

KINETYKA IZOTERMICZNYCH PRZEMIAN FAZOWYCH PONIŻEJ TEMPERATURY M_S W ULTRA WYSOKOWYTRZYMAŁYCH STALACH KONSTRUKCYJNYCH

Artykuł zawiera wyniki badań kinetyki izotermicznych przemian fazowych w zakresie temperatury bezpośrednio poniżej M_S w dwóch ultra wysokowytrzymałych stalach nanostrukturalnych. Zabieg wytrzymania izotermicznego poniżej M_S jest jednym z etapów obróbki cieplnej, prowadzącej do uzyskania struktury wielofazowej o korzystnym stosunku wytrzymałości do plastyczności. Na podstawie wyników badań dylatometrycznych stwierdzono, że zapoczątkowanie przemiany izotermicznej w obydwu badanych stalach w zakresie temperaturowym poniżej M_S ulega przesunięciu do istotnie krótszych czasów w stosunku do początku izotermicznej przemiany bainitycznej powyżej M_S . W jednej z badanych stali stwierdzono skrócenie czasu do zapoczątkowania przemiany bainitycznej w temperaturze tuż powyżej M_S (tzw. „swing-back phenomenon”). Po ochłodzeniu próbek badanych stali poniżej M_S powstają płytki (lub pakiety listew) martenzytu atermicznego, którego ulamek wzrasta w wyniku obniżania temperatury ochładzania poniżej M_S . Wytrzymywanie izotermiczne poniżej M_S powoduje przemianę części pozostałego austenitu w bainit i prawdopodobnie w martenzyt izotermiczny. Jednoznaczne rozróżnienie morfologiczne bainitu i martenzytu izotermicznego oraz identyfikacja mechanizmu przemian fazowych zachodzących w trakcie wytrzymywania izotermicznego poniżej M_S , wymaga dalszych badań z zastosowaniem zaawansowanych metod dylatometrycznych i mikrostrukturalnych.

Słowa kluczowe: stale ultra wysokowytrzymałe, nanobainit, przemiany fazowe poniżej M_S , analiza dylatometryczna

KINETICS OF ISOTHERMAL PHASE TRANSFORMATION BELOW M_S TEMPERATURE IN ULTRA HIGH-STRENGTH STRUCTURAL STEELS

Results of investigation of the kinetics of isothermal phase transformation in the temperature range directly below M_S in two grades of ultra high-strength nanostructured steels are reported in the paper. An operation of isothermal holding below M_S is one of the stages of heat treatment allowing to obtain a multiphase microstructure leading to an attractive proportion of high strength and good ductility. Basing on results of dilatometric investigation it was found that in the both steels the start of isothermal transformation below M_S was shifted to shorter times as compared with the beginning of isothermal bainitic transformation above M_S . In one of the investigated steels just above M_S temperature shortening of the time to start the bainitic transformation was detected („swing-back phenomenon”). In the specimens of the investigated steels cooled below M_S , plates (or packets of laths) of athermal martensite formed and the amount of the athermal martensite increased as the undercooling temperature decreased. Isothermal holding below M_S induces transformation of a part of remaining austenite into bainite and probably into isothermal martensite. Distinguishing unambiguously between morphologies of bainite and isothermal martensite and identification of mechanism of phase transformation during isothermal holding below M_S need further investigations to be carried out, using advanced dilatometric and microstructural methods.

Keywords: ultra high-strength steels, nanobainite, phase transformation below M_S , dilatometric analysis

1. MECHANIZM PRZEMIAN IZOTERMICZNYCH W STALACH PONIŻEJ TEMPERATURY M_S

W trakcie chłodzenia stali z zakresu trwałości austenitu do temperatury pomiędzy M_S a M_f (oznaczonej w tym artykule T_i) i w trakcie wytrzymywania izotermicznego w temperaturze T_i , zachodzą następujące wzajemnie oddziałujące na siebie przemiany fazowe oraz zmiany strukturalne i chemiczne:

– w wyniku ochłodzenia do T_i powstaje martenzyt atermiczny (M_a) w ilości zależnej od wielkości przechłodzenia

dzenia poniżej M_S i składu chemicznego austenitu przed przemianą,

- w trakcie wytrzymywania izotermicznego następuje przemiana fazowa części pozostałego austenitu (A),
- równoległe z przemianą izotermiczną następują dyfuzyjne zmiany w rozmieszczeniu pierwiastków, a w szczególności następuje przedyfundowanie części węgla z przemienionej osnowy do pozostałego austenitu (*partitioning process*),
- po wyhamowaniu przemiany, jako jeden ze składników osnowy pozostaje nieprzemieniony austenit,

– w wyniku izotermicznego wytrzymywania mogą zachodzić procesy wydzieleniowe, w szczególności wydzielenie cząstek cementytu lub węglików stopowych w martenzytcie i ferrycie bainitycznym.

We wczesnych badaniach przemiany izotermicznej w stalach w zakresie temperaturowym poniżej M_S , bez dogłębnych analiz mechanizmu przemiany i mikrostruktury powstających faz przyjęto, że jest to przemiana bainityczna, tak jak bezpośrednio powyżej M_S [1]. W pracy [1] stwierdzono, że zapoczątkowanie przemiany izotermicznej poniżej temperatury M_S (w osnowie składającej się z austenitu i atermicznego martenzytu) następuje po krótszych czasach, niż początek przemiany bainitycznej bezpośrednio powyżej M_S . Efekt ten potwierdzono w najnowszych badaniach [2] i wyjaśniono zwiększeniem gęstości miejsc zarodkowania nowej fazy na granicach płytek lub listew martenzytu atermicznego. Wyniki dotychczasowych, stosunkowo nielicznych, badań mechanizmu i produktów przemiany izotermicznej w stalach w zakresie temperaturowym poniżej M_S nie są jednoznaczne. Z badań kinetyki i morfologii produktów przemiany izotermicznej wykonanych dla stali węglowych o nadeutektoidalnej zawartości węgla w przedziale $0,80\div 1,80\%C^1$) wynika, że w zakresie temperaturowym poniżej M_S w wyniku wytrzymywania izotermicznego powstają płytki martenzytu [3, 4]. Badania wykonane przez Okamoto i Oka [3, 4] wskazują także, że skracanie czasu inkubacji przemiany izotermicznej (tj. przyspieszenie początku przemiany) zaczyna się bezpośrednio powyżej M_S (zjawisko to nazwano „*swing-back phenomenon*”). W zdecydowanej większości badań przemian fazowych w podeutektoidalnych stalach o różnej zawartości pierwiastków stopowych stwierdzono, że w wyniku przemiany izotermicznej poniżej M_S powstaje bainit o różnych cechach morfologicznych, zależnych od składu chemicznego stali [2, 5–7]. Tylko w jednej pracy, zawierającej wyniki badań przemian izotermicznych poniżej M_S w stali $0,2\%C-1,5\%Mn-1,5\%Si$ autorzy konkludują, że przemiana zachodzi mechanizmem martenzytycznym, przez poszerzanie istniejących listew martenzytu atermicznego [8].

