

Primerjava vključkov v klasično in vakuumsko izdelanem jeklu ZF 6

UDK: 610.186.14
ASM/SLA: M, 9-69

H. Kaker, A. Rodič, S. Petovar

Članek obravnava primerjavo nekovinskih vključkov med klasično in vakuumsko izdelanem jeklu za cementacijo z 0,15–0,19 % C, 1,01–1,16 % Mn, 0,85–1,15 % Cr in 0,001–0,004 % B. Preiskava nekovinskih vključkov je bila izvršena z OM, REM, EDS in analizatorjem za kvantitativno analizo slike na zlomljenih »ušesih« preizkušancev za ZF metodo preizkušanja žilavosti cementiranih materialov.

1. UVOD

Obdelava tekočega jekla s sredstvi za odžveplanje in dezoksidacijo zapusti v jeklu formirane nekovinske vključke, ki znatno vplivajo na lastnosti izdelanega jekla. Namen te preiskave je bil ugotoviti, ali obstaja kakšna razlika med velikostjo in vrsto nekovinskih vključkov v jeklu, izdelanem po klasični in vakuumski tehnologiji. Identifikacijo in kvantitativno meritev nekovinskih vključkov smo izvršili z optično mikroskopijo (OM), rastersko elektronsko mikroskopijo (REM), energijsko disperzijskim rentgenskim spektrometrom (EDS) in analizatorjem za kvantitativno analizo slike.

2. ZNAČILNOSTI IZDELAVE JEKLA ZF 6

2.1 Izdelava jekla po klasični EOP tehnologiji:

Po raztopitvi in oksidaciji taline s plinastim kisikom ter izkuhavanju odstranimo oksidacijsko žlindro. Na golo kopel dodamo Al, SiMn in sintetično žlindro. Končno legiranje izvršimo tik pred prebodom. V ponovco dodamo še FeSi in Al, v curek pa CaSi in FeB.

2.2 Izdelava jekla po EOP-VAD tehnologiji:

Talino v EOP oksidiramo, razfosforimo ter jo vlijemo v transportno ponovco. Na dno ponovce dodamo Al. Talino nato prelijemo v rafinacijsko ponovco, žlindro pa zadržimo. Med prelivanjem izvršimo še legiranje s Cr, Mn, Si in B. Nato talino obdelujemo v vakuumu z Ar na VAD (Vacuum Argon Degazing) napravi ter na koncu izvršimo še potrebno dolegiranje.

3. EKSPERIMENTALNI POSTOPEK

Za primerjavo vrste in velikosti nekovinskih vključkov v jeklu, izdelanem po klasični in vakuumski tehnologiji, smo uporabili vzorce jekla ZF 6 iz redne proizvodnje ŽR (osem vzorcev za vsako tehnologijo). Kemična sestava preiskovanih vzorcev se je gibala v območju 0,15–0,19 % C, 0,018–0,030 % S, 0,23–0,29 % Si, 0,08–0,28 % Ni, 0,85–1,15 % Cr, 0,10–0,27 % Cu,

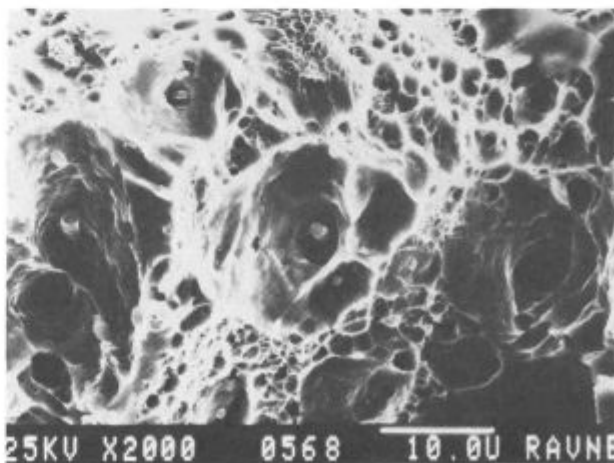
1,01–1,16 % Mn, 0,01–0,08 % Mo, 0,011–0,022 % P, 0,011–0,035 % Sn, 0,015–0,043 % Al in 0,001–0,004 % B. V preiskavi smo uporabili zlomljena »ušesa« preizkušancev za določevanje žilavosti po ZF metodi. S to metodo se preiskujejo cementirani materiali – določuje se potrebna sila za zlom preizkušanca v odvisnosti od časa. Eksperimentalni postopek smo razdelili na dva dela:

