

# Nerjavna jekla za kriogeno tehniko

UDK: 629.15.196.56  
ASM/SLA: ST-f SS

Stocca Bogdan

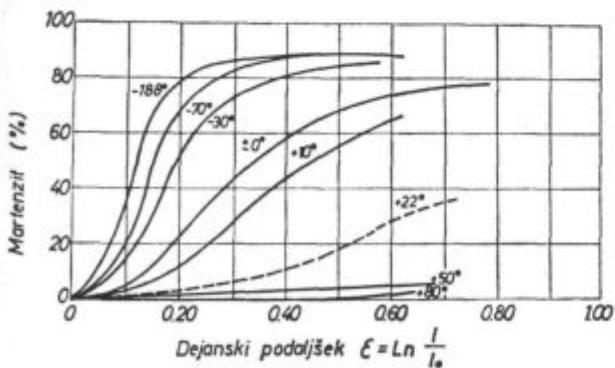
Opisane so raziskave, ki so se vrstile na nerjavnih austenitnih stabiliziranih in nestabiliziranih trakovih. Določevali smo vplive hladne deformacije, vsebnosti niklja ter vplive naknadnega žarjenja na vsebnost martenzita in na trdoto. Poleg navedenega smo še določevali vpliv hladne deformacije in žarjenja na trdoto in žilavost zvarnih spojev pri  $+20^{\circ}\text{C}$  in  $-196^{\circ}\text{C}$ .

## A — UVOD

Za zadovoljitev izredno zahtevnim pogojem obratovanja se v kriogeni tehniki uporabljajo poleg nikljevih jekel tudi nerjavna avstenitna jekla, predvsem zaradi njihove relativno visoke vrednosti žilavosti pri nizkih temperaturah in visoke korozjske obstojnosti.

Žilavost teh jekel pa je odvisna od številnih dejavnikov, kot so legirni elementi, izločevalni strukturni procesi, stopnja hladne deformacije in drugih. Ti vplivi so posebno pri nizkih temperaturah tako intenzivni, da lahko znižajo žilavost do take vrednosti, da je vprašljiva uporabnost teh jekel v kriogene namene. Kratek opis teh vplivov je naslednji:

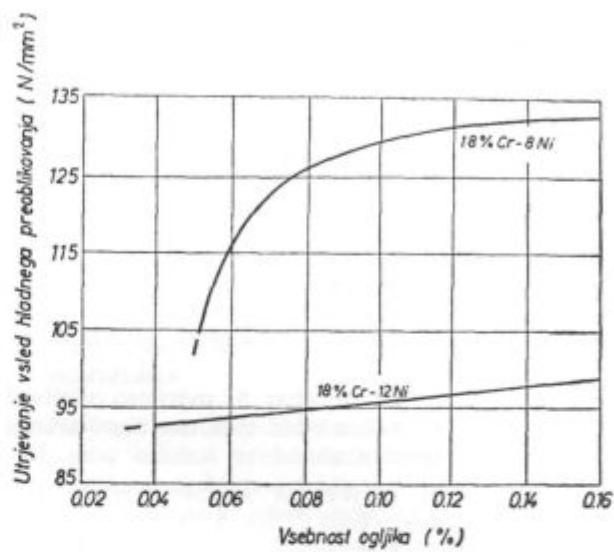
Nerjavna avstenitna jekla se pri hladnem preoblikovanju močno utrjujejo zaradi pretvorbe metastabilnega avstenita v martenzit. Količina martenzita je odvisna od stopnje deformacije in



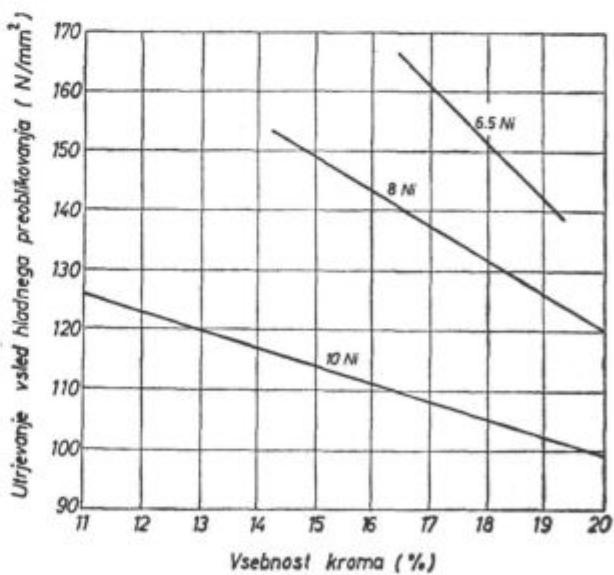
Nastanek martenzita pri jeklu 18/8 kot funkcija vrednosti podaljška in temperature (1)

Fig. 1

Formation of martensite in 18/8 steel as a function of elongation and temperature (1)



Vpliv vsebnosti ogljika na utrjevanje pri hladni deformaciji (4)  
Fig. 2  
Influence of carbon content on the hardening in cold deformation (4)



Vpliv Ni in Cr na utrjevanje pri hladni deformaciji nerjavnih austenitnih jekel z 0,08 % C (1)  
Fig. 3  
Influence of Ni and Cr on the hardening in cold deformation of austenitic stainless steel with 0,08 % C (1)

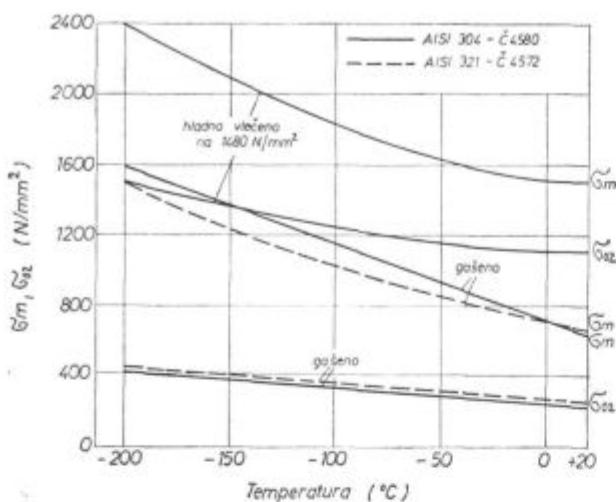
Slika 4  
Mehanske lastnosti pri nizkih temperaturah (6)

Fig. 4

Mechanical properties at low temperatures (6)

od temperature, pri kateri poteka deformacija (slika 1).

