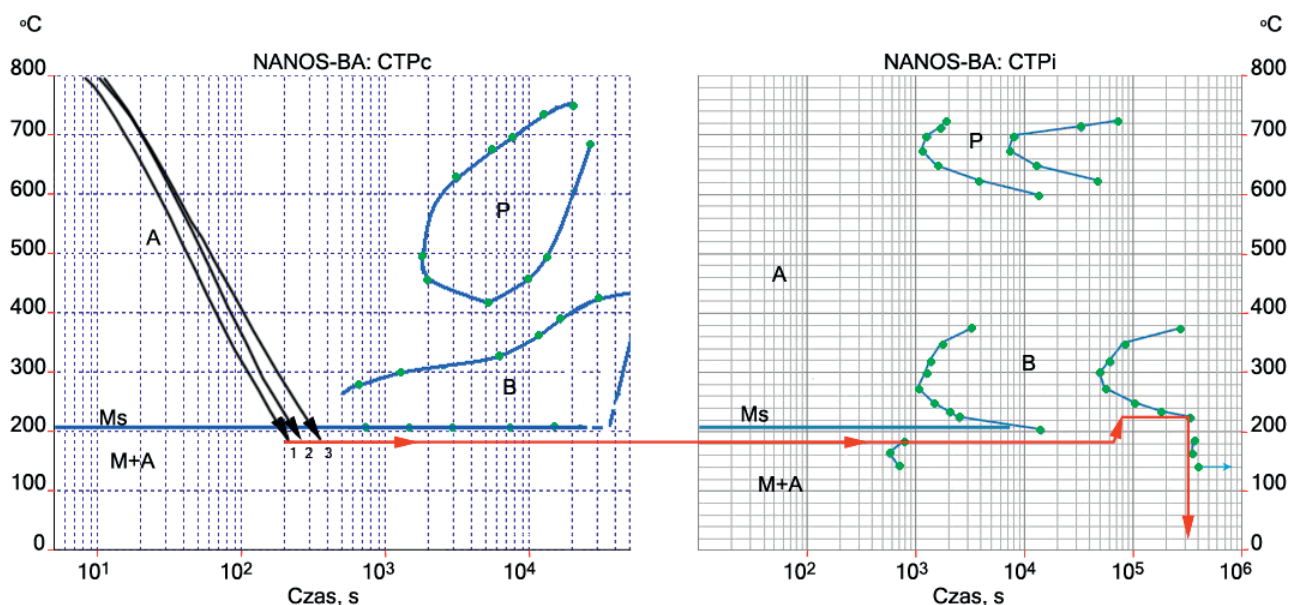
Na rysunku 2 zamieszczono schemat obróbki cieplnej zaprojektowanej dla stali NANOS-BA (pozycja 1 w tabeli 3). Próbki o grubości 2 mm, 3 mm i 5 mm po austenitzowaniu chłodzono w powietrzu do temperatury poniżej  $M_S$  równej 185°C, wytrzymywano w tej temperaturze w ciągu 20 godzin, następnie podwyższano temperaturę próbek powyżej wyjściowej temperatury  $M_S$ , do temperatury 225°C (przekładano z pieca o temperaturze 185°C do pieca o temperaturze 225°C), wytrzymywano w temperaturze 225°C w ciągu 50 godzin, a po zakończeniu wygrzewania chłodzono swobodnie w powietrzu do temperatury otoczenia. Na podstawie analizy wyników badań dylatometrycznych i wstępnych badań strukturalnych, ustalono przybliżony prze-

Tabela 3. Parametry eksperymentalnych obróbek cieplnych badanych stali

Table 3. Parameters of experimental heat treatments of the investigated steels

Lp.	Stal / oznaczenie obróbki cieplnej	Parametry obróbki		
		Austenitzowanie	I faza obróbki izotermicznej	II faza obróbki izotermicznej
1	NANOS-BA/OC-BA	950°C/10 min./ pow. →	185°C/20 godz. →	225°C/50 godz. / pow.
2	NANOS-BAL/OC-BAL	900°C/10 min./ pow. →	185°C/20 godz. →	225°C/20 godz. / pow.
3	35HGS/OC-HGS	870°C/10 min./ pow. →	280°C/12 godz. / pow.	–

pow. – chłodzenie w powietrzu



Rys. 2. Schemat obróbki cieplnej stali NANOS-BA na tle wykresów CTPc oraz CTPi; krzywe w kolorze czarnym reprezentują chłodzenie próbek o grubości 2 mm (1), 3 mm (2) i 5 mm (3) z temperatury austenitzowania, linia w kolorze czerwonym obrazuje operacje obróbki izotermicznej

