

Duktilnost zlitine RAVNAL 2 z nazivno sestavo 22% Cr, 5% Al in do 0.1% C

Ductility of the RAVNAL 2 Alloy with the Nominal Composition 22% Cr, 5% Al and up to 0.1% C

S. Sirk, SŽ – Metal Ravne, Ravne na Koroškem

F. Vodopivec, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Ljubljana

Zlitina RAVNAL 2 je namenjena za elektro uporovno žico, zato jo je potrebno z vlečenjem izdelati do debeline tudi pod 1 mm. Izkušnje kažejo, da ima zlitina po prvi rekristalizaciji hladno deformiranega materiala dobro plastičnost in se da z zadovoljivim izplenom izdelati tudi do najmanjših dimenzij. Eden problemov tehnologije izdelave žice iz zlitine RAVNAL 2 je izredno slaba duktilnost žice po vročem valjanju. Zato so bile izvršene različne preiskave in analize s ciljem, da ugotovimo vzrok za krhkost zlitine pri sobni temperaturi po vročem valjanju in način, kako bi to krhkost obvladali.

Ključne besede: zlitina Fe22Cr5Al, krhkost in deformabilnost z vlečenjem, temperatura rekristalizacije, velikost zrn po rekristalizaciji, tvorba σ faze

The RAVNAL 2 alloy is intended for electrical resistance wire. Thus it has to be drawn also to the thickness below 1 mm. As far as our experience shows, the alloy has a good ductility after cold working and subsequent recrystallization and allows to produce even the smallest dimensions with a favorable yield. One of the problems regarding the technology of RAVNAL 2 wire making is very poor ductility of material after the hot rolling. Therefore various tests were made with intention to find the explanation for the brittleness of the hot rolled alloy at ambient temperature and to find a way how to overcome the brittleness.

Key words: alloy Fe22Cr5Al, brittleness and deformability by wire drawing, recrystallisation temperature and grain size, σ phase formation

1 Uvod

Zlitina RAVNAL 2 ima v celotnem področju vročega valjanja feritno mikrostrukturo in se verjetno pri tem valjanju obnaša podobno kot drugi materiali z enako osnovno^{1–6}. Ne moremo pričakovati, da bo prišlo med procesom vroče predelave do zmanjšanja zrn s premeno, zato bo mikrostruktura taka, kot jo da proces vroče predelave.

Cilj raziskave pa ni bil spoznavanje procesov med vročim valjanjem, temveč spoznavanje narave krhkosti vroče valjane žice v hladnem in način obvladovanja te krhkosti, da bi bilo mogoče iz vroče valjane žice z zadovoljivim izplnom izdelati željeno tanko hladno vlečeno žico.

Raziskave so bile izvršene na treh talinah zlitine RAVNAL 2 — dvema izdelanima eksperimentalno in eni industrijsko izdelani. Eksperimentalno sta bili talini izdelani iz primarnih surovin v laboratorijski indukcijski peči, uliti v bloke s presekom 60×60 mm in na IMT prevajljeni v lamele debeline 14 mm. Iz lamel so bili v smeri valjanja izrezani trakovi, iz katerih so bile s struženjem in brušenjem izdelane palice. Industrijsko je bila talina izdelana v elektroobločni peči, obdelana po postopku VOD in lita v ingote mase 2040 kg. Ingoti so bili prevajljeni v končno dimenzijo $\phi 8$ mm.

Vse toplotne obdelave vzorcev so bile izvedene v laboratorijski kalilnici.

