

Mariusz ADAMCZYK, Barbara NIŻNIK-HARAŃCZYK, Jerzy POGORZAŁEK

WPŁYW TECHNOLOGII WYTAPIANIA STALI Z DODATKIEM STOPOWYM 3÷5% Al NA RODZAJ I MORFOLOGIĘ WTRĄCEŃ NIEMETALICZNYCH

W artykule przedstawiono wyniki badań wpływu warunków wytapiania i odlewania eksperymentalnych stali zawierających 3÷5% glinu na rodzaj i morfologię wtrąceń niemetalicznych. Wytopy badawcze wykonano w elektrycznym piecu indukcyjnym z zastosowaniem próżni oraz w atmosferze powietrza. Przeprowadzono analizę ilościową i jakościową wtrąceń niemetalicznych po przeróbce plastycznej na gorąco. W stalach wytapianych i odlewanych w powietrzu występują głównie wtrącenia AlN, MnS, Al₂O₃ oraz złożone wtrącenia tlenkowo-siarczkowe. Udział objętościowy wszystkich wtrąceń niemetalicznych stanowi 0,10÷0,12% obj. i jest większy o ok. 30% w porównaniu ze stalą wytapianą w próżni.

Słowa kluczowe: stal z glinem, wtrącenia niemetaliczne, analiza ilościowa

THE EFFECT OF MELTING TECHNOLOGY OF STEEL WITH ADDITION OF 3÷5% Al ON THE TYPE AND MORPHOLOGY OF NON-METALLIC INCLUSIONS

The paper presents the effect of melting and casting conditions of experimental steels with 3÷5% of aluminium on the type and morphology of non-metallic inclusions. The experimental heats were carried out in an electric induction furnace in vacuum and in air atmosphere. A quantitative and qualitative analysis of non-metallic inclusions was conducted after hot plastic working. Steels which were melted and casted in air atmosphere contain mainly AlN, MnS, Al₂O₃ and complex oxide-sulfide inclusions. The volume fraction of non-metallic inclusions was 0.10÷0.12% and it was about 30% higher than the volume of inclusions in the steel produced in vacuum.

Keywords: aluminum alloyed steel, non-metallic inclusions, quantitative analysis

1. WPROWADZENIE

W artykule zawarto wyniki pracy, która jest kontynuacją problematyki badawczej realizowanej w Instytucie Metalurgii Żelaza w zakresie badań podstawowych (od roku 2002), oraz badań półprzemysłowych (od roku 2010), dotyczącej rozwoju nowej generacji stali konstrukcyjnych zawierających jako główny pierwiastek stopowy glin w ilości do ok. 8% [1–3]. Z otrzymanych dotychczas rezultatów badań w zakresie przemian fazowych zachodzących w eksperymentalnych stalach opartych na układzie Fe-C-Mn-Al wynika m.in., że dodatek stopowy glinu w analizowanym zakresie zawartości wpływa istotnie na zmianę zakresu temperaturowego przemian fazowych oraz decyduje o rodzaju i morfologii składników strukturalnych. Rozwijana w IMŻ nowa generacja stali konstrukcyjnych na bazie układu Fe-(0,1÷0,3%)C-(0,5÷1,8%)Mn-(3÷5%)Al stanowi może korzystną alternatywę dla klasycznych stali węglowych i stopowych stosowanych obecnie na konstrukcje.

Celem pracy, której wyniki zawiera artykuł, było zbadanie rodzaju i morfologii wtrąceń niemetalicznych powstających w stali z wysoką zawartością glinu, wytapianej i odlewanej w atmosferze powietrza, w warunkach symulujących wybrane parametry procesu stalowniczego w przemysłowym piecu elektrycznym.

W literaturze naukowej istnieje wiele opracowań dotyczących stali z dodatkiem stopowym glinu, w ilości znacznie przekraczającej jego zawartość w porównaniu z typowymi stalami konstrukcyjnymi. Publikacje te odnoszą się niemal wyłącznie do grupy wysokowytrzymałych stali o strukturze wielofazowej [4–9] lub stali wysokostopowych [10–14], przeznaczonych na blachy i profile stosowane na elementy karoserii samochodów. Dostępne publikacje nie zawierają zagadnień dotyczących wpływu sposobu wytwarzania stali z wysokim dodatkiem stopowym glinu na rodzaj i morfologię występujących w nich wtrąceń niemetalicznych. Obecność wtrąceń niemetalicznych w stali powoduje nieciągłości w osnowie i wpływa niekorzystnie na właściwości mechaniczne. Szczególnie niekorzystne są duże lub silnie wydłużone wtrącenia, rozmieszczone nierównomiernie bądź występujące w postaci skupisk. Wymagania określające dopuszczalne zawartości, rodzaj i rozmieszczenie wtrąceń niemetalicznych w stalach konstrukcyjnych, są ściśle uzależnione m.in. od przeznaczenia i warunków pracy wykonanych z nich wyrobów, w tym

temperatury eksploatacji oraz rodzaju i sposobu przenoszenia obciążeń. Stopień zanieczyszczenia wtrąceniami niemetalicznymi jest również jednym z czynników wpływających na spawalność stali. W literaturze znaleźć można opracowania dotyczące metod rafinacji i odgazowania kąpieli stalowej poprawiających ich czystość metalurgiczną, czy sposobu modyfikacji wtrąceń niemetalicznych dla różnych gatunków węglowych i stopowych stali konstrukcyjnych. Autorzy publikacji [15] zbadali wpływ rafinacji i odgazowania próżniowego na rozmiar wtrąceń niemetalicznych dla stali średniowęglowej wytapianej w elektrycznym piecu łukowym. W artykule [16] podano udział objętościowy wtrąceń ($0,1 \div 0,24\%$ obj.) dla stali stopowej średniowęglowej wytworzonej w elektrycznym piecu łukowym po procesie odsiarczania i argonowania. Udział objętościowy wtrąceń niemetalicznych dla stali wysokowęglowej po procesie konwertorowym i ciągłym odlewaniu mieści się w zakresie $0,23 \div 0,45\%$ obj. (w tym tlenki $0,06 \div 0,21\%$ obj.) [17]. W przypadku stali konstrukcyjnej S235JR udział wtrąceń niemetalicznych stanowi $0,17\%$ obj. [18]. W stali konstrukcyjnej średniowęglowej 35B2+Cr całkowity udział wtrąceń niemetalicznych wynosi $0,26\%$ obj. – w tym tlenki: $0,14\%$; azotki $0,02\%$ [19].