Iz navedenega je razvidno, da moramo računati s pristojnostjo določene količine martenzita tudi pri sobnih temperaturah.

Na vrednost utrjevanja močno vpliva tudi količinsko razmerje med C, Ni in Cr. Vpliv ogljika pri jeklih tipa 18/8 in 18/12 nam prikazuje slika 2, vpliv Ni in Cr pa slika 3.

Na količino martenzita in s tem na stopnjo utrjevanja vpliva tudi višina temperature gašenja. Preizkušanci, gašeni s temperaturo 900 °C, imajo po hladni deformaciji višjo vsebnost martenzita od preizkušancev, ki so bili po enaki stopnji hladne deformacije gašeni s temperaturo 1100 °C.

Za boljši in popolnejši pregled bodo prikazane vrednosti še nekaterih mehanskih lastnosti gašenih ali gašenih in hladno deformiranih jekel (AISI 304

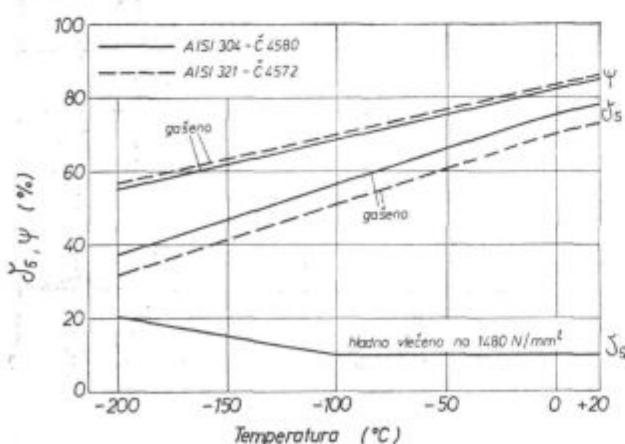
Slika 5  
Mehanske lastnosti pri nizkih temperaturah (6)

Fig. 5

Mechanical properties at low temperatures (6)

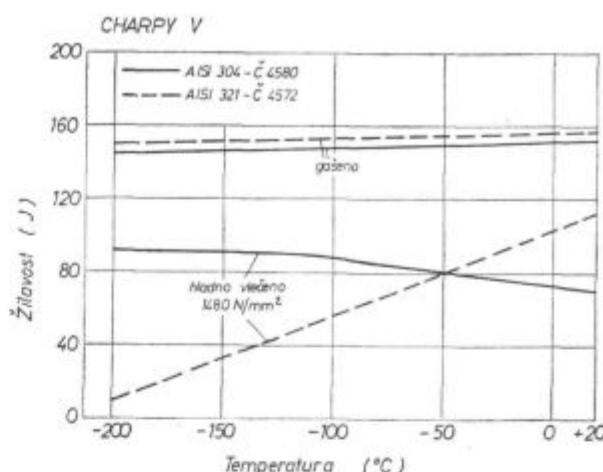
Slika 6  
Žilavost pri nizkih temperaturah (6)

Fig. 6

Toughness at low temperatures (6)

— Č 4580, AISI 321 — Č 4572) v temperaturnem intervalu od + 20 do - 200 °C. (Slika 4—6)

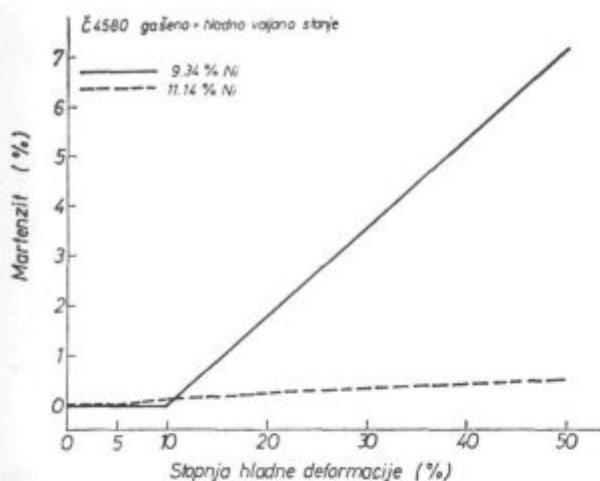
## B — VPLIV HLADNE DEFORMACIJE NA VSEBNOST MARTENZITA IN TRDOTO

### Spošno

Glede na to, da se številni deli naprav za kriogeno tehniko preoblikujejo pri sobnih temperaturah, smo želeli ugotoviti, koliko martenzita pri tem nastane, kakšen je njegov vpliv na trdoto in kako bi se dalo ta martenzit odpraviti. Ker se ti proizvodi pogostokrat po hladni deformaciji še

Tabela 1

varianta	Vsebnost legirnih elementov v %						
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Al	N
1	0,05	0,55	1,32	17,61	9,34	0,025	0,035
2	0,06	0,65	1,48	18,13	11,34	0,044	0,048
Č. 4572							
varianta	Vsebnost legirnih elementov v %						
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Al	Ti
3	0,07	0,64	1,52	18,59	9,11	0,051	0,0195
4	0,07	0,72	1,60	18,55	11,09	0,046	0,0214