2 Rezultati

2.1 Mikrostruktura in lastnosti eksperimentalno valjane zlitine

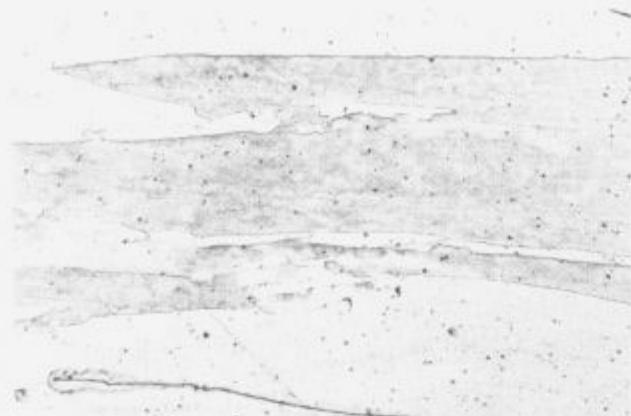
Pri eksperimentalnem valjanju zlitine RAVNAL 2 je bila končna temperatura valjanja okoli 900°C . Zlitina je dobila pri tem valjanju mikrostrukturo iz podolgovatih zrn σ faze (slika 1), kar pove, da med valjanjem ni rekristalizirala. Taka mikrostruktura je zelo krhka in pri temperaturi okolja nepredelovalna. Čeprav poprava med valjanjem praktično eliminira deformacijsko utrditev, je mogoče doseči rekristalizacijo zaradi anomalne oblike sploščenih zrn.

Raziskave so pokazale, da pride do popolne rekristalizacije šele pri žarjenju zlitine pri temperaturi 1200°C , kjer zlitina rekristalizira v mikrostrukturo iz poligonalnih zrn σ faze. Ker so zrna na tej temperaturi že velika, sklepamo, da poteka rekristalizacija že na nekoliko nižji temperaturi — med 1100 in 1200°C .

Vroče valjana zlitina z mikrostrukturo iz podolgovatih zrn σ faze nima pri sobni temperaturi nobene duktilnosti. Pri temperaturi okoli 400°C (slika 2) pa dobi zadostno duktilnost, da jo je mogoče pri tej temperaturi nadalje plastično preoblikovati, tudi do deformacije okoli 80%.

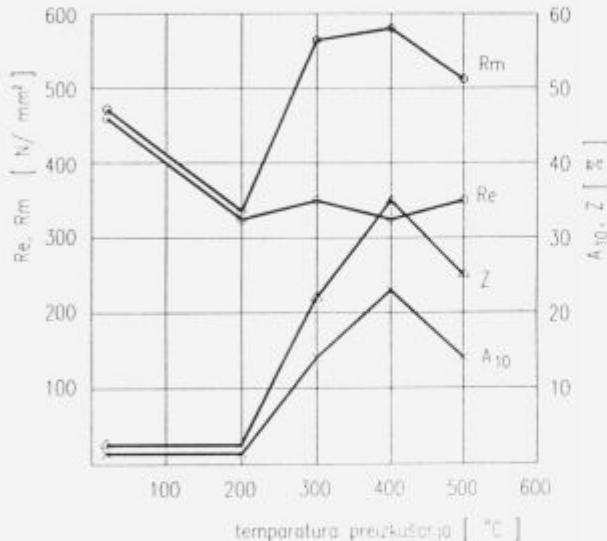
2.2 Mikrostruktura in lastnosti industrijsko valjane zlitine

Pri industrijskem valjanju so bile končne temperature valjanja med 835 in 870°C . Zlitina je dobila pri valjanju



Slika 1. Mikrostruktura eksperimentalno valjane zlitine, pov. 50 ×.

Figure 1. Microstructure of test-rolled alloy. Magn. 50 ×.



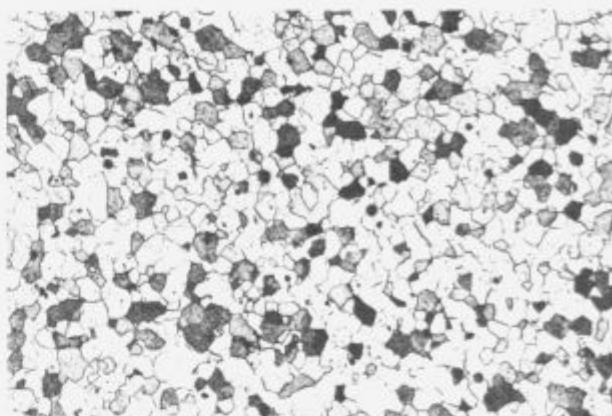
Slika 2. Mehanske lastnosti valjanih vzorcev z mikrostrukturo iz podolgovatih zrn α faze, pri sobni in povišanih temperaturah.