1. Preiskava nekovinskih vključkov na prelomnih površinah zlomljenih »ušes« ZF preizkušancev. Identifikacijo nekovinskih vključkov smo izvršili z REM in EDS.

2. Preiskava nekovinskih vključkov na poliranih vzdolžnih obrusih, izdelanih iz »ušes« zlomljenih ZF preizkušancev. Preiskavo smo izvršili z OM, REM, EDS in analizatorjem za kvantitativno analizo slike JEOL – MPA (Micro Particle Analyser).

4. PREISKAVA PRELOMNIH POVRŠIN

Vključke na prelomnih površinah smo preiskovali z REM in jih mikrokemično analizirali z EDS. Glavni tip nekovinskih vključkov na vseh prelomnih površinah so bili manganovi sulfidi, kalcijevi aluminati in vključki, bogati s titanom (tj. pri dveh vakuumskih šaržah, pri katerih je bil dodan FeTi). Preiskava je tudi pokazala, da na prelomnih površinah ni nobene razlike glede vrste nekovinskih vključkov med obema tehnologijama. Slike 1 do 4 prikazujejo tipične nekovinske vključke na prelomnih površinah preiskovanih vzorcev.

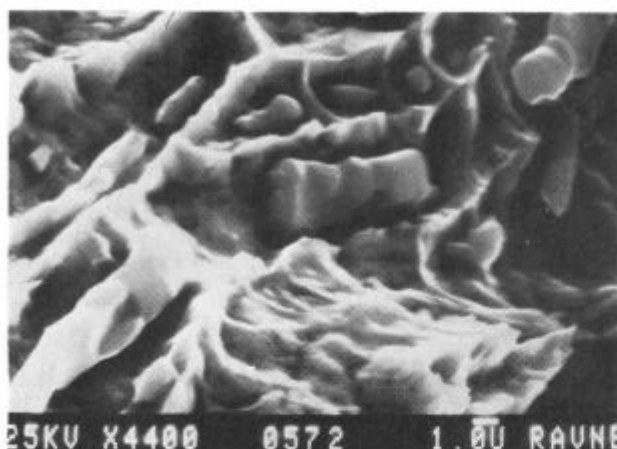


Slika 1

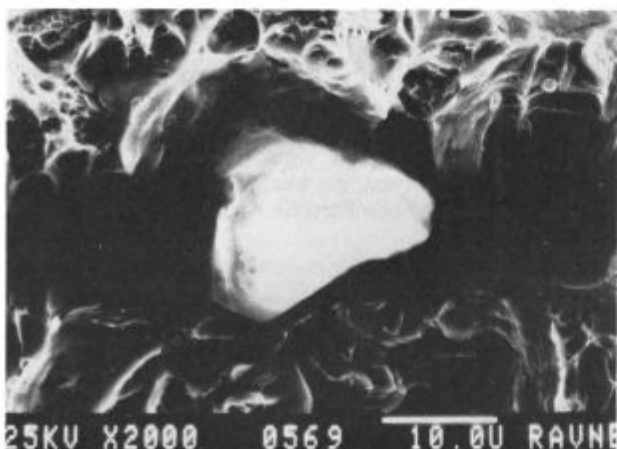
MnS vključki, posneto s sekundarnimi elektroni, pov. 2000 ×