Slika 7

Vpliv hladne deformacije na nastanek martenzita pri jeklu Č. 4580

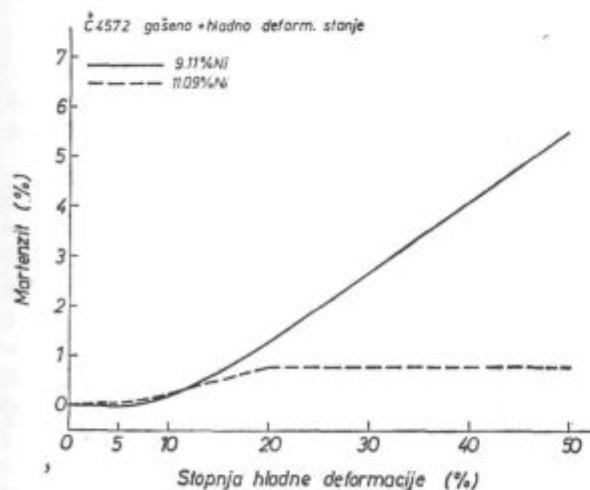
Fig. 7

Influence of cold deformation on formation of martensite in Č. 4580 steel

varijo, smo izdelali še preiskave žilavosti po Čabelki.

Preiskave smo izdelali na nestabiliziranem jeklu Č. 4580 (AISI 304) in na s titanom stabiliziranem jeklu Č. 4572 (AISI 321). Glede na izreden vpliv niklja na stabilizacijo avstenita in s tem na nastanek martenzita smo vsako kvalitetno izdelali v dveh variantah, in sicer eno z najnižjo, drugo pa z najvišjo po normah še dopustno vsebnostjo niklja. Analizne meje so razvidne v tabeli 1.

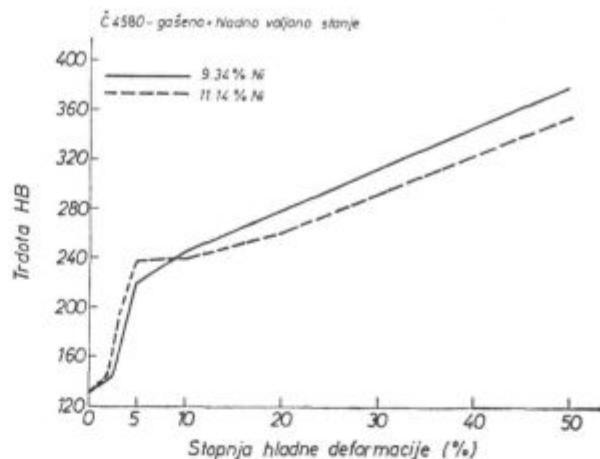
Za preiskave smo vzeli vroče valjano in naknadno gašeno pločevino, debeline 6 mm, na kateri smo izvedli 1 do 50 % stopnjo hladne deformacije.



Vpliv hladne deformacije na nastanek martenzita pri Č. 4572

Fig. 8

Influence of cold deformation on formation of martensite in Č. 4572 steel



Slika 9

Potek trdot v odvisnosti od stopnje hladne deformacije pri jeklu Č. 4580

Fig. 9

Hardness depending on the degree of cold deformation in Č. 4580 steel

### Vpliv hladne deformacije na vsebnost martenzita

Na vseh različno hladno deformiranih pločevinah smo izdelali preiskave vsebnosti martenzita. To strukturno komponento smo določevali le s pomočjo magnetne nasičenosti. Rezultate, ki smo jih dosegli, nam za kvaliteto Č. 4580 prikazuje slika 7, za kvaliteto Č. 4572 pa slika 8.

Iz obeh diagramov je razvidno, da stopnja deformacije in nikelj odločajoče vplivata na vsebnost martenzita. Količina te strukturne komponente je minimalna pri variantah z visoko vsebnostjo niklja, in to ne glede na stabilizacijo ogljika.

### Vpliv stopnje hladne deformacije na trdotu

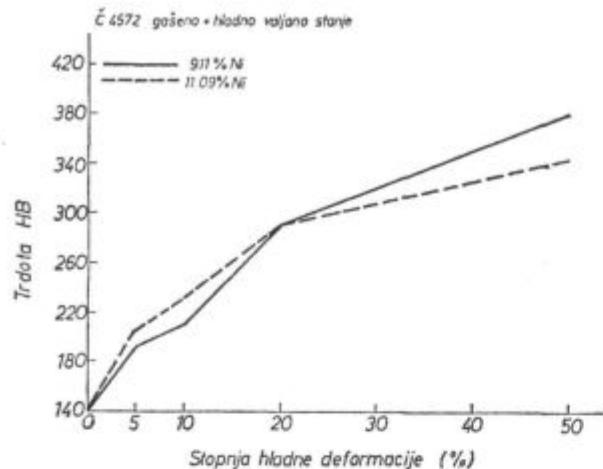
Meritve trdot smo izdelali na istih hladno deformiranih vzorcih kot meritve vsebnosti martenzita. Dosežene vrednosti, ki so rezultat hladnega utrjevanja in vsebnosti martenzita, so razvidne na slikah 9 in 10.

Iz poteka krivulj je razvidno, da imata variante z nižjo vsebnostjo niklja višjo trdototo, posebno pri višjih stopnjah hladne deformacije, kar si tolmačimo z višjo vsebnostjo martenzita.