Figure 2. Mechanical properties of the as rolled alloy with the microstructure in Fig. 1 at temperatures up to 600°C.

mikrostrukturo iz poligonalnih — rekristaliziranih zrn α faze (**slika 3**), kar kaže na to, da je zlitina rekristalizirala. Preiskave mehanskih lastnosti so pokazale, da je zlitina kljub rekristalizirani mikrostrukturi pri sobni temperaturi popolnoma nedeformabilna.

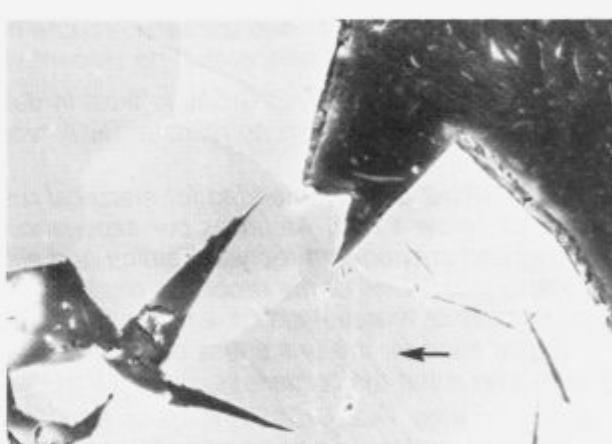
Preiskave prelomov preizkušancev za natezni preizkus vroče valjanih vzorcev, deformiranih pri sobni temperaturi, so pokazale, da so prelomi razkolno krhki s svetlečo prelomno površino. Na prelomni površini so prisotni številni dvojčki, kar kaže na to, da je pri deformaciji vzorcev prišlo do deformacije z dvojenjem (**slika 4**) in ne z drsenjem. Pri temperaturi 300°C pa dobí zlitina zadostno duktilnost, da jo je mogoče pri tej temperaturi deformirati z vlečenjem (**slika 5**). To pa pomeni, da leži temperatura 300°C nad mejo, pri kateri se zlitina začne deformirati z drsenjem.

Preiskave so tudi pokazale, da dobí zlitina po žarjenju pri 600°C veliko duktilnost pri sobni temperaturi in da duktilnost znova izgubi, ko dvignemo temperaturo žarjenja na 900°C. Kontrola mikrostrukture na teh vzorcih je pokazala, da se velikost zrn po žarjenjih do 700°C še ne spremeni, da pa zrna zrastejo pri žarjenjih nad 800°C in više (**slika 6**).



Slika 3. Mikrostruktura industrijsko valjanega vzorca zlitine RAVNAL 2, pov. 100 ×.

Figure 3. Microstructure of the industrially rolled alloy. Magn. 100 ×.



Slika 4. Mikrostruktura valjanega vzorca po nateznom preizkusu ob prelому, z označenim mestom dvojenja, pov. 440 ×.

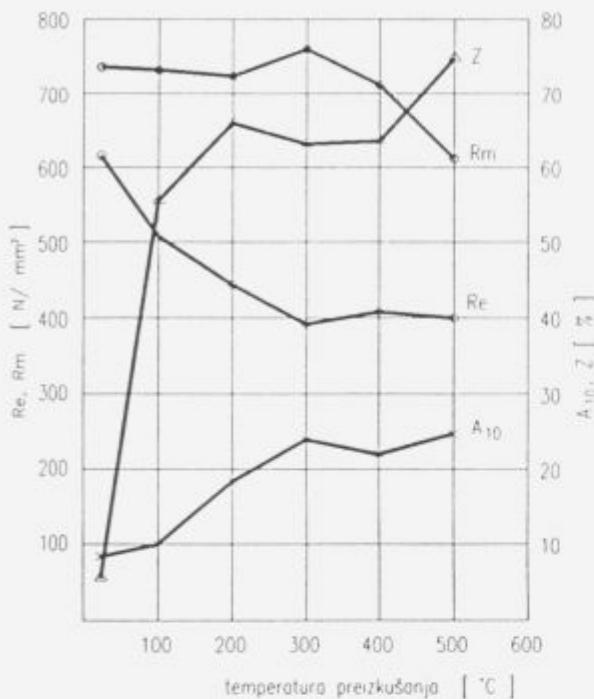
Figure 4. Microstructure of rolled tensile tested specimen at fracture, twinning is marked. Magn. 440 ×.