2. CEL PODJĘCIA BADAŃ PRZEMIANY IZOTERMICZNEJ W STALACH PONIŻEJ TEMPERATURY M_S

Drobnoziarnista wielofazowa mikrostruktura stali, składająca się z kilku faz w różnych kombinacjach i w różnych proporcjach, zapewnia uzyskanie wysokich właściwości mechanicznych i dużej plastyczności lub ciągliwości, przy ograniczeniu zawartości pierwiastków stopowych. Mikrostrukturę wielofazową można wytworzyć stosując wieloetapową obróbkę cieplną, obejmującą kilka kolejno i bezpośrednio następujących po sobie

¹⁾ w całym artykule zawartości pierwiastków podano w % masy.

zabiegów cieplnych, powodujących zajście określonych przemian fazowych i strukturalnych [9]. Rozszerzenie zastosowań obróbki wieloetapowej i powstawanie wielu jej odmian było możliwe po opracowaniu obróbki Q&P (*quenching and partitioning*) – hartowanie (częściowe) i rozsegregowanie węgla (z powstałego martenzytu do nieprzemienionego austenitu). Głównym celem zachowania w mikrostrukturze finalnej metastabilnego austenitu jest podwyższenie właściwości plastycznych wysokowytrzymałych stali. Jednym z etapów obróbki cieplnej prowadzącej do uzyskania struktury wielofazowej o korzystnym stosunku wytrzymałości do plastyczności, może być zabieg wytrzymywania izotermicznego poniżej temperatury M_S .

Badania, których wyniki zawiera niniejszy artykuł, wykonano na dwóch gatunkach ultra wysokowytrzymałych stali nanostrukturalnych. Gatunki te należą do klasy stali o strukturze bezwęglowego dolnego bainitu i austenitu resztkowego w ilości $15\div 35\%$ obj., o wytrzymałości w zakresie $1,5\div 2,5$ GPa [10–12]. Można oczekiwać, że wytworzenie w stali o osnowie nanobainitu bezwęglowego dodatkowych faz w wyniku częściowej atermicznej przemiany martenzytycznej i przemian izotermicznych poniżej M_S , spowoduje dalsze polepszenie charakterystyk mechanicznych tej stali.

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 (o zmniejszonej zawartości pierwiastków stopowych, na wyroby o mniejszej grubości), podano w tabeli 1.

Materiałem wyjściowym do przygotowania próbek ze stali NANOS-BA był odcinek blachy o wymiarach $12,5\text{ mm} \times 245\text{ mm} \times 245\text{ mm}$ z wytopu przemysłowego. Wlewki 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 [13] na pasmo o grubości $8,2\text{ mm}$, 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 próżni we wlewki o wymiarach $60\text{ mm} \times 150\text{ mm} \times 870\text{ mm}$, który – bez zastosowania wyżarzania homogenizującego – poddano walcowaniu na gorąco w walcierce LPS – Moduł B na pasmo o grubości $7,85\text{ mm}$. Odcinki pasma zmiękczone stosując – podobnie jak w przypadku stali NANOS-BA – wygrzewanie w temperaturze 695°C w ciągu 5 godzin.

Tabela 1. Zawartości pierwiastków stopowych i resztkowych w stalach użytych do badań, %
Table 1. Content of alloying and residual elements in the investigated steels, wt %

| Oznaczenie stali | C | Mn | Si | P | S | Cr | Mo | V | Ti | Al | N, ppm | O, ppm |
|------------------|------|------|------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|--------|--------|
| NANOS-BA | 0,55 | 1,95 | 1,82 | 0,011 | 0,004 | 1,29 | 0,72 | 0,10 | 0,009 | 0,023 | 30 | 18 |
| NANOS-BAL | 0,61 | 1,53 | 1,67 | 0,007 | 0,007 | 1,30 | – | – | 0,008 | 0,015 | 36 | 8 |

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 obydwu materiałów z zachowaniem równoległości osi rurki do kierunku walcowania płaskowników. Badania dylatometryczne wykonano za pomocą dylatometrów DIL805 A/D i DIL805A/D/T. Wyznaczono temperatury charakterystyczne badanych stali (A_{c1} , A_{c3} , M_S), opracowano fragmenty wykresów 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. Chwilowe odchyłki temperatury od zadanej wartości nie przekraczały $\pm 1,0^\circ\text{C}$.

Wyznaczanie temperatur krytycznych oraz zakresów przemian fazowych wykonano z zastosowaniem techniki przykładania stycznicy do krzywej dylatacyjnej w pobliżu początku i końca przemiany fazowej [14, 15]. 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 [16]. 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°C . Parametry poszczególnych cykli temperaturowo-czasowych zrealizowanych na próbkach z badanych materiałów, podano w rozdziałach zawierających wyniki badań. 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 BADAŃ MIKROSTRUKTURALNYCH

Badania mikrostrukturalne wykonano na wytrawionych zglądach poprzecznych wszystkich próbek dylatometrycznych za pomocą mikroskopu świetlnego (MS), a wybrane próbki dylatometryczne poddano badaniom z zastosowaniem większych powiększeń metodą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM).

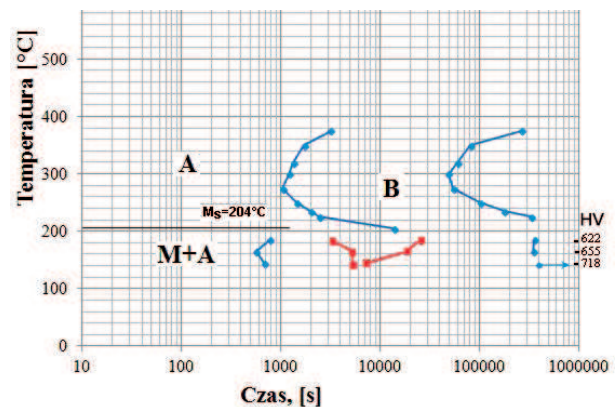
4. WYNIKI BADAŃ I ICH DISKUSJA

4.1. WYNIKI BADAŃ DYLATOMETRYCZNYCH I ANALIZA MECHANIZMU PRZEMIAN FAZOWYCH W STALI NANOS-BA W ZAKRESIE TEMPERATUROWYM PONIŻEJ M_S