Fig. 1

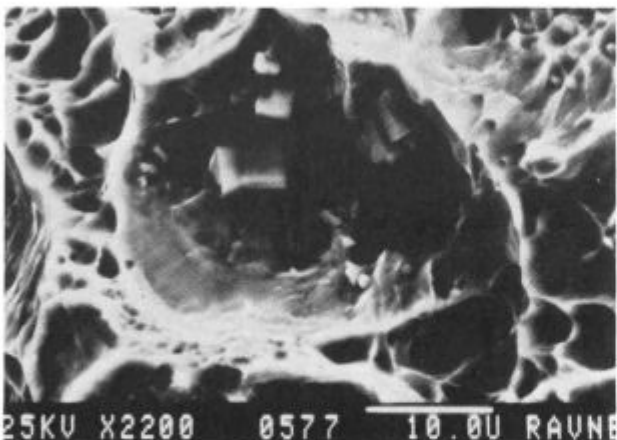
MnS inclusions, taken with secondary electrons, magn. 2000 ×.



Slika 2
MnS vključki, posneti s sekundarnimi elektroni, pov. 4400 ×
Fig. 2
MnS inclusions, taken with secondary electrons, magn. 4400 ×.



Slika 3
Vključek, bogat z Al, posneti s sekundarnimi elektroni, pov. 2000 ×
Fig. 3
Inclusion rich in Al, taken with secondary electrons, magn. 2000 ×.



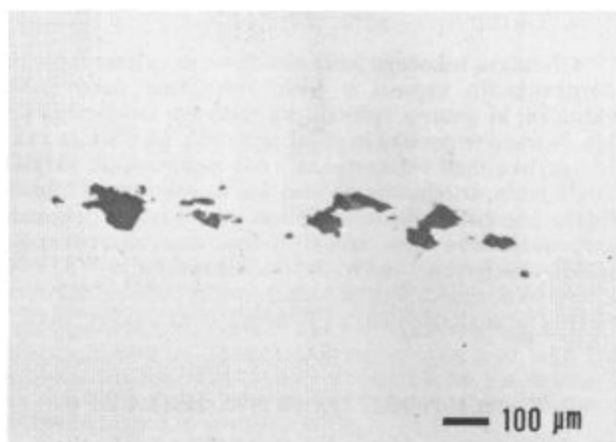
Slika 4
Vključek bogat s Ti, posneti s sekundarnimi elektroni, pov. 2200 ×
Fig. 4
Inclusion rich in Ti, taken with secondary electrons, magn. 2200 ×.

5. PREISKAVA METALOGRAFSKIH OBRUSOV

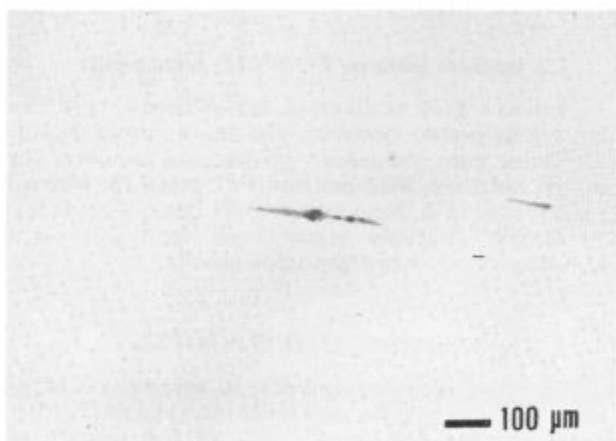
5.1 Z optično mikroskopijo

Vključke smo z OM ocenjevali po primerjalni tabeli JK (Jeren Kontoret) na 30 vidnih poljih. Vsebnost vključkov v jeklu je razmeroma visoka in analiza je pokazala, da ni bistvenih razlik med obema tehnologijama. Rečemo lahko, da so vakuumske šarže glede nekovinskih vključkov nekoliko boljše, ker so vključki oksidnega tipa; to so aluminati in globularni oksidi finejši in smo jih ocenjevali v 80 % po JK skali za finejše vključke, medtem ko so imele šarže, izdelane na klasičen način, 60 % oceno po JK skali za grobe vključke. Sulfidni vključki so imeli podobno razporeditev, to je dolžino in debelino, ne glede na tehnologijo izdelave. Opazili smo tudi sulfidne vključke ob prekinjenih aluminatnih trakovih, kot je prikazano na sliki 5. V mnogih primerih pa so bili aluminatni vključki v sulfidnem traku, kot je prikazano na sliki 6.