To kaže, da je krhkost odvisna od dveh parametrov, eden ki je povezan s sestavo in drugi, ki je odvisen od velikosti zrn. Edina logična razloga za pridobitev duktilnosti pri žarjenju pri nizki temperaturi je vezava intersticijsko raztopljenih ogljika in dušika v karbidne oz. nitridne precipitate. Poiskus z dvojnim žarjenjem — pri 900°C za rast zrn in pri 600°C za vezavo raztopljenih intersticijev — je pokazal, da je bila zlitina znova krhka. To pove, da je vezava intersticijev učinkovita le pod določeno velikostjo zrn. Po naših izkušnjah je to razred 8 po ASTM.

2.3 Vpliv temperature na velikost rekristaliziranih zrn

Vzorce zlitine RAVNAL 2 z valjano mikrostrukturo iz podolgovatih zrn α faze smo pri 400°C deformirali z vlečenjem z 33.9% redukcijo in na njih določili temperaturo rekristalizacije. Vzorce smo žarili pri temperaturah med 500 in 1000°C in jih ohljali v vodi.

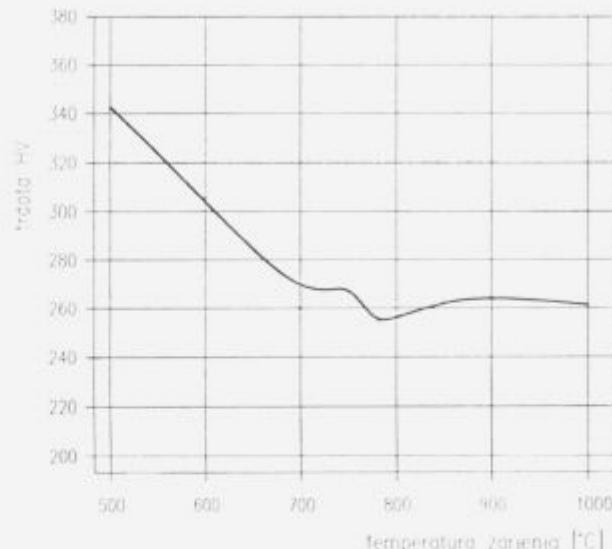
Pri žarjenju na temperaturah do 700°C ne opazimo nikakršnih mikrostrukturnih sprememb. Pri žarjenju nad 700°C se prične v deformiranih zrnih nukleacija novih zrn, kar je znak, da se je rekristalizacija že začela. Na 800°C novo nastala zrna popolnoma izrinejo deformirano mikrostrukturo in rekristalizacija je končana. Od tu naprej zma s temperaturo le še rastejo. **Slika 7** prikazuje odvis-



Slika 5. Mehanske lastnosti industrijsko valjanih vzorcev pri sobni in povisihanih temperaturah.

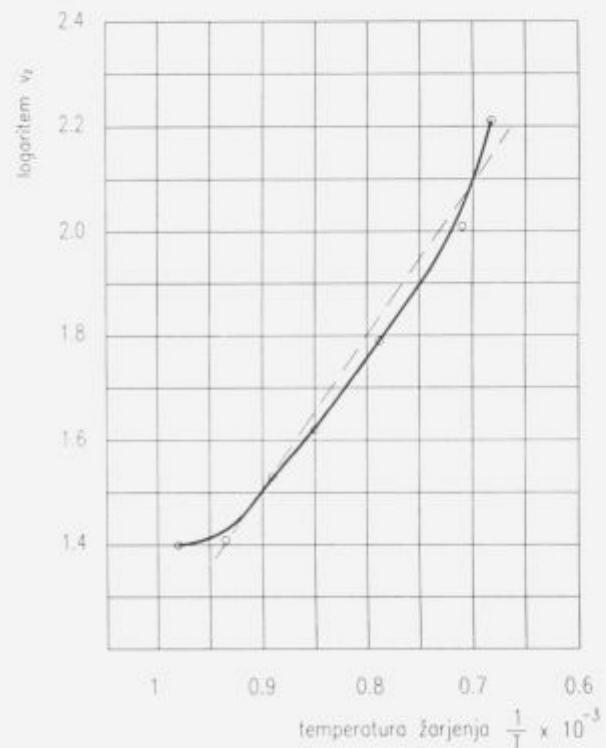
Figure 5. Mechanical properties of the industrially rolled alloy up to 600°C.

nost med trdoto in temperaturo rekristalizacijskega žarjenja. Trdota hladno deformirane zlitine se do temperature nekoliko nad 700°C s temperaturo hitro zmanjuje, kar je znak poprave, pri 750°C je rahlo povečanje, ki ga razlagamo z izločilno utrditvijo zaradi ogljika in dušika, naprej pa ostaja konstantna, kar je znak, da je zlita dosegla naravno trdoto.



Slika 7. Sprememba trdote med rekristalizacijskim žarjenjem vzorcev prehodno deformiranih z vlečenjem pri 400°C s 33.9% redukcijo.

Figure 7. Variation of hardness during the recrystallization annealing of specimens after previous deformation of 33.9% by wire drawing at 400°C.



Slika 6. Velikost rekristaliziranih zm v odvisnosti od temperature žarjenja, v intervalu med 750 in 1200°C.

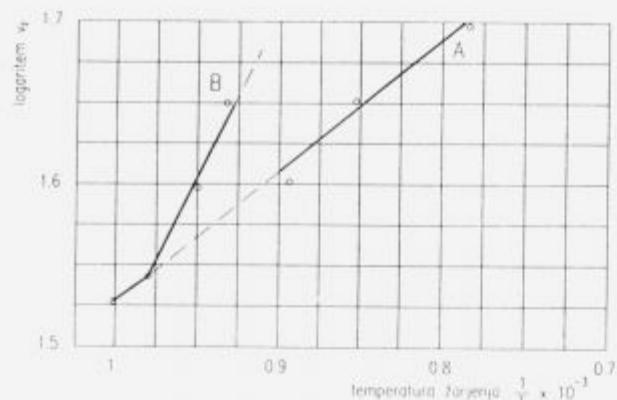
Figure 6. Size of recrystallized grains depending on the annealing temperature in the interval 750 to 1200°C.

Z višanjem rekristalizacijske temperature se poveča tudi velikost rekristaliziranih zrn. Slika 8 prikazuje odvisnost velikosti rekristaliziranih zrn od temperature žarjenja. Raziskave so pokazale, da je anomalnost pri odvisnosti temperatura-velikost rekristaliziranih zrn povezana z dvema dejavnikoma: eden je velikost in število precipitatov, ki nastanejo med valjanjem ali med ohlajanjem, drugi pa je raztapljanje teh precipitatov in nastanek izločkov nove karbidne ali nitridne faze z manjšim topnostenim produkтом. Po rezultatih sodeč nastane nova faza z raztapljanjem in ponovnim izločanjem, ne pa z neposredno modifikacijo že obstoječih precipitatov.

