

Izločanje σ faze in njen vpliv na žilavost in trdoto nerjavnega avstenitno-feritnega jekla, tipa 29Cr9Ni

T. Večko¹, I. Kos², F. Grešovnik³

UDK: 669.14.018.8 620.186.12 539.53/55
ASM/SLA: M26q, Q6, Q29n, 3-71, SSb

V tem delu smo raziskovali izločanje σ faze in njen vpliv na žilavost in trdoto ter s tem na plastično preoblikovanje nerjavnega jekla 29Cr9Ni, ki ima dupleks avstenitno-feritno mikrostrukturo. To jeklo ima za razliko od nekaterih drugih tipov nerjavnih jekel, ki jih najdemo v literaturi^{2,3}, višjo vsebnost ogljika. Vsebnost ogljika se giblje med 0,09 in 0,14 %.

Spremembo žilavosti in trdote jekla 29Cr9Ni zaradi izločanja trde in krhke σ faze smo zasledovali v temperaturnem območju med 600 in 1050°C.

Kinetiko izločanja σ faze v strukturi jekla smo ugotavljali rentgenografsko in metalografsko.

1. UVOD

Jeklo, tipa 29Cr9Ni, je korozijsko dobro obstojno jeklo. Uporablja se kot dodajni material za varjenje. Mikrostruktura tega jekla je sestavljena iz avstenitnih in feritnih kristalov ter karbidov, tipa $M_{23}C_6$ in M_7C_3 . Fazi α in γ nastopata v približno enakih količinah.

Plastično preoblikovanje dvofaznih jekel z α/γ mikrostrukturo je zahtevnejše kot čistih avstenitnih jekel.

Na sposobnost za hladno plastično preoblikovanje najmočnejše vpliva izločanje krhke σ faze, ki drastično zniža žilavost jekla. V čistem sistemu Fe-Cr se σ faza izloča pod 820°C. Kadar pa imamo v jeklu dodatke legirnih elementov, kot je npr. Mo, je kinetika izločanja te faze hitrejša in se pomakne k višjim temperaturam. Izločanje σ faze pospešuje tudi predhodno plastično preoblikovanje.

Karbid, tipa $M_{23}C_6$, se izločajo v temperaturnem področju pod 950°C, kar pomeni, da vplivajo na hladno plastično preoblikovanje. Precipitacija poteka zelo hitro na mejah α/γ ter drugih nekoherentnih mejah, npr. okrog nekovinskih vključkov. Vsebnost karbidov je ~1 %.

Delo obravnava kinetiko izločanja σ faze in njen vpliv na žilavost in trdoto jekla v temperaturnem območju od 600 do 1050°C.

2. EKSPERIMENTALNI DEL

Za preiskave smo vzeli jeklo, kvalitete 29Cr9Ni, izdelano v elektroobločni peči in kasneje obdelano po VOD postopku. Odlite ingote smo s kovanjem predelali v gredice, te pa z valjanjem v žico, dimenzije Ø8,0 mm.

Kemična sestava jekla je podana v tabeli 1 in je v predpisanih analiznih mejah.

Tabela 1: Kemična sestava jekla v %

C	Si	Cr	Mn	Ni	Mo	S	P	Al
0,12	0,39	29,66	1,87	10,0	0,17	0,003	0,028	0,024

Na sliki 1 vidimo mikrostrukturo preiskovanega jekla.



Slika 1

Mikrostruktura preiskovanega jekla, pov. 200 ×

Fig. 1

Microstructure of investigated steel, magn. 200 ×

2.1. Efekt izločanja σ faze na žilavost in trdoto jekla

Vzorci za preiskave žilavosti smo izdelali iz kovanih gredic kvadrata 90 mm. Gredice so bile gašene s 1050°C v vodi.

Pred preiskavo žilavosti smo vse vzorce toplotno obdelali v temperaturnem območju med 600 in 1050°C. Čas žarjenja na temperaturi je bil 3 in 30 minut.