Fig. 2. Scheme of heat treatment of NANOS-BA steel shown on background of CCT and TTT diagrams; black curves represent cooling of the 2 mm (1), 3 mm (2) and 5 mm (3) thick specimens from austenitising temperature, red line shows operations of the isothermal treatment

widwany skład fazowy próbek poddanych opisanej obróbce cieplnej. Przybliżone zawartości poszczególnych składników fazowych (w % objętościowych) podano w wyrażeniu (1):

$$10\% M_a + 10\% (M_i+B_i)^{185^\circ\text{C}} + 60\% B_i^{225^\circ\text{C}} + 20\% A_r \quad (1)$$

gdzie:

- $M_a$  – martenzyt atermiczny powstały po ochłodzeniu do  $185^\circ\text{C}$ ,
- $(M_i+B_i)^{185^\circ\text{C}}$  – martenzyt izotermiczny i bainit wytworzone w  $185^\circ\text{C}$ ,
- $B_i^{225^\circ\text{C}}$  – bainit wytworzony w  $225^\circ\text{C}$ ,
- $A_r$  – austenit resztkowy (szczątkowy).

Wyróżnienia ułamków zawartości tego samego składnika strukturalnego, powstałych w różnych temperaturach wytrzymywania, tj.  $B_i^{185^\circ\text{C}}$  oraz  $B_i^{225^\circ\text{C}}$  w zależności (1), dokonano na podstawie porównawczej analizy odcinków dylatogramu odpowiadających wymienionym temperaturom wytrzymania izotermicznego. Na podstawie wykonanego zakresu badań nie jest możliwe jednoznaczne rozróżnienie typu składników fazowych powstałych w wyniku przemian izotermicznych zachodzących w stali NANOS-BA poniżej  $M_s$ , tj. rozróżnienie pomiędzy  $M_i$  oraz  $B_i$ . Obserwacje mikrostruktury finalnej próbek dylatometrycznych skłaniają do wstępnego wniosku, że głównym produktem tych przemian jest bainit o morfologii podobnej do listwowego bainitu bezwęglowego powstającego bezpośrednio powyżej  $M_s$  [7].

Schemat obróbki cieplnej stali NANOS-BAL (pozycja 2 w tabeli 3) znajduje się na rysunku 3. Próbki o grubości 2 mm, 3 mm i 5 mm po austenityzowaniu chłodzono w powietrzu do temperatury poniżej  $M_s$  równej  $185^\circ\text{C}$ , wytrzymywano w tej temperaturze w ciągu 20 godzin, następnie przekładano do pieca o temperaturze  $225^\circ\text{C}$  i wytrzymywano w temperaturze  $225^\circ\text{C}$  w ciągu 20 godzin, a po zakończeniu wygrzewania chłodzono swobodnie w powietrzu do temperatury otoczenia. Na podstawie analizy zapisów dylatometrycznych przy-

porządkowanych kolejnym etapom obróbki cieplnej i wyników wstępnych badań strukturalnych, ustalono przybliżony przewidywany skład fazowy obrabionych próbek o grubości 2 mm i 3 mm (w % objętościowych), podany w postaci wyrażenia (2):

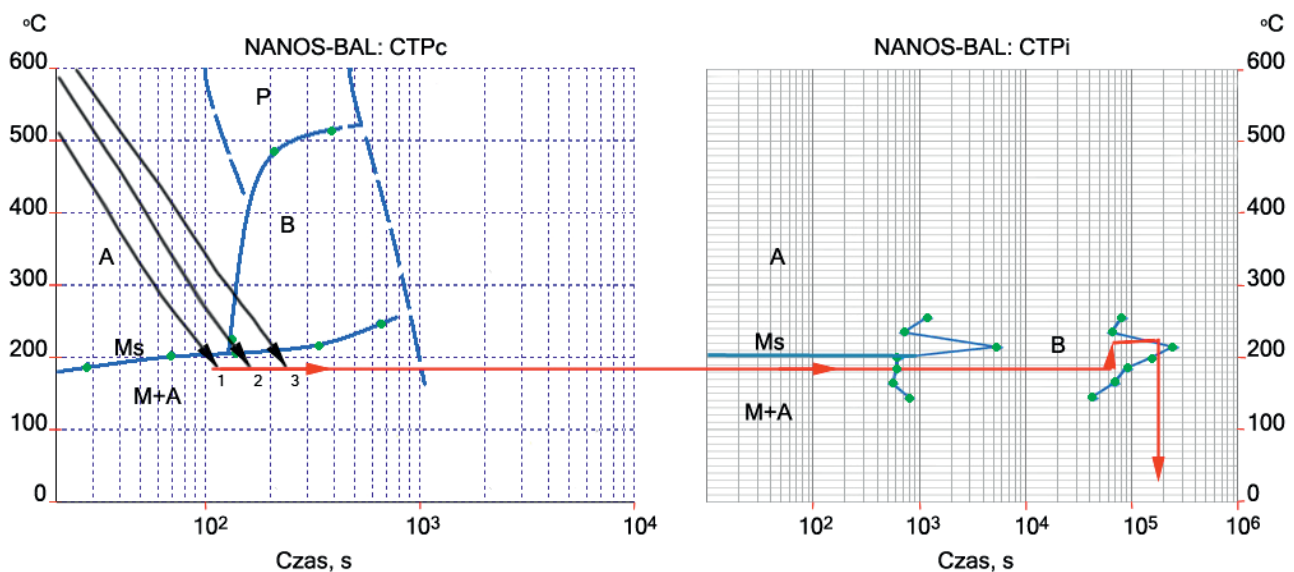
$$15\% M_a + 43\% (M_i+B_i)^{185^\circ\text{C}} + 27\% B_i^{225^\circ\text{C}} + 15\% A_r \quad (2)$$

gdzie:

- $M_a$  – martenzyt atermiczny powstały po ochłodzeniu do  $185^\circ\text{C}$ ,
- $(M_i+B_i)^{185^\circ\text{C}}$  – martenzyt izotermiczny i bainit wytworzone w  $185^\circ\text{C}$ ,
- $B_i^{225^\circ\text{C}}$  – bainit wytworzony w  $225^\circ\text{C}$ ,
- $A_r$  – austenit resztkowy (szczątkowy).

Podobnie jak w przypadku stali NANOS-BA, wyróżnienia ułamków zawartości tego samego składnika strukturalnego, powstałych w różnych temperaturach wytrzymywania, tj.  $B_i^{185^\circ\text{C}}$  oraz  $B_i^{225^\circ\text{C}}$  w zależności (2), dokonano na podstawie porównawczej analizy odcinków dylatogramu odpowiadających wymienionym temperaturom wytrzymania izotermicznego. Natomiast nie było możliwe jednoznaczne rozróżnienie typu składników fazowych powstałych w wyniku przemian izotermicznych zachodzących w stali NANOS-BAL poniżej  $M_s$ , tj. rozróżnienie pomiędzy  $M_i$  oraz  $B_i$ . Obserwacje mikrostruktury finalnej próbek dylatometrycznych stali NANOS-BAL wskazują, że tak jak w przypadku stali NANOS-BA, głównym produktem przemian izotermicznych poniżej  $M_s$  jest bainit o morfologii podobnej do listwowego bainitu bezwęglowego powstającego bezpośrednio powyżej  $M_s$  [7].

Schemat obróbki cieplnej próbek ze stali 35HGS (pozycja 3 w tabeli 3) zamieszczono na rysunku 4. Po austenityzowaniu, próbki o grubości 2 mm i 3 mm chłodzono w powietrzu do temperatury poniżej  $M_s$  równej  $280^\circ\text{C}$ , wytrzymywano w tej temperaturze w ciągu 12 godzin, a po zakończeniu wygrzewania chłodzono swobodnie w powietrzu do temperatury otoczenia.



Rys. 3. Schemat obróbki cieplnej stali NANOS-BAL na tle wykresów CTPc oraz CTPi; krzywe w kolorze czarnym reprezentują chłodzenie próbek o grubości 2 mm (1), 3 mm (2) i 5 mm (3) z temperatury austenityzowania, linia w kolorze czerwonym obrazuje operacje obróbki izotermicznej

Fig. 3. Scheme of heat treatment of NANOS-BAL steel shown on background of CCT and TTT diagrams; black curves represent cooling of the 2 mm (1), 3 mm (2) and 5 mm (3) thick specimens from austenitising temperature, red line shows operations of the isothermal treatment

Na podstawie badań dylatometrycznych i mikrostrukturalnych ustalono, że po ochłodzeniu z temperatury austenitowania do temperatury otoczenia z szybkością większą od ok. 35°C/s, w strukturze stali 35HGS występuje wyłącznie martenzyt. Po zmniejszeniu szybkości chłodzenia zaczyna się przemiana bainityczna, a po dalszym zmniejszeniu do ok. 20°C/s, zapoczątkowana zostaje przemiana ferrytyczna. Wynika z tego, że chłodzenie w powietrzu wyrobów ze stali 35HGS nawet tak cienkich jak 2÷3 mm, powoduje zajście częściowej przemiany austenitu w ferryt i w bainit. Na podstawie analizy zapisów dylatometrycznych przyporządkowanych kolejnym etapom obróbki cieplnej próbek ze stali 35HGS i wyników wstępnych badań strukturalnych, ustalono przybliżony przewidywany skład fazowy próbek obrobionych zgodnie ze schematem zamieszczonym na rysunku 4. Określono następujące zawartości poszczególnych składników fazowych (w % objętościowych), przy założeniu szybkości chłodzenia od temperatury austenitowania do temperatury przemiany izotermicznej równej 5°C/s, co w przybliżeniu odpowiada chłodzeniu w powietrzu próbek o grubości 2÷3 mm:

$$9\% F_c + 16\% B_c + 23\% M_a + 52\% B_i^{280^\circ C} \quad (3)$$

gdzie:

- $F_c$  – ferryt powstały w trakcie chłodzenia ciągłego,
- $B_c$  – bainit powstały w trakcie chłodzenia ciągłego,
- $M_a$  – martenzyt atermiczny powstały po ochłodzeniu do 280°C,
- $B_i^{280^\circ C}$  – bainit wytworzony w 280°C.