We wcześniejszych badaniach [17] opracowano dla stali NANOS-BA fragmenty wykresu CTPi w zakresie temperaturowym przemiany perlitycznej i przemiany bainitycznej powyżej M_S . W badaniach, z których wyniki zawiera niniejszy artykuł, opracowano fragment wykresu, dla przemian zachodzących poniżej temperatury M_S . Wykonano weryfikujący pomiar temperatury M_S , w cyklach obejmujących nagrzewanie próbek

do temperatury austenitowania 950°C z szybkością $10^\circ\text{C}/\text{s}$, austenitowanie w ciągu 10 min., a następnie chłodzenie z szybkościami $100^\circ\text{C}/\text{s}$ i $10^\circ\text{C}/\text{s}$. Otrzymane wyniki potwierdziły wyznaczoną wcześniej [17] średnią wartość temperatury M_S dla analizowanej szybkości chłodzenia, równą $204^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

W celu zrealizowania cykli temperaturowo-czasowych wymaganych do analizy kinetyki przemian izotermicznych, próbki austenitowano w temperaturze 950°C przez 10 min., następnie chłodzono z szybkością $10^\circ\text{C}/\text{s}$ do temperatury przemiany izotermicznej i wytrzymywano w następujących temperaturach w ciągu 100 godzin: 185°C , 165°C oraz 145°C , po czym próbki chłodzono do temperatury otoczenia z szybkością $2^\circ\text{C}/\text{s}$. Na podstawie analizy wyników badań dylatometrycznych, interpretacji mikrostruktury i pomiarów twardości, sporządzono część wykresu CTPi poniżej M_S (Rys. 1). W przypadku przemiany w najniższej z temperatur wytrzymania izotermicznego, tj. 145°C , do zakończenia zastosowanego okresu wytrzymania (100 godzin) przemiana nie uległa całkowitemu wyhamowaniu. Na diagramie fazowym na rysunku 1 punktami koloru czerwonego zaznaczono zidentyfikowane załamania na krzywych dylatometrycznych, świadczące o zmianie mechanizmu przemiany w trakcie wytrzymania izotermicznego. W celu wyjaśnienia tych złożonych efektów wymagane jest wykonanie dalszych badań.



Rys. 1. Fragmenty wykresu izotermicznych przemian fazowych (CTPi) dla stali NANOS-BA

Fig. 1. Parts of isothermal phase diagram (TTT) for NANOS-BA steel

Z diagramu fazowego zamieszczonego na rysunku 1 wynika, że zapoczątkowanie przemiany izotermicznej w stali NANOS-BA w zakresie temperaturowym poniżej M_S ulega przesunięciu do krótszych czasów (przemiana ulega przyspieszeniu) w stosunku do charakterystyki przemiany bezpośrednio powyżej M_S . W stosunku do przemiany bezpośrednio powyżej M_S przyspieszenie mierzone czasem do rozpoczęcia przemiany jest znaczne – od wartości ok. 10^4 sekund powyżej M_S , czas ten skraca się do ok. $5 \cdot 10^2$ sekund dla przedziału temperatury $145 \div 185^\circ\text{C}$. Wyhamowanie przemiany izotermicznej w przedziale temperatury $165 \div 185^\circ\text{C}$ następuje w przybliżeniu po takim samym czasie jak dla przemiany izotermicznej bezpośrednio powyżej M_S . W temperaturze 145°C przemiana nie uległa całkowitemu wyhamowaniu po wytrzymaniu w ciągu maksymalnego zastosowanego czasu (100 godzin).

Na podstawie pomiarów zmian długości próbek dylatometrycznych zachodzących w trakcie przemiany

izotermicznej, z wykorzystaniem reguły dźwigni obliczono udziały objętościowe faz w strukturze finalnej (po wytrzymaniu izotermicznym i ochłodzeniu próbek do temperatury otoczenia). Wyniki obliczeń podano w tabeli 2.

Tabela 2. Wyniki dylatometrycznej oceny składu fazowego stali NANOS-BA po przemianach izotermicznych; T_i – temperatura przemiany izotermicznej; M_a – martenzyt atermiczny (powstały w wyniku chłodzenia ciągłego); M_i – martenzyt izotermiczny (powstały w wyniku wytrzymywania izotermicznego); B – bainit; A – austenit

Table 2. Results of dilatometric assessment of phase composition of steel NANOS-BA after isothermal transformation; T_i – temperature of isothermal transformation; M_a – athermal martensite (produced by continuous cooling); M_i – isothermal martensite (produced by isothermal holding); B – bainite; A – austenite

| Temperatura | Udziały obj., % | | |
|-------------------|-----------------|---------------|---------------|
| T_i , [°C] | M_a | B | M_i + A |
| 185 ^{*)} | ^{*)} | ^{*)} | ^{*)} |
| 165 | 13,6 | 25,8 | 60,6 |
| 145 | 27,5 | 9,1 | 63,4 |

^{*)}Wyniki dla temperatury $T_i = 185^\circ\text{C}$, z uwagi na złożony charakter dylatogramu, wymagają weryfikacji

Ze względu na trudności w rozróżnieniu poszczególnych rodzajów faz na obrazach mikrostruktur drobnoziarnistych stali wielofazowych, w szczególności ze względu na podobieństwo morfologiczne niektórych typów martenzytu listwowego i bainitu dolnego, do interpretacji mikrostruktur badanych próbek wykorzystano mikrostruktury odniesienia, zawierające wyłącznie znany składnik fazowy. Przykłady takich mikrostruktur pochodzące z wcześniejszych badań własnych, zamieszczono na rysunku 2. Do identyfikacji morfologicznej składników fazowych mikrostruktury wykorzystano także publikowane wyniki badań (np. [18]).

