UDK 669.187.5≧669.046.5

Izboljšanje trajnih trdnostnih lastnosti jekla s spreminjanjem kristalizacije pri postopku EPŽ

VIKTOR PROSENC

1. Uvod

Za uporabnost kovin in zlitin so poleg osnovnih mehanskih in raznih tehnoloških lastnosti pomembne trajne trdnostne lastnosti, v zvezi z odpornostjo proti utrujanju. Vse te pa so odvisne — poleg sestave — tudi od mehanske in toplotne predelave in izgradnje kristalne zrnine.

Pri tem je izredno pomembna tudi homogenost kovinske mase, bodisi po kemični sestavi ali metalografski izgradnji. Homogenost pa je treba presojati relativno. Idealna kemična homogenost je mogoča samo pri najčistejših kovinah in zrninah z enofazno strukturo. Metalografska nehomogenost se lahko pojavlja tudi v tem drugem primeru s pojavi na kristalnih mejah ali tudi v notranjosti kristalov. Pojem homogenosti se torej, gledano tehnično, prej razlikuje od fizikalnih vidikov.

Dobro so že znane možnosti za namensko povzročanje določenih nehomogenosti v tehničnih kovinah in zlitinah, da bi izboljšali predvsem njihove trajne trdnostne lastnosti. Te nehomogenosti morajo ostati v mikro metalografskem merilu. Njihovo nastajanje ima lahko različen izvor, pri nastajanju raztopinskih kristalov, pri razmešanju v večfaznih sistemih, pri spreminjanju lastnosti z mehansko in toplotno predelavo in drugo.

Ena od možnosti je uvajanje trdnih delcev, ki nastajajo pri reakcijah v tekočem stanju, med kristalizacijo učinkujejo kot kristalne kali in ostajajo »zamrznjeni« po strditvi v osnovni kovinski matici. Posebno takšno področje je injiciranje trdnih delcev iz plašča elektrod v talilno kopel pri obločnem varjenju. Na ta način se z uvajanjem tujih faz, lahko bi rekli nečistoč, v bistvu poveča homogenost pretaljenega materiala, ob predpostavki, da so tuji delci zelo drobni in v osnovni kovinski matici enakomerno porazdeljeni [1].

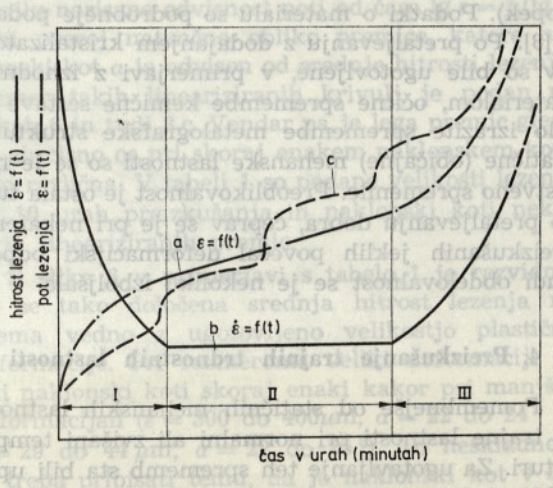
2. Nekaj iz osnov o trajni trdnosti

Že pred časom so ugotovili, da so razlike atomskih polmerov med osnovno kovino in dodanimi legirnimi elementi v določenih funkcijskih odvisnostih s trajno trdnostjo kovinskih zlitin [2]. Te odvisnosti so bile ugotovljene za različne osnovne kovine, najprej neželezne (težke in lahke npr.: svinec [3], cink, magnezij [4] in vanadij [5]), a tudi pri jeklih so našli podobne, čeprav manj matematično definirane učinke.

Trajna trdnost se preizkuša po že več ali manj standardiziranih metodah, bodisi pri sobni ali tudi pri zvišanih temperaturah. Material je izpostavljen določen čas (lahko tudi do 10^3 ur) izbrani natezni ali tlačni obremenitvi, ki je navadno konstantna, lahko pa se tudi spreminja po nekem določenem programu. Ta je lahko takšen, da ostane raztezek med preizkušanjem konstanten. Merilo za trajno trdnost je velikost raztezka (ali skrčka pri tlačni obremenitvi) po določenem času, ali pa hitrost lezenja v določenem trenutku. Preizkušanci se navadno ne obremenjujejo do porušitve.

Posebni preizkusi so namenjeni za ugotavljanje nagnjenosti materiala k utrujanju zaradi dinamične obremenitve in staranju, kar je zelo pomembno pri preizkušanju jekla za izdelovanje kotalnih ležajev. Ti preizkusi se opravljajo praviloma pri sobni temperaturi.

Način lezenja kovinskih materialov, tj. oblika krivulje, ki prikazuje raztezek ali skrček preizkušanca v odvisnosti od časa, je že precej znana in za različne kovine dobro raziskana (slika 1) [6]. Pri tem na teoretični potek krivulje, ki kaže ponavadi tri izrazita področja (I, II in III), ne vplivata niti obremenitev, a v določenem območju tudi ne temperatura. Spreminjajo se seveda absolutne vrednosti lezenja (pot = deformacija ε) in hitrost le-



Sl. 1. *Trajnostni preizkus (shematično)*

a — deformacija (pot lezenja), $\varepsilon = f(t)$
b — hitrost lezenja $\dot{\varepsilon} = f(t)$
c — periodično (stopnjasto) lezenje
I — območje prehodnega lezenja
II — območje enakomernega lezenja
III — območje pospeševanega lezenja (do porušitve)

zenja ($\dot{\varepsilon}$) v odvisnosti od časa $\left(\varepsilon = f(t) \text{ in } \frac{d\varepsilon}{dt} = f(t) = \dot{\varepsilon}\right)$.