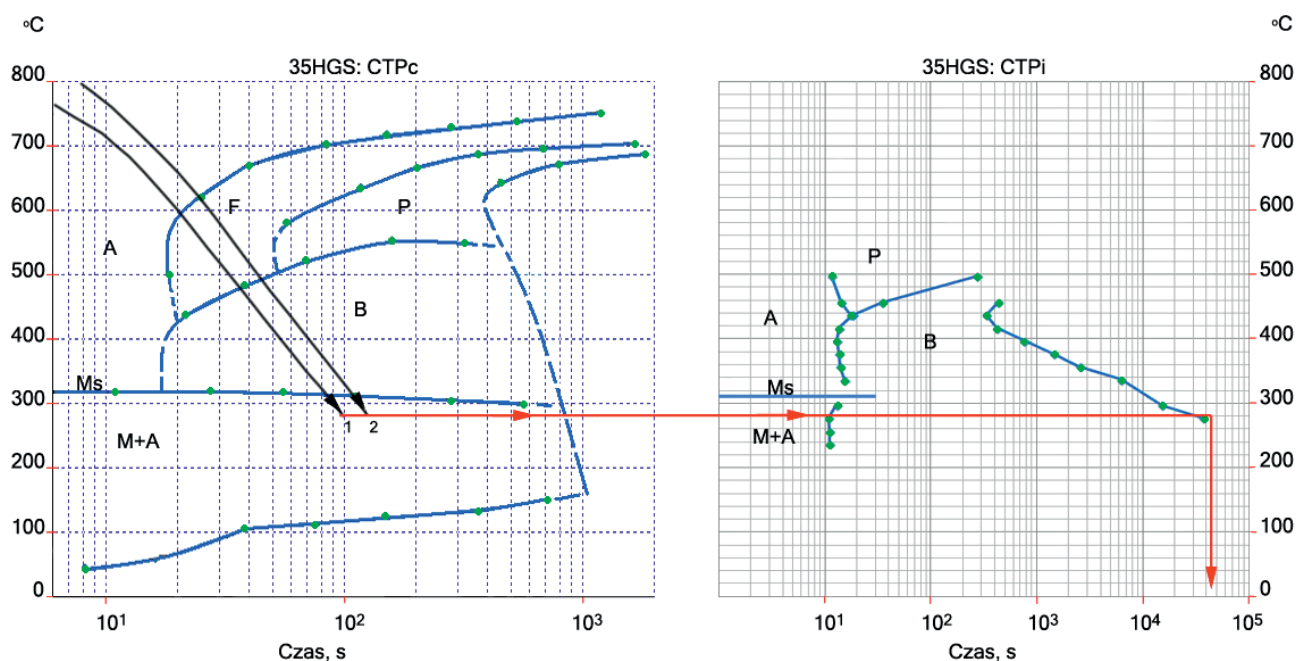
Wyróżnienia ułamków zawartości  $B_c$  oraz  $B_i^{285^\circ C}$  podanych w zależności (3), dokonano na podstawie porównawczej analizy odcinków dylatogramu odpowiadających chłodzeniu ciągłemu do temperatury 280°C oraz

wytrzymaniu izotermicznemu w temperaturze 280°C. Wyniki analizy efektów dylatacyjnych i obserwacje mikrostruktury finalnej próbek dylatometrycznych stali 35HGS wskazują, że fazą wytworzoną w wyniku przemiany izotermicznej poniżej  $M_s$  jest bainit dolny.

### 4.3. WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNE BADANYCH STALI PO ZASTOSOWANIU EKSPERYMENTALNYCH OBRÓBEK CIEPLNYCH ZMIERZONE W PRÓBIE ROZCIĄGANIA

W tabeli 4 podano wartości  $R_{p0,2}$ ,  $R_m$  i  $A_{50mm}$ , wyznaczone w próbie rozciągania próbek ze stali NANOS-BA, NANOS-BAL oraz 35HGS, obrobionych cieplnie według schematów podanych w tabeli 3 i na rysunkach 2–4. Tabela 4 zawiera także wartości wskaźnika  $R_{p0,2}/R_m$ , wyniki pomiarów twardości wykonanych na częściach uchwytowych próbek po rozciągnięciu oraz informacje dotyczące charakteru powierzchni zerwania, na podstawie makroskopowych obserwacji próbek zerwanych.