Tabela 1 kaže povprečne rezultate ocene nekovinskih vključkov po primerjalni metodi JK.



Slika 5
Sulfidni vključki ob aluminatnih trakovih, pov. 100 ×
Fig. 5
Sulphide inclusions along aluminate bands, magn. 100 ×.



Slika 6
Aluminatni vključki v sulfidnem traku, pov. 100 ×
Fig. 6
Aluminate inclusions in sulphide band, magn. 100 ×.

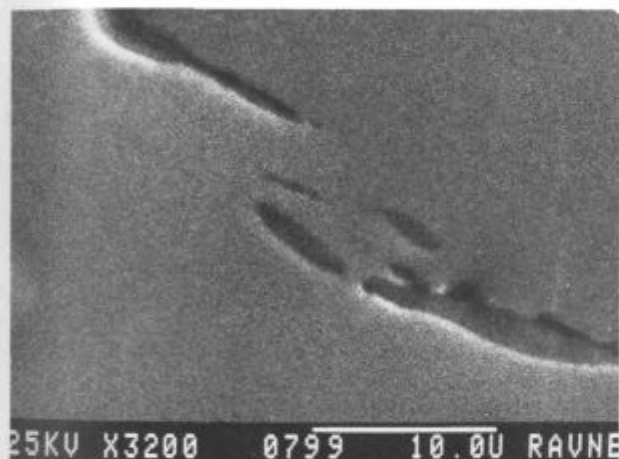
Tabela 1

	Sulfidni vključki A	Alumi- natni vključki B	Silikatni vključki C	Globularni oksidni vključki D	A+B+C+D	B+C+D
Klasične šarže	1,70	0,41	—	0,99	3,11	1,38
Vakuum- ske šarže	1,47	0,36	—	0,96	2,97	1,20

5.2 Preiskava z REM, EDS in analizatorjem slike

Slike 7—16 prikazujejo tipične vključke v preiskovanih vzorcih. Slika 7 prikazuje vključke manganovega sulfida, slike 8, 9 in 10 pa porazdelitev S, Fe in Mn. Slika 11 prikazuje Ca-Al vključek, slike 12, 13, 14 in 15 pa porazdelitev S, Ca, Al in Fe v vključku. Slika 16 prikazuje vključka, bogata s Ti.

Na preiskovanih vzorcih smo izvršili tudi kvantitativno meritev površine individualnih vključkov s kombinacijo REM — MPA. Na vsakem vzorcu smo analizirali

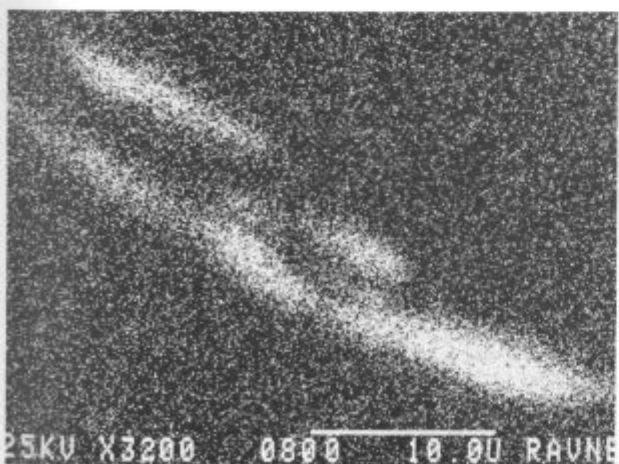


Slika 7

MnS vključek, posneto z odbitimi elektroni, pov. 3200 ×

Fig. 7

MnS inclusion, taken with reflected electrons, magn. 3200 ×.