2.4 Vpliv stopnje deformacije na velikost rekristaliziranih zrn

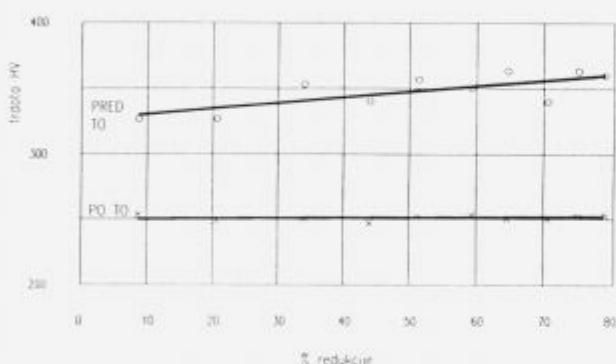
Z deformiranjem zlitine RAVNAL 2 z vlečenjem pri 400°C z različnimi redukcijami se je zlita utrdila, zato smo jo rekristalizacijsko žarili pri temperaturi 900°C. Z večanjem stopnje deformacije se je zlita utrjevala, kar se kaže v povečanju trdote. Slika 9 prikazuje odvisnost med stopnjo deformacije in trdoto zlitine. Deformacijsko utrjevanje zlitine RAVNAL 2 je sorazmerno majhno, vendar moramo poudariti, da je bila plastična deformacija izvedena pri 400°C, zato je bilo verjetno že med deformacijo ali tudi neposredno po njej nekoliko poprave.

Po rekristalizacijskem žarjenju je trdota neodvisna od predhodne stopnje plastične deformacije. Z večanjem stopnje plastične deformacije (slika 10) se velikost rekristaliziranih zrn zmanjuje, deformacija nad 60% pa ne vpliva več na velikost rekristaliziranih zrn.



Slika 8. Velikost rekristaliziranih zm v odvisnosti od temperature žarjenja za rekristalizacijo med 900 in 1300°C (vzorci so bili pred žarjenjem vlečeni pri 400°C s 33.9% redukcijo).

Figure 8. Size of recrystallized grains depending on the annealing temperature in the range from 900 to 1300°C (the specimens were reduced for 33.9% by wire drawing at 400°C).



Slika 9. Vpliv stopnje deformacije na trdoto po vlečenju pri 400°C in rekristalizacijskem žarjenju pri 900°C.

Figure 9. Influence of the deformation degree on the hardness after drawing at 400°C, and recrystallisation annealing at 900°C.

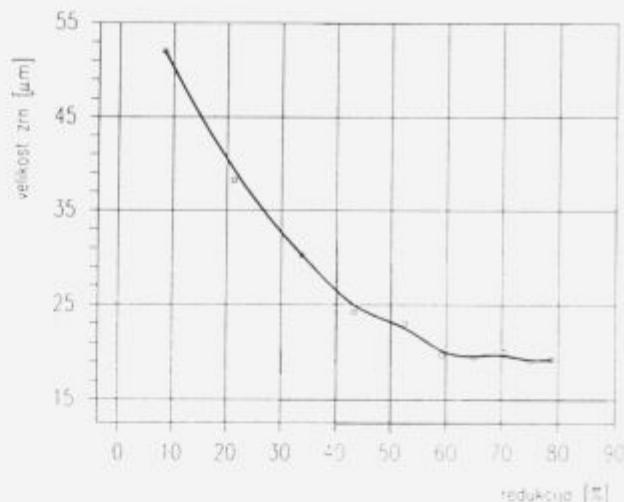
2.5 Krhkost pri 475°C in krhkost zaradi σ faze

Pojav krhkosti pri 475°C je bil preiskovan na valjanih in gašenih vzorcih ϕ 8 mm, ki so bili pri tej temperaturi žarjeni različne čase. **Slika 11** prikazuje vpliv časa žarjenja na mehanske lastnosti vzorcev. Vidimo, da se z daljšanjem časa žarjenja nad 8 ur raztezek in kontrakcija močno zmanjšata. To pomeni, da se krhkost pri 475°C razvije šele pri relativno dolgem izotermnem žarjenju, iz česar sklepamo, da ni možnosti za krhkost valjane žice razen, če se kolobarji zaradi nepazljivosti ne ohlajajo zelo počasi.

Iz literature je znano², da se v zlitinah, ki vsebujejo manj kot 20% Cr σ faza večinoma ne pojavlja. Zlitina RAVNAL 2 vsebuje 22% Cr, kar je malo nad to mejo, zato smo žeeli preveriti, ali pride do nastanka σ faze ali ne. S preiskavami z dilatometrom je bilo ugotovljeno, da pri zlitini RAVNAL 2 pri časih segrevanja in ohlajanja na teh temperaturah, ki se pojavljajo v tehnologiji izdelave, ne pride do pojava σ faze.

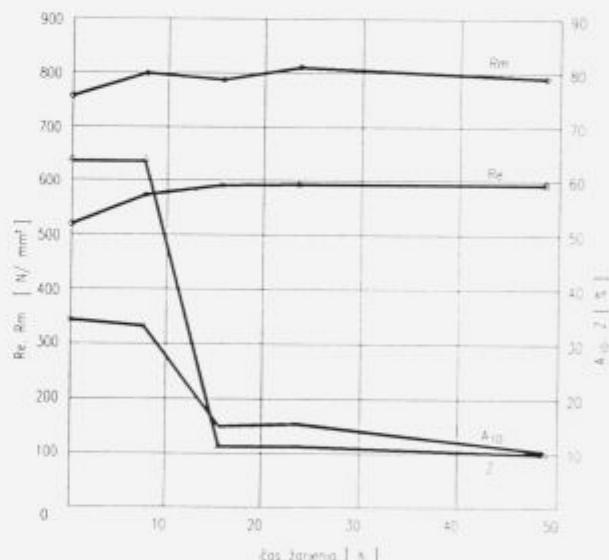
3 Zaključki

Raztržni preizkusi so pokazali, da dobi zlitina po valjanju, ne glede na to ali je mikrostruktura iz nerekristaliziranih



Slika 10. Vpliv stopnje redukcije na velikost rekristaliziranih zm. Vzorci so bili žarjeni pol ure pri 900°C in gašeni v vodi.

Figure 10. Influence of the deformation degree on the size of recrystallized grains, after annealing for 30 min. at 900°C, and water quenching.



Slika 11. Vpliv časa žarjenja pri 475°C na mehanske lastnosti.

Figure 11. Influence of annealing time at 475°C on the mechanical properties.

velikih ali pa iz rekristaliziranih majhnih zm, duktilnost šele pri povisani temperaturi.

Z vlečenjem pri 400°C je bila dosežena 80% deformacija. Na teh vzorcih sta bili določeni temperatura rekristalizacije in kinetika rasti rekristaliziranih zm.

Zlitina ni občutljiva na nastanek σ faze, krhkost pri 475°C pa se pojavi šele pri dolgem izotermnem žarjenju.

Duktilnost industrijsko izvaljane žice iz zlitine RAVNAL 2 z mikrostrukturo iz rekristaliziranih zm je pri sobni temperaturi mogoče doseči s staranjem pri temperaturah 600–800°C. Najverjetnejša razloga je, da se pri tem vežeta v karbidno in nitridno fazo ogljik in dušik, ki sta bila prej v intersticijski raztopini. Krhkost pri sobni temperaturi si razlagamo s tremi značilnostmi: utrditvijo s trdnou raztopino zaradi kroma in aluminija, zaradi česar postane

meja plastičnosti višja od napetosti dvojčenja, prisotnostjo intersticijev dušika in ogljika v trdni raztopini in velikostjo zrn.

4 Literatura

¹ F. Vodopivec in sodelavci: Železarski zbornik 24, 1990, str. 91–97.

- ² Peckner, Bernstein: Handbook of Stainless Steel, Chapter 5, 1977, str. 1–39.
- ³ Pfeifer, Thomas: Zunderfeste Legirungen (Zweite Auflage), Springer Verlag, 1963.
- ⁴ D. Kmetič in sodelavci: Poročilo MI, Ljubljana 1983.
- ⁵ K. Watanabe: Transaction ISIJ, vol. 21, 1981, str. 6–15.
- ⁶ J. Gordon: An Introduction to Stainless Steel, 1966, American Society of Metals, str. 46–52.