Ze względu na wstępny charakter badań, z każdego wariantu obróbki wykonano tylko po dwa testy rozciągania i z tego powodu w tabeli 4 zamieszczono wyniki badań wszystkich próbek, bez obliczania wartości średnich dla danego wariantu. Należy zwrócić uwagę, że na wartość wydłużenia zarejestrowanego w próbie rozciągania wpływa geometria i stosunek przekroju do długości próbki. Ponieważ wymiary próbek stosowane w niniejszej pracy nie spełniały kryterium proporcjonalności, które jest zdefiniowane zależnością  $L_0 = 5,65(S_0)^{1/2}$  i oznaczone symbolem A [19], zmierzone wartości oznaczono zgodnie z normą symbolem  $A_{50mm}$ .



Rys. 4. Schemat obróbki cieplnej stali 35HGS na tle wykresów CTPc oraz CTPi; krzywe w kolorze czarnym reprezentują chłodzenie próbek o grubości 2 mm (1) i 3 mm (2) z temperatury austenitowania, linia w kolorze czerwonym obrazuje obróbkę izotermiczną

Fig. 4. Scheme of heat treatment of 35HGS steel shown on background of CCT and TTT diagrams; black curves represent cooling of the 2 mm (1) and 3 mm (2) thick specimens from austenitising temperature, red line shows operations of the isothermal treatment



Tabela 4. Wyniki testów standardowego rozciągania jednoosiowego w temperaturze otoczenia oraz wyniki pomiaru twardości na częściach uchwytowych próbek z badanych stali, poddanych obróbce cieplnej według parametrów podanych w tabeli 4 i na rysunkach 2–4

Table 4. Results of the unidirectional standard tensile tests at room temperature and results of hardness measurements on grip parts of the tensile specimens subjected to heat treatment operations listed in table 4 and shown in figures 2–4

Lp.	Rodzaj obróbki, materiał	Nr testu/ grubość próbki, mm	$R_{p0,2}$ MPa	$R_m$ MPa	$\frac{R_{p0,2}}{R_m}$	$A_{50mm}$ %	HRC; HVprzelicz.	Rodzaj powierzchni zerwania w skali makro
1	OC-BA	test 1/2	1274	1985	0,64	13,6	55; 610	Rozwinięta, plastyczna
2		test 2/2	1260	1977	0,64	17,6	54; 595	Rozwinięta, plastyczna
3		test 3/3	1283	2019	0,64	17,0	53; 575	Rozwinięta, plastyczna
4		test 4/3	1326	2012	0,66	14,7	55; 610	Rozwinięta, plastyczna
5		test 5/5	1313	2038	0,64	14,5	54; 595	Rozwinięta, plastyczna
6		test 6/5	1310	2040	0,64	10,0	53; 575	Przełom kruchoplast.
7	OC-BAL	test 1/2	1482	1950	0,76	3,2	55; 610	Przełom kruchy
8		test 2/2	1526	2130	0,72	12,8	55; 610	Rozwinięta, matowa
9		test 3/3	1565	2148	0,73	13,0	56; 630	Rozwinięta, matowa
10		test 4/3	1543	1965	0,79	3,0	56; 630	Przełom kruchy
11		test 5/5	1577	2186	0,72	5,7	56; 630	Przełom kruchy
12		test 6/5	1482	2146	0,69	–	55; 610	Przełom kruchy
13	OC-HGS	test 1/2	1134	1474	0,77	12,4	46; 465	Rozwinięta, plastyczna
14		test 2/2	1140	1482	0,77	13,2	46; 465	Rozwinięta, plastyczna
15		test 3/3	994	1304	0,76	15,7	42; 415	Rozwinięta, plastyczna
16		test 4/3	1013	1316	0,77	14,6	41; 405	Rozwinięta, plastyczna

### Stal NANOS-BA

W stanie wyjściowym przed obróbką cieplną próbki ze stali NANOS-BA miały mikrostrukturę wysokoodpuszczonego martenzytu i bainitu i charakteryzowały się twardością 320 HV. Obróbka cieplna próbek ze stali NANOS-BA z zastosowaniem wariantu OC-BA opisano w tabeli 3 i zamieszczonego w postaci schematu na rysunku 2, polegająca na wytworzeniu niewielkiej objętości martenzytu atermicznego (ok. 10% obj.), wytrzymaniu bezpośrednio poniżej  $M_S$  w ciągu 20 godzin i następnym wytrzymaniu w temperaturze 225°C w ciągu 50 godzin, doprowadziła do uzyskania następujących średnich wartości w próbie rozciągania (odrzucono wyniki testu nr 6, w trakcie którego próbka została zerwana przedwcześnie prawdopodobnie jako wynik wady materiałowej):  $R_{p0,2} = 1291$  MPa,  $R_m = 2006$  MPa i  $A_{50mm} = 15,5\%$ . W porównaniu z typowymi wartościami po standardowej obróbce tej stali (225°C/70 godz.) wynoszącymi  $R_{p0,2} = 1350-1375$  MPa,  $R_m = 1950-2000$  MPa i  $A = 12-14\%$ , obróbka zastosowana w niniejszej pracy obejmująca przemianę izotermiczną poniżej  $M_S$ , dała w wyniku niższą wartość granicy plastyczności, wyższą wytrzymałość i większe wydłużenie całkowite. Szczegółowe przyczyny tych zmian mogą zostać ustalone po dodatkowych badaniach mikroskopowych i rentgenograficznych, ale z dotychczasowych badań można wnioskować, że obserwowany efekt zwiększenia różnicy pomiędzy wartościami  $R_{p0,2}$  a  $R_m$ , może wynikać m. in. ze zmiany morfologii i składu chemicznego austenitu resztkowego w strukturze finalnej i ze zmniejszenia rozmiarów nanolistew bainitu. Z przeprowadzonego eksperymentu wynika, że włączenie do obróbki cieplnej operacji polegającej na ochłodzeniu poniżej  $M_S$  i przeprowadzeniu częściowej przemiany izotermicznej poniżej  $M_S$  może zostać wykorzystane do regulowania proporcji  $R_{p0,2} : R_m$  dla stali NANOS-BA.