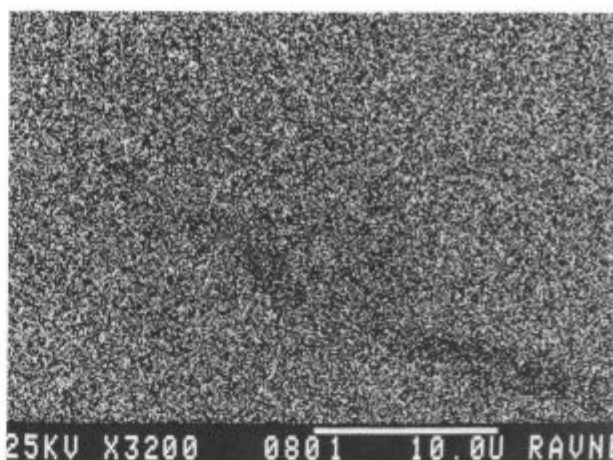


Slika 8

Porazdelitev S K α, pov. 3200 ×

Fig. 8

Distribution of S K α, magn. 3200 ×.

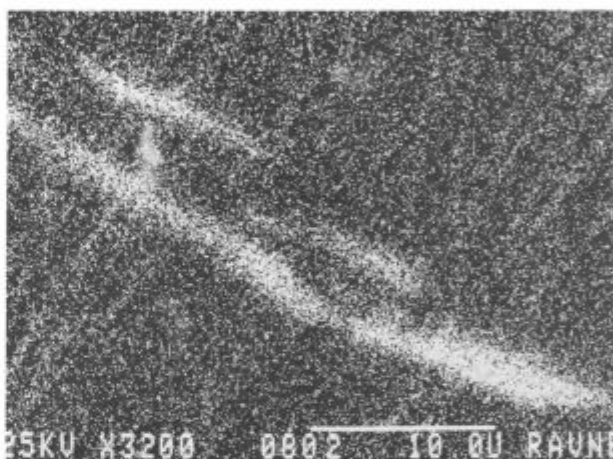


Slika 9

Porazdelitev Fe K α, pov. 3200 ×

Fig. 9

Distribution of Fe K α, magn. 3200 ×.

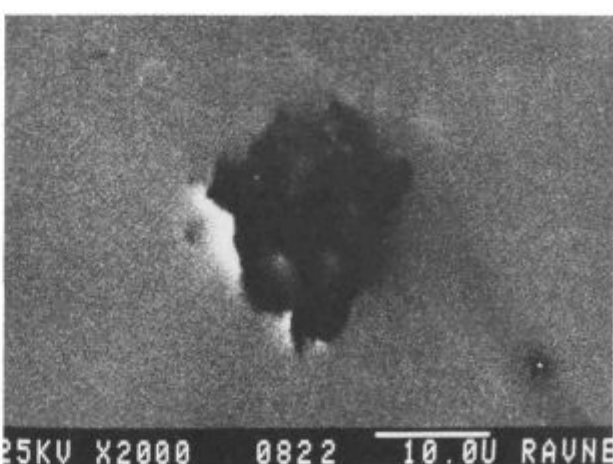


Slika 10

Porazdelitev Mn K α, pov. 3200 ×

Fig. 10

Distribution of Mn K α, magn. 3200 ×.