Uzyskane dotychczas w IMŻ wyniki badań stali konstrukcyjnych z dodatkiem stopowym glinu wykazały m.in. [1–3], że obecność glinu w ilości powyżej 1% ogranicza szkodliwe działanie Cu i Sn na jakość powierzchni wyrobów stalowych (tzw. kruchość miedziowa). Tworzenie się w strefie utleniania ciekłej fazy na osnowie Cu oraz związana z tym procesem propagacja pęknięć wzdłuż granic ziarn, jest znacznie ograniczona w stali zawierającej 1% Al, a przy zawartości glinu powyżej 4% następuje całkowite zahamowanie procesu tworzenia się tego typu wad. Opracowanie technologii wytwarzania wyrobów ze stali z dodatkiem Al może zatem zwiększyć efektywność recyklingu złomu zawierającego glin i podwyższoną zawartość nieutleniających się pierwiastków metalicznych (Cu, Sn, As, Sb), który stanowiłyby część materiału wsadowego w procesie stalowniczym. Istotnym aspektem obecności atomów Al w sieci Fe- α jest duży stopień umocnienia roztworowego ferrytu, odporność na wysokotemperaturowe utlenianie stali w powietrzu oraz podwyższona odporność korozyjna w określonych środowiskach. Stale konstrukcyjne zawierające glin stwarzają więc możliwość uzyskania unikatowego zespołu właściwości użytkowych, niemożliwych do osiągnięcia w przypadku dotychczas stosowanych standardowych gatunków niestopowych i niskostopowych stali konstrukcyjnych. Wyniki symulacji fizycznej obróbki cieplno-plastycznej wskazują [20], że stale konstrukcyjne z dodatkiem glinu o silnej pasmowości i dużym rozdrobieniu ziarna wykazują wyższe właściwości wytrzymałościowe przy jednocześnie dobrej plastyczności, w porównaniu ze standardowymi niskostopowymi stalami konstrukcyjnymi. Dla stali zawierających glin w ilości do 5% masowych, możliwe jest uzyskanie korzystnej struktury wielofazowej, składającej się z osnowy ferrytycznej, w której w zależności od sposobu i szybkości chłodzenia, występują wyspy i pasma perlitu, bainitu lub/i martenzytu, jak również pewnej ilości austenitu szczątkowego (do kilkunastu procent). W zależności od zastosowanych parametrów odkształcenia i chłodzenia stali o zawartości glinu $3 \div 5\%$ uzyskano właściwości mechaniczne z zakresu od ($R_e = 600$ MPa, $R_m = 750$ MPa, $A = 24\%$) do

($R_e = 800$ MPa, $R_m = 1$ GPa, $A = 16\%$). Uzyskane wyniki badań stali z dodatkiem glinu wskazują na ich duży potencjał aplikacyjny jako materiału konstrukcyjnego.

Prowadzone dotychczas w IMŻ badania nad eksperymentalnymi stalami z glinem opierały się wyłącznie na materiale wykonywanym w warunkach laboratoryjnych z zastosowaniem procesu wytwarzania, pozwalającego na uzyskanie możliwie najwyższej czystości pod względem zawartości wtrąceń niemetalicznych. Badania prowadzono na materiale wytapianym w próżni i odlewany w atmosferze argonu, stosując proces odgazowywania kąpieli stalowej, zapewniający niskie zawartości O i N. W kontekście możliwości komercyjnego i względnie taniego wytwarzania badanych stali w warunkach przemysłowych, np. z zastosowaniem elektrycznego pieca łukowego bez stosowania specjalnych procesów obróbki pozapiecowej, istnieje potrzeba zbadania skłonności stali z wysoką zawartością glinu do tworzenia się w trakcie wytapiania wtrąceń niemetalicznych (tlenków i azotków) w kontakcie z atmosferą powietrza. Glin, charakteryzujący się dużym powinowactwem do tlenu, jest silnym odtleniaczem i tworzy tlenki Al_2O_3 . Pierwiastek ten ma również wysokie powinowactwo do azotu i tym samym przyczynia się do powstawania AlN.

Rodzaj, kształt, wielkość, orientacja i rozmieszczenie wtrąceń niemetalicznych w stali mają istotny wpływ na właściwości mechaniczne, w szczególności w warunkach obciążeń dynamicznych. Obecność drobnych, dyspersyjnych cząstek azotków glinu w stali może przyczynić się do korzystnego ograniczenia rozrostu ziarna, jednak wysoka zawartość i duże rozmiary tych wtrąceń wpływają na koncentrację naprężeń i obniżenie udurowienia. Obecność wtrąceń niemetalicznych w stali w postaci kruchych tlenków Al_2O_3 pogarsza dodatkowo jakość powierzchni wyrobów po przeróbce plastycznej.

2. MATERIAŁ BADAWCZY ORAZ TECHNOLOGIA WYKONANIA WYTOPÓW STALI Z WYSOKĄ ZAWARTOŚCIĄ GLINU

Materiał do badań stanowiły trzy doświadczalne gatunki stali z dodatkiem stopowym glinu o składzie chemicznym przedstawionym w tabeli 1. Stale charakteryzują się zróżnicowaną zawartością węgla w zakresie $0,20 \div 0,35\%$ oraz różnią się zawartością głównych pierwiastków stopowych, tj. Al i Mn. W tabeli 2 przedstawiono wartości temperatury likwidus i solidus badanych stali, obliczone za pomocą oprogramowania Thermo-Calc. Wszystkie stale zostały wytopione i odlane w IMŻ w elektrycznych próżniowych piecach indukcyjnych w postaci wlewków o masie około 100kg (stal B3) i około 25 kg (stale C5-1 i C5-2). W przypadku stali B3, stanowiącej materiał referencyjny, cały proces wytapiania i odlewania odbywał się w próżni w piecu PVA typu VSG 100S, natomiast stale C5-1 i C5-2 zostały wykonane w piecu VIMLAB 30 w atmosferze powietrza. W procesie wytapiania stali nie stosowano materiałów żużlotwórczych oraz nie wprowadzano modyfikatorów wtrąceń niemetalicznych.