### Stal NANOS-BAL

W stanie wyjściowym przed obróbką cieplną próbki ze stali NANOS-BAL miały mikrostrukturę wysokoodpuszczonego martenzytu i bainitu i charakteryzowały się twardością 300 HV. Eksperymentalnie stwierdzono, że hartowność stali NANOS-BAL o obniżonej zawartości pierwiastków stopowych w stosunku do stali NANOS-BA, jest wystarczająca do ominięcia w trakcie chłodzenia w powietrzu przemian dyfuzyjnych i przemiany w bainit górny dla próbek lub wyrobów o grubości do ok. 3 mm. W chłodzeniu w powietrzu próbkach o grubości 5 mm może powstać kilka % obj. bainitu. Obróbka OC-BAL, której parametry podano w tabeli 3 i na rysunku 3, miała na celu zbadanie wpływu martenzytu atermicznego w ilości kilkunastu % obj. oraz faz powstałych w wyniku częściowej przemiany izotermicznej bezpośrednio poniżej  $M_S$ , na właściwości mechaniczne stali NANOS-BAL. Dla typowo przebiegających testów rozciągania próbek o grubości 2 mm oraz 3 mm, po obróbce OC-BAL uzyskano w próbie rozciągania bardzo dobre parametry dla przypadku zastosowania, gdy wymagana jest podwyższona wartość granicy plastyczności w stosunku do obróbki standardowej:  $R_{p0,2} = 1545$  MPa,  $R_m = 2140$  MPa,  $R_{p0,2}/R_m = 0,72$ ,  $A_{50mm} = 13\%$  oraz  $HRC = 55,5 \approx HV = 620$ . W kilku przypadkach nastąpiło kruche zerwanie próbek, co dało w wyniku niską wartość wydłużenia. Opisanie korelacji pomiędzy zmianami mikrostruktury a uzyskanymi właściwościami mechanicznymi wymaga dalszych szczegółowych badań.

### Stal 35HGS

Przed obróbką cieplną próbki ze stali 35HGS miały mikrostrukturę perlityczno-ferrytyczną i charakteryzowały się twardością 250 HV. Obróbka cieplna zastosowana w niniejszej pracy do przemysłowo wytwa-

rganego gatunku stali 35HGS miała na celu zbadanie wpływu składników fazowych wytworzonych w wyniku wytrzymania izotermicznego poniżej temperatury  $M_S$ , na właściwości mechaniczne. Ze względu na stosunkowo małą hartowność tej stali, chłodzenie w powietrzu nawet wyrobów cienkich, zapoczątkowuje przemiany w ferryt i w bainit górny (Rys. 4). Standardowo wyroby ze stali 35HGS hartowane są w oleju lub w solach. Zastosowanie wariantu polegającego na ochłodzeniu poniżej  $M_S$  do temperatury 280°C powodującym wytworzenie 20÷25% obj. martenzytu atermicznego i na przeprowadzeniu przemiany izotermicznej w tej temperaturze w ciągu 12 godzin, spowodowało wytworzenie mikrostruktury wielofazowej o bardzo korzystnym połączeniu właściwości wytrzymałościowych i plastycznych. Dla próbek o grubości 2 mm uzyskano:  $R_{p0,2} = 1137$  MPa,  $R_m = 1478$  MPa,  $A_{50mm} = 12,8\%$  oraz dla próbek o grubości 3 mm:  $R_{p0,2} = 1004$  MPa,  $R_m = 1310$  MPa,  $A_{50mm} = 15,2\%$ .