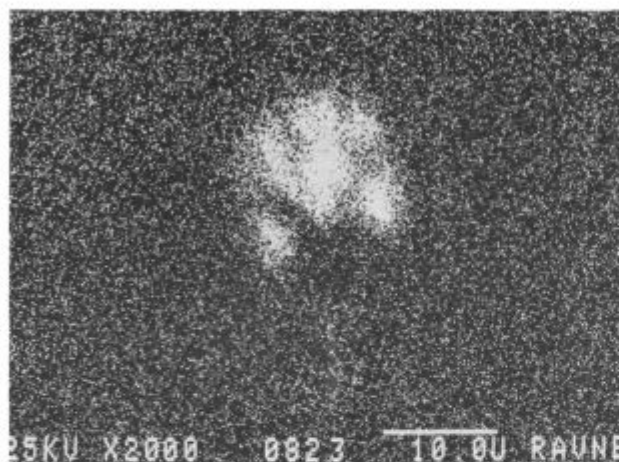


Slika 11

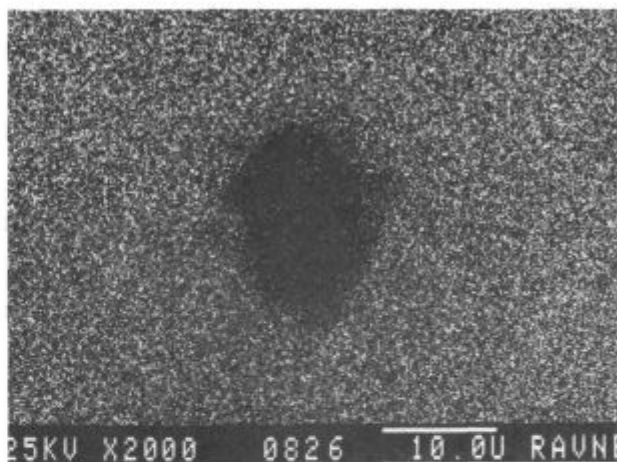
Ca-Al vključek, posneto z odbitimi elektroni, pov. 2000 ×

Fig. 11

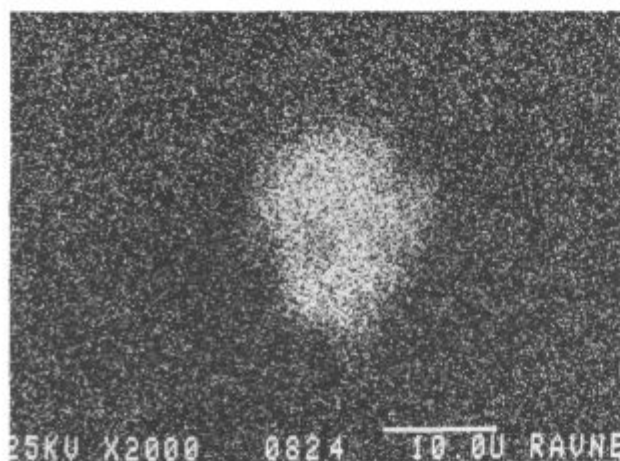
Ca-Al inclusion, taken with reflected electrons, magn. 2000 ×.



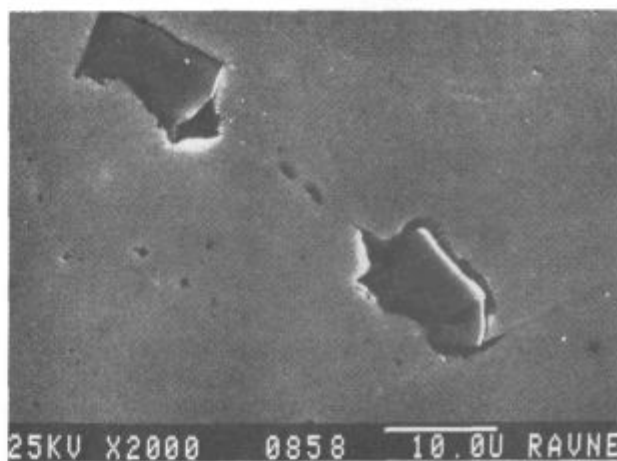
Slika 12
Porazdelitev S K α , pov. 2000 $\times$
Fig. 12
Distribution of S K α , magn. 2000 $\times$.



Slika 15
Porazdelitev Fe K α , pov. 2000 $\times$
Fig. 15
Distribution of Fe K α , magn. 2000 $\times$.



Slika 13
Porazdelitev Ca K α , pov. 2000 $\times$
Fig. 13
Distribution of Ca K α , magn. 2000 $\times$.



Slika 16
Vključka, bogata s Ti, posneta s sekundarnimi elektroni,
pov. 2000 $\times$
Fig. 16
Inclusions rich in Ti, taken with secondary electrons,
magn. 2000 $\times$.



Slika 14
Porazdelitev Al K α , pov. 2000 $\times$
Fig. 14
Distribution of Al K α , magn. 2000 $\times$.