Na rysunku 3 zamieszczono mikrofotografie obrazujące mikrostrukturę próbek stali NANOS-BA po ochłodzeniu z temperatury austenitizowania do temperatur przemiany izotermicznej poniżej M_S i wytrzymaniu w temperaturach 185°C , 165°C i 145°C . Pasma widoczne

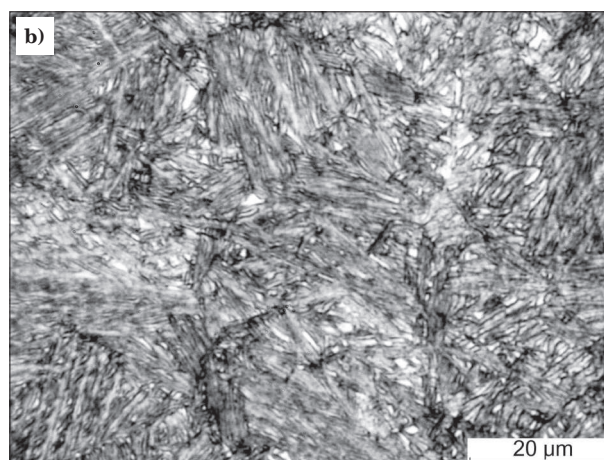
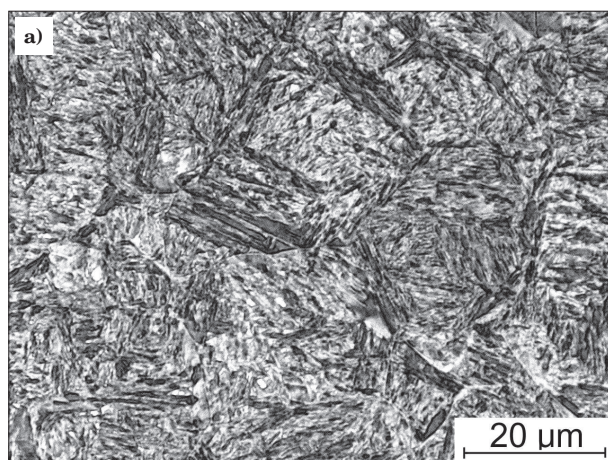
na mikrofotografiach są wynikiem różnej podatności do trawienia obszarów różniących się zawartością pierwiastków stopowych. Jest to efekt pozostałości segregacji międzydendrytycznej powstającej w trakcie krzepnięcia stali.

Po ochłodzeniu do 185°C powstają pojedyncze płytki (lub listwy) martenzytu atermicznego, wyraźnie widoczne na obrazach mikrostruktury, wskazane strzałkami na mikrofotografiach na rysunkach 3a i b. Płytki martenzytu atermicznego (powstałego w wyniku ochłodzenia poniżej M_S) charakteryzują się istotnie większymi rozmiarami w porównaniu z płytkami (lub listwami) faz powstałych w wyniku przemian izotermicznych poniżej M_S . Obniżanie temperatury, do której ochładzana jest próbka, wywołuje wzrost ilości martenzytu atermicznego. Wytrzymywanie izotermiczne poniżej M_S powoduje przemianę części pozostałego austenitu w bainit i prawdopodobnie w martenzyt izotermiczny. Martenzyt atermiczny, podobnie jak martenzyt izotermiczny i bainit, ulegają odpuszczaniu w trakcie wytrzymywania izotermicznego.

Rozróżnienie morfologiczne produktów przemian izotermicznych zachodzących poniżej temperatury M_S , tj. bainitu i martenzytu izotermicznego, nie jest możliwe w sposób jednoznaczny na podstawie wyników uzyskanych w niniejszej pracy. Identyfikacja przemian fazowych w trakcie wytrzymywania izotermicznego poniżej M_S wymaga dalszych badań z zastosowaniem zaawansowanych metod dylatometrycznych i mikrostrukturanych.

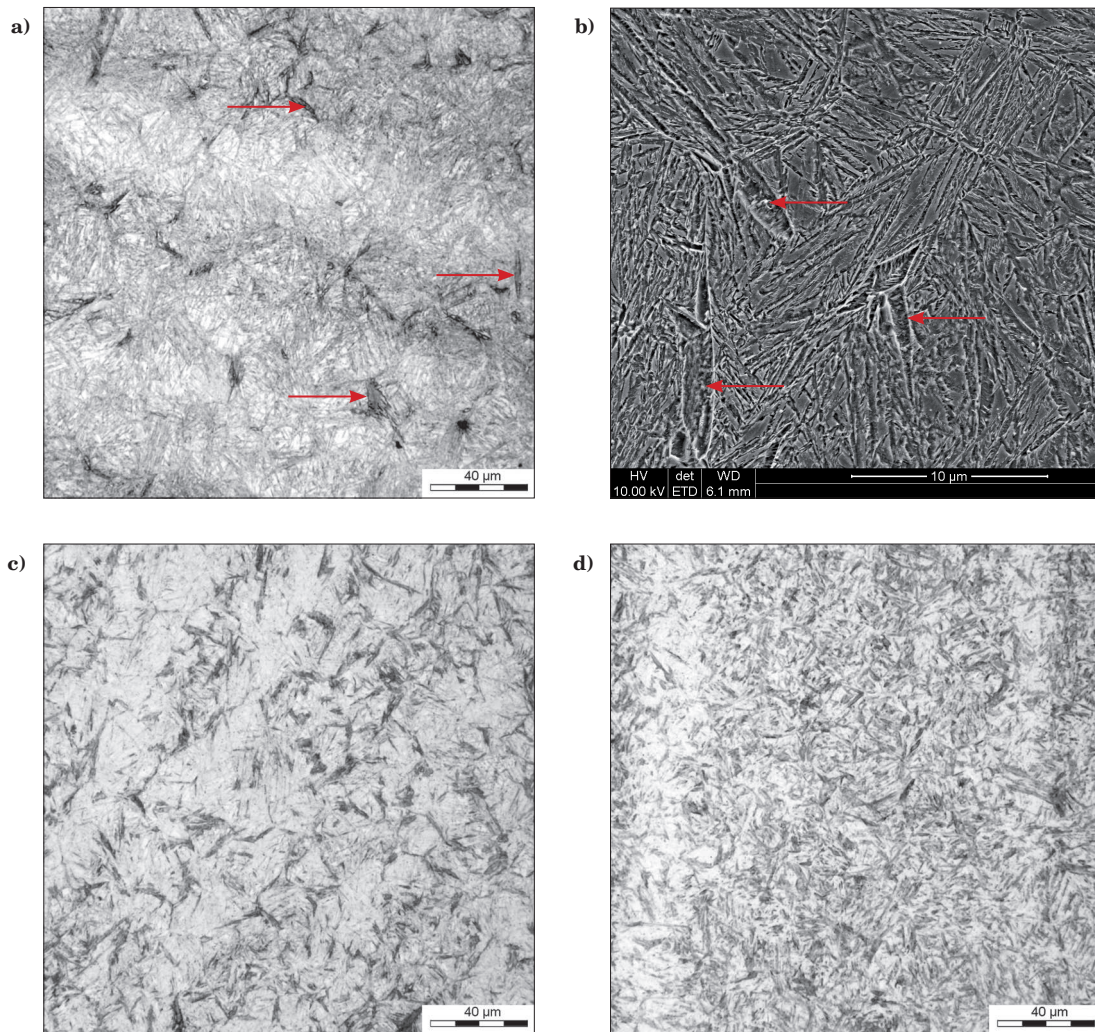
4.2. WYNIKI BADAŃ DYLATOMETRYCZNYCH I ANALIZA MECHANIZMU PRZEMIAN FAZOWYCH W STALI NANOS-BAL W ZAKRESIE TEMPERATUROWYM PONIŻEJ M_S