Vsi raziskovalci v glavnem poročajo o kontinuirnem spreminjanju hitrosti lezenja, le posamezni so opazili pri nekaterih zlitinah stopnjasto (periodično) lezenje materiala [7].

Potek krivulje lezenja v posameznem področju je odvisen od cele vrste faktorjev. Poleg preizkusne temperature in obremenitve vplivata na lezenje še vrsta in stanje materiala, ki se najnatančneje definira z njegovo strukturo. Pri tem potekajo lahko v preizkušancu naslednji procesi:

— utrjanje materiala zaradi plastične deformacije pri trajni obremenitvi,

— poprava (rekristalizacija) kovine zaradi toplotnega popuščanja,

— spreminjanje strukture zaradi toplotno aktiviranih izločevalnih pojavov in spreminjanja konfiguracije dislokacij,

— nastajanje mikro razpok, ki so lahko vzrok za porušitve (pri nateznih napetostih).

Spreminjanje kristalne zrnine z uvajanjem tujih kristalnih kali pri kontinuirnem prehodu iz raztaljenega v trdno stanje, bi moralo imeti tudi odločujoč vpliv na potek krivulje, ki prikazuje trajne trdnostne lastnosti preizkušanega materiala.

3. Priprava preizkusnega materiala

Za pripravo preizkusnega materiala je bil izbran postopek pretaljevanja pod žlindro (EPŽ-postopek). Podatki o materialu so podrobneje podani v [8]. Po pretaljevanju z dodajanjem kristalizatorjev so bile ugotovljene, v primerjavi z izhodnim materialom, očitne spremembe kemične sestave in zelo izrazite spremembe metalografske strukture. Statične (običajne) mehanske lastnosti so se le nebistveno spremenile. Preoblikovalnost je ostala tudi po pretaljevanju dobra, čeprav se je pri nekaterih preizkušanih jeklih povečal deformacijski odpor. Tudi obdelovalnost se je nekoliko izboljšala.

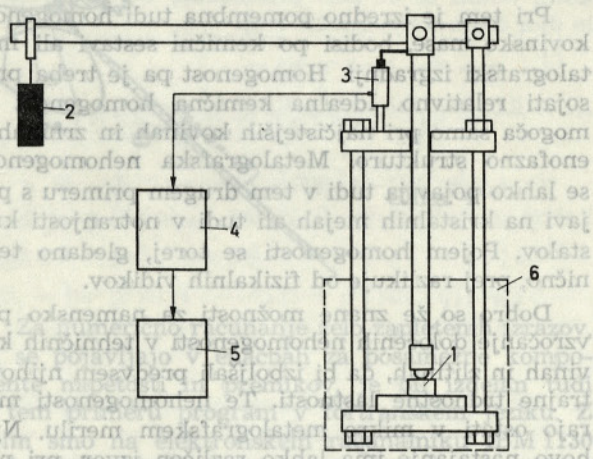
4. Preizkušanje trajnih trdnostnih lastnosti

Pomembnejše od statičnih mehanskih lastnosti so trajne lastnosti pri normalni ali zvišani temperaturi. Za ugotavljanje teh sprememb sta bili uporabljeni dve razmeroma zelo preprosti metodi preizkušanja.

Pri sobni temperaturi so bile trajne trdnostne lastnosti preizkušane z dolgotrajnim merjenjem trdote (po Brinellu), pri zvišani temperaturi pa z dolgotrajnim tlačnim preizkusom.

4.1 *Preizkusne naprave*

Ker sta oba preizkusa tlačna, sta bili preizkusni napravi zgrajeni po enakem načelu. Preizkušanec (v peči ali na prostem pri sobni temperaturi) je bil izpostavljen konstantni tlačni obremenitvi, bodisi z vtiskavanjem kroglice, ali s stiskanjem med dvema vzporednima ravnima ploskvama. Nastala globina vtiska kroglice v polirano površino preizkušanca oziroma stalna plastična deformacija preizkušanca, sta v obeh primerih pomenili neko pot, odvisno od časa. Nastali pomik je bil posnet z induktivnim senzorjem in po primerni stopnji ojačenja zabeležen skupno s sobno in preizkusno temperaturo v odvisnosti od časa (do 24 ur) v diagramu (slika 2).