## 5. PODSUMOWANIE WYNIKÓW BADAŃ I WNIOSKI

Wstępne badania wpływu operacji izotermicznego wytrzymania poniżej  $M_S$  na właściwości mechaniczne wysokowytrzymałych stali konstrukcyjnych wykonano na dwóch gatunkach stali należących do nowej klasy stali nanobainitycznych (NANOS-BA i NANOS-BAL) oraz na wytwarzanym przemysłowo standardowym gatunku stali ulepszanej cieplnie (35HGS). Do oceny właściwości mechanicznych stali zastosowano znormalizowaną próbę jednoosiowego rozciągania w temperaturze otoczenia. Na podstawie wcześniejszych badań oczekiwano, że operacja wytrzymania izotermicznego poniżej  $M_S$  spowoduje wytworzenie ultradrobnej wielofazowej mikrostruktury, warunkującej uzyskanie jednocześnie wysokiej wytrzymałości i dużej ciągliwości. Czasy obróbek izotermicznych bezpośrednio powyżej i / lub poniżej  $M_S$ , są dłuższe lub znacznie dłuższe od czasów konwencjonalnych obróbek cieplnych. Jednak te niskotemperaturowe obróbki powodują stosunkowo małe zużycie energii, a ich zastosowanie przeznaczone jest do wyrobów o wyjątkowo wysokich wymaganiach eksploatacyjnych. W przypadku wyrobów ultrawytrzymałych do wymagających zastosowań, koszty wykonywania proponowanych niestandardowych obróbek nie są czynnikiem decydującym, tak jak ma to miejsce w przypadku produkcji masowej.

Obróbka cieplna próbek ze stali NANOS-BA z zastosowaniem wariantu obejmującego ochłodzenie do temperatury 185°C (niższej od  $M_S$ ), wytrzymanie w tej

temperaturze w ciągu 20 godzin i następnie wytrzymanie w temperaturze 225°C (wyższej od  $M_S$ ) w ciągu 50 godzin, doprowadziła do uzyskania  $R_{p0,2} = 1291$  MPa,  $R_m = 2006$  MPa i  $A_{50mm} = 15,5\%$ . W porównaniu z typowymi wartościami po standardowej obróbce tej stali (225°C/70 godz.) wynoszącymi  $R_{p0,2} = 1350\div 1375$  MPa,  $R_m = 1950\div 2000$  MPa i  $A = 12\div 14\%$ , obróbka obejmująca przemianę izotermiczną poniżej  $M_S$ , dała w wyniku niższą wartość granicy plastyczności, wyższą wytrzymałość i większe wydłużenie całkowite. W rezultacie zastosowania obróbki stali NANOS-BAL polegającej na ochłodzeniu do temperatury 185°C (niższej od  $M_S$ ), wytrzymaniu w tej temperaturze w ciągu 20 godzin, a następnie wytrzymaniu w temperaturze 225°C (wyższej od  $M_S$ ) w ciągu 20 godzin, uzyskano następujące wyniki próby rozciągania:  $R_{p0,2} = 1545$  MPa,  $R_m = 2140$  MPa,  $R_{0,2}/R_m = 0,72$  i  $A_{50mm} = 13\%$ .

Z przeprowadzonych badań wynika, że włączenie do obróbki cieplnej stali nanobainitycznych operacji polegającej na przeprowadzeniu częściowej przemiany izotermicznej poniżej  $M_S$ , podwyższa wytrzymałość i jednocześnie zwiększa ciągliwość, a także może zostać wykorzystane do regulowania proporcji  $R_{p0,2} : R_m$ . Szczegółowe przyczyny tych zależności mogą zostać ustalone po dodatkowych badaniach mikroskopowych i rentgenograficznych, ale z dotychczasowych wyników badań można wnioskować, że obserwowany efekt zwiększenia wytrzymałości i zmiany różnicy pomiędzy wartościami  $R_{p0,2}$  a  $R_m$ , może wynikać ze zmiany morfologii i składu chemicznego austenitu resztkowego w strukturze finalnej i ze zmniejszenia rozmiarów nanolistew bainitu.

Obróbka cieplna stali 35HGS polegająca na ochłodzeniu do temperatury przemiany izotermicznej równej 280°C (tj. poniżej  $M_S$ ) i na przeprowadzeniu przemiany izotermicznej w tej temperaturze w ciągu 12 godzin, spowodowała wytworzenie mikrostruktury wielofazowej o bardzo korzystnym połączeniu właściwości wytrzymałościowych i plastycznych. Dla próbek o grubości 2 mm uzyskano:  $R_{p0,2} = 1137$  MPa,  $R_m = 1478$  MPa,  $A_{50mm} = 12,8\%$  oraz dla grubości 3 mm:  $R_{p0,2} = 1004$  MPa,  $R_m = 1310$  MPa,  $A_{50mm} = 15,2\%$ .

Na podstawie wykonanego zakresu badań nie było możliwe jednoznaczne rozróżnienie typu i morfologii składników fazowych powstałych w wyniku przemian izotermicznych zachodzących w badanych stalach poniżej temperatury  $M_S$ . W tym celu wymagane jest kontynuowanie pracy z zastosowaniem zaawansowanych metod badań dylatometrycznych i mikrostrukturalnych.