W procesie wytapiania wyłożenie tygła stanowił monolityczny wkład ceramiczny, wykonany z masy magnezowo-spinelowej Al_2O_3 , MgO. Wsad do pieca zestawiano z czystych materiałów o znanym składzie chemicznym oraz odpowiedniej wielkości kawałków

Tabela 1. Skład chemiczny (analiza wytopowa) oraz sposób wykonania wytopów laboratoryjnych eksperymentalnych stali z glinem

Table 1. The chemical composition (heat analysis) and the method of production of laboratory melts of experimental steels with aluminium

Lp.	Typ pieca/ masa wlewka	Rodzaj i wymiary wlewnicy	Warunki wytapiania i odlewania	Ozn. stali	Zawartości pierwiastków, % masowe								ppm	
					C	Mn	Si	P	S	Al	Cu	Sn	N	O
1	VSG 100S/ ~98 kg	kwadratowa z nadstawką, kw. 140/165 mm	w próżni	B3	0,30	1,72	0,30	0,009	0,01	3,0	0,017	0,006	24	5
2	VIM LAB 30-75/ ~25 kg	okrągła z nadstawką, ø120/ø145 mm	w atmosferze powietrza (otwarty piec)	C5-1	0,20	1,10	0,11	0,008	0,007	4,3	0,080	0,005	35	31
3				C5-2	0,35	2,70	0,42	0,008	0,013	5,3	0,025	0,006	37	16

dla dobrego wypełnienia objętości tygła. Podstawowy wsad stanowiło żelazo armco, natomiast dla uzyskania wymaganego składu chemicznego stali stosowano czyste dodatki metaliczne w postaci: manganu, krzemu i aluminium. Stale odlewano do wlewnic żeliwnych z nadstawkami izolowanymi termicznie, w celu spowolnienia krzepnięcia górnej części wlewki i zwiększenia skuteczności przechodzenia powstałych wtrąceń i zanieczyszczeń do nadlewu.

Tabela 2. Temperatury likwidus i solidus obliczone za pomocą programu Thermo-Calc dla badanych stali z glinem

Table 2. Liquidus and solidus temperatures calculated by Thermo-Calc software for the investigated steels with aluminium

Oznaczenie stali	$T_{likw.}$ °C	$T_{solid.}$ °C
B3	1507	1464
C5-1	1513	1443
C5-2	1496	1431

Do wykonania wytopu stali B3 w próżni zastosowano piec indukcyjny PVA typu VSG 100S. Wsad podstawowy składający się z żelaza armco ładowano do tygła pieca jako pierwszy i prowadzono jego roztapianie. Po stopieniu około 30% masy załadowanego wsadu, komorę pieca wypełniano argonem. Po całkowitym stopieniu wsadu i osiągnięciu temperatury kąpieli około 1550°C, kąpiel odgazowywano przez 15 minut (ciśnienie w komorze pieca wynosiło 0,096 mbar). Pozostałe składniki stali wprowadzano w atmosferze argonu po osiągnięciu temperatury kąpieli 1570°C. Aluminium, ze względu na jego dużą ilość, ładowano w dwóch porcjach. Ciekłą stal o temperaturze około 1590°C odlewano od góry w atmosferze argonu poprzez kład pośrednią do wlewnicy żeliwnej kwadratowej, zbieżnej ku dołowi. Łączny czas trwania wytopu wynosił około 3,5 godz.

Wytopy stali C5-1 i C5-2 wykonano w próżniowym piecu indukcyjnym VIMLAB 30. Roztapianie wsadu prowadzono w atmosferze powietrza. Po całkowitym roztopieniu żelaza armco dodano do kąpieli pozostałe składniki, tj. C, Mn, Si i Al. Czas procesu topienia składników wynosił około 1 godziny. Po wprowadzeniu wszystkich dodatków regulowano temperaturę kąpieli do wymaganej dla odlewania, tj. 1590÷1610°C, pobierano próbkę stali do analizy składu chemicznego i przystąpiono do odlewania wytopu w atmosferze powietrza. Ciekłą stal odlewano od góry bezpośrednio z tygła do okrągłej wlewnicy żeliwnej. Łączny czas trwania wytopów stali C5-1 i C5-2 wynosił odpowiednio 70 min i 90 min.

Wlewki laboratoryjne po odlaniu, bez stosowania obróbki ujednorodniającej, poddane zostały przeróbce plastycznej na gorąco. Materiał przed odkształceniem plastycznym nagrzewano do temperatury około 1150°C, wygrzewano w czasie około 2,5 godz., po czym prowadzono proces kucia stosując kilkukrotne dogrzewanie międzyoperacyjne. Wlewki przekuto wstępnie na płaskowniki o przekroju poprzecznym 50 mm × 60 mm, z których wykonano pręty okrągłe ø18 mm oraz odwałcowano płaskowniki o grubości 3÷7 mm. Odkształcenie plastyczne realizowano w zakresie temperatury od około 1100°C do 750°C.

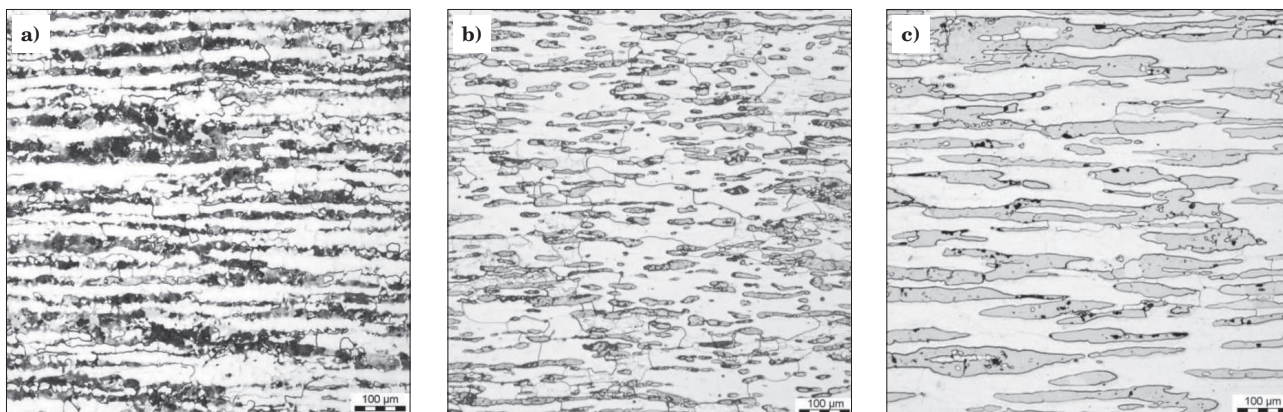
3. PRZYGOTOWANIE MATERIAŁU ORAZ ZAKRES BADAŃ