Sl. 2. *Poenostavljena shema naprave za preizkušanje trajne trdnosti*

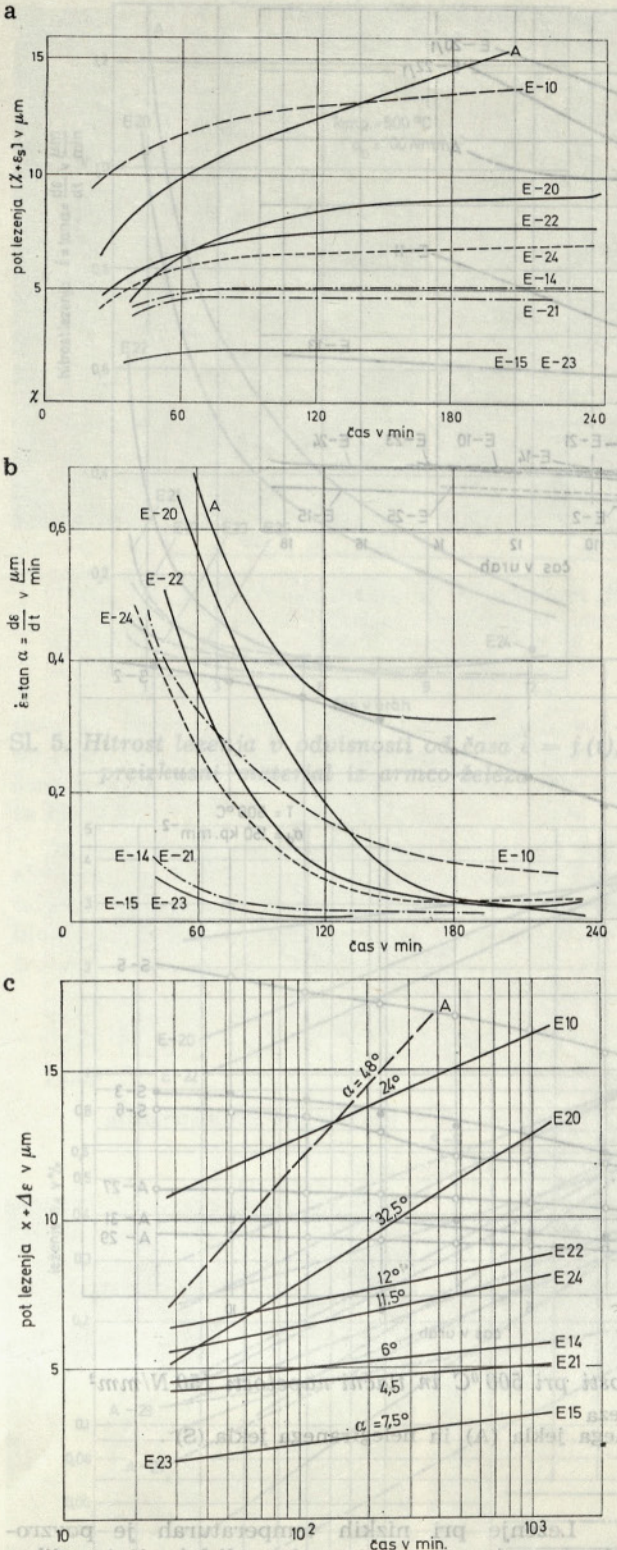
1 — preizkušanec, 2 — obremenitev, 3 — induktivni dajalnik, 4 — ojačevalnik, 5 — registrirni instrument, 6 — peč (po potrebi)

4.2 *Preizkusi pri sobni temperaturi*

Trajne trdnostne lastnosti pri sobni temperaturi so bile ugotovljene samo pri litem materialu, ki je bil izdelan z EPŽ-pretaljevanjem armco-železa. Preizkusni pogoji so bili taki:

obremenitev na kroglici — 1839 N
premer kroglice — 2,5 mm
sobna temperatura —
čas preizkušanja — 4 ure

Ta način preizkušanja trajnih trdnostnih lastnosti pokaže lahko posebno pri zelo heterogenem materialu — velik razsip merilnih vrednosti, ker je meritev omejena na zelo majhno površino oziroma prostornino preizkušanca. Če je namen preizkušanja samo medsebojna primerjava lastnosti v isti preizkusni seriji in ne ugotavljanje absolutnih vrednosti, ki bi bile primerljive z rezultati drugih raziskovalcev, je ta način preizkušanja zadosti uspešen.



Sl. 3. *Preizkus trajne trdnosti s kroglico pri sobni temperaturi*
a — pot lezenja $\varepsilon = f(t)$
b — hitrost lezenja $\dot{\varepsilon} = f(t)$
c — linearizirane krivulje lezenja

Globina in hitrost vdiranja kroglice v material v odvisnosti od časa sta podani na sliki 3 a in b za izhodno stanje materiala (armco-železo) in za preizkušance, pretaljene po EPŽ-postopku. Zaradi nezanesljivih razmer v začetku preizkusa je bilo izhodišče pri vseh meritvah fiksirano po 10 sekundah, ko je kroglica že opravila začetno pot x (pot $x + \varepsilon$ na sliki 3 c).

Pri vseh preizkušancih, ki so bili pretaljeni z dodajanjem kristalizatorjev (E-14, E-15, E-10, E-21, E-22, E-23, E-24, in E-25) sta bili globina in hitrost vdiranja kroglice manjši kakor pri materialu, pretaljenem brez kristalizatorjev (E-20) in izhodnem materialu (armco-železu, označba A).