**Artykuł zawiera część wyników badań uzyskanych w pracy statutowej Instytutu Metalurgii Żelaza S0-0925/2016 finansowanej z dotacji MNiSW na rok 2016.**

## LITERATURA

- [1] D.V. Edmonds, K. He, F.C. Rizzo, B.C. De Cooman, D.K. Matlock, J.G. Speer, Quenching and partitioning martensite – A novel steel heat treatment, *Mater. Sci. Eng.* 438-440 (2006) 25-34.
- [2] D.V. Edmonds, J.G. Speer, Martensitic steels with carbide free microstructures containing retained austenite, *Mater. Sc. Technol.* 26 (2010) 386-391.
- [3] H.Y. Li, X. W. Lu, W.J. Li, X.J. Jin, Microstructure and Mechanical Properties of an Ultrahigh-Strength 40SiMnNiCr steel during the One-Step Quenching and Partitioning Process, *Metall. Mater. Trans.* 41 (5) (2010) 1284-1300.
- [4] M.J. Santofimia, S.M.C. van Bohemen, J. Sietsma, Combining bainite and martensite in steel microstructures for light weight applications, *The Journal of The southern African Institute of Mining and Metallurgy* 113 (2) (2013) 143-148.
- [5] E.P. Da Silva, D. De Knijf, W. Xu, C. Föjer, Y. Houbaert, J. Sietsma, R. Petrov, Isothermal transformations in advanced high strength steels below martensite start temperature, *Mater. Sci. Technol.* 31 (7) (2015) 808-816.
- [6] B. Garbarz, B. Niżnik-Harańczyk, Modification of microstructure to increase impact toughness of nanostructured bainite-austenite steel, *Mater. Sci. Technol.* 31 (5) (2014) 773-780.



- [7] B. Garbarz, W. Zalecki, Kinetyka izotermicznych przemian fazowych w stalach wysokowęglowych poniżej temperatury  $M_S$ , *Prace Instytutu Metalurgii Żelaza* 69 (1) (2017) 2-9.
- [8] A. Navarro-Lopez, J. Sietsma, M.J. Santofimia, Effect of Prior Athermal Martensite on the Isothermal Transformation Kinetics Below  $M_S$  in a Low-C High-Si Steel, *Metall. Mater. Trans. A* 47 (3) (2016) 1028-1039.
- [9] S.M.C. Van Boheman, M. J. Santofimia, J. Sietsma, Experimental evidence for bainite formation below  $M_S$  in Fe-0.66C, *Scripta Mater.* 58 (6) (2008) 488-491.
- [10] P. Kolmskog, A. Borgenstam, M. Hillert, P. Hedström, S.S. Babu, H. Terasaki, Y.I. Komizo, Direct Observation that Bainite can Grow Below  $M_S$ , *Metall. Mater. Trans. A* 43 (3) (2012) 4984-4988.
- [11] D. Kim, S.J. Lee, B.C. De Cooman, Microstructure of Low C Steel Isothermally Transformed in the  $M_S$  to  $M_f$  Temperature Range, *Metall. Mater. Trans. A* 43 (13) (2012) 4967-4983.
- [12] B. Garbarz, W. Burian, Microstructure and Properties of Nanoduplex Bainite-Austenite Steel for Ultra-High-Strength Plates, *Steel Research Int.* 85 (12) (2014) 1620-1628.
- [13] B. Garbarz, Perspektywy rozwoju technologii wytwarzania i zastosowań wyrobów z ultrawytrzymałych stali nanobainitycznych, *Prace Instytutu Metalurgii Żelaza* 67 (2) (2015) 65-79.
- [14] Instytut Metalurgii Żelaza im. St. Staszica, Walcarka do walcowania na gorąco wraz z urządzeniami do obróbki cieplnoplastycznej (moduł B-LPS), [www.imz.pl](http://www.imz.pl), (dostęp 20.03.17).
- [15] Stahl-Eisen-Prüfblatt. 1681, "Guidelines for preparation, execution and evaluation of dilatometric transformation test on iron alloys". STAHL-EISEN-Prüfblätter (SEP) des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute, 2nd edition, 1998.
- [16] Standard Practice for Quantitative Measurement and Reporting of Hypoeutectoid Carbon and Low-Alloy Steel Phase Transformations". ASTM Committee A01 on Steel, Stainless Steel and Related Alloys, 2000.
- [17] Procedura 2-BT, Badania dylatometryczne przemian fazowych materiałów metalicznych, Instytut Metalurgii Żelaza im. Stanisława Staszica, wyd. III, 2005.
- [18] 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 S0 0835, 201.
- [19] PN-EN ISO 6892-1, Metale. Próba rozciągania – Część 1: Metoda badania w temperaturze pokojowej, 2016.