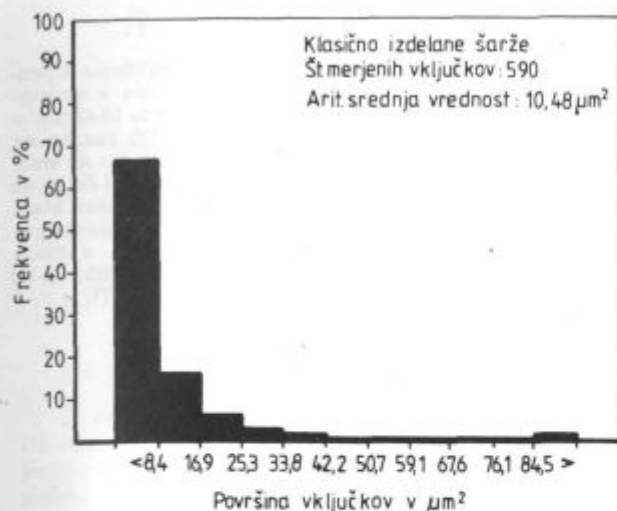
li nekovinske vključke v 10 merjenih poljih. Rezultati kvantitativne meritve površine vključkov so prikazani histogramsko na slikah 17 in 18.

6. SKLEPI

Iz opravljenih OM, REM in EDS preiskav na prelomnih površinah in metalografskih obrusih lahko sklenemo naslednje:

1. Rezultati analize vključkov kažejo, da je povprečna velikost preiskovanih vključkov pri klasično izdelanih šaržah $10,48 \mu\text{m}^2$ in pri vakuumsko obdelanih šaržah $6,77 \mu\text{m}^2$. Iz histograma porazdelitve vključkov vidimo, da ne nastopa bistvena razlika v porazdelitvi nekovinskih vključkov po obeh tehnologijah.

2. EDS analiza vključkov je pokazala, da so glavni tip vključkov manganovi sulfidi. Iz 117 opravljenih EDS meritev pri klasičnih šaržah vidimo, da imamo

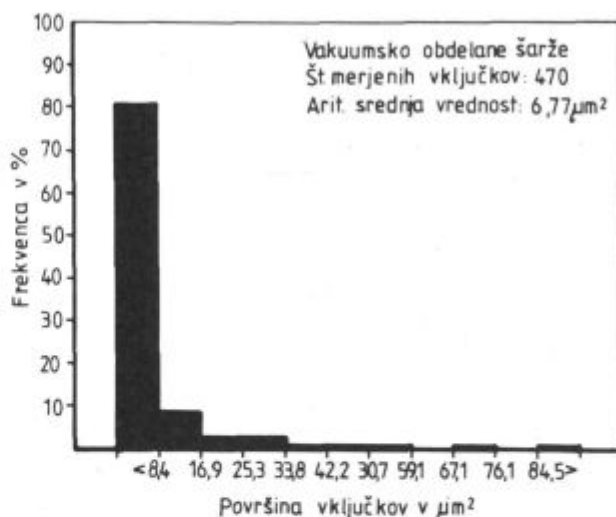


Slika 17

Porazdelitev nekovinskih vključkov pri klasično izdelanih šaržah

Fig. 17

Distribution of nonmetallic inclusions in standard made melts.



Slika 18

Porazdelitev nekovinskih vključkov pri vakuumsko izdelanih šaržah

Fig. 18

Distribution of nonmetallic inclusions in vacuum made melts.

70,9 % MnS, iz 117 EDS meritev pri vakuumskih šaržah pa imamo 58,9 % MnS.

3. Pomembnost nastopanja v jeklu je prikazana v naslednjem vrstnem redu: MnS, Ca-Al vključki, Al₂O₃, MnS, FeO.MnO in Ti vključki.

Literatura

1. Raziskovalna naloga R-8410: Primerjava velikosti, vrste in razporeditev vključkov med klasično in vakuumsko izdelano šaržo, interna dokumentacija ŽR.