Na podstawie analizy dylatogramów zarejestrowanych w trakcie chłodzenia próbek z szybkościami: ok. 340°C/s (maksymalna możliwa do zastosowania), 100°C/s , 50°C/s , 25°C/s , 10°C/s , 5°C/s , 2°C/s , 1°C/s , 30°C/min. , 15°C/min. , 6°C/min. i 1°C/min. stwierdzono, że temperatura M_S stali NANOS-BAL zależy istotnie



Rys. 2. Mikrostruktura próbek ze stali NANOS o składzie chemicznym zbliżonym do składu stali NANOS-BA: (a) chłodzenie ciągłe z zakresu trwałości austenitu (950°C) do temperatury otoczenia z szybkością 50°C/s – martenzyt atermiczny z austenitem resztkowym, MS; (b) wytrzymanie izotermiczne w temperaturze 230°C w ciągu 80 godzin – bezwęglkowy bainit dolny z austenitem resztkowym, MS

Fig. 2. Microstructure of specimens of NANOS steel with chemical composition close to composition of steel NANOS-BA: (a) continuous cooling from austenite field (950°C) to room temperature at a rate of 50°C/s – athermal martensite and retained austenite, optical microscopy; (b) isothermal holding at temperature of 230°C during 80 hours – carbide-free lower bainite and retained austenite, optical microscopy



Rys. 3. Mikrostruktura próbek dylatometrycznych ze stali NANOS-BA po ochłodzeniu z szybkością 10°C/s z zakresu trwałości austenitu (950°C) do temperatury przemiany izotermicznej i wytrzymaniu w tej temperaturze przez 100 godzin: a) $T_i = 185^{\circ}\text{C}$, MS; b) $T_i = 185^{\circ}\text{C}$, SEM – strzałkami wskazano płytki lub pakiety listew martenzytu atermicznego; c) $T_i = 165^{\circ}\text{C}$, MS; d) $T_i = 145^{\circ}\text{C}$, MS

Fig. 3. Microstructure of dilatometric specimens of steel NANOS-BA produced by cooling at a rate of 10°C/s from austenite field (950°C) to temperature of isothermal transformation followed by holding at this temperature during 100 hours: a) $T_i = 185^{\circ}\text{C}$, optical microscopy; b) $T_i = 185^{\circ}\text{C}$, SEM – plates or packets of laths of athermal martensite are indicated by arrows; c) $T_i = 165^{\circ}\text{C}$, optical microscopy; d) $T_i = 145^{\circ}\text{C}$, optical microscopy

od szybkości chłodzenia. Dla największej zastosowanej szybkości chłodzenia 340°C/s , wartość M_S wynosi 172°C , a dla szybkości chłodzenia 5°C/s , która jest najmniejszą szybkością prowadzącą do uzyskania 100% martenzytu atermicznego, wartość M_S wynosi 200°C . Dla szybkości chłodzenia zastosowanej do opracowania diagramu CTPi równej 25°C/s , wartość temperatury M_S jest równa 188°C .

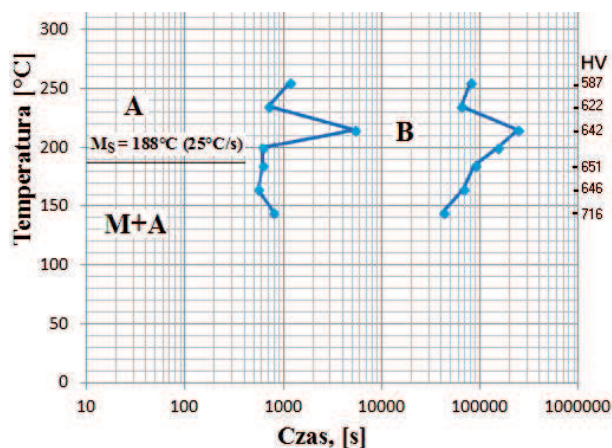
W celu opracowania fragmentu wykresu CTPi dla stali NANOS-BAL bezpośrednio powyżej i poniżej temperatury M_S , próbki dylatometryczne austenitzowano w temperaturze 900°C przez 10 min., chłodzono z szybkością 25°C/s do temperatury przemiany izotermicznej i wytrzymywano w następujących temperaturach w ciągu 100 godzin:

- powyżej M_S w temperaturach 200°C , 215°C , 235°C i 255°C ,
- poniżej M_S w temperaturach 185°C , 165°C i 145°C .

Po zakończeniu wytrzymania izotermicznego próbki chłodzono do temperatury otoczenia z szybkością 2°C/s . Na podstawie analizy wyników badań dylatometrycznych, interpretacji mikrostruktury i pomiarów twar-

dości, sporządzono fragment wykresu CTPi stali NANOS-BAL, który zamieszczono na rysunku 4.

Z diagramu fazowego CTPi stali NANOS-BAL zamieszczonego na rysunku 4 wynika, że podobnie jak w przypadku stali NANOS-BA, zapoczątkowanie przemiany izotermicznej w zakresie temperaturowym poniżej M_S ulega przesunięciu do krótszych czasów (przemiana ulega przyspieszeniu) w stosunku do charakterystyki przemiany w temperaturze wyższej o ok. 15°C od M_S . Bezpośrednio powyżej M_S przemiana bainityczna ulega przyspieszeniu w przybliżeniu w tym samym stopniu co bezpośrednio poniżej M_S – jest to tzw. „*swing-back phenomenon*” [3, 4]. Efektu „*swing-back*” nie zaobserwowano w stali NANOS-BA. Dla temperatur bezpośrednich poniżej M_S czas do zapoczątkowania przemiany izotermicznej w stali NANOS-BAL wynosi ok. $5,5 \cdot 10^2$ sekund i jest istotnie krótszy od czasu do rozpoczęcia przemiany w temperaturze wyższej o ok. 15°C od M_S wynoszącego ok. $5,5 \cdot 10^3$ sekund. Wyhamowanie przemiany izotermicznej w badanym przedziale temperatury poniżej M_S następuje także po krótszych czasach niż bezpośrednio powyżej M_S .