Badania metalograficzne eksperymentalnych stali z glinem oraz ocenę ich czystości metalurgicznej pod względem ilości i rodzaju wtrąceń niemetalicznych przeprowadzono na próbkach pobranych z materiału po przeróbce plastycznej. Dla każdego gatunku stali materiał poddany badaniom pochodził z obszaru wlewki odpowiadającego w przybliżeniu połowie wysokości korpusu. Zakres przeprowadzonych badań był następujący:

- badania metalograficzne z wykorzystaniem mikroskopii świetlnej w zakresie powiększeń 100÷2000 razy,
- identyfikacja wtrąceń niemetalicznych z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego Inspect F,
- ocena stopnia zanieczyszczenia wtrąceniami niemetalicznymi metodą porównawczą ze wzorcami zgodnie z normą ASTM E-45 [21] oraz PN-64/H-04510 [22],
- analiza ilościowa wtrąceń niemetalicznych za pomocą analizatora obrazu MetIlo 12.1.

4. WYNIKI BADAŃ

Przykładowe fotografie mikrostruktury badanych stali na przekroju wzdłużnym chłodzonych swobodnie w powietrzu prętów po przeróbce plastycznej przedstawiono na rysunku 1. Widoczne jest wyraźne zróżnicowanie struktury badanych stali w zależności od ich składu chemicznego. Stal B3 charakteryzuje się pasmowym rozmieszczeniem składników struktural-



Rys. 1. Mikrostruktura stali z glinem na przekroju wzdłużnym pręta $\phi 18$ mm po kuciu na gorąco w zakresie temperatury $\sim 1100\div 750^{\circ}\text{C}$ z następnym chłodzeniem swobodnym w powietrzu: a) B3, b) C5-1, c) C5-2

Fig. 1. The microstructure of steel with aluminium in the longitudinal section of the $\phi 18$ mm rod after hot forging in temperature range $\sim 1100\div 750^{\circ}\text{C}$ followed by cooling in air: a) B3, b) C5-1, c) C5-2

nych wydłużonych w kierunku płynięcia plastycznego w trakcie odkształcenia (Rys. 1a). Struktura stali złożona jest z obszarów wysokotemperaturowego ferrytu oraz produktów przemiany austenitu, które w zależności od przekroju materiału po kuciu i związanej z nim szybkości chłodzenia, stanowią ferryt i perlit lub perlit i bainit.

W przypadku stali C5-1 oraz C5-2 struktura również cechuje się wyraźną pasmowością, przy czym produkty przemiany austenitu są rozmieszczone wyspowo w osnowie ferrytycznej (Rys. 1b,c). Udział pierwotnych wysp austenitu w stali C5-1, w związku z niższą zawartością węgla i manganu, jest mniejszy niż w stali C5-2. Wielkość ziarn ferrytu oraz pierwotnych wysp austenitu w tych stalach jest większa, w stosunku do wielkości składników strukturalnych występujących w stali o zawartości 3% glinu. W warunkach mniejszej szybkości chłodzenia, austenit w stalach o wyższej zawartości glinu ulega przemianie w perlit oraz niewielką ilość ferrytu, natomiast przy większej szybkości chłodzenia wyspy byłego austenitu składają się z mieszaniny bainitu i perlitu oraz z austenitu resztkowego [20].

Badania jakościowe i ilościowe wtrąceń niemetalicznych występujących w eksperymentalnych stalach z glinem przeprowadzono na zglądach wzdłużnych pobranych z prętów i płaskowników. Badania przeprowadzono dla kilku wybranych próbek z każdego materiału. Identyfikacji wtrąceń niemetalicznych dokonano przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego metodą mikroanalizy składu chemicznego. Badania ilościowe wtrąceń niemetalicznych przeprowadzono stosując dwie metody oceny. Metoda pierwsza polegała na ocenie ilościowej wtrąceń niemetalicznych zgodnie z wytycznymi norm ASTM E 45 (stosując metodę porównawczą A). W związku z tym, iż norma ASTM A45 nie obejmuje oceny stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami azotków, ocenę ilościową wtrąceń tego typu dokonano na podstawie wytycznych normy PN-64/H-04510. Obserwacje zglądów nietrawionych przeprowadzono za pomocą mikroskopu świetlnego przy powiększeniu 100 \times . Obszar obserwacji zglądów w każdym przypadku wynosił około 200 mm². Przeprowadzono dodatkowo analizę ilościową wtrąceń niemetalicznych przy użyciu analizatora obrazu MetIlo 12.1, na podstawie zdjęć wykonanych techniką mikroskopii świetlnej i skaningowej mikroskopii elektronowej. Pomiarzy przeprowadzono w celu określenia udziału ob-

jętosiowego wtrąceń. W każdym przypadku całkowity obszar analizy wynosił około 15 mm².

Przykładowe fotografie zglądów badanych stali w stanie nietrawionym oraz wybrane wyniki mikroanalizy składu chemicznego wtrąceń niemetalicznych przedstawiono na rysunkach 2÷8.

Badania próbek ze stali B3 (Rys. 2, 3) wykazały obecność pojedynczych wtrąceń AlN, występujących względnie równomiernie i charakteryzujących się najczęściej nieregularnym kształtem. Stwierdzono ponadto obecność pojedynczych lub występujących w niewielkich pasmowych skupiskach, odkształconych w kierunku płynięcia materiału wtrąceń MnS. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji nie stwierdzono występowania wtrąceń tlenkowych, co związane jest z niską zawartością tlenu w stali B3 (Tab. 1).

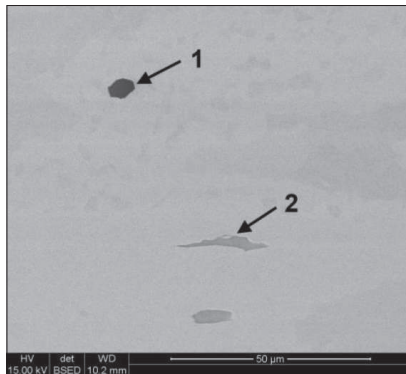
W badanych próbkach stali C5-1 i C5-2, wytopionych i odlanych w atmosferze powietrza, zaobserwowano głównie obecność punktowych i równomiernie rozmieszczonych wtrąceń AlN oraz pojedynczych wydłużonych wtrąceń MnS (Rys. 4÷5). Obserwowane azotki glinu charakteryzują się najczęściej nieregularnym kształtem. Stwierdzono sporadycznie, zorientowane w kierunku płynięcia materiału, skupiska wtrąceń ułożonych łańcuszkowo lub pasmowych zgrupowań tlenków i azotków glinu oraz złożonych wtrąceń tlenkowo-siarczkowych (Al₂O₃, MgO, MnS) (Rys. 6÷8).