ZUSAMMENFASSUNG

Im Artikel wird ein Vergleich nichtmetallischer Einschlüsse zwischen dem konventionell und unter Vakuum erzeugten Einsatzstahles mit 0,15—0,19 % C, 1,01—1,16 % Mn, 0,85—1,15 % Cr und 0,001—0,004 % B gegeben. Die Untersuchung nichtmetallischer Einschlüsse ist durch die OM, REM, EDS und dem Analysator für die quantitative Bildanalyse von Bruchflächen der Proben für die ZF Prüfmethode der Zähigkeit einsatzgehärteter Stähle durchgeführt worden. Die Ergebnisse dieser Analyse zeigen auf keinen wesentlichen Unterschied in der Verteilung nichtmetallischer Einschlüsse zwischen den beiden Technologien. Durchschnittliche Grösse der

untersuchten Einschlüsse bei den konventionell erzeugten Schmelzen ist 10,48 μm² und bei den im Vakuum erzeugten Schmelzen 6,77 μm². Die EDS Analyse hat gezeigt, dass die Mangansulfide den Haupttyp der Einschlüsse darstellen. Aus den 117 durchgeführten EDS Messungen bei den konventionell erzeugten Stählen ist zu entnehmen, dass der Anteil von MnS 70,9 % beträgt, und aus den 117 EDS Messungen an im Vakuum erzeugten Stählen ist ein Anteil von 58,9 % MnS festzustellen. Die nichtmetallischen Einschlüsse im Stahl können der Reihe nach geordnet werden: MnS, Ca — Al Einschlüsse, Al₂O₃, MnS, FeO MnO und Ti Einschlüsse.

SUMMARY

The paper gives the comparison of nonmetallic inclusions in standard and in vacuum-made case-hardenable steel with 0.15 to 0.19 % C, 1.01 to 1.16 % Mn, 0.85 to 1.15 % Cr, and 0.001 to 0.004 % B. The investigation of nonmetallic inclusions was made in optical and in scanning microscope, with an energy-dispersion spectrometer, and with the analyzer for quantitative analysis of picture on broken wedges of test specimens for the ZF toughness testing method of case-hardened materials. The results of the analysis show that no essential difference was observed regarding the distribution of nonmetallic inclu-

sions. The average size of the investigated inclusions in steel made by the standard technology was 10.48 μm² and in the vacuum-made steel 6.77 μm². The EDS analysis showed that there are mainly inclusions of manganese sulphide. At 117 EDS measurements with standard and vacuum steel there was obtained in the first case 70.9 % MnS, and in the second one 58.9 % MnS. Importance of the appearance of nonmetallic inclusions in steel is given in the following order: MnS, Ca-Al inclusions, Al₂O₃, MnS, FeO-MnO, and Ti inclusions.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В статье приведено сравнение неметаллических включений в цементируемой стали с содержанием 0,15—0,19 % C, 1,01—1,16 % Mn, 0,85—1,15 % Cr и 0,001—0,004 % V, изготовленной классическим способом и в вакууме. Исследование неметаллических включений было выполнено с растормным электронным микроскопом (РЭМ), энергетическим дисперсионным (ЭДС) и ОМ микроскопами и анализатором количественного анализа изображения на изломленных проушинах образцов ZF — методом исследования вязкости цементируемых материалов. Результаты анализа показывают, что при этих двух способах изготовления стали, что касаясь распределения неметаллических

включений не оказываются существенные различия. Средняя величина исследованных включений при классическом способе изготовления сплавов составляла $10,48 \mu\text{m}^2$ а при изготовлении в вакууме — $6,77 \mu\text{m}^2$. EDS анализ же показал, что включения главным образом состоят из MnS. Измерения выполнены с EDS — этих измерений было на 117 образцах — что 70,9 % включений представляли MnS, а при изготовлении в вакууме 58,9 % MnS. Значительность появления неметаллических включений в стали приведена следующей последовательностью: MnS, Ca-Al включения, Al_2O_3 , MnS · FeO · MnO и включения Ti.