Vzorci za merjenje žilavosti so imeli DVM zarezo. Naredili smo po tri paralelke pri sobni temperaturi. Rezultate merjenj kaže tabela 2.

Na vzorcih smo izmerili tudi trdote. Izmerjene trdote prikazuje tabela 3.

Tabela 2: Žilavost v odvisnosti od temperature in časa žarjenja

Čas (min.)		Temperatura (°C)					
		600	700	800	900	1000	1050
3	Žilavost (J)	91	68	7	84	134	—
		92	75	7	85	132	—
		90	76	7	86	131	—
30	Žilavost (J)	80	4	3	64	—	128
		78	5	4	76	—	130
		74	4	4	62	—	132

Tabela 3: Trdota v odvisnosti od temperature in časa žarjenja

Čas (min.)		Temperatura (°C)					
		600	700	800	900	1000	1050
3	Trdota (HB)	231	224	272	222	222	226
30	Trdota (HB)	231	254	345	219	—	224

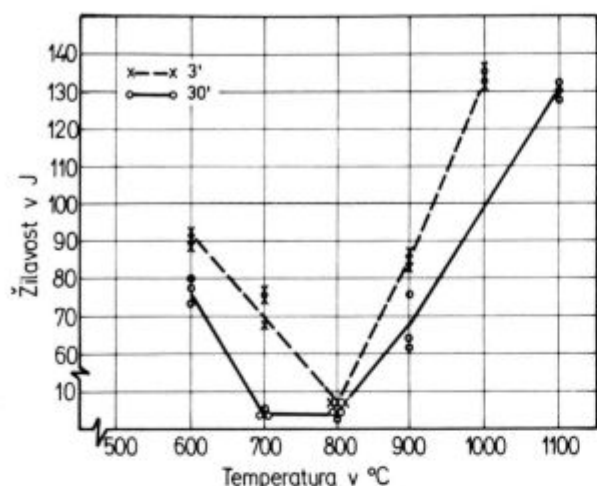
¹ Tatjana Večko, dipl. ing. met., Železarna Ravne

² Ivan Kos, dipl. ing. met., Železarna Ravne

³ dr. Ferdo Grešovnik, Železarna Ravne

Originalno objavljeno: ŽZb 24 (1990)2

Rokopis sprejet: dec. 1989

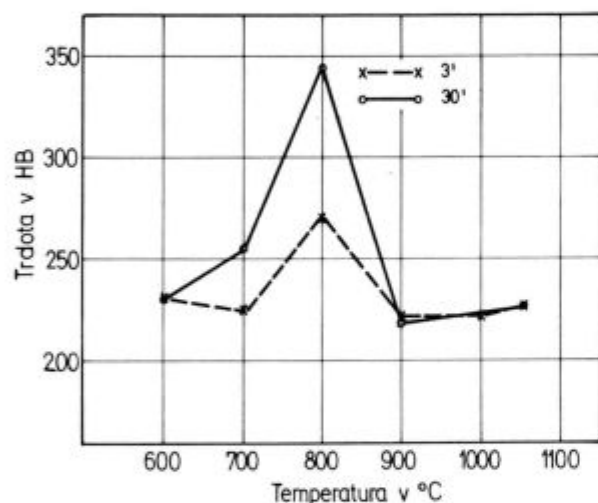


Slika 2

Ovisnost med žilavostjo, temperaturo in časom žarjenja

Fig. 2

Relationship between toughness, temperature and time of annealing



Slika 3

Potek trdot po 3 in 30-minutnem žarjenju pri različnih temperaturah

Fig. 3

Variation of hardnesses after 3 and 30 minute annealing at various temperatures

Odnos žilavosti in temperature vidimo na **sliki 2**.

Po triminutnem žarjenju je žilavost padla le pri temperaturi 800°C, po tridesetminutnem pa v temperaturnem območju med 700 in 900°C. Rezultati kažejo, da se temperaturni interval izločanja σ faze z daljšim časom žarjenja razširja.