Rys. 2. Przykładowe wtrącenia niemetaliczne w stali B3 na przekroju wzdłużnym płaskownika o grubości 3 mm

Fig. 2. Example of non-metallic inclusions in the B3 steel on the longitudinal section of flat steel bar with the thickness of 3 mm

Wyniki oceny stopnia zanieczyszczenia wtrąceniami niemetalicznymi badanych stali z glinem na podstawie porównania ze skalą wzorców według norm ASTM E45 oraz PN-64/H-04510 przedstawiono w tabeli 3. Wyniki tej oceny odpowiadają średniej wartości numeru wzorca wyznaczonego dla danego materiału z obszarów najbardziej zanieczyszczonych poszczególnymi rodzajami wtrąceń niemetalicznych. Zgodnie z dokonaną oceną największe zanieczyszczenie wtrąceniami niemetalicznymi występuje w stali C5-2, w której stwierdzono obecność skupisk wtrąceń tlenkowych. Stal C5-1 cha-



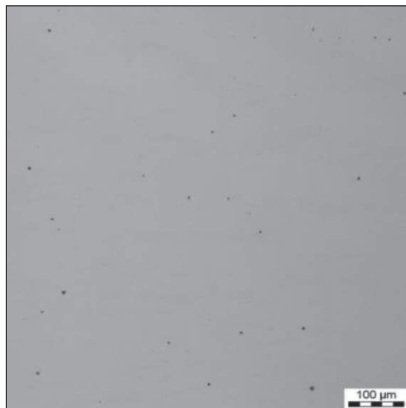
Rys. 3. Mikroanaliza składu chemicznego wtrąceń niemetalicznych w stali B3 na przekroju wzdłużnym pręta $\phi 18$ mm (SEM)
Fig. 3. Microanalysis of the chemical composition of non-metallic inclusions in the B3 steel on the longitudinal section of the $\phi 18$ mm rod (SEM)

Obszar 1

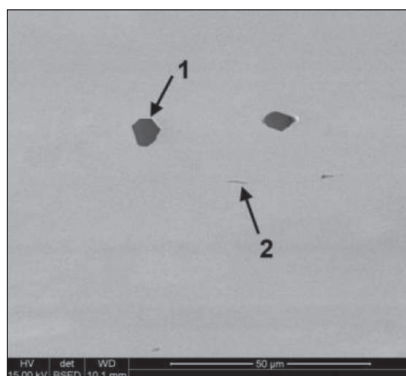
Pierwiastek	% masowe	% atomowe
N	16,1	27,0
Al	83,9	73,0

Obszar 2

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
S	37,3	62,7
Mn	50,5	49,5



Rys. 4. Przykładowa fotografia wtrąceń niemetalicznych w stali C5-1 na przekroju wzdłużnym pręta $\phi 18$ mm
Fig. 4. An example of a photograph of non-metallic inclusions in the C5-1 steel on the longitudinal section of the $\phi 18$ mm rod



Rys. 5. Mikroanaliza składu chemicznego wtrąceń niemetalicznych w stali C5-1 na przekroju wzdłużnym pręta $\phi 18$ mm (SEM)

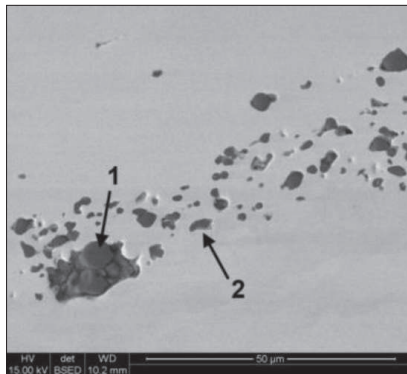
Fig. 5. Microanalysis of the chemical composition of non-metallic inclusions in the C5-1 steel on the longitudinal section of the $\phi 18$ mm rod (SEM)

Obszar 1

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
N	17,9	29,6
Al	82,1	70,4

Obszar 2

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
S	23,4	34,6
Mn	45,5	39,1
Fe	31,1	26,3



Rys. 6. Mikroanaliza składu chemicznego wtrąceń niemetalicznych w stali C5-1 na przekroju wzdłużnym pręta $\phi 18$ mm (SEM)

Fig. 6. Microanalysis of the chemical composition of non-metallic inclusions in the C5-1 steel on the longitudinal section of the $\phi 18$ mm rod (SEM)

Obszar 1

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
O	26,9	41,3
Al	56,5	51,4
Fe	16,6	7,3

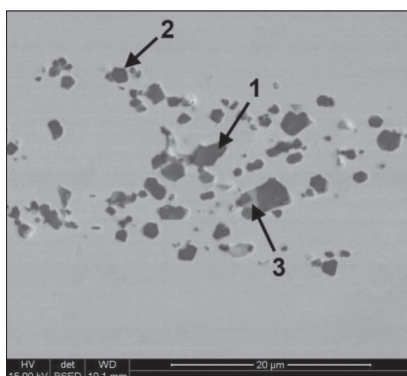
Obszar 2

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
O	6,6	14,8
Mg	6,1	9,0
Al	13,7	18,2
S	21,1	23,7
Ca	0,6	0,5
Mn	29,6	19,4
Fe	22,4	14,4



Rys. 7. Przykładowe fotografie wtrąceń niemetalicznych w stali C5-2 na przekroju wzdłużnym walcowanej na gorąco próbki o grubości 5 mm

Fig. 7. Examples of photographs of non-metallic inclusions in the C5-2 steel on the longitudinal section of hot rolled sample with the thickness of 5 mm