4.3 *Preizkusi pri zvišani temperaturi*

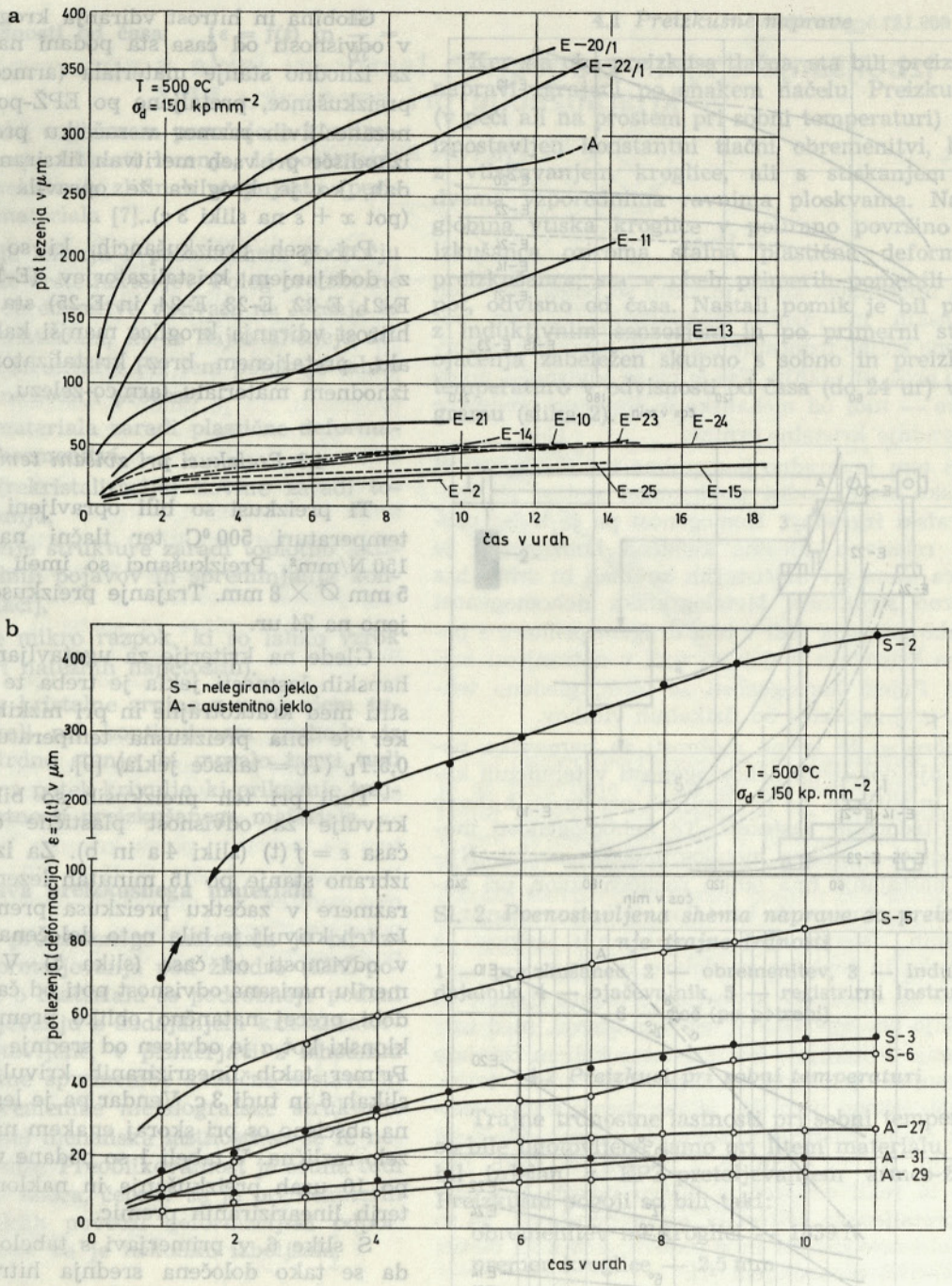
Ti preizkusi so bili opravljeni pri konstantni temperaturi 500 °C ter tlačni napetosti 100 in 150 N/mm². Preizkušanci so imeli valjasto obliko 5 mm ∅ × 8 mm. Trajanje preizkusov je bilo omejeno na 24 ur.

Glede na kriterije za ugotavljanje trajnih mehanskih lastnosti jekla je treba te preizkuse uvrstiti med kratkotrajne in pri nizkih temperaturah, ker je bila preizkusna temperatura manjša od $0{,}5.T_L$ (T_L = tališče jekla) [9].

Tudi pri teh preizkusih so bile konstruirane krivulje za odvisnost plastične deformacije od časa $\varepsilon = f(t)$ (sliki 4 a in b). Za izhodišče je bilo izbrano stanje po 15 minutah lezenja, ker so bile razmere v začetku preizkusa premalo zanesljive. Iz teh krivulj je bila nato določena hitrost lezenja v odvisnosti od časa (slika 5). V logaritmičnem merilu narisana odvisnost poti od časa $\lg \varepsilon = f(\lg t)$ dobi precej natančno obliko premice, katere naklonski kot α je odvisen od srednje hitrosti lezenja. Primer takih linearizirani krivulj je podan na slikah 6 in tudi 3 c. Vendar pa je lega premic glede na abscisno os pri skoraj enakem naklonskem kotu zelo različna. V tabeli 1 so podane velikosti lezenja po 10 urah preizkušanja in naklonski koti nekaterih linearizirani premic.

S slike 6 v primerjavi s tabelo 1 je razvidno, da se tako določena srednja hitrost lezenja ne ujema vedno z ugotovljeno velikostjo plastične deformacije. Pri razmeroma veliki deformaciji so bili naklonski koti skoraj enaki kakor pri manjših deformacijah (ε = 300 do 400 μm, α = 22 do 24 ° in ε = 29 do 44 μm, α = 22 do 25 °). To neskladnost je treba pripisati temu, da je naklonski kot v logaritmičnem merilu linearizirane premice samo funkcijska slika s r e d n j e hitrosti lezenja, ne prikazuje pa dejanske hitrosti lezenja pri različnih deformacijah.

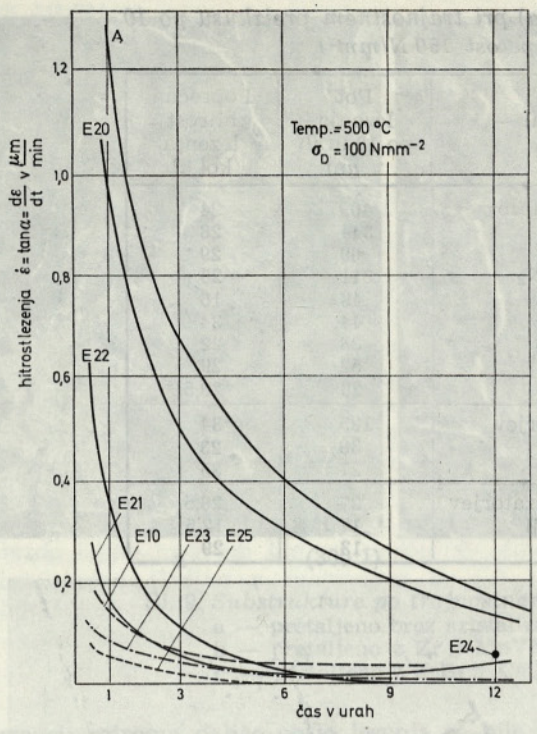
Vendar lahko kljub ugotovljenim spremembam rečemo, da so trajne trdnosti preizkušancev po



Sl. 4. *Tlačni preizkus trajne trdnosti pri 500 °C in tlačni napetosti 150 N/mm²*
a — preizkušanci iz armco-železa
b — preizkušanci iz austenitnega jekla (A) in nelegiranega jekla (S)

pretaljevanju s kristalizatorji bistveno boljše kakor pri izhodnem materialu in po pretaljevanju brez dodajanja kristalizatorjev. Posebno dobra trajna trdnost je bila ugotovljena pri kombinacijah reakcijskih dodatkov s titanom, a precej slabša s cirkonijem. Močan je bil vpliv kristalizatorjev z borom (ZrB_2 in TiB_2).