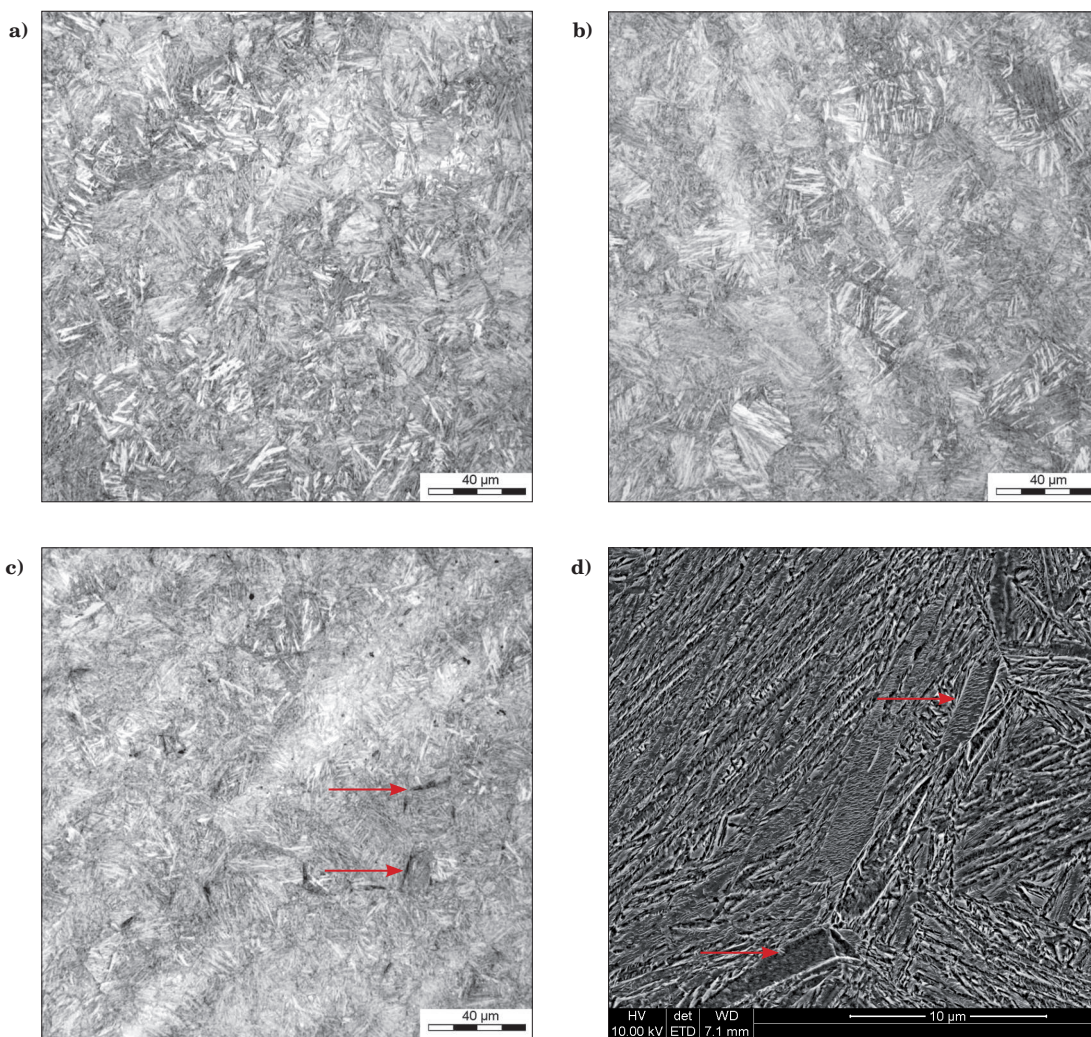


Rys. 4. Fragment izotermicznego wykresu przemian fazowych (CTPi) dla stali NANOS-BAL

Fig. 4. Part of isothermal phase diagram (TTT) for NANOS-BAL steel

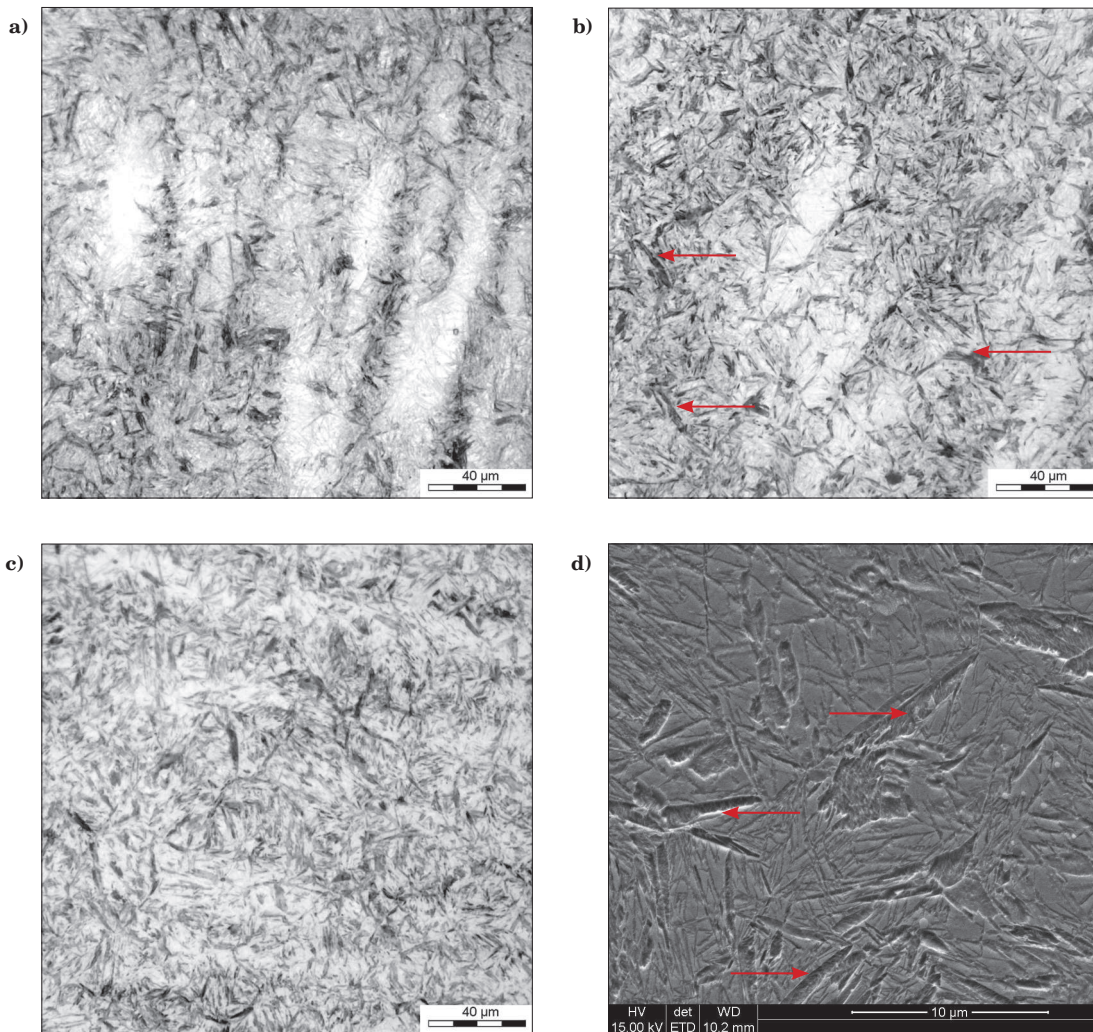
Na podstawie pomiarów zmian długości próbek dylatometrycznych zachodzących w trakcie przemiany izotermicznej, z wykorzystaniem reguły dźwigni obliczono udziały objętościowe faz w strukturze finalnej (po wytrzymaniu izotermicznym i ochłodzeniu próbek do temperatury otoczenia). Wyniki obliczeń dla trzech najniższych temperatur wytrzymania izotermicznego podano w tabeli 3.

Wyniki badań mikrostruktury próbek stali NANOS-BAL po cyklach dylatometrycznych wykonanych w celu sporządzenia fragmentów wykresu CTPi powyżej i poniżej temperatury M_S , zamieszczono na rysunkach 5 i 6. W wyniku przemiany powyżej M_S w temperaturach 255°C i 235°C powstaje jednorodna struktura składająca się z pakietów listew bainitu dolnego (Rys. 5a, b). Po ochłodzeniu do temperatury 215°C (bezpośrednio powyżej M_S) zaobserwowano pojedyncze płytki martenzytu atermicznego powstałe w pasmach segregacji, dla których temperatura M_S jest wyższa niż wartość



Rys. 5. Mikrostruktura próbek dylatometrycznych ze stali NANOS-BAL po ochłodzeniu z szybkością 25°C/s z zakresu trwałości austenitu (900°C) do temperatury przemiany izotermicznej i wytrzymania w tej temperaturze przez 100 godzin: a) $T_i = 255^\circ\text{C}$, MS; b) $T_i = 235^\circ\text{C}$, MS; c) $T_i = 215^\circ\text{C}$, MS; d) $T_i = 215^\circ\text{C}$, SEM; strzałkami wskazano płytki lub pakiety listew martenzytu atermicznego

Fig. 5. Microstructure of dilatometric specimens of steel NANOS-BAL produced by cooling at a rate of 25°C/s from austenite field (900°C) to temperature of isothermal transformation followed by holding at this temperature during 100 hours: a) $T_i = 255^\circ\text{C}$, optical microscopy; b) $T_i = 235^\circ\text{C}$, optical microscopy; c) $T_i = 215^\circ\text{C}$, optical microscopy; d) $T_i = 215^\circ\text{C}$, SEM – plates or packets of laths of athermal martensite are indicated by arrows



Rys. 6. Mikrostruktura próbek dylatometrycznych ze stali NANOS-BAL po ochłodzeniu z szybkością 25°C/s z zakresu trwałości austenitu (900°C) do temperatury przemiany izotermicznej i wytrzymaniu w tej temperaturze przez 100 godzin: a) $T_i = 185^\circ\text{C}$, MS; b) $T_i = 165^\circ\text{C}$, MS; c) $T_i = 145^\circ\text{C}$, MS; d) $T_i = 165^\circ\text{C}$, SEM; strzałkami wskazano płytki lub pakiety listew martenzytu atermicznego

Fig. 6. Microstructure of dilatometric specimens of steel NANOS-BAL produced by cooling at a rate of 25°C/s from austenite field (900°C) to temperature of isothermal transformation followed by holding at this temperature during 100 hours: a) $T_i = 185^\circ\text{C}$, optical microscopy; b) $T_i = 165^\circ\text{C}$, optical microscopy; c) $T_i = 145^\circ\text{C}$, optical microscopy; d) $T_i = 165^\circ\text{C}$, SEM – plates or packets of laths of athermal martensite are indicated by arrows

Tabela 3. Wyniki dylatometrycznej oceny składu fazowego stali NANOS-BAL po przemianach izotermicznych; T_i – temperatura przemiany izotermicznej; M_a – martenzyt atermiczny (powstały w wyniku chłodzenia ciągłego); M_i – martenzyt izotermiczny (powstały w wyniku wytrzymywania izotermicznego); B – bainit; A – austenit

Table 3. Results of dilatometric assessment of phase composition of steel NANOS-BAL after isothermal transformation; T_i – temperature of isothermal transformation; M_a – athermal martensite (produced by continuous cooling); M_i – isothermal martensite (produced by isothermal holding); B – bainite; A – austenite

| Temperatura T_i , [°C] | Udziały obj. % | | |
|-----------------------------|----------------|------|----------|
| | M_a | B | M_i +A |
| 185 | 13,8 | 67,9 | 18,3 |
| 165 | 28,4 | 37,4 | 34,2 |
| 145 | 48,5 | 8,3 | 43,2 |

średnia dla stali. Przykładowe płytki (lub listwy) martenzytu atermicznego wskazano strzałkami na mikrofotografiach na rysunkach 5c,d. Płytki martenzytu atermicznego charakteryzują się istotnie większymi

rozmiarami w porównaniu z płytkami (lub listwami) faz powstałych w wyniku przemian izotermicznych poniżej M_S .

W miarę obniżania temperatury, do której ochładzana jest próbka z zakresu austenitu, będącej jednocześnie temperaturą przemiany izotermicznej, następuje wzrost ułamka martenzytu atermicznego, od wartości ok. 14% obj. po ochłodzeniu do temperatury 185°C, ok. 30% obj. po ochłodzeniu do temperatury 165°C, do ok. 50% obj. po ochłodzeniu do temperatury 145°C (Tab. 3). Wytrzymywanie izotermiczne powoduje przemianę części pozostałego austenitu w bainit i prawdopodobnie w martenzyt izotermiczny (Rys. 6).

Podobnie jak w przypadku stali NANOS-BA, nie było możliwe jednoznaczne rozróżnienie morfologiczne bainitu i martenzytu izotermicznego w finalnej strukturze próbek dylatometrycznych ze stali NANOS-BAL, przy użyciu zastosowanych metod badań. Identyfikacja przemian fazowych w trakcie wytrzymywania izotermicznego poniżej M_S wymaga dalszych badań z uży-

ciem zaawansowanych metod dylatometrycznych i mikrostrukturalnych.

5. PODSUMOWANIE WYNIKÓW I WNIOSKI

Zabieg wytrzymania izotermicznego poniżej temperatury M_S stwarza możliwość wytworzenia struktury wielofazowej o korzystnym stosunku wytrzymałości do plastyczności. Z tego powodu badania izotermicznych przemian fazowych w stalach w zakresie temperaturowym poniżej M_S należy uznać za istotny kierunek opracowywania podstaw nowoczesnej obróbki cieplnej wysokowytrzymałych stali.

Badania, których wyniki zawiera niniejszy artykuł, wykonano na ultra wysokowytrzymałych stalach nanostrukturalnych NANOS-BA i NANOS-BAL. Zapoczątkowanie przemiany izotermicznej w stali NANOS-BA w zakresie temperaturowym poniżej M_S ulega przesunięciu do krótszych czasów w stosunku do początku przemiany bezpośrednio powyżej M_S . Przyspieszenie mierzone czasem do rozpoczęcia przemiany jest znaczne — od wartości ok. 10^4 sekund powyżej M_S , czas ten skraca się do ok. $5 \cdot 10^2$ sekund dla przedziału temperatury 145–185°C. Wyhamowanie przemiany izotermicznej w przedziale temperatury 165–185°C następuje w przybliżeniu po takim samym czasie jak dla przemiany izotermicznej bezpośrednio powyżej M_S . W temperaturze 145°C przemiana nie ulega całkowicie wyhamowaniu po wytrzymaniu w ciągu maksymalnego zastosowanego czasu 100 godzin. Rozpoczęcie przemiany izotermicznej w stali NANOS-BAL w zakresie temperaturowym poniżej M_S ulega przesunięciu do krótszych czasów (przemiana ulega przyspieszeniu) w stosunku do charakterystyki przemiany w tempera-

turze wyższej o ok. 15°C od M_S . Bezpośrednio powyżej M_S przemiana bainityczna ulega przyspieszeniu w przybliżeniu w tym samym stopniu co bezpośrednio poniżej M_S („swing-back phenomenon”). Efektu „swing-back” nie zaobserwowano w stali NANOS-BA. Dla temperatur bezpośrednio poniżej M_S czas do zapoczątkowania przemiany izotermicznej w stali NANOS-BAL wynosi ok. $5,5 \cdot 10^2$ sekund i jest istotnie krótszy od czasu do rozpoczęcia przemiany w temperaturze wyższej o ok. 15°C od M_S wynoszącego ok. $5,5 \cdot 10^3$ sekund. Wyhamowanie przemiany izotermicznej w badanym przedziale temperatury poniżej M_S następuje także po krótszych czasach niż bezpośrednio powyżej M_S .

W obydwu badanych stalach po ochłodzeniu poniżej M_S powstają łatwe do identyfikacji na obrazach mikrostruktury płytki (lub pakiety listew) martenzytu atermicznego. Im większe przechłodzenie poniżej M_S , tym ilość powstałego martenzytu atermicznego jest większa. Wytrzymywanie izotermiczne powoduje przemianę części pozostałego austenitu w bainit i prawdopodobnie w martenzyt izotermiczny. Rozróżnienie morfologiczne produktów przemian izotermicznych zachodzących poniżej temperatury M_S , tj. bainitu i martenzytu izotermicznego, nie jest możliwe w sposób jednoznaczny na podstawie wyników uzyskanych w niniejszej pracy. Opis mechanizmu przemian fazowych zachodzących w trakcie wytrzymywania izotermicznego poniżej M_S oraz identyfikacja i morfologiczna charakterystyka produktów tych przemian, wymaga dalszych badań z zastosowaniem zaawansowanych metod dylatometrycznych i mikrostrukturalnych.

Artykuł zawiera część wyników badań uzyskanych w pracy statutowej Instytutu Metalurgii Żelaza S0-925/2016 finansowanej z dotacji MNiSW na rok 2016.

LITERATURA

- [1] W. Steven, A.G. Haynes, The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-alloy Steels, *Journal of the Iron and Steel Institute* (1956) 349–359.
- [2] 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 A (2016) 1028–1039.
- [3] H. Okamoto, M. Oka, Isothermal Martensite Transformation in a 1.80 Wt Pct C Steel, *Metall. Mater. Trans. A* 16A (1985) 2257–2262.
- [4] M. Oka, H. Okamoto, Swing Back in Kinetics near M_S in Hypereutectoid Steels, *Metall. Mater. Trans. A* 19A (1988) 447–452.
- [5] M.J. Van Boheman Santofimia, J. Sietsma, Experimental evidence for bainite formation below M_S in Fe-0.66C, *Scripta Mater.* 58 (2008) 488–491.
- [6] 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 A (2012) 4984–4988.
- [7] 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.* (2014), DOI: 10.1179/1743284714Y.0000000719.
- [8] 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 A (2012) 4967–4983.
- [9] B. Garbarz, Wieloetapowa zintegrowana obróbka cieplna wysokowytrzymałych stali konstrukcyjnych o mikrostrukturze wielofazowej, *STAL Metale & Nowe Technologie* (3–4) (2017).
- [10] B. Garbarz, W. Burian, Microstructure and Properties of Nanoduplex Bainite-Austenite Steel for Ultra-High-Strength Plates, *Steel Research Int.* 85 (2014) 1620–1628.
- [11] B. Garbarz, Perspektywy rozwoju technologii wytwarzania i zastosowań wyrobów z ultrawytrzymałych stali nanobainitycznych, *Prace Instytutu Metalurgii Żelaza* 67 (2) (2015) 65–79.
- [12] B. Garbarz, B. Niźnik-Harańczyk, Modification of microstructure to increase impact toughness of nanostructured bainite-austenite steel, *Materials Science and Technology* 31 (7) (2015) 773–780.
- [13] Instytut Metalurgii Żelaza im. St. Staszica, Walcarka do walcowania na gorąco wraz z urządzeniami do obróbki cieplnoplastycznej (moduł B-LPS), www.imz.pl, (dostęp 27.02.2017).
- [14] 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).
- [15] 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, Published March 2004.
- [16] Procedura 2-BT, Badania dylatometryczne przemian fazowych materiałów metalicznych, Instytut Metalurgii Żelaza (2005).
- [17] B. Garbarz, B. Niźnik, 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 (2013) nieopublikowane.
- [18] W. Gong, T. Tomota, S. Harjo, H.Y. Su, K. Aizawa, Effect of prior Martensite on bainite transformation in nanobainitic steel, *Acta Materialia* 85 (2015) 243–249.