Obszar 1

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
O	38,6	51,4
Al	61,5	48,6

Obszar 2

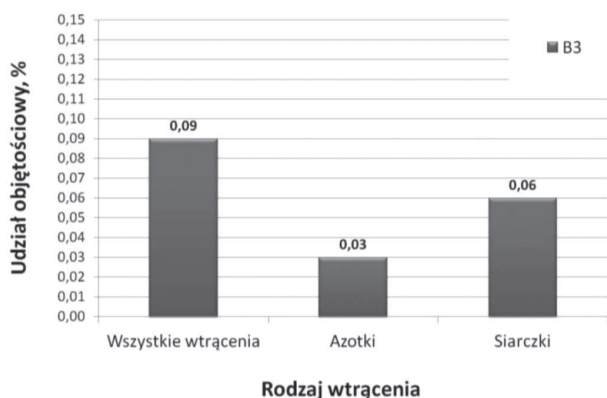
Pierwiastek	% masowe	% atomowe
N	18,5	32,1
Al	69,4	62,6
Fe	12,1	5,3

Obszar 3

Pierwiastek	% masowe	% atomowe
O	7,0	15,0
Mg	2,3	3,3
Al	18,8	23,9
S	26,7	28,5
Ca	5,2	4,5
Mn	40,0	24,9

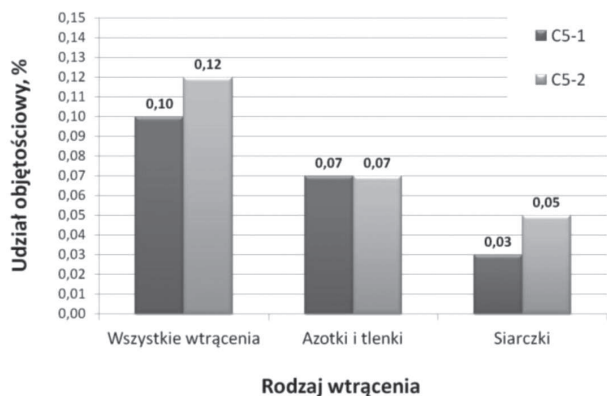
Rys. 8. Mikroanaliza składu chemicznego wtrąceń niemetalicznych w stali C5-2 na przekroju wzdłużnym pręta $\phi 18$ mm (SEM)

Fig. 8. Microanalysis of the chemical composition of non-metallic inclusions in the C5-2 steel on the longitudinal section of the $\phi 18$ mm rod (SEM)



Rys. 9. Udział objętościowy wtrąceń niemetalicznych w stali B3 wytopionej próżniowo, na przekroju wzdłużnym próbek po przeróbce plastycznej

Fig. 9. The volume fraction of non-metallic inclusions on the longitudinal section of the B3 steel after vacuum melting and plastic hot working



Rys. 10. Udział objętościowy wtrąceń niemetalicznych w stalach C5-1 i C5-2 wytopionych i odlanych w powietrzu na przekroju wzdłużnym po przeróbce plastycznej

Fig. 10. The volume fraction of non-metallic inclusions on the longitudinal section of the C5-1 and C5-2 steels, after mel-ting, casting in air and plastic hot working

z czego 60% stanowią siarczki MnS. Względnie mały udział azotków (0,03% obj.) wynika z niskiej zawartości azotu w tej stali (Tab. 1). Stale C5-1 i C5-2 z wyższą zawartością glinu i odmienną technologią wytapi-ania i odlewania, charakteryzują się udziałem wtrąceń niemetalicznych odpowiednio na poziomie 0,10% obj. oraz 0,12% obj. Udział objętościowy wtrąceń niemetalicznych najbardziej zanieczyszczonej stali C5-2 jest o około 30% wyższy w porównaniu z udziałem wtrąceń występujących w stali wykonanej w piecu próżniowym.

Tabela 3. Zestawienie wyników oceny stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi wg ASTM E 45 – 11a (Me-toda A) oraz wg PN-64/H-04510 na przekroju wzdłużnym próbek po walcowaniu na gorąco

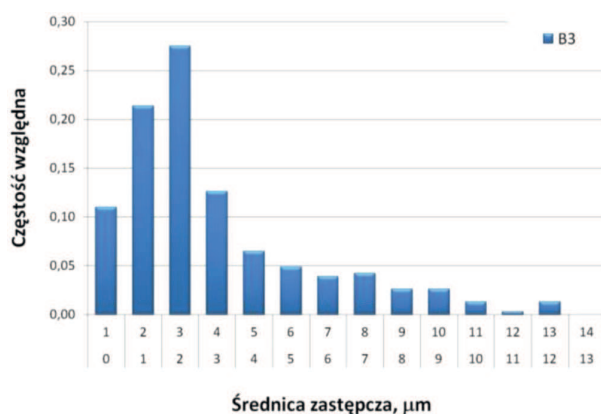
Table 3. Summary of results of the assessment of steel impurity by non-metallic inclusions according to ASTM E 45 – 11a (Method A) and PN-64 / H-04510 on the longitudinal section of samples after hot rolling

Oznaczenie stali	Typ A		Typ B		Typ C		Typ D		AA*	
	ciężkie	grube	ciężkie	grube	ciężkie	grube	ciężkie	grube	a	b
B3	1	0	0	0	0	0	0	0	0	1
C5-1	0,5	0	1	0	0	0	0	0	0	1,5
C5-2	1	0	1,3	1,5	0	0	0	0	0	1

Objaśnienie: Typ A – siarczki, Typ B – tlenki glinu, Typ C – krzemiany, Typ D – tlenki kulkowe, AA* – azotki glinu: a – pasmowe i b – rów-nomierne rozmieszczenie (wg PN-64/H-04510)

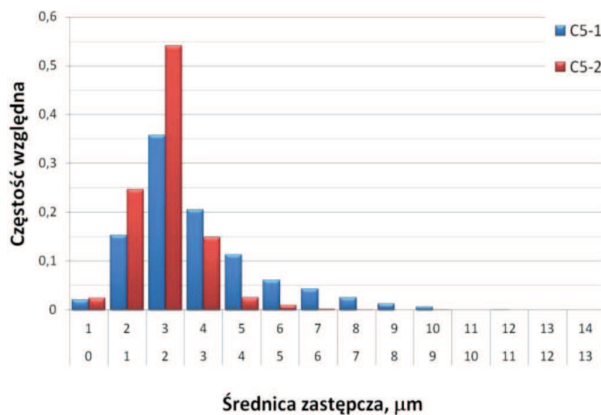
Sumaryczny udział azotków i tlenków w stalach odle-wanych w powietrzu jest na takim samym poziomie i wynosi 0,07% obj., natomiast w stali C5-2 stwierdzo-no wyższy udział wtrąceń siarczkowych. Stal C5-1 cha-rakteryzuje się najniższym udziałem objętości wtrąceń MnS.