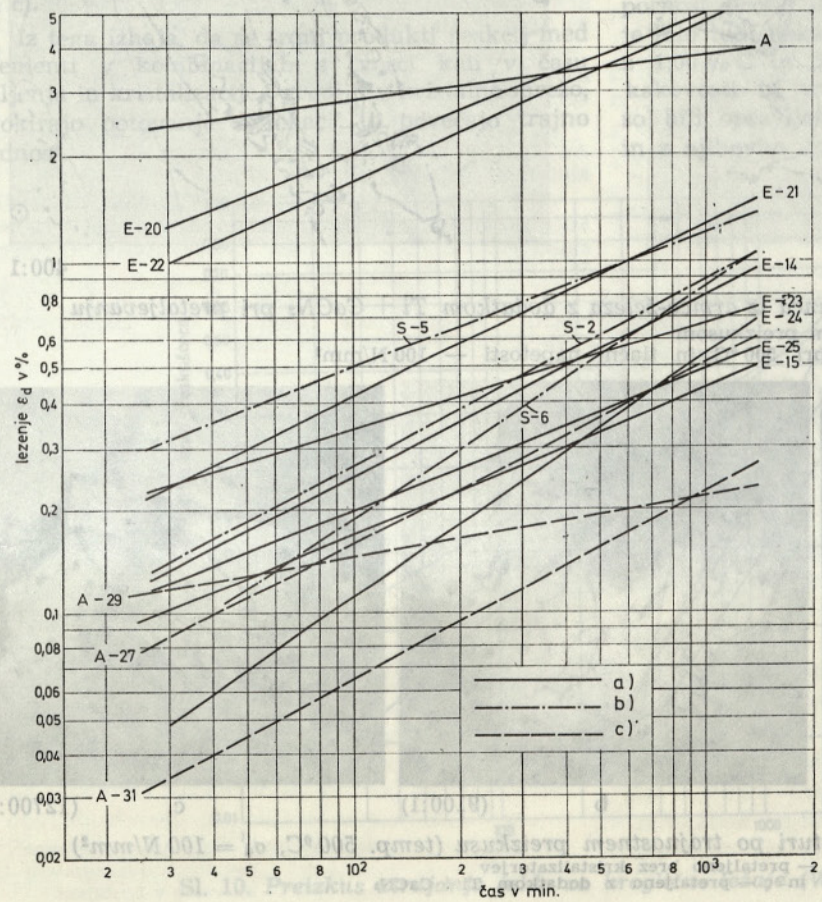
Lezenje pri nizkih temperaturah je povzročeno predvsem s potovanjem dislokacij in njihovim blokiranjem, a bistveno manj z difuzijskimi procesi. Pri tem se pojavljajo v metalografski sliki substrukture (celularne strukture), kar je posebno pogosto pri trajnih deformacijah v prehodnem področju lezenja [10].



Sl. 5. *Hitrost lezenja v odvisnosti od časa* $\dot{\varepsilon} = f(t)$, *preizkusni material iz armco-železa*

Velikost trajne plastične deformacije je bila po končanih preizkusih lezenja pri 500 °C za izhodni material in materiale, pretaljene brez dodajanja kristalizatorjev, 8 do 2 %,s kristalizatorji pa so ostale daleč pod 1 %. Vendar so bile pri posameznih preizkušancih že opazne manjše spremembe kristalne zrnine v obliki usmerjenih kristalov oziroma drsnih ravnin, kar se je pojavilo najmočneje pri talinah z dodatki Ti + $CaCN_2$ (sliki 7 a in b).

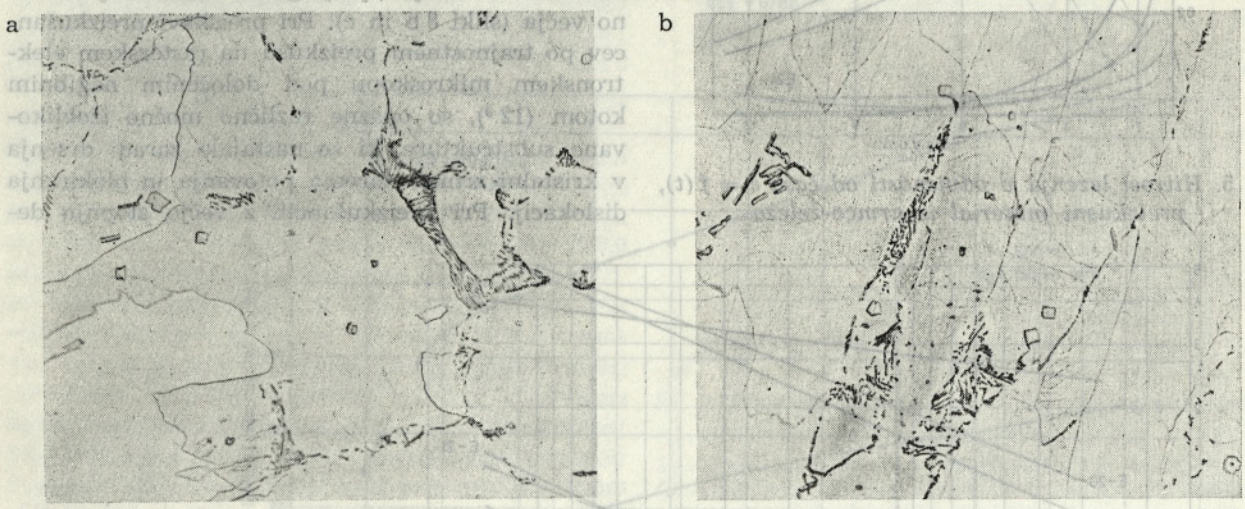
Pri izhodnem materialu (armco-železu) in tudi pri preizkušancih, ki so bili pretaljeni brez kristalizatorjev, je pri preiskavi mikrostrukture z elektronskim mikroskopom (po metodi presajevanja tanke folije) opaznih le malo dislokacij (slika 8 a). Pri preizkušancih, ki so bili izdelani z uporabo kristalizatorjev, pa je gostota dislokacij bistveno večja (sliki 8 b in c). Pri preiskavi preizkušancev po trajnostnem preizkusu na rasterskem elektronskem mikroskopu pod določenim nagibnim kotom (12 °), so opazne različno močno izoblikovane substrukture, ki so nastajale zaradi drsenja v kristalni zrnini oziroma potovanja in blokiranja dislokacij. Pri preizkušancih z večjo stopnjo de-



Sl. 6. *Linearizirane krivulje lezenja*

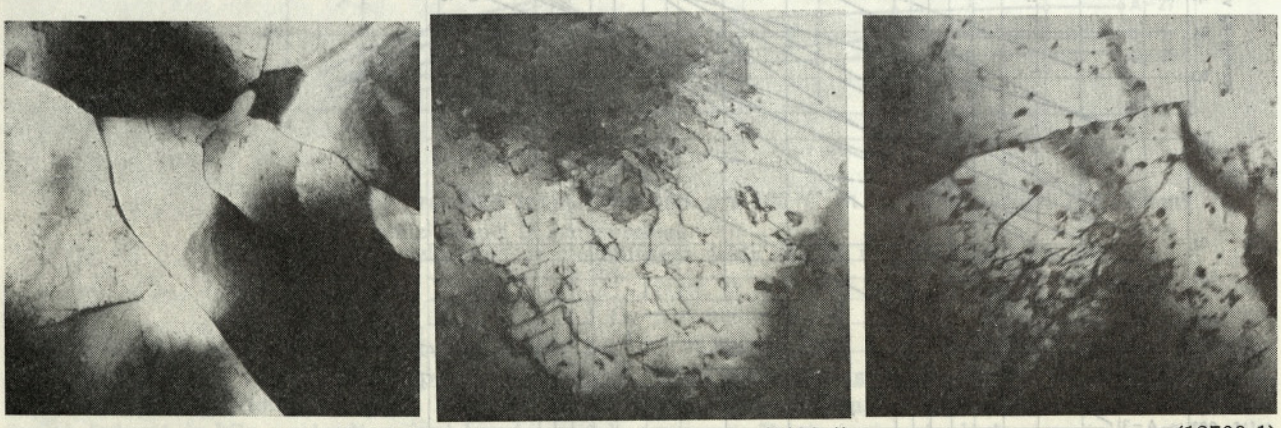
Tabela 1: *Velikost tlačne deformacije (lezenja) pri trajnostnem preizkusu po 10 urah (temperatura 500 °C, napetost 150 N/mm²)*

Št. taline Označba preizkusa	Kombinacija: izhodni material — kristalizator	Pot lezenja po 10 urah v μm	Poprečna hitrost lezenja kot α^0
A	Izhodni material — armco železo	409	24
E — 20	A — brez kristalizatorjev	344	28
E — 21	A — z Zr + $CaCN_2$ + N_2	69	29
E — 22	A — z AlTiZrB + $CaCN_2$ + N_2	311	25
E — 23	A — z MnVN + $CaCN_2$ + N_2	48	16
E — 24	A — s Ti + $CaCN_2$ + N_2	44	34
E — 25	A — s Ta(Nb) + $CaCN_2$ + N_2	33	22
E — 14	A — z ZrB_2 + $CaCN_2$	52	29
E — 15	A — s TiB_2 + $CaCN_2$	29	20,5
S — 2	Mehko jeklo brez kristalizatorjev	125	34
S — 5	S — s kristalizatorji MnVN	30	23
S — 6	S — s kristalizatorji Ta(Nb)	27	35
A — 27	Austenitno jeklo brez kristalizatorjev	27	28,5
A — 29	A — z AlTiZrB kristalizatorji	17	12,5
A — 30	A — s Ta(Nb) kristalizatorji	13	29



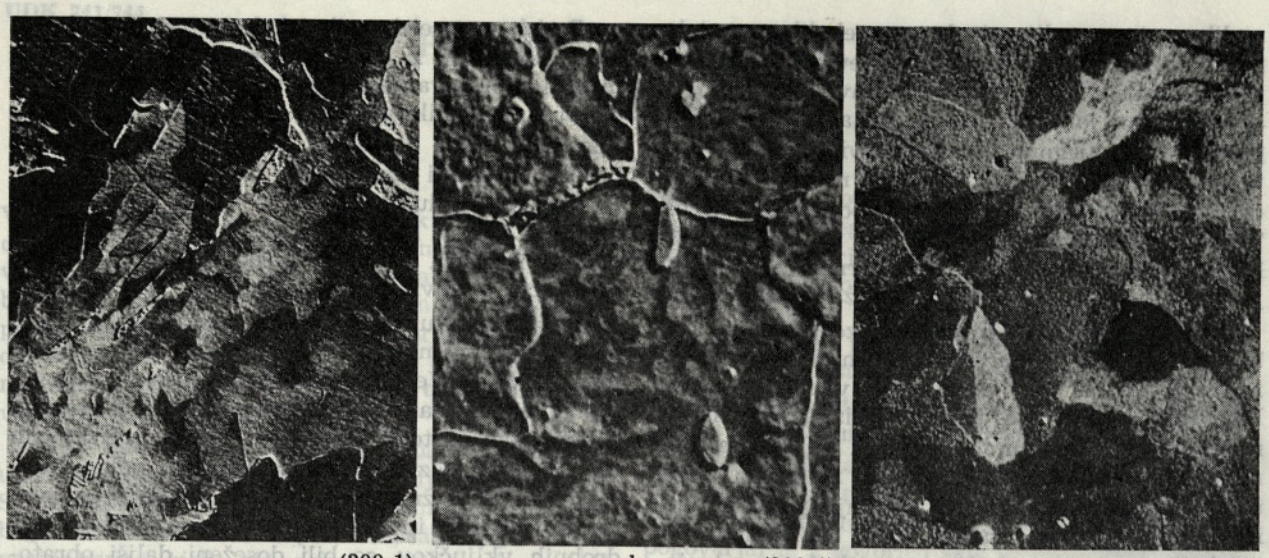
2 % HNO_3 400:1

Sl. 7. *Struktura preizkušanca iz armco-železa z dodatkom Ti + $CaCN_2$ pri pretaljevanju*
a — pred trajnostnim preizkusom
b — po preizkusu pri 500 °C in tlačni napetosti — 100 N/mm²



a (7200:1) b (9100:1) c (12700:1)

Sl. 8. *Dislokacije v strukturi po trajnostnem preizkusu (temp. 500 °C, σ_d = 100 N/mm²)*
a — pretaljeno brez kristalizatorjev
b in c — pretaljeno z dodatkom Ti + $CaCN_2$



a (300:1) b (800:1) c (2400:1)

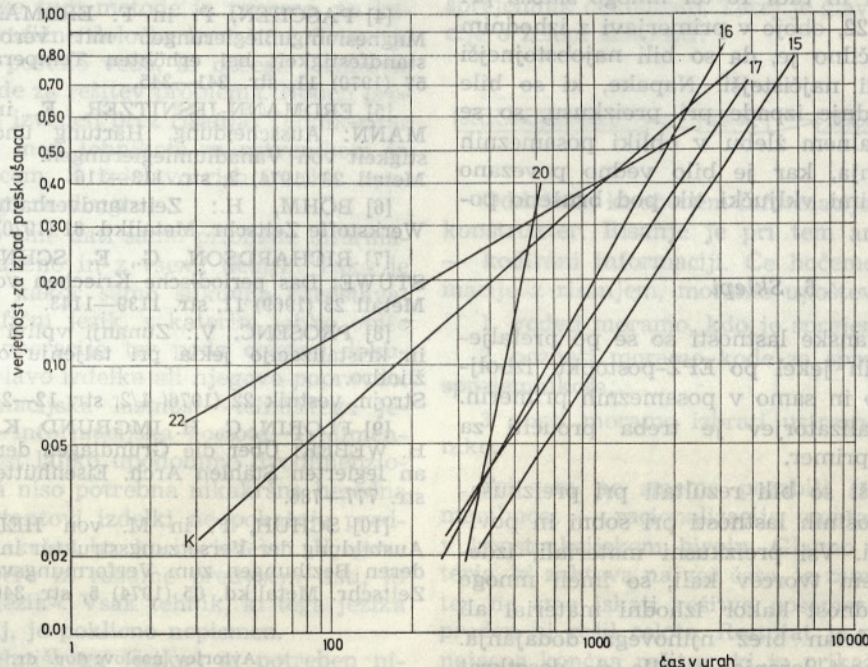
Sl. 9. *Substrukture po trajnostnem preizkusu (temp. 500 °C, σ_d = 100 N/mm²)*
a — pretaljeno brez kristalizatorjev
b — pretaljeno z Zr + MnVN
c — pretaljeno z ZrB_2 + $CaCN_2$

formacij oziroma daljšo potjo lezenja so bile substrukture številnejše (slika 9 a) kakor pri preizkušancih, kjer je bilo lezenje manj izrazito (sliki 9 b in c).

Iz tega izhaja, da se trdni produkti reakcij med elementi v kombinacijah s tvorci kali v času taljenja in kristalizacije vgradijo v kristalno mrežo, blokirajo potovanje dislokacij in povečajo trajno trdnost.

5. *Preizkušanje odpornosti proti utrujanju*

Za jekla, ki se uporabljajo za kotalne ležaje, je ena od najpomembnejših lastnosti dobra odpornost proti utrujanju. Med preizkusnimi jekli je bilo tudi nekaj talin na osnovi jekla, legiranega z 1,00 % C in 1,5 % Cr, ki je ena od klasičnih kakovosti te vrste. Preizkusi EPŽ-pretaljevanja so bili opravljeni brez dodajanja kristalizatorjev in z njihovim dodajanjem. Opazne so bile izrazite



Sl. 10. *Preizkus utrujanja jekla za krogljične ležaje (Weibullov diagram)*

razlike primarne lite strukture, nekoliko manj izraziti so bili učinki kristalizatorjev po plastičnem preoblikovanju in toplotni obdelavi. Dober in že splošno znan je vpliv pretaljevanja jekla po EPŽ-postopku na njegovo čistočo. Število in predvsem velikost vključkov sta manjša, razporeditev po osnovni masi jekla pa mnogo bolj enakomerna. To drugo velja tudi za velikost in razporeditev karbidov, kar vse vpliva na odpornost proti utrujanju ležajnih delov, npr. obročev za kotalne ležaje.

Za preizkus eksperimentalno izdelanih jekel je bilo opravljenih več serij dolgotrajnih kotalnih preizkusov. To je bilo opravljeno v industrijskem laboratoriju, kjer je takšno preizkušanje stalna rutinska preiskava in so kriteriji za ocenjevanje natančno definirani. Odpornost materiala proti utrujanju so preizkusili na notranjih obročih preizkusnih krogličnih ležajev. Ti so bili zelo skrbno izdelani in pred začetkom preizkušanja utrujanja so bili natančno kontrolirani glede dimenzij in kakovosti brušene tekalne površine. Ugotovljene vrednosti so bile primerjane z vrednostmi, ki so jih ugotovili pri vzporednih preizkusih jekla, izdelanega po najsodobnejši jeklarski tehnologiji.

Na sliki 10 je podana verjetnost za izpad preizkušancev iz obratovanja zaradi kakršnihkoli poškodb, ki bi se pojavile po določenem času. Na sliki so podani rezultati, doseženi z eksperimentalnimi jekli, ki so bila pretaljena z dodajanjem kristalizatorjev (označbe 15, 17, 20 in 22) ali brez njihovega dodajanja (označba 16) v primerjavi s standardnim nepretaljenim materialom (označba K).

S slike je razvidna dobra obstojnost preizkusnih materialov 15, 17 in tudi 16 ter mnogo slabša pri materialih 20 in 22, oboje v primerjavi z izhodnim jeklom (K). Značilno je, da so bili najobstojnejši preizkušanci tudi najčistejši. Napake, ki so bile vzrok za prezgodnje izpade pri preizkusu, so se pojavljale v tekalnem žlebu v obliki posameznih razpok in luščenja, kar je bilo vedno povezano s pregrobimi trdimi vključki tik pod brušeno površino.

6. *Sklepi*

Osnovne mehanske lastnosti so se po pretaljevanju preizkusnih jekel po EPŽ-postopku izboljšale le zelo malo in samo v posameznih primerih. Dodajanje kristalizatorjev je treba proučiti za vsak posamezen primer.

Bistveno boljši so bili rezultati pri preizkušanju trajnih trdnostnih lastnosti pri sobni in povišani temperaturi. Vsi preizkusni materiali, izdelani z dodajanjem tvorcev kali, so imeli mnogo boljšo trajno trdnost kakor izhodni material ali pa material, izdelan brez njihovega dodajanja. Absolutna vrednost lezenja je bila do desetkrat manjša pri materialih z dodanimi tvorci kali.

Preiskava preizkusnih jekel po trajnih trdnostnih preizkusih z elektronskim mikroskopom po metodi s presevanjem tankih folij in z rasterskim elektronskim mikroskopom je pokazala veliko število blokiranih dislokacij in substrukture, ki so nastale ob trajni obremenitvi pri lezenju materiala. Reakcijski produkti, ki so v talini delovali kot kristalne kali in so ostali v kristalni zrnini tudi po ohladitvi, so pri trajnem preizkusu ovirali gibanje dislokacij in povišali trajno trdnost.

Preizkus utrujanja jekla za kroglične ležaje je pokazal večkratno izboljšanje obstojnosti po EPŽ-pretaljevanju. Vendar je pri teh uspeh pretaljevanja in dodajanja tvorcev kali povezan s hkratnim zboljšanjem čistoče. Samo pri tistih preizkusnih talinah, kjer je z uporabo tvorcev kali poleg drobnejše kristalne zrnine prišlo tudi do boljšega izločanja nečistoč in enakomerne porazdelitve zelo drobnih vključkov, so bili doseženi daljši obratovalni časi v primerjavi z najbolj kakovostnim (sedaj že standardnim) materialom, ki je bil obdelan po metodah vakuumske tehnologije.

LITERATURA

[1] ERDMANN-JESNITZER, F. in P. KRALJIČ: Untersuchungen mit der Elektronenstrahl-Mikrosonde über die Ursachen der Schweißgut-Inhomogenität beim Schweißen austenitischer Stähle. Arch. Eisenhüttenw. 39 (1968) 2, str. 159—163.

[2] BERHARDT, W., in F. ERDMANN-JESNITZER: Einfluß von Elementenspuren auf das Härtenachfließen. Metal 22 (1968) 2, str. 108—112.

[3] ERDMANN-JESNITZER, F.in Y. HOUBAERT: Auflegieren von Blei in Plasmastrom.
Metall 27 (1973) 9, str. 880—887.

[4] PASCHEN, P. in F. ERDMANN-JESNITZER: Magnesiumgußlegierungen mit verbesserter Dauerstandfestigkeit bei erhöhten Temperaturen Giesserei 57 (1970) 11, str. 341—345.

[5] ERDMANN-JESNITZER, F. in H.-J. WICHMANN: Ausscheidung, Härtung und Dauerstandfestigkeit von Vanadiumlegierungen.
Metall 28 (1974) 2, str. 113—116.

[6] BÖHM, H.: Zeitstandverhalten metallischer Werkstoffe Zeitschr. Metallkd. 61 (1970) 12, str. 947—954.

[7] RICHARDSON, G., E. SCHNABEL in H.-P. STÜWE: Das periodische Kriechen von Kupfer.
Metall 23 (1969) 11, str. 1139—1143.

[8] PROSENC, V.: Zunanji vplivi na odtaljevanje in kristalizacijo jekla pri taljenju oz. varjenju pod žlindro.
Strojn. vestnik 22 (1976(1/2, str. 12—21.

[9] FLORIN, C., H. IMGRUND, K.-J. KREMER in H. WEBER: Über die Grundlagen der Warmfestigkeit an legierten Stählen Arch. Eisenhüttenw. 41 (1970) 8, str. 777—786.

[10] SCHUH, F. in M. von HEISENDAHL: Die Ausbildung der Versetzungsstruktur in Aluminium und deren Bezihungen zum Verformungsverhalten.
Zeitschr. Metallkd. 65 (1974) 5, str. 346—349.

Avtorjev naslov: doc. dr. Viktor Prosenc
Fakulteta za strojništvo
Univerze v Ljubljani