## C — VPLIV ŽARJENJA HLADNO DEFORMIRANE PLOČEVINE NA VSEBNOST MARTENZITA IN NA TRDOTO

### Vpliv žarjenja na vsebnost martenzita

Martenzit, ki kvarko vpliva na plastične lastnosti, smo poiščili odpraviti z žarjenjem. Žarili smo v temperaturnem območju 400—900 °C z držanjem 1 uro na predpisanih temperaturah. Rezultati po posameznih kvalitetah so naslednji:



Slika 10

Potek trdot v odvisnosti od stopnje hladne deformacije pri jeklu Č. 4572

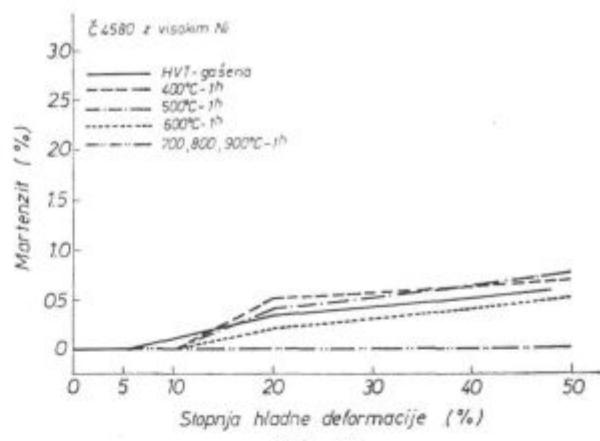
Fig. 10

Hardness depending on the degree of cold deformation in Č. 4572 steel

### Č. 4580

Slika 11 in 12 nam prikazujeta za različne stope hladne deformacije spremembe vsebnosti martenzita v odvisnosti od temperatur žarjenja. Za primerjavo sta vneseni v oba diagrama tudi krvilji vrednosti martenzita, ugotovljenega na vzorcih, ki sta bila po gašenju le hladno deformirana.

Iz poteka krivulj obeh variant je razvidno, da je delež magnetne faze vzorcev, ki so bili žarjeni pri 400 in 500 °C, narastel proti deležu te faze v vzorcih, ki so bili po gašenju le hladno deformirani. Vzroke za naraščanje deleža magnetne faze moramo iskati le v naraščanju deleža martenzita,



Vpliv žarjenja na vsebnost martenzita jeklo Č. 4580 z višjo vsebnostjo niklja

Fig. 12

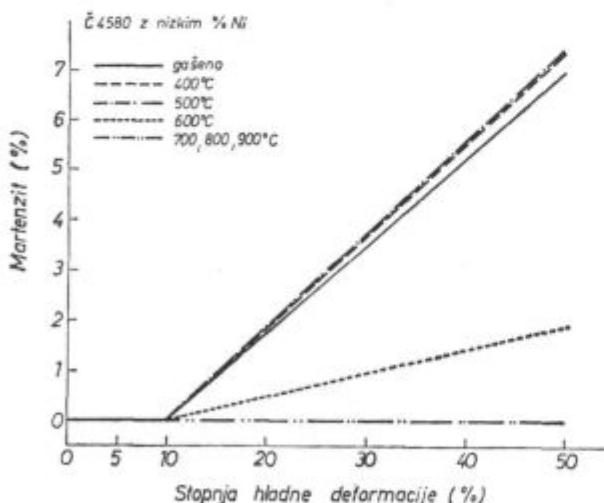
Influence of annealing on the martenite content, Č. 4580 steel with higher Ni content

saj pri tako nizkih temperaturah in kratkem času ogrevanja ne more priti do izločanja kromovih karbidov, niti do morebitne regresije avstenita v ferit.

Pri 600 °C je delež avstenita nižji, pri temperaturah nad vključno 700 °C pa ta struktura v celoti izgine, in to pri obeh variantah.

### Č. 4572

Potek krivulj obeh variant tega jekla lahko primerjamo s potekom krivulj jekla Č. 4580. S slik 13 in 14 je razvidno, da je delež martenzita pri temperaturi žarjenja 400 in 500 °C večji od deleža te strukture v vzorcu, ki je bil po gašenju

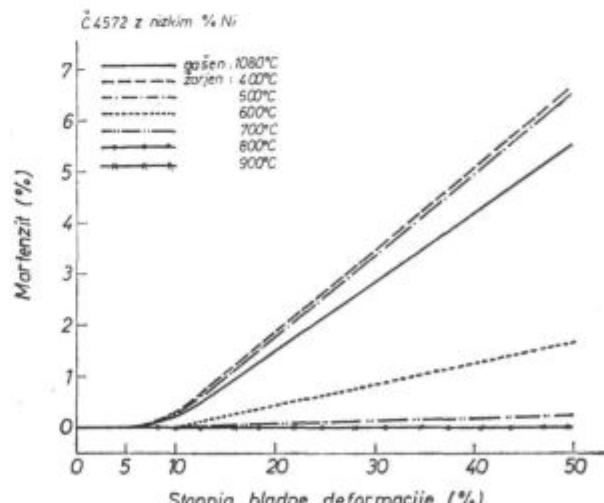


Slika 11

Vpliv žarjenja na vsebnost martenzita jeklo Č. 4580 z nižjo vsebnostjo niklja

Fig. 11

Influence of annealing on the martenite content, Č. 4580 steel with lower Ni content

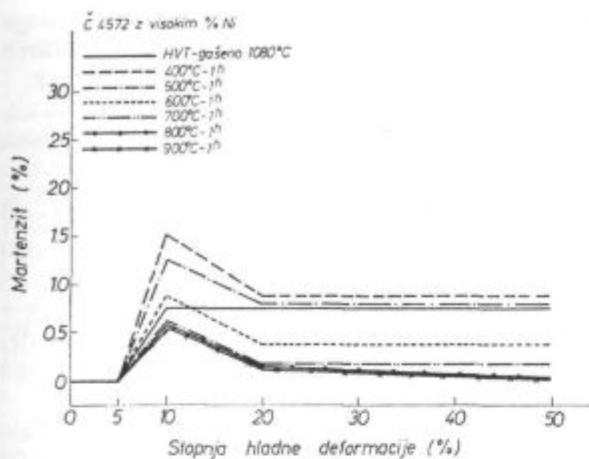


Slika 13

Vpliv žarjenja na vsebnost martenzita pri jeklu Č. 4572 z nižjo vsebnostjo niklja

Fig. 13

Influence of annealing on the martenite content, Č. 4572 steel with lower Ni content



Slika 14

Vpliv žarjenja na vsebnost martenzita pri jeklu Č. 4572 z višjo vsebnostjo niklja

Fig. 14

Influence of annealing on the martensite content, Č. 4572 steel with higher Ni content

le hladno deformiran. Nad 500 °C začenja delež te faze padati, vse dokler nam ne izgine pri temperaturi nad 700 °C.

#### Vpliv žarjenja na potek trdot

Izhajali smo iz predpostavke, da bi vsaka sprememba martenzita morala vplivati na vrednosti trdote, kljub temu da so le-te rezultat vsebnosti martenzita in utrjevanja zaradi hladne deformacije.

Preiskave trdote smo izvedli na istih preizkušnjih, na katerih smo ugotavljali vpliv temperatur žarjenja na vsebnost martenzita. Rezultati, ki smo jih pri tem dosegli, so ločeno po kvalitetah in variantah, naslednji:

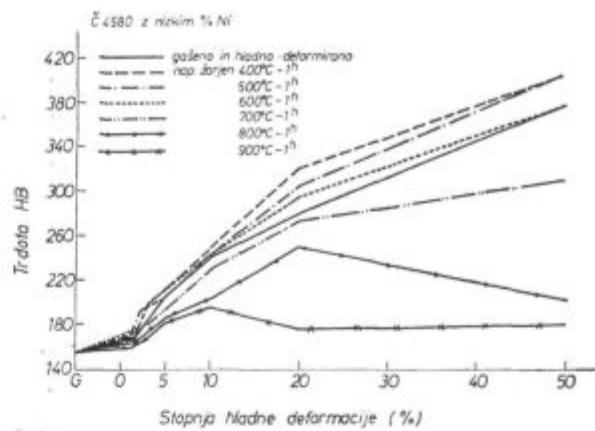
#### Č. 4580

Slika 15 nam prikazuje potek trdot jekla z nižjo vsebnostjo niklja, slika 16 pa z višjo vsebnostjo niklja.

Kakor je iz obeh diagramov razvidno, je trdota preizkušancev, ki so bili žarjeni pri 400, 500 in 600 °C, višja od trdote vzorca, ki je bil le hladno deformiran. Šele nad 700 °C začenjajo vrednosti trdot padati. Vrednosti gašenega stanja pa se dosežejo šele pri temperaturah 900 °C. Glede na to, da niso imeli vzorci, ki so bili žarjeni pri temperaturah 700 in 800 °C, v strukturi praktično nobenega martenzita (glej slike 11 in 12), sklepamo, da je višja trdota pri nižjih stopnjah hladne deformacije le posledica še ne odstranjenega vpliva hladne deformacije, to je še ne izvršene rekristalizacije.

#### Č. 4572

Rezultati žarjenja obeh variant so razvidni s slike 17 in 18.



Slika 15

Vpliv žarjenja na potek trdot jekla Č. 4580 z nižjo vsebnostjo niklja

Fig. 15

Influence of annealing on the hardness of Č. 4580 steel with lower Ni content

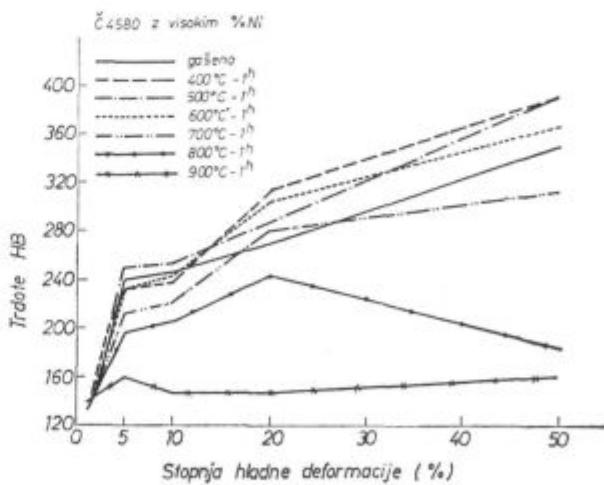
V primerjavi z vrednostmi trdote vzorcev, ki so bili le hladno deformirani, imajo višje vrednosti trdote le vzorci, ki so bili žarjeni pri 400 in 500 °C. Vrednosti gašenega stanja se dosežejo le pri 900 °C.

Vzroke za višje trdote pri žarjenju pri temperaturah 700 in 800 °C moramo iskat v neizvršeni rekristalizaciji.

### D — PREISKAVE ZAREZNE UDARNE ZILAVOSTI PO ČABELKI

#### Splošno

Glede na rezultate, ki smo jih dosegli pri preiskavah vpliva stopnje deformacije in temperature

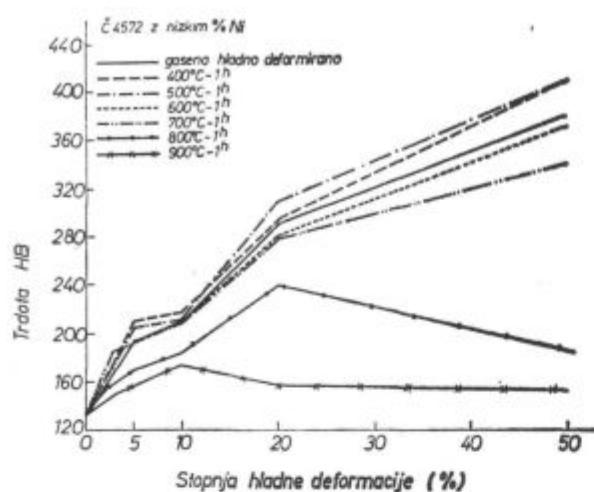


Slika 16

Vpliv žarjenja na potek trdot jekla Č. 4580 z višjo vsebnostjo niklja

Fig. 16

Influence of annealing on the hardness of Č. 4580 steel with higher Ni content



Slika 17

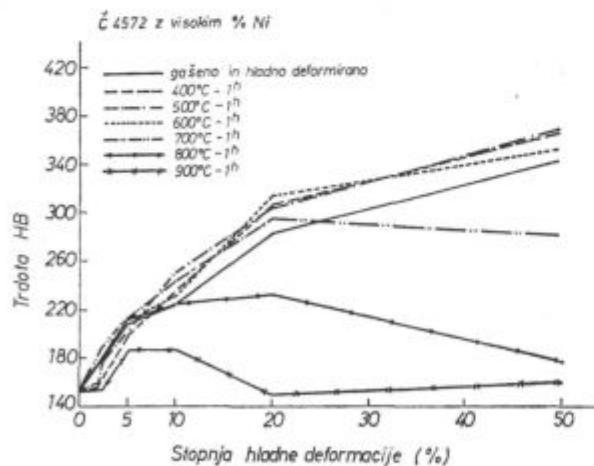
Vpliv žarjenja na trdoto jekla Č. 4572 z nizko vsebnostjo niklja

Fig. 17

Influence of annealing on the hardness of Č. 4572 steel with lower Ni content

žarjenja na vsebnost martenzita, nas je zanimalo, kakšen bo vpliv toplotne, ki nastane pri varjenju, na žilavost varnega spoja, izdelanega na pločevini Č. 4572 (varianca 4), ki je bila predhodno 15 % hladno deformirana.

Za izvedbo preiskav po Čabelki bi morali izdelati K obliko varja, vendar tega nismo izdelali zaradi premajhne debeline pločevine, saj nam bi že samo varjenje obeh korenov preveč zapolnilo zvarno mesto. Zaradi navedenega smo izdelali drugačno obliko varnega spoja. Varili smo z elektrodami INOX 19/9 LC (0,032 % C, 19,0 % Cr in 10,0 % Ni). Zgornji del varja smo varili elektroobločno s 3,25 in 4,0 mm elektrodo, koren varja po TIG postopku z žico TIG



Slika 18

Vpliv žarjenja na trdoto jekla Č. 4572 z visoko vsebnostjo niklja

Fig. 18

Influence of annealing on the hardness of Č. 4572 steel with higher Ni content

LC Ø 2,0 mm. Po vsakem izdelanem varu smo ga ohladili na 200 °C in nato izdelali nov var. Varili smo pri naslednjih pogojih:

elektroda Ø mm	tok A	napetost V	hitrost premika cm/min
4,0	130	22	24—25
3,25	105	22	24—25
2,0	110	22	24—25

Tako izdelane varne spoje smo rentgensko analizirali. Radiograme pa smo ocenili po katalogu 11 W/11 S z oceno 4 in 5.

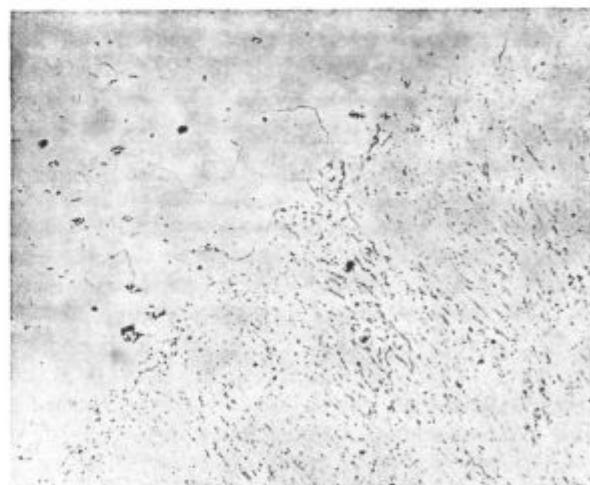
Po končanem varjenju smo eno polovico varnih spojev pred preizkusi žilavosti žarili pri 800 °C/1h (žarjeno stanje), drugo polovico pa smo preizkusili brez vsake topotne obdelave (varjeno stanje). Te pogoje žarjenja smo izbrali zato, ker smo izhajali s stališča, da je na ta način mogoče odstraniti ves morebitno prisotni martenzit, in zato ker smo sklepalni, da ni nevarnosti, da bi v tako kratkem času žarjenja prišlo do izločanja kromovih karbidov.

#### Metalografske preiskave

Da bi ugotovili, kakšne strukture imamo, smo izvedli še metalografske analize varnih spojev.

Slika 19 nam prikazuje strukturo ob prehodni coni, to je strukturo avstenita z dendritsko izločenim feritom v varu ter avstenitno strukturo v topotno vplivani coni, v kateri smo ugotovili zrna s povprečno velikostjo 0,045—0,060 mm. V samem varu smo ugotovili 2—3 % ferita.

Določevali smo tudi prisotnost martenzita v topotno vplivanih conah, in to na žarjenih in na nežarjenih preizkušancih. V osnovnem materialu, ki je bil brez ferita, smo zaradi 15 % hladne deformacije določili 1,4 % martenzita. V topotno vpli-



Slika 19

Struktura ob prehodni coni — 100 ×

Fig. 19

Structures at the transition zone — 100 ×

vanih conah pa je ta martenzit v trenutku izginil v oddaljenosti 4—8 mm od prehodne cone.

Morebitno prisotnost kromovih karbidov smo določevali na elektronskem mikroskopu, in to na žarjenih in nežarjenih varnih spojih. Slika 20 nam prikazuje strukturo, ki smo jo ugotovili v varu, ki je bil končno žarjen. Struktura je avstenitna z redkimi kromovimi karbidi po mejah zrn (črne pike) in redkimi titanovimi karbidi (svetla zrna).

Podobno strukturo smo dobili v varu, ki ni bil žarjen. Količina kromovih karbidov je bila minimalna.

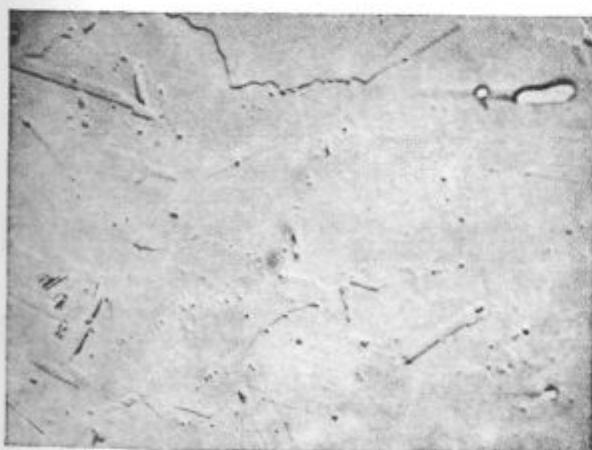
### Meritve trdote

Na presekih varnih spojev obeh variant (žarjeno in varjeno stanje) smo izdelali še preiskave trdot v vodoravni in navpični smeri. Slika 21 nam prikazuje potek trdot pri varnem spoju, ki je bil varjen, slika 22 pa v varnem spoju, ki je bil žarjen. Iz obeh diagramov je razvidno, da ima lita struktura zelo nizko trdoto in da je trdota osnovnega materiala relativno visoka (15 % hladna deformacija).

### Preizkus po Čabelki

Na varnih spojih, na katerih smo izdelali preiskave strukture in trdot, smo izdelali še preiskave žilavosti. Želeli smo predvsem ugotoviti, kako vpliva žarjenje pri  $800^{\circ}\text{C}/1^{\text{h}}$  na žilavost.

Preizkuse žilavosti smo zaradi premajhne debele varnega spoja izdelali na preizkušancih  $6 \times 6 \times 44$  mm, in to z V-Notch zarezo (ISO-V), s tem da je zareza v preizkušancih potekala navpično glede na smer varjenja. Iz varnega spoja je bilo izdelanih 25 preizkušancev, in sicer tako, da je bila v sredini vsakega preizkušanca izdelana zareza, ki je bila od preizkušanca do preizkušanca premaknjena za 1 mm od sredine varja proti toplotno vpliv-

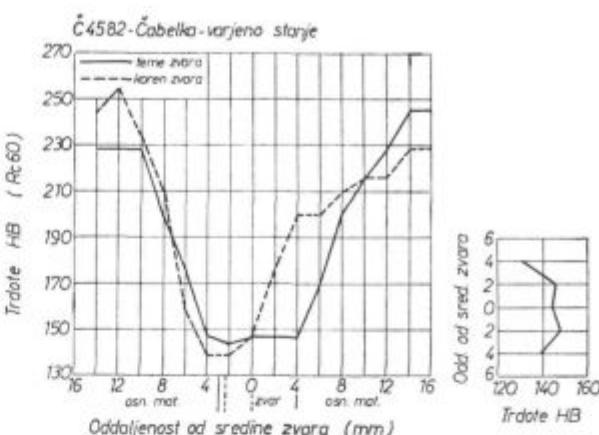


Slika 20

Elektronski posnetek struktur jekla C. 4572 — 5000 ×

Fig. 20

Electron image of the structure of C. 4572 steel — 5000 ×



Slika 21

Trdote v zvarnem spoju nežarjenega preizkušanca

Fig. 21

Hardnesses in welded joint of not annealed sample

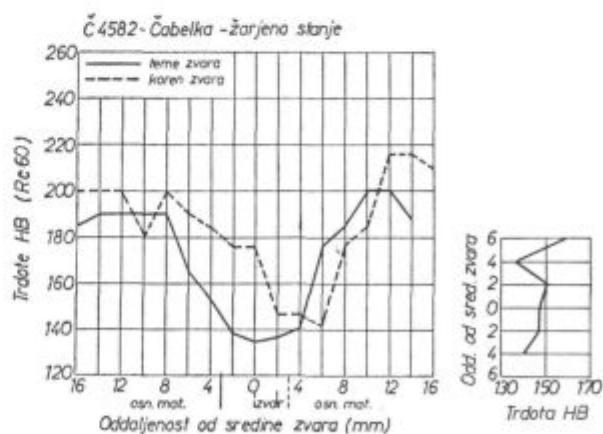
vani coni. Preizkušanci obeh variant so se porušili pri temperaturah  $+20^{\circ}\text{C}$  in  $-196^{\circ}\text{C}$ .

Iz doseženih rezultatov, ki so bili prikazani na sliki 23, je razvidno, da žarjenje varnih spojev kvarno vpliva na njihovo žilavost v primerjavi z nežarjenimi, ne glede na temperature porušitve, in da so pri sobnih temperaturah trdnosti žilavosti v varih višje kot v toplotno vplivanih conah.

### E — ZAKLJUČKI

Rezultati, ki smo jih dosegli pri preiskavah o vplivu stopnje hladne deformacije in naknadnega žarjenja na vsebnost martenzita in na trdoto ter na žilavost varov, so naslednji:

— vsebnost martenzita je naraščala z naraščajočo stopnjo hladne deformacije, vendar je bilo to naraščanje pri variantah z nižjo vsebnostjo niklja minimalno, ne glede na kvaliteto jekla. Skladno z

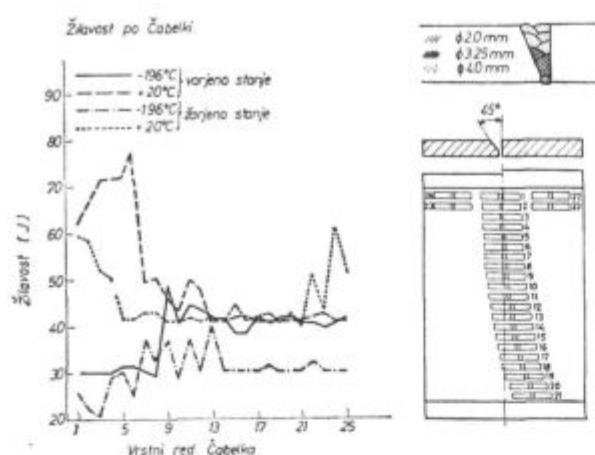


Slika 22

Trdote v zvarnem spoju žarjenega preizkušanca

Fig. 22

Hardnesses in welded joint of an annealed sample



Slika 23  
Udarna žilavost po Čabelki  
Fig. 23  
Impact toughness according to Čabelka

naraščanjem vsebnosti martenzita je naraščala trdota.

— Pri temperaturah žarjenja 400—500 °C je končina martenzita naraščala, pri višjih temperaturah pa padala. Pri 800 °C je martenit v celoti izginil. Enak potek so imele tudi vrednosti trdote.

— Žarjenje varnega spoja je kvarno vplivalo na vrednosti, in to ne glede na temperature porušitve.

#### LITERATURA

1. Aciers inoxydables — aciers refractaires  
L. Colobier — Dunod 1965
2. Neržavejušče stal  
F. Himišin — Izdatelstvo »Metalurgija«  
Moskva
3. Mechanical properties of Standard  
Austenitic Stainless Steels in the Temperature range  
—196° to + 800 °C  
G. Sanderson JISI — August 1969
4. Aciers inoxydables pour visserie cryogénique  
E. Leroy  
Materialx et Techniques  
mars — april 1975
5. Quelques remarque sur le comportement des aciers  
inoxydables austénitiques lors du Fréfilage à froid  
M. Bambeke  
Revue de Metallurgie — december 1976
6. Proprietà meccaniche e fisiche degli acciai inossidabili  
a austenitici al cromo — nickel a temperature sotto lo Zero  
centro di informazioni del Nickel  
Milano — sezione 1 - e

## ZUSAMMENFASSUNG

Für die Herstellung verschiedener Anlagen die in der kryogenen Technik Anwendung finden werden auch austenitische nichtrostende Stähle in Form von Blechen eingesetzt, die beim Biegen kaltverformt werden was die Bildung von Martensit verursacht. Die Anwesenheit martenitischen Gefüges im Stahl vermindert die Zähigkeitswerte. Der Martensitgehalt ist vor allem durch den Kaltverformungsgrad bedingt. Die Entstehung von Martensit kann auch durch verschiedene Elemente vor allem Nickel beeinflusst werden.

Mit den Untersuchungen die an stabilisierten und nichtstabilisierten Stählen mit verschiedenem Nickelgehalt durchgeführt worden sind, haben wir den Einfluss des Kalt-

verformungsgrades auf den Martensitgehalt und die Härte festgelegt und dabei festgestellt, dass die Bildung von Martensit unabhängig von der Stabilisierung und dem Nickelgehalt ist.

Mit dem Wunsch Martensit abzuschaffen sind die Proben bei den Temperaturen von 400 bis 900 °C gegläutet worden. Dabei hat sich herausgestellt, dass dieses Gefüge erst bei einer Temperatur von 800 °C verschwindet.

Die Untersuchungen sind auf den Einfluss der beim Schweißen erzeugten Wärme auf den Martensitgehalt und den Einfluss der Glühung bei 800 °C auf die Zähigkeitswerte der Schweißverbindungen erweitert worden.

## SUMMARY

In manufacturing various appliances used in cryogenic techniques also austenitic stainless steel in form of sheet which is cold deformed in bending (which influences the formation of martensite) can be taken into account. Presence of this structure reduces the toughness values.

Martensite content depends mainly in the degree of cold deformation. Formation of this martensite can be influenced also by various elements, mainly by nickel.

Investigations made on stabilized and not stabilized steel with various nickel contents gave the influence of

the degree of cold deformation on the martensite content and on the hardness. It was found that martensite appears regardless to stabilizing and to nickel content.

In order to eliminate the martensite, the specimens were annealed at 400 to 900 °C. It was found that this structure disappears only above 800 °C.

The investigations were extended to the heat effects in welding on the martensite content and to annealing effects at 800 °C on the toughness of the welded joints.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для изготовления разных приборов, которые употребляются в криогенной технике служат также листовые нержавеющие аустенитные стали. При изгибе листов получается холодная деформация, что влияет на образование мартенсита. Присутствие этой структуры снижает вязкость изделий. Таким образом содержание мартенсита зависит главным образом от степени холодной деформации. Образование мартенсита можно ограничить действием разных элементов главным образом никелевым сплавом.

Исследования выполнялись с стабилизованными и нестабилизованными сталью с различным содержанием Ni. При

этом определяли влияние степени холодной деформации на содержание мартенсита и на показания твердости. Установлено, что присутствие мартенсита не условлено на стабилизацию, а также не на содержание Ni.

С целью, чтобы мартенсит устранил, образцы были подвергнуты отжигу при т-рах 400–900 °C. При этом установлено, что мартенсит исчезает при т-ре от 800 °C.

Исследования были разширены на влияние теплоты, которая образуется при сварки на содержание мартенсита, а также влияние отжига при т-ре 800 °C на показания вязкости сварного шва.