W tabeli 4 przedstawiono wyniki pomiaru średniej wielkości cząstek azotków i tlenków, natomiast na ry-sunkach 11 i 12 przedstawiono rozkłady statystyczne średnicy zastępczej tych wtrąceń. Najmniejszą średnią wielkością analizowanych rodzajów wtrąceń charak-teryzuje się stal C5-2, których średnia średnica zastępcza wynosi $\bar{d} = 2,4 \mu\text{m}$. Stal ta charakteryzuje się najwięk-szą jednorodnością pod względem wielkości analiza-



Rys. 11. Rozkład średnicy zastępczej azotków w stali B3

Fig. 11. Equivalent diameter distribution of nitrides in the B3 steel



Rys. 12. Rozkład średnicy zastępczej azotków i tlenków w stalach C5-1 i C5-2

Fig. 12. Equivalent diameter distribution of nitrides and oxides in the C5-1 and C5-2 steels

nych wtrąceń w stosunku do pozostałych materiałów. Ponad 50% wtrąceń mieści się w klasie wielkości 2÷3 µm. W stali C5-2 maksymalna wielkość wtrąceń nie przekracza 10 µm. Średnia wielkość tlenków i/lub azotków w stalach C5-1 i B3 jest na zbliżonym poziomie. W przypadku stali C5-1 również najliczniej (około 35% całej populacji) występują wtrącenia o wielkości z przedziału 2÷3 µm (Rys. 12). Wtrącenia MnS w stalach C5-1 i C5-2 odznaczają się maksymalną długością do 40 µm. Największą niejednorodnością wielkości wtrąceń niemetalicznych charakteryzuje się stal B3 (Rys. 11), dla której wskaźnik zmienności średniej średnicy cząstek azotków wynosi około 80%. W materiale tym występują wtrącenia o maksymalnej średnicy z przedziału 12÷13 µm. Maksymalna długość wtrąceń siarczkowych występujących w stali B3 wynosi około 130 µm. Na podstawie przeprowadzonych obserwacji mikroskopowych próbek oraz wyników analizy ilościowej nie stwierdzono wpływu stopnia przerobu plastycznego oraz sposobu odkształcenia plastycznego (odwalcowane płaskowniki, pręty kute) na kształt i wielkość wtrąceń niemetalicznych występujących w badanych materiałach.

Tabela 4. Wyniki analizy ilościowej średniej średnicy zastępczej azotków i tlenków w stalach z glinem

Table 4. The results of quantitative analysis of the average equivalent diameter of nitrides and oxides in the steels with aluminium

Lp.	Oznaczenie stali	Średnia średnica zastępcza cząstek \bar{d} , µm	Wskaźnik zmienności v , %
1	B3	3,4 (azotki)	78
2	C5-1	3,3 (azotki i tlenki)	51
3	C5-2	2,4 (azotki i tlenki)	34

5. PODSUMOWANIE

Celem badań było przeprowadzenie oceny stopnia zanieczyszczenia wtrąceniami niemetalicznymi stali o wysokiej zawartości glinu (3÷5% masowych) wytworzonych w skali laboratoryjnej w elektrycznych piecach indukcyjnych, z zastosowaniem zróżnicowanych warunków wytapiania i odlewania.

Z przeprowadzonych badań i analiz wynika, iż stale z wysoką zawartością glinu wykonane w otwartym piecu nie różnią się istotnie pod względem czystości metalurgicznej od stali referencyjnej wytopionej i odlanej w próżni oraz w atmosferze argonu, dla której zastosowano dodatkowo odgazowanie ciekłej kąpieli. Wytopy wykonane w atmosferze powietrza charakteryzują się maksymalną całkowitą zawartością gazów (aktywnego oraz związanego we wtrąceniach) na poziomie: N – 37 ppm oraz O – 30 ppm. W procesie wytapiania w tyglu pieca indukcyjnego, na skutek generowanych prądów wirowych wywołujących intensywne mieszanie kąpieli stalowej, na powierzchni lustra ciekłej stali nie tworzy się stabilna warstwa żużła, który ograniczałby bezpośrednio oddziaływanie stali z powietrzem. Konsekwencją tak wykonanego wytopu jest wyższa zawartość gazów, wynikająca ze stałego kontaktu ciekłej stali z tlenem i azotem w trakcie wytapiania oraz podczas odlewania. W związku z dużym powinowactwem glinu do tlenu i azotu proces wytapiania stali w takich warunkach wiąże się z powstawaniem większej ilości

wtrąceń niemetalicznych w postaci tlenków i azotków glinu, w stosunku do stali wytapianej w próżni.

Całkowity udział objętościowy wtrąceń niemetalicznych najbardziej zanieczyszczonej stali jest o około 30% większy w porównaniu z udziałem wtrąceń występujących w stali wykonanej w piecu próżniowym, przy czym zawartość azotków i tlenków jest wyższa ponad dwukrotnie. Wtrącenia azotków we wszystkich stalach występują niemal wyłącznie w postaci drobnych nieregularnych cząstek, rozmieszczonych punktowo i równomiernie w całej objętości materiału. Obserwowane nieliczne zgrupowania tlenków w stalach wykonanych w otwartym piecu mogły powstać w trakcie wytapiania stali na skutek jej kontaktu z powietrzem lub są wtrąceniami egzogenicznymi, stanowiącymi elementy korozji wyłożenia tygla, które dostały się do wlewnicy z ciekłą stalą i nie wypłynęły do nadlewu w trakcie krzepnięcia wlewką. Świadczyć może o tym obecność magnezu we wtrąceniach występujących w tych skupiskach. Szacowany całkowity udział objętościowy tlenków w tych stalach wynosi około 0,02% obj. We wszystkich badanych materiałach wtrącenia azotków i tlenków występują najczęściej w postaci drobnych cząstek o średnicy z zakresu 2÷3 µm, natomiast największe obserwowane wtrącenia nie przekraczają kilkunastu mikrometrów. Niska zawartość wtrąceń siarczkowych w badanych stalach, związana jest bezpośrednio z dużą czystością zastosowanych do ich wytapiania materiałów wsadowych (żelazo armco).