Diagram na **sliki 3** prikazuje potek trdot po 3 in 30-minutnem žarjenju. Porast trdote lahko razložimo z izločanjem σ faze.

2.2. Rentgenografske in metalografske preiskave

Podrobneje smo območje izločanja σ faze določili rentgenografsko in metalografsko.

Najprej smo delež posameznih faz določili na žilavostnih vzorcih. Potem pa smo se glede na rezultate

žilavostnih vzorcev odločili za temperaturna območja in čase žarjenja.

Vzorci za te raziskave smo prav tako izdelali iz kovanjih gredic kvadrata 90 mm, ki so bile gašene s 1050°C v vodi. Vzorci smo žarili v temperaturnem območju med 620°C in 880°C, časi žarjenja pa so bili 3, 10 in 30 minut.

Rentgenografske preiskave smo naredili na aparatu, tipa Crystalloflex 4. Za identifikacijo posameznih faz smo uporabili Cu K α žarčenje rentgenske cevi. Delovna napetost je bila 35 kV, tok pa 14 mA. Uporabili smo grafični monokromator.

Tabela 4 podaja rezultate merjenj posameznih faz v strukturi naših vzorcev.

Tabela 4: Volumski delež faz α , γ in σ v strukturi jekla 29 Cr 9 Ni po 3, 10 in 30-minutnem žarjenju pri različnih temperaturah

(1) Čas žarjenja: 3 minute

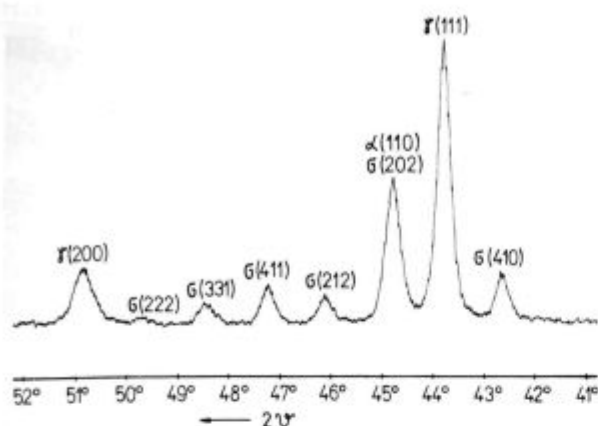
Temperatura (°C)	Volumski delež faz		
	C α	C γ	C σ
600	41	59	—
700	29	71	—
740	53	47	—
760	26	71	3
780	49	49	2
800	36	59	5
820	39	57	4
840	48	52	—
860	36	64	—
880	41	59	—
900	21	79	—
1000	34	66	—
1050 gašeno	49	51	—

(2) Čas žarjenja: 10 minut

Temperatura (°C)	Volumski delež faz		
	C α	C γ	C σ
700	46	52	2
720	21	58	21
740	31	55	14
760	4	63	33
780	4	62	34
800	22	58	20
820	22	66	12
840	35	63	2

(3) Čas žarjenja: 30 minut

Temperatura (°C)	Volumski delež faz		
	C α	C γ	C σ
600	19	81	—
620	43	57	—
640	49	51	—
660	36	59	5
680	18	57	25
700	3	68	29
720	1,5	66	32,5
740	0,4	64,6	35
760	0,9	60	39
780	1,4	61,6	37
800	3	67	30
820	8	65	27
840	30	59	11
860	28	69	3
900	18	82	—
1050 gašeno	53	47	—



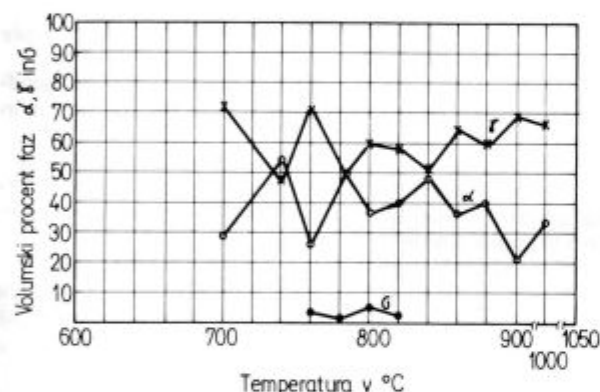
Slika 4

Rentgenogramski zapis vzorca, žarjenega 10 minut na 800°C

Fig. 4

X-ray pattern of the sample annealed 10 minutes at 800°C

Na **sliki 4** je prikazan rentgenogramski zapis vzorca, ki je bil žarjen 10 minut na 800°C. Prisotne so vse tri faze, α , γ in σ . Volumski delež σ faze znaša 20 %.

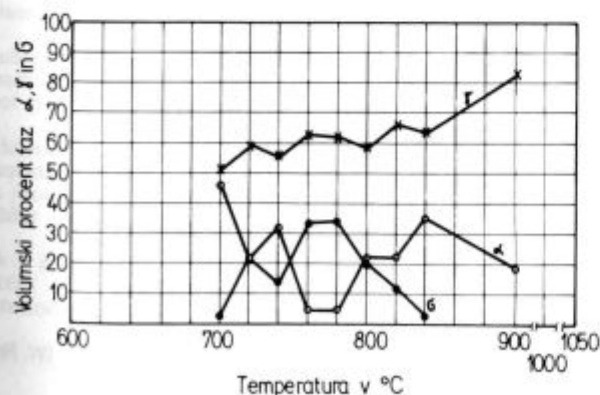


Slika 5

Volumski delež faz po 3-minutnem žarjenju

Fig. 5

Volume fraction of phases after 3 minute annealing



Slika 6

Volumski delež faz po 10-minutnem žarjenju

Fig. 6

Volume fraction of phases after 10 minute annealing

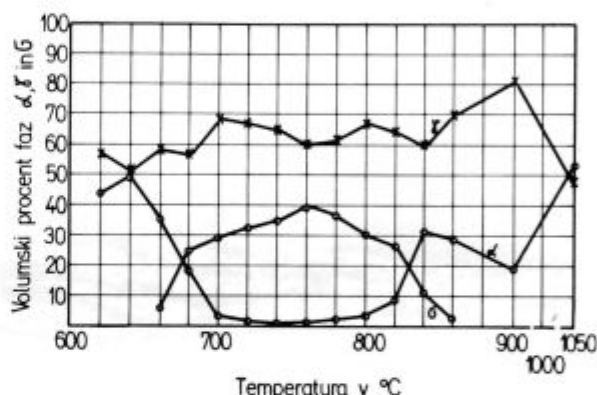
Na **slikah 5, 6 in 7** so volumski deleži faz, podani v tabeli 4, prikazani v diagramski obliki; na **sliki 5** po 3-minutnem žarjenju, na **sliki 6** po 10-minutnem žarjenju in na **sliki 7** po 30-minutnem žarjenju.

Območje izločanja σ faze se z daljšanjem časa žarjenja širi proti višjim in nižjim temperaturam. Pomik proti nižjim temperaturam je močnejši. Po 30-minutnem žarjenju se σ faza pojavlja v temperaturnem območju med 640°C in 880°C. Nos krivulje izločanja se s časom žarjenja prav tako pomika proti nižjim temperaturam. Po treh minutah je med 800 in 820°C, po desetih pri 780°C, po tridesetih minutah pa med 760 in 780°C.

Delež γ faze v temperaturnem intervalu od 600 do 900°C rahlo narašča. Tudi z daljšim časom žarjenja se delež γ faze povečuje.

Deleži faz α , γ in σ so v medsebojni korelaciji. Porastu σ in γ faz zaradi eutektoidnega razpada $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$, ustreza padec vsebnosti α faze.

Vzorci za rentgenografske preiskave smo metalografsko preiskali z optičnim mikroskopom ZEISS JENA-VERT pri povečavi 200 in 500 $\times$. Vzorci za mikroskopiranje smo jednaki z jednalom murakami, ki obarva σ fazo sivomodro, α fazo rjavo, γ faza pa ostane neobarvana.

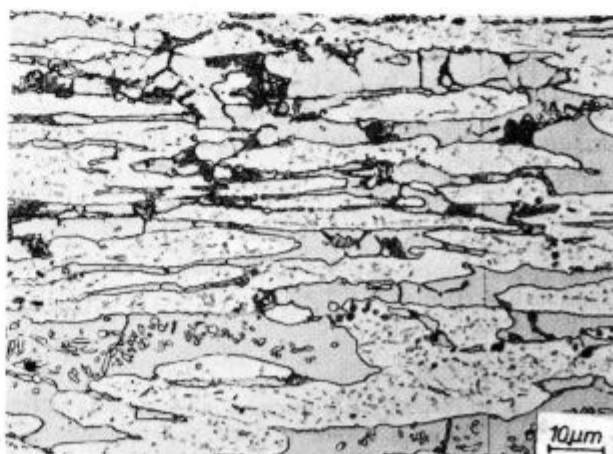


Slika 7

Volumski delež faz po 30-minutnem žarjenju

Fig. 7

Volume fraction of phases after 30 minute annealing

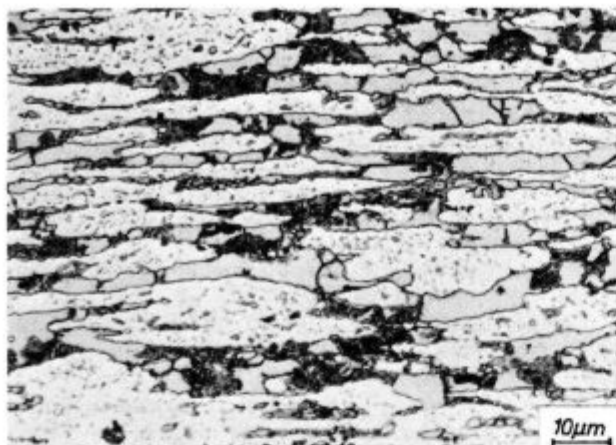


Slika 8

Mikrostruktura jekla, žarjenega na 800°C 3 minute, pov. 200 $\times$

Fig. 8

Microstructure of steel annealed 3 minutes at 800°C, magn. 200 $\times$

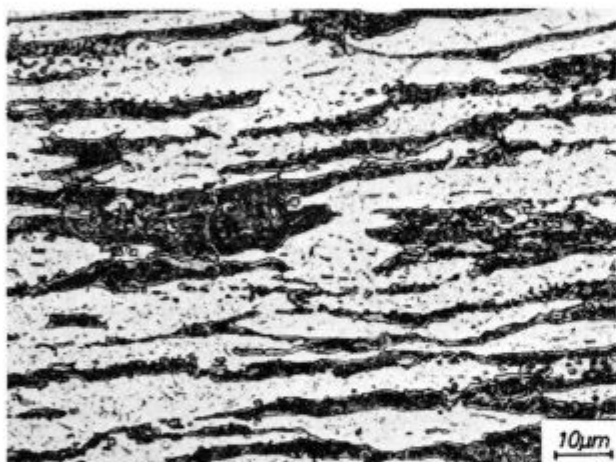


Slika 9

Mikrostruktura jekla, žarjenega na 800°C 10 minut, pov. 200 ×

Fig. 9

Microstructure of steel annealed 10 minutes at 800°C, magn. 200 ×



Slika 10

Mikrostruktura jekla, žarjenega na 800°C 30 minut, pov. 200 ×

Fig. 10

Microstructure of steel annealed 30 minutes at 800°C, magn. 200 ×

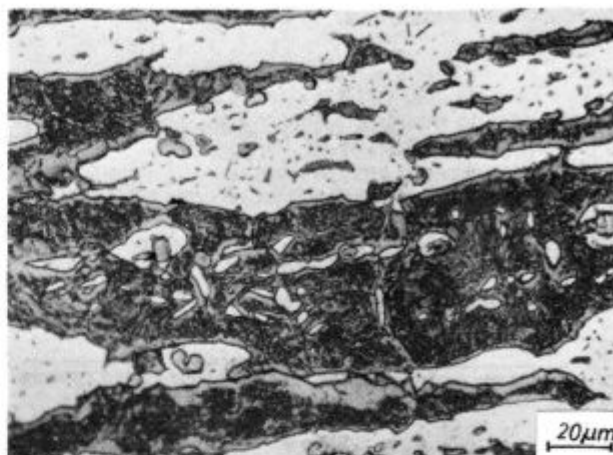
Primer premene dupleks mikrostrukture nerjavnega jekla vidimo na slikah 8, 9, 10 in 11. Ustrezne mikrostrukture smo dobili na vzorcih, ki so bili žarjeni na temperaturi 800°C 3, 10 in 30 minut.

σ faza se začne izločati v trojnih točkah ter ob mejah kristalnih zrn α/α in α/γ ter raste v notranjost α zrn.

Eutektoidno strukturo $\sigma + \gamma'$, nastalo v reakciji $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$, vidimo na sliki 11. Mikrostrukturo jekla sestavljajo faze γ , σ , γ' , α in karbidi.

3. ZAKLJUČKI

V jeklu 29 Cr 9 Ni z α/γ dupleks mikrostrukturo smo raziskovali izločanje krhke σ faze v temperaturnem območju od 600 do 1050°C na gašenih vzorcih.



Slika 11

Mikrostruktura jekla, žarjenega na 800°C 30 minut, pov. 500 ×

Fig. 11

Microstructure of steel annealed 30 minutes at 800°C, magn. 500 ×

Kritično temperaturno območje za pojav σ faze v tem jeklu med 640 in 880°C. Količina izločene σ faze je odvisna od časa zadrževanja jekla v kritičnem temperaturnem intervalu.

σ faza se formira na mejah kristalnih zrn α/α in α/γ ter raste v notranjost α zrn.

σ faza nastaja v eutektoidni reakciji $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$. Rezultat te reakcije je znižanje volumskega deleža faze α in povečanje volumskega deleža faz γ in σ .

Raziskali smo vpliv σ faze na žilavost in trdoto jekla.

Ugotovili smo, da že majhna vsebnost σ faze v strukturi povzroči krhkost jekla in onemogoči nadaljnje plastično preoblikovanje.

Zvišanje trdote jekla zaradi izločene σ faze ni veliko.

Kadar v strukturi ni prisotne σ faze, je trdota jekla med 222 in 231 HB, pri 30 % izločene σ faze pa znaša trdota jekla 345 HB.

LITERATURA

1. I. Kos, J. Kovač, F. Grešovnik, S. Petovar, A. Kokalj, A. Godec, S. Hrncić: Uticaj σ faze na hladnu plastično preradu nerdjajućeg čelika austenitno-feritnog tipa 29 Cr 9 Ni, VI. Medjunarodni simpozij o plastičnosti i otporu deformacije metala, Herceg Novi 1989, str. 70–80.
2. Y. Maehara, M. Koike, N. Fujino, T. Kumitake: Precipitation of Phase in 25 Cr-7 Ni-3 Mo Duplex Phase Stainless Steel, Transactions ISIJ, 23, 1983, 240–246.
3. N. Sridhar, I. Kolts, S. K. Srivastava, A. I. Asphahani: Industrial applications of "Ferralium" alloy 255, Duplex Stainless Steel 1983, Conference Proceedings, American Society for Metals, str. 481–501.
4. A. Tasovac, D. Manojlović, M. Andjelić, M. Damjanović: Superplastičnost austenitno-feritnog nerdjajućeg čelika tipa 25, 5 Cr-5, 5 Ni-2, 6 Mo-0, 11 N, V. Medjunarodni simpozij o plastičnosti i otporu deformacije metala, Herceg Novi 1986, str. 492–505.
5. H. D. Solomon, T. D. Devine Jr.: Duplex Stainless Steels — A Tale of Two Phases; Duplex Stainless Steels 1983, str. 693–757, Conference Proceedings, American Society for Metals.
6. Interna dokumentacija ŽR o osvajanju jekla PJ 325 (W. Nr. 1.4337).

ZUSAMMENFASSUNG

In diesem Artikel ist die Ausscheidung der σ Phase und deren Einfluss auf die Zähigkeit und die Härte und damit auf die plastische Verformung des nichtrostenden Stahles 29 Cr 9 Ni mit einem Duplex austenitisch-ferritischen Mikrogefüge untersucht worden.

Die Änderung der Zähigkeit und der Härte des Stahles 29 Cr 9 Ni wegen der Ausscheidung der harten und spröden σ Phase ist im Temperatur Bereich von 600 bis 1050° C verfolgt worden.

Die Kinetik der Ausscheidung der σ Phase ist röntgenographisch und metallographisch verfolgt worden.

Ein kritischer Temperaturbereich für die Erscheinung der σ Phase in diesem Stahl ist zwischen 640 und 880° C. Die Menge

der Ausgeschiedenen σ Phase ist von der Haltezeit des Stahles im kritischen Temperaturbereich abhängig.

Die σ Phase entsteht an den Grenzen der Kristallkörner α/α und α/γ und wächst in das innere der α Körner. Die σ Phase entsteht nach der eutektoiden Reaktion $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$. Das Ergebnis dieser Reaktion ist die Verminderung des Volumenanteils der σ Phase und die Vergrößerung des Volumenanteils der Phase γ und σ .

Schon ein kleiner Gehalt der σ Phase im Gefüge verursacht die Versprödung von Stahl und macht die weitere plastische Verformung unmöglich.

Der Anstieg der Stahlhärte wegen der ausgeschiedenen σ Phase ist nicht gross.

SUMMARY

The paper treats the investigation on the σ -phase precipitation and its influence on the toughness and hardness, and thus on the plastic forming of 29 Cr 9 Ni stainless steel which has duplex austenitic ferritic microstructure.

The variation of toughness and hardness of 29 Cr 9 Ni steel due to the precipitation of hard and brittle σ phase was checked in the region between 600 and 1050° C.

Kinetics of the σ -phase precipitation was analyzed metallographically and with X-raying.

The critical temperature region where σ phase appears in this steel is between 640 and 880° C. The amount of precipi-

tated σ phase depends on the time of keeping steel in the critical temperature interval.

σ phase is formed on the boundaries of α/α and α/γ grains and it grows into the interior of α grains. It is formed by the eutectoid reaction $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$. The result of this reaction is the reduction of volume fraction of phase α and increase of volume fractions of phases γ and σ .

Already a small amount of σ phase in the structure causes the embrittlement of steel and it does not allow plastic forming.

Increase in hardness of steel due to precipitated σ phase is not high.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В этой части мы исследовали выделение σ фазы и ее влияние на тягучесть и твердость, а тем самым и на пластичную переформовку нержавеющей стали 29 Cr 9 Ni, имеющей дуплекс аустенитно-ферритную микроструктуру.

Изменения тягучести и твердости стали 29 Cr 9 Ni вследствие выделения твердой и ломкой σ фазы мы исследовали в пределах температуры от 600 до 1050° C.

За кинетикой выделения σ фазы мы следили рентгенографически и металлографически.

Критический температурный интервал явления σ фазы в этой стали — между 640 и 880° C. Количество выделенной σ

фазы зависит от времени остановки стали в критическом температурном интервале.

σ фаза образуется на пределах кристалльных зерн α/α и α/γ и растет в внутренность α зерн. σ фаза возникает в эвтектоидной реакции $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma'$. Результатом этой реакции является снижение объемной доли фазы α и повышение объемной доли фаз γ и σ .

Уже низкое содержание σ фазы в структуре является причиной ломкости стали и воспрепятствует дальнейшей пластичной переформовке.

Повышение твердости стали вследствие выделенной σ фазы не большое.