Z przeprowadzonych badań wynika, iż stale z wysoką zawartością glinu wytapiane i odlewane w powietrzu w warunkach laboratoryjnych cechują się względnie dużą czystością pod względem zawartości wtrąceń niemetalicznych. Dopuszczalna zawartość wtrąceń niemetalicznych w stalach konstrukcyjnych jest uzależniona od zastosowania i warunków eksploatacji wykonanych z nich wyrobów. Opracowanie przemysłowej technologii wytapiania i odlewania nowo opracowanych gatunków stali konstrukcyjnych z glinem, o odpowiedniej dla określonych zastosowań czystości metalurgicznej, wymaga wykonania serii wytopów próbnych w większej skali. Na podstawie dotychczasowych doświadczeń podczas wykonywania wytopów badawczych założono, iż w warunkach przemysłowych przebieg wytapiania stali z wysoką zawartością glinu, zapewniający uzyskanie niskiej zawartości wtrąceń tlenkowych i azotków, powinien przebiegać następująco:

- roztapianie wsadu (elektryczny piec łukowy, konwerter),
- spust stali do kadzi bez żużła piecowego,
- naprowadzenie w trakcie spustu żużła o odpowiednim składzie ograniczającym utlenianie glinu,
- wprowadzenie takiej ilości glinu w trakcie spustu stali do kadzi, aby uzyskać zbliżoną zawartość do wymaganego składu chemicznego,
- rafinacja stali w kadzi.

Z wykonanych badań w skali laboratoryjnej i pół-przemysłowej wynika, że istnieją realne możliwości opracowania technologii przemysłowej wytapiania i odlewania nowych stali konstrukcyjnych z dodatkiem stopowym glinu, w warunkach technicznych zbliżonych do obecnie stosowanych technologii produkcji stali konstrukcyjnych w procesie elektrycznym lub konwertorowym.

Artykuł zawiera wyniki badań uzyskane w pracy SW-0066 finansowanej z Funduszu Badań Własnych Instytutu Metalurgii Żelaza.

LITERATURA

1. Garbarz B., Marcisz J.: Phase transformations in Fe-(1÷8)%Al-0,1%C steel, Archives of Metallurgy and Materials, Vol. 49, Issue 3, 2004, s. 671-680
2. Garbarz B., Marcisz J.: Skłonność stali konstrukcyjnych zawierających Al do wysokotemperaturowego pęknięcia powierzchniowego, Inżynieria Materiałowa nr 1, 2005, s. 21-26
3. Adamczyk M., Garbarz B.: Mikrostruktura i właściwości eksperymentalnych stali konstrukcyjnych Fe-0,1%C-1,4%Mn-(4÷8%Al) po walcowaniu na gorąco, Prace IMŻ, Tom 66, 2/2014, s. 13-20
4. Kuziak R., Kawalla R., Waengler S.: Advanced high strength steels for automotive industry, Archives of civil and mechanical engineering, vol. VIII, 2008, s. 103-117
5. Traint S., Pichler A., Sierlinger R. i in.: Low-alloyed TRIP-Steels with Optimized Strength, Forming and Welding Properties, Steel Research Int. 77, 2006, nr 9-10, s.641-649
6. De Meyer M., Vanderschueren D., De Cooman B.C.: The Influence of the Substitution of Si by Al on the Properties of Cold Rolled C-Mn-Si TRIP Steels, ISIJ Int., t. 39, 1999, nr 8, s. 813-822
7. Mintz B., Tuling A., Delgado A.: Influence of silicon, aluminium, phosphorus and boron on hot ductility of Transformation Induced Plasticity assisted steels, Mater. Sci. Technol., t. 19, 2003, s. 1721-1726
8. Manohar P.A., Kunishige K., Chandra T., Ferry M.: Continuous cooling transformation behaviour of Si-Mn and Al-Mn transformation induced plasticity steels, Mater. Sci. Technol., t. 18, 2002, s. 856-860
9. Bruno C. De Cooman, Speer John G.: Quench and partitioning steel: a new AHSS concept for automotive anti-intrusion application, Steel Research Int. 77, 2006, nr 9-10, s. 634-640
10. Grajcar A.: Segregation Behaviour of Third Generation Advanced High-Strength Mn-Al Steels, Archives of Foundry Engineering, Volume 12, Issue 2/2012, s. 123-128
11. Kang Y.: Modern Automobile Steel Sheet—Technology Forming Theory and Technique (Metallurgy Press, Beijing, 2009)
12. Cooman B.C., Kwang-Geun C., Jinkyung K.: High Mn TWIP Steels for Automotive Applications, New Trends and Developments in Automotive System Engineering, 2011, s.101-128
13. Frommeyer G., Brück U., Neumann P.: Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes. ISIJ International 2003, 43, s. 438-446
14. Frommeyer G., Brück U.: Microstructures and Mechanical Properties of High-Strength Fe- Mn-Al-C Light-Weight TRIPLEX steels, Steel Research Int. 77, 2006, nr 9-10, s. 627-633
15. Lipiński T., Wach A.: Non-metallic inclusions structure dimension in high quality steel with medium carbon contents, Archives of Foundry Engineering, vol. 9, issue 3/2009, s. 75-78
16. Lipiński T., Wach A.: Size of non-metallic inclusions in high-grade medium carbon steel, Archives of Foundry Engineering, vol. 14, issue 4/2014, s. 55-60
17. Dhua S.K., Amitava Ray, Sen S.K., Prasad M.S., Mishra K.B., Jha S.: Influence of nonmetallic inclusion characteristics properties of rail steel, Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 9 (6), 2000, s. 700-709
18. Kossakowski P.G.: Simulation of ductile fracture of S235JR steel using computational cells with microstructurally-based length scales: Journal of Theoretical and Applied Mechanics, 50, 2, 2012, s. 589-607
19. Krawczyk J., Pawłowski B.: The effect of non-metallic inclusions on the crack propagation impact energy of toughened 35B2+Cr steel: Metallurgy and Foundry Engineering, vol. 34, 2008, no. 2, s. 115-123
20. Adamczyk M., Niżnik-Harańczyk B. i in.: Sprawozdanie z projektu badawczego IMŻ nr SW-0066 pt: „Fizyczne modelowanie wytwarzania ultradrobnych struktur o morfologii lamelarnej w wyrobach ze stali o obniżonej gęstości zawierającej do 5% Al”, 2015
21. Norma ASTM E45 – 11a „Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel”
22. Norma PN-64/H-04510 „Oznaczenie stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi”