

# **Kinetika růstu zrna a rekrytalizace při tvářecích režimech pro zpracování oceli SA 508**

## **Kinetics of Grain Growth and Recrystallization during Forming Modes for Processing of Steel SA 508**

Petr Kubeš

Vedoucí práce: Prof. Ing. Petr ZUNA, CSc. D. Eng. h.c.

Konzultant: Ing. Jakub HORNÍK, Ph.D.

### **Abstrakt:**

*V rámci optimalizace technologie zpracování hmotných výkovků z oceli SA 508 pro energetiku byla hodnocena kinetika růstu zrna a precipitační procesy s cílem zabránění vzniku nežádoucích hrubozrnných struktur. V rozsahu obvyklých tvářecích teplot 850 °C – 1250 °C vykazuje austenitické zrno výrazné hrubnutí od teploty 1100 °C. Hodnocení rekrytalizačních pochodů po laboratorní deformaci pýchováním 60 % ukazuje na značné potlačení dynamické respektive postdynamické rekrytalizace při dokovací teplotě 850°C.*

### **Klíčová slova:**

*Rekrytalizace, deformace, precipitace, SA-508, ocel, tepelné zpracování*

### **1. Úvod:**

Cílem této práce je popsat vliv podmínek ohřevu a deformace na kinetiku růstu austenitického zrna a optimalizace režimu tváření oceli SA-508 pro zachování jemnozrnné struktury v podmínkách volného kování objemných výkovků. Výroba hmotných výkovků je specifická a velice nákladná. Použitím nesprávných technologických postupů, jak při výrobě ingotu, tak při jeho následném zpracování tvářením spolu s dalšími faktory může vést ke zhotovení neshodného výrobku, což s sebou přináší nutnost výrobu opakovat a tedy nemalé ekonomické ztráty. Mezi časté vady vyskytující se při tváření rotorů patří nežádoucí lokální zhrubnutí zrna, které může nastat vlivem vad v ingotu, nehomogenitou rozložení teploty a deformace. Tato práce je motivována snahou optimalizovat podmínky zpracování pro zachování jemnozrnné struktury oceli SA-508 při výrobě rotorů větrných elektráren volným kováním. V práci je řešena problematika deformovaného stavu materiálu, odpeňovací děje a faktory, které na ně působí a mohou nastat při tváření za tepla [1 - 4]. Cíl experimentu je zaměřen na vyhodnocení kinetiky růstu austenitického zrna v závislosti na tvářecích teplotách a rekrytalizační chování oceli v rozsahu obvyklých kovací teplot. Práce je součástí řešení projektu MPO TI2/132 Výzkum příčin výrobních vad hmotných výkovků s největšími jakostními parametry pro parní, větrné a jaderné elektrárny

### **2. Hodnocený materiál a experimentální metody**

Experimentální materiál byl dodán firmou PILSEN STEEL s.r.o. ve formě části obrobeného výkovku z oceli SA-508 Grade C1.1 (20MnMoNi5-5).

Výsledky analýzy chemického složení sledované oceli udává Tabulka 1.

Tabulka 1 Chemické složení hodnocené oceli

hm. [%]	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
	0,18	1,27	0,27	0,005	0,001	0,07	0,64	0,48
	Cu	Co	Ti	V	Al	Nb	B	N
	0,03	0,005	0,002	0,010	0,029	0	0,0003	0,004

Byla hodnocena mikrostruktura oceli v dodaném stavu.

Pro hodnocení kinetiky růstu austenitického zrna byl zvolen teplotní rozsah odpovídající obvyklému intervalu tvářecích teplot včetně dokování (850, 900, 1000, 1100, 1200, 1250 °C). Vzorky byly zpracovávány v zásypu korundu a drceného koksu, omezujícího oduhličení. Byly zjišťovány náběhové a ochlazovací křivky zásypu, vzorků a pece pro zajištění opakovatelnosti prováděných experimentů. Výdrže na teplotě byly 15 a 60 minut. Výdrž 15 min byla zvolena s ohledem na laboratorní zpracování s minimálním oduhličením, výdrž 60 min blíže simuluje provozní podmínky. Vzorky o velikosti 15 x 15 x 15 mm byly pro zachování možnosti hodnotit velikost austenitického kaleny do vody.

Pro hodnocení rekrytalizace byly použity válečky o průměru 8 mm a výšce 15 mm, které byly podrobeny laboratorní deformaci přechováním na gravitačním padostroji s hmotností beranu 11,6 kg a výškou vedení 3500 mm. Dopadová rychlost beranu činí  $8,3 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Pro vzorek o výšce 15 mm je pak odpovídající deformační rychlost přibližně  $5,5 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ . Požadovaná velikost deformace vzorků byla docílena vložení dorazu. Všechny válečky byly přechovány na 60 % původní výšky. Manipulační čas od konečné deformace do zchlazení vzorku činil 2 s.

Vzorky byly zpracovávány s jednotnou austenitizací na teplotě 1200 °C po dobu 15 min a následně ochlazený na vzduchu na deformační teplotu. Následně byla provedena vyrovnávací výdrž 15 min na deformační teplotě. Po té následovala deformace přechováním a ochlazení vzorku do vody nebo byla zařazena výdrž na tvářecí teplotě 60 s, 180 s a 300 s pro studium průběhu metadynamické a statické rekrytalizace. Deformační teplota byla 850 °C a 1100 °C.

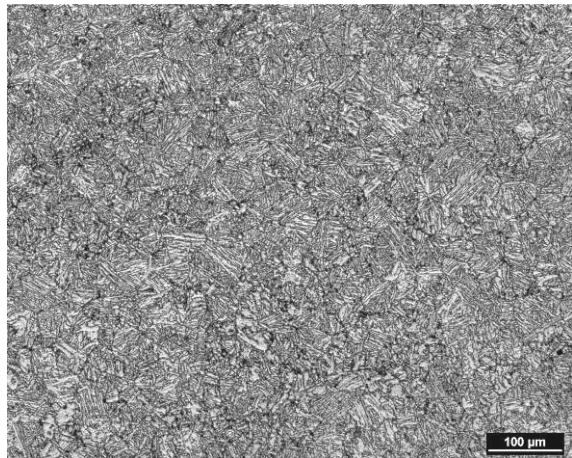
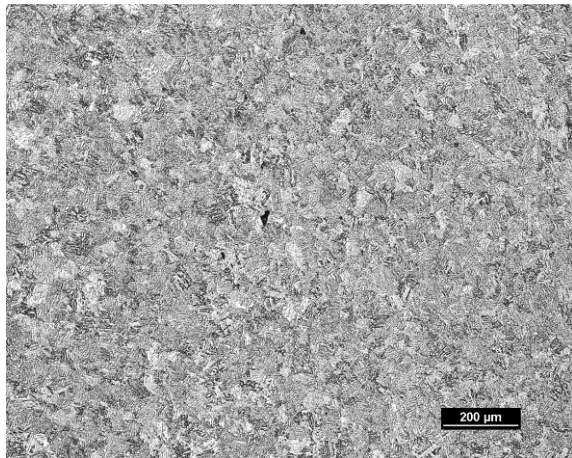
Mikrostruktura byla hodnocena světelnou mikroskopií a skenovací elektronovou mikroskopií spojenou s mikroanalýzou EDS. Podrobnější analýza částic byla prováděna s využitím TEM s mikroanalýzou EDS na kolódiových a uhlíkových extrakčních replikách. Vzorky byly leptány činidly NITAL, Villela–Bain nebo za tepla v roztoku kyseliny pikrové s povrchově aktivním činidlem.

### 3. Výsledky a diskuse výsledků

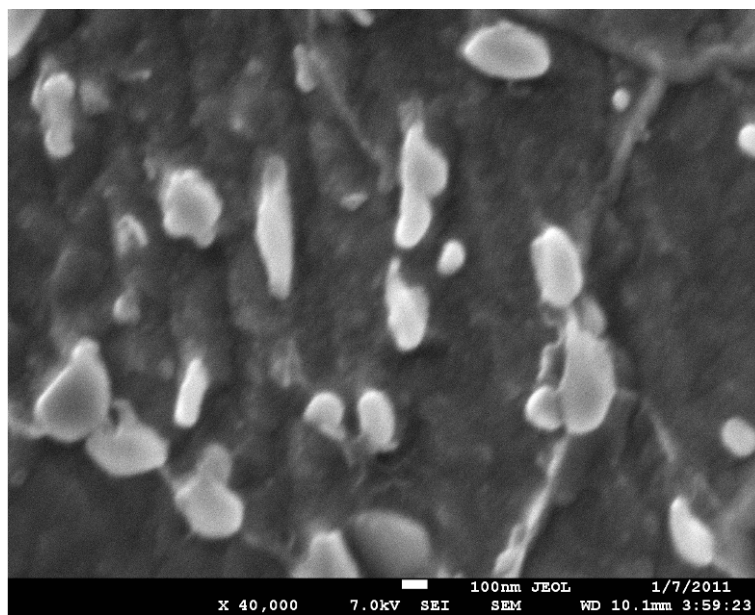
#### 3.1 Dodaný stav

Struktura dodaného výkovku je homogenní, tvořená jehlicovitým feritem, respektive bainitem (Obr. 1), velikost původního polyedrického austenitického zrna je 50 až 70  $\mu\text{m}$ .

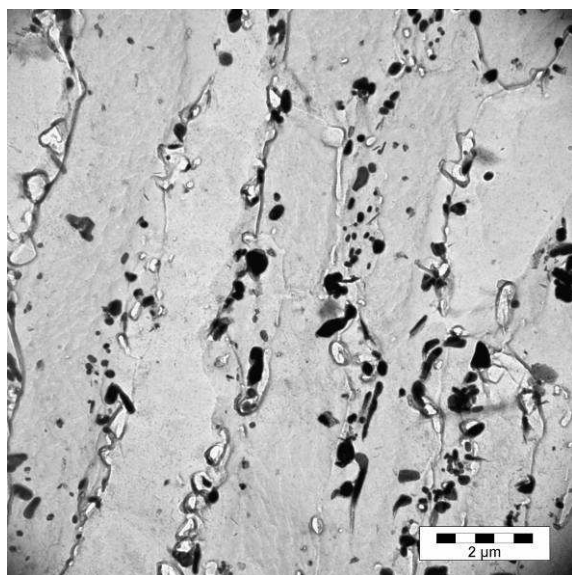
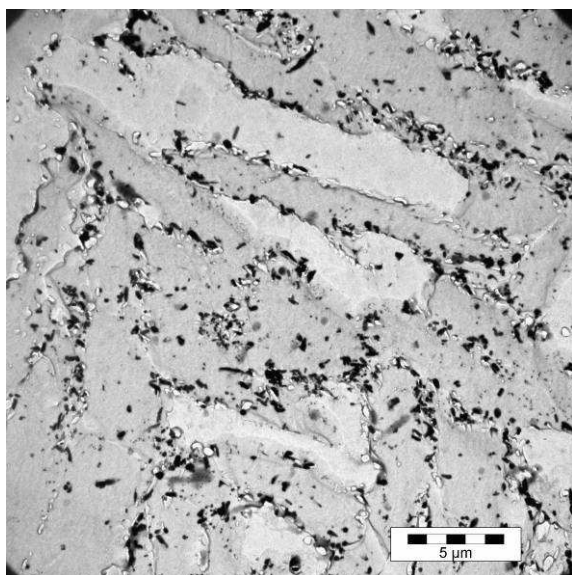
Tvar velikost a rozložení karbidů bylo hodnoceno s využitím SEM (Obr. 2) a následně TEM na uhlíkových a kolódiových replikách (Obr. 3). Struktura výkovku v dodaném stavu je převážně bainitická, karbidy jsou vyloučeny zejména po hranicích feritických útvarů (Obr. 3). Provedené analýzy difrakčních obrazů z částic doplněné o EDS ukazují, že většina přítomných částic je typu  $\text{M}_3\text{C}$  případně  $\text{M}_2\text{C}$ , kde největší podíl zaujímá železo, následuje mangan a molybden. Typické mikrolegující prvky Ti a V spolu s Al byly detekovány jednak v malých množstvích v částicích  $\text{M}_3\text{C}$  nebo v ojedinělých případech ve formě karbidu, nitridu nebo karbonitridu.



*Obr. 1* *Struktura oceli v dodaném stavu, SM*



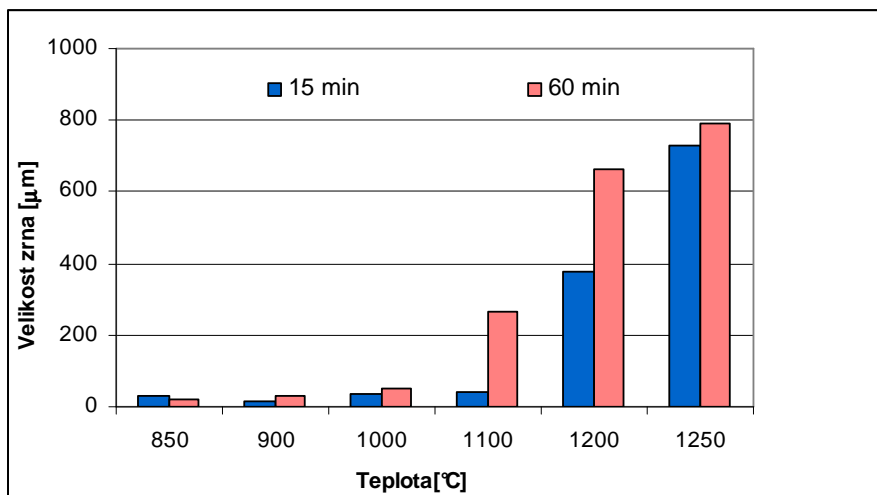
*Obr. 2* *Struktura vzorku, dodaný stav, SEM*



*Obr. 3* *Dodaný stav, TEM, kolódiová replika*

### 3.2 Kinetika růstu austenitického zrna

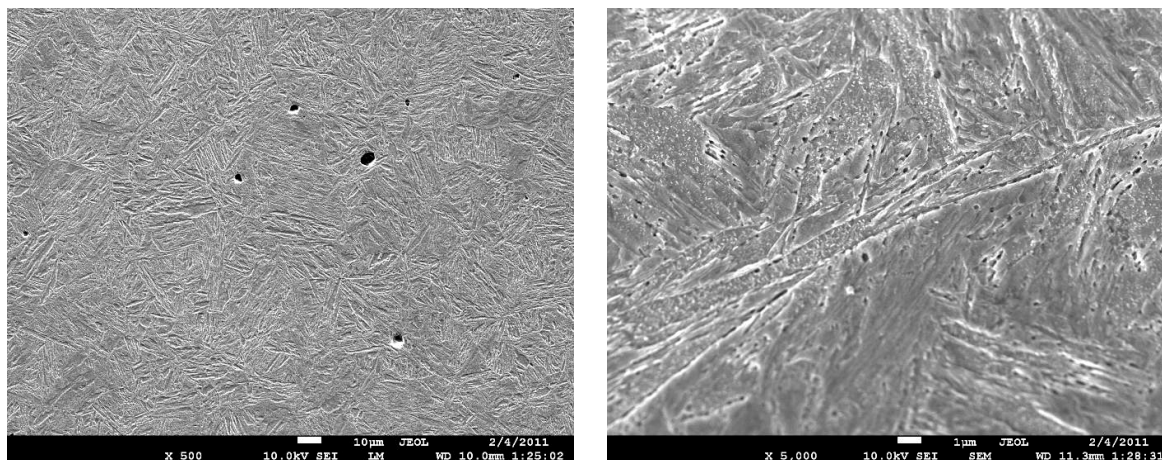
Výsledky měření velikosti zrna po zpracování v daném intervalu teplot po výdržích na teplotě 15 a 60 minut jsou graficky zpracovány na Obr. 4. Z výsledků je zřejmé, že zrna do teploty 1000 °C nemění výrazně svojí velikost. Při krátkodobé výdrž 15 min je růst zrna blokován. Ještě při teplotě 1100 °C nedochází k výraznějšímu růstu zrna. Výrazné hrubnutí zrna se projevuje mezi teplotami 1100 °C a 1250 °C. Při teplotě 1250 °C se pak velikosti zrna přibližují pro obě doby výdrže.



Obr. 4 Velikost austenitického zrna

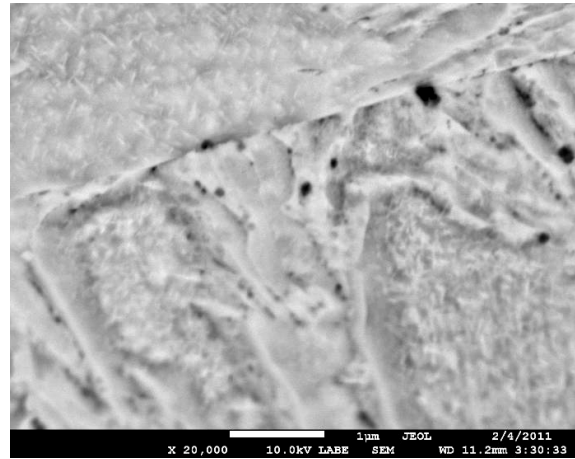
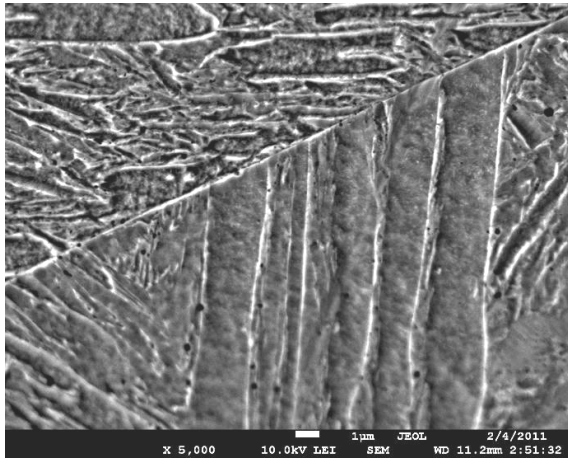
Struktura vzorků austenitizovaných při teplotě 900 °C a ochlazených do vody vykazuje značné množství karbidických částic na hranicích zrn i po hranicích martenzitických jehlic (Obr. 5). Zrna při této teplotě nehrubne, částice účinně brzdí jeho růst. Po austenitizaci při teplotě 1250 °C se množství a velikost částic značně redukuje (Obr. 6) a tím se ztrácí jejich brzdný účinek, hranice snadněji migrují a austenitické zrna hrubne.

Podrobnější analýza a identifikace částic je prováděna transmisní elektronovou mikroskopií na extrakčních replikách. (Obr. 7). Z elektronových difrakčních obrazců byly identifikovány částice typu  $M_2C$  (Fe, Mn, Mo), ojedinelé pak TiC a AlN.

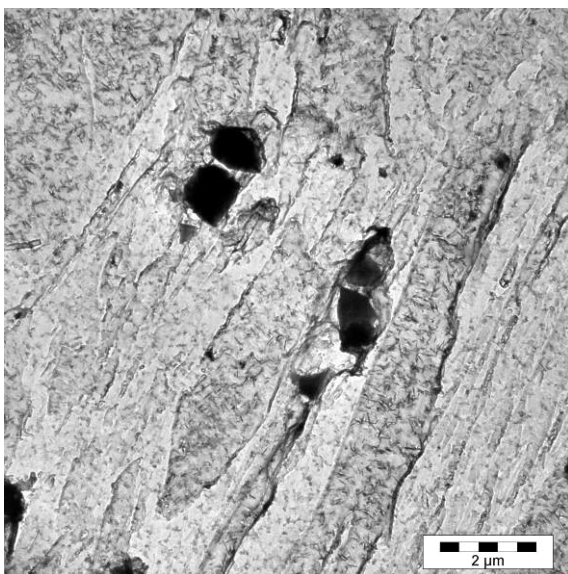


Obr. 5 Struktura oceli – žháno 900 °C / voda

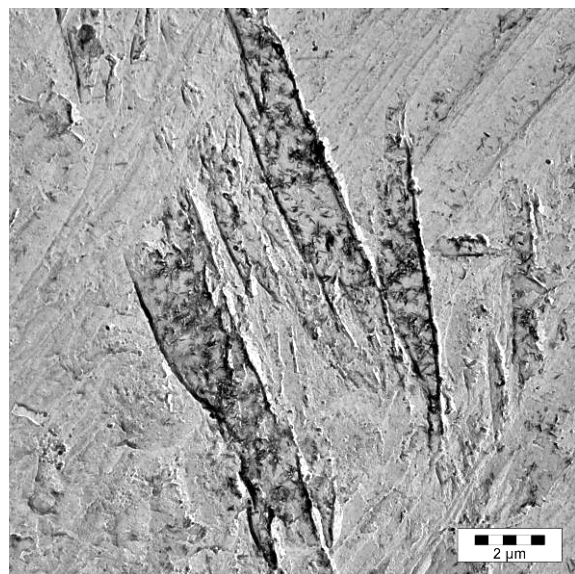




Obr. 6 Mikrostruktura oceli – žháno 1250 °C / voda



15 min



60 min

Obr. 7 Mikrostruktura oceli žháno 1100 °C / voda, TEM, kolodiová replika

### 3.3 Průběh rekrytalizace

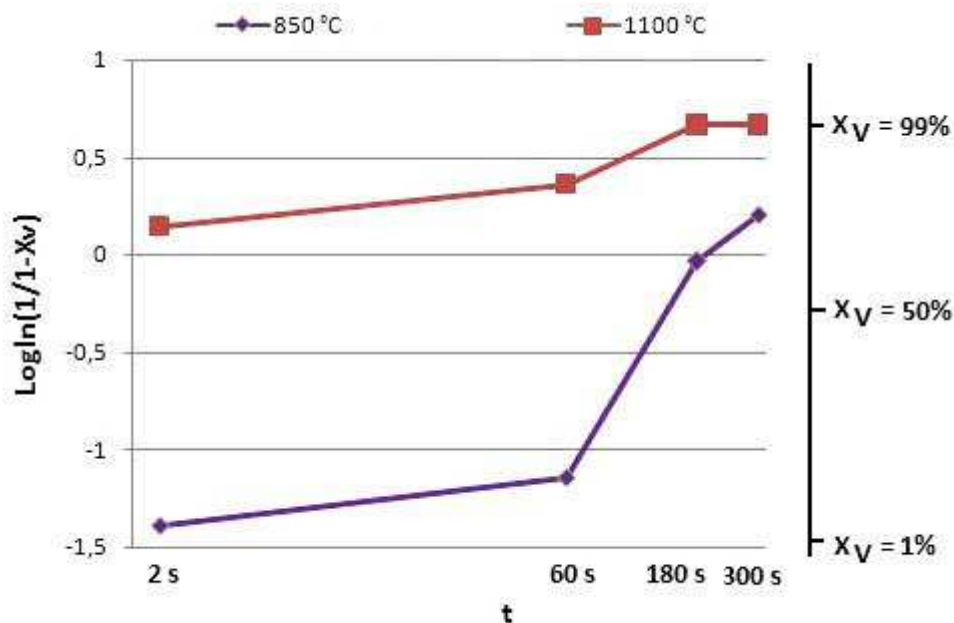
Zjištěné hodnoty rekrytalizovaného podílu zjištěné po deformaci vzorků za teplot 850 °C a 1100 °C uvádí Tabulka 2. Kinetika rekrytalizace v Avramiho souřadnicích (Obr. 8) ukazuje rozdílný průběh odpevňovacích procesů pro hodnocené teploty. Při teplotě deformace 1100 °C probíhá dynamická, respektive postdynamická rekrytalizace ze 70 %. Po výdrži na teplotě deformace 180 s je rekrytalizace zcela dokončena. Teplota deformace 850 °C vede k dynamické (postdynamické) rekrytalizaci pouze ve 4 % objemu. K nárůstu rychlosti rekrytalizace dochází po výdrži 60 s typickou hodnotou kinetického exponentu pro statickou rekrytalizaci  $n \approx 2$ . Po prodlevě na teplotě deformace 180 s rekrytalizuje ocel z 60 %. Výdrž 300 s vede ke zrekrystalizování 80 % objemu.

Dále byla hodnocena velikost zrna u vzorků s rekrytalizovaným podílem alespoň 50 % v centrální oblasti vzorků, kde působí homogenní deformace a v oblastech zbrzděné deformace na čelech válečků (Tabulka 2). Skutečná zjištěná deformace je (60 – 65) % v homogenní oblasti a 7-10 % v oblasti zbrzděné deformace, která jsou blízka kritické deformaci, při níž dochází k hrubnutí zrna. Při teplotě austenitizace 1200 °C je výchozí

velikost austenitického zrna 380  $\mu\text{m}$ . Velikost rekrytalizovaného zrna v oblasti s deformací 65 % při teplotě je 49  $\mu\text{m}$ . V oblasti deformace 7 – 10 % je velikost rekrytalizovaného zrna 286  $\mu\text{m}$ . Hodnoty velikosti zrna pro tvářecí teploty 1100  $^{\circ}\text{C}$  a 850  $^{\circ}\text{C}$  jsou uvedeny v Tabulce 2.

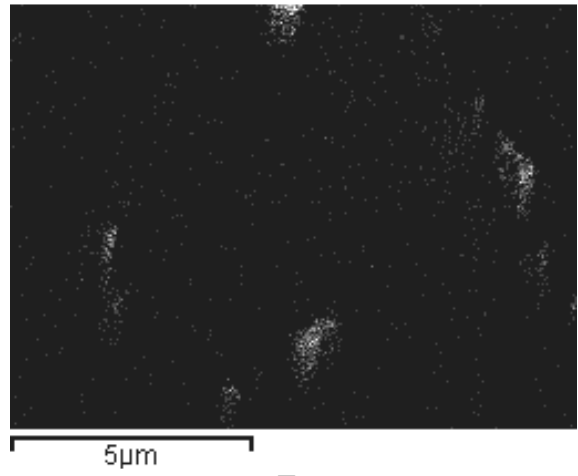
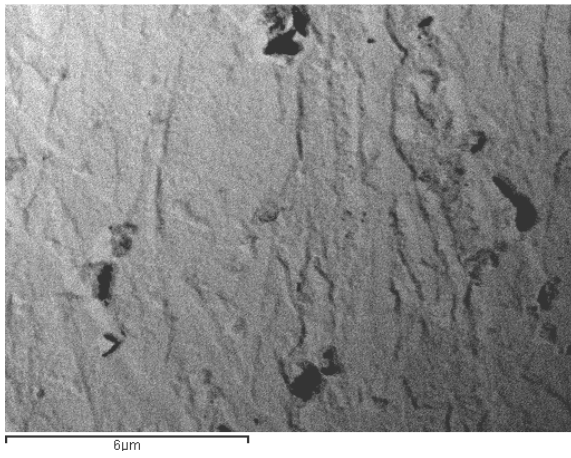
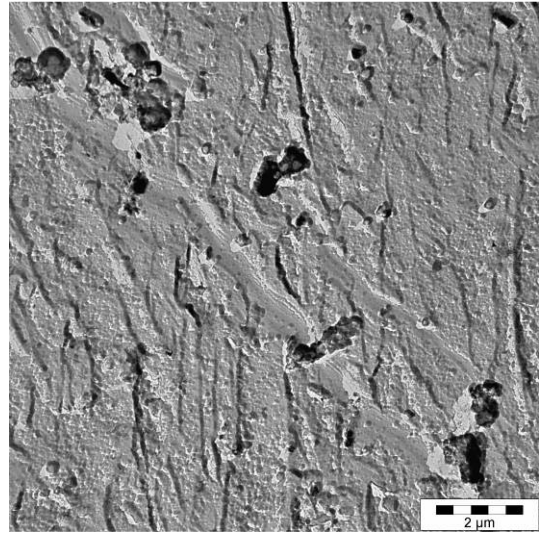
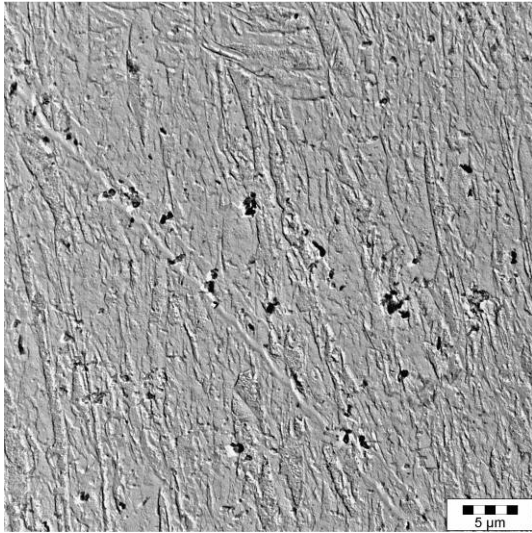
Tabulka 2 Austenitizace 1200  $^{\circ}\text{C}$ , deformace 60 % / izotermická prodleva na teplotě deformace / olej

Žíhací teplota [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Teplota deformace [ $^{\circ}\text{C}$ ]	Rekrytalizační výdrž [s]	Rekrytalizovaný podíl [%]	Velikost zrna [ $\mu\text{m}$ ]	
				Oblast homogenní deformace	Oblast zbrzděné deformace
1200	850	2	4	-	-
1200	850	60	7	-	-
1200	850	180	60	64	204
1200	850	300	80	72	248
1200	1100	2	70	55	212
1200	1100	60	90	80	188
1200	1100	180	99	96	259
1200	1100	300	99	140	313



Obr. 8 Kinetika rekrytalizace po austenitizaci 1200  $^{\circ}\text{C}$  (teploty deformace 850  $^{\circ}\text{C}$  a 1100  $^{\circ}\text{C}$ ) v Avramiho souřadnicích.

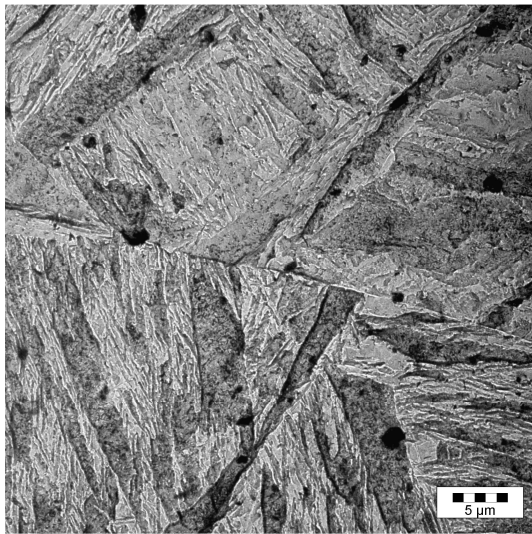
Transmisní elektronová mikroskopie byla prováděna na vybraných vzorcích. Obr. 9 a Obr. 11 dokumentují mikrostrukturu a rozložení částic ve vzorcích austenitizovaných při teplotě 1200  $^{\circ}\text{C}$  a následně deformovaných při teplotě 1000  $^{\circ}\text{C}$ .



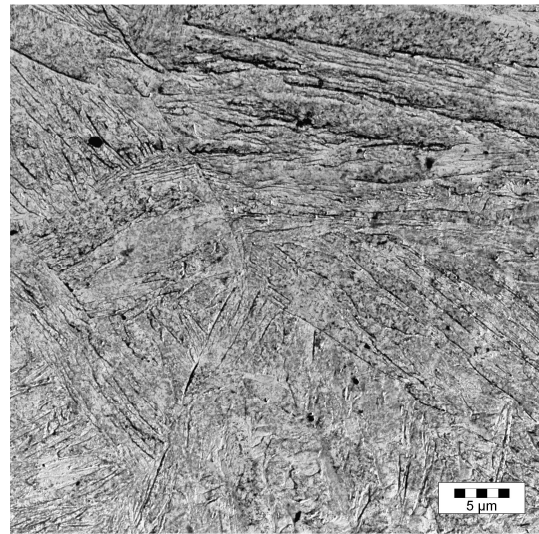
TEM

Fe

Obr. 9 Teplota austenitizace 1200 °C, deformace při teplotě 1100 °C, olej - uhlíková replika, TEM, EDS

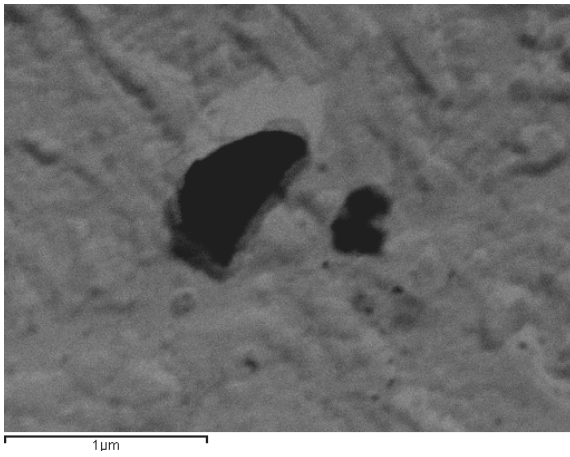
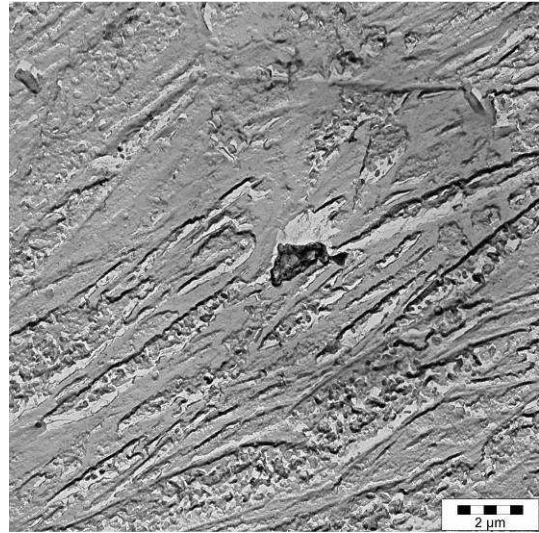
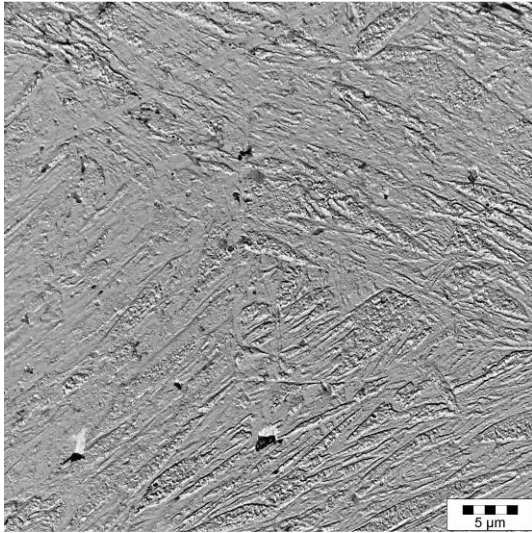


850 °C / 1 min / olej

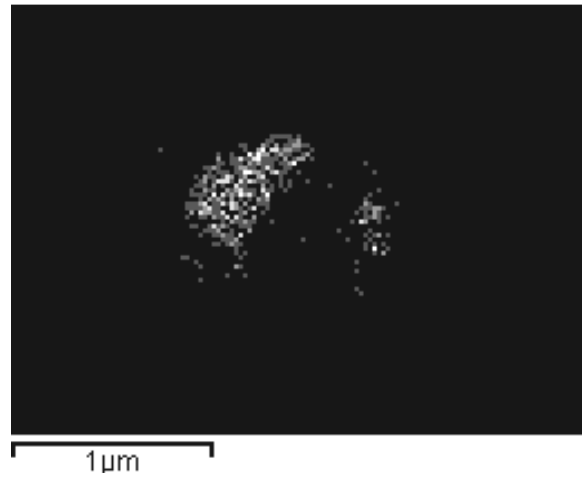


1100 °C / 3 min / olej

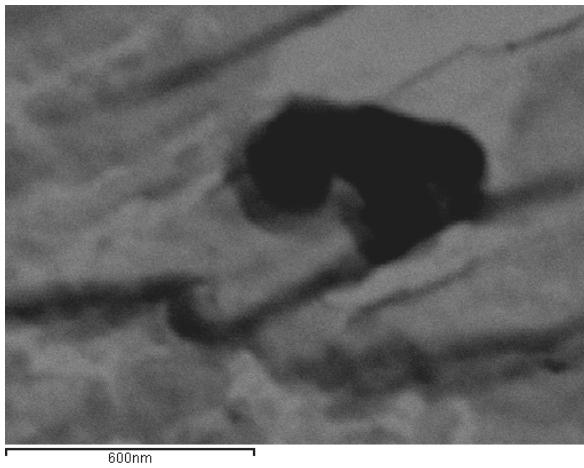
Obr. 10 Teplota austenitizace 1200 °C, deformace 65 %, uhlíková replika, TEM



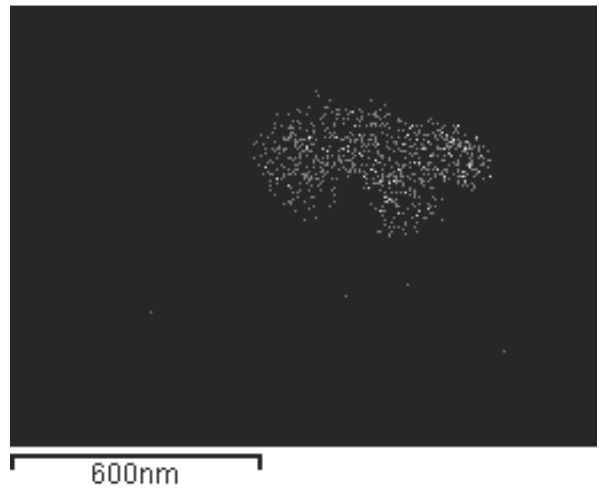
TEM



Fe



TEM



Ti

Obr. 11 Teplota austenitizace 1200, deformace při teplotě 1000 °C, výdrž na teplotě 5 min, olej - uhlíková replika, TEM, EDS

Částice, vyskytující se v mikrostruktuře sledovaných vzorků mají převážně tvar sférický, případně kuboidální. Velikost částic nepřesahuje 0,5  $\mu\text{m}$ ; vyloučeny jsou buď na hranicích některých původních austenitických zrn, v menší míře i mezi martenzitickými jehlicemi. S rostoucí teplotou deformace klesá počet jemných částic přítomných po hranicích zrn (Obr. 9 a Obr. 10). Analýza chemického složení prokázala, že většina částic je typu  $\text{M}_2\text{C}$  nebo  $\text{M}_3\text{C}$ , kde výrazně převažuje podíl Fe (Obr. 9). Další prvky, které byly v precipitátu spolu s Fe detekovány, jsou především Mn a Mo. Ojediněle byly pozorovány částice obsahující Ti (Obr. 11).

#### 4. Závěry

Mikrostruktura oceli v dodaném stavu je převážně bainitická s karbidy  $\text{M}_3\text{C}$  ( $\text{M}_2\text{C}$ ).

V rozsahu teplot 850 – 1250  $^{\circ}\text{C}$  dochází k výraznému hrubnutí austenitického zrna od teploty 1100  $^{\circ}\text{C}$ .

Studium rekrytalizace prokázalo, že při austenitizační teplotě 1200 $^{\circ}\text{C}$  a deformaci 65 % při teplotách 850  $^{\circ}\text{C}$  a 1100  $^{\circ}\text{C}$  dochází ve všech sledovaných případech k výraznému zjemnění zrna, které s rostoucí výdrží na tvářecí teplotě mírně hrubne. V oblasti zbrzděné deformace, která dosahuje kritické deformace 7 - 10 %, je finální zrno výrazně hrubší (3 x až 4 x). V oblasti malých deformací pak hrozí hrubnutí zrna.

Při austenitizační teplotě 1200 $^{\circ}\text{C}$  a tvářecí teplotě 1100 $^{\circ}\text{C}$  rekrytalizuje dynamicky, resp. metadynamicky, 70 % objemu. Zbytek odpevnění probíhá statickou rekrytalizací. V oblasti zbrzděné kritické deformace zrno hrubne přibližně 3x avšak ani po výdrží 5 min nedosahuje velikosti zrna před deformací.

Deformace při 850  $^{\circ}\text{C}$  po austenitizaci 1200  $^{\circ}\text{C}$  vede k dynamické, resp. metadynamické rekrytalizaci pouze ve 4 % objemu. Po výdrží na deformační teplotě 5 min zrekrystalizuje 80 % objemu.

Transmisní elektronová mikroskopie prokázala v mikrostruktuře ve všech hodnocených stavech převážně částice typu  $\text{M}_2\text{C}$  a  $\text{M}_3\text{C}$ , kde M představuje zejména prvky Fe, Mn a Mo. Ojediněle se vyskytují částice AlN a Ti(C,N). Částice se nacházejí především po hranicích původních austenitických zrn a mezi některými martenzitickými jehlicemi. Počet částic se výrazně snižuje s rostoucí teplotou zpracování. Velikost částic klesá s teplotou nevýrazně. Četnost částic se s rostoucí teplotou deformace snižuje.

V současnosti experimenty pokračují na nově dodaném experimentálním materiálu. Po doplnění experimentálního programu a podrobné analýze stavu minoritních fází v celé škále tvářecích teplot, bude možno vyslovit závěry o vlivu podmínek deformace na finální velikost austenitického zrna, které výrazně ovlivňuje sekundární strukturu a mechanické vlastnosti. Pozornost bude zaměřena na doplnění stavů pro zhodnocení kinetiky rekrytalizace, interakci rekrytalizace a precipitace a hodnocení poměrů na hranicích zrn. Strukturní charakteristiky budou dány do souvislosti s mechanickým hodnocením houževnatosti finálních stavů sledované oceli.



### ***Seznam symbolů***

$X_v$	rekrytalizovaný podíl	[%]
$t$	čas	[s]
$n$	kinetický exponent rekrytalizace	[1]

### ***Seznam použité literatury***

- [1] Žídek, M. – Dědek, V. – Sommer, B.: Tváření oceli. SNTL/ALFA, Praha, 1988. 520 s.
- [2] Sedláček, V. a kol.: Zotavení a rekrytalizace. Academia, Praha, 1985. 280 s.
- [3] Žídek, M.: Metalurgická tvářitelnost ocelí za tepla a za studena. ALEKO, Praha, 1995. 360 s. ISBN 80-85341-45-X.
- [4] Kyselka, P.: Optimalizace podmínek tváření hmotných výrobků pro energetický průmysl, bakalářská práce, ČVUT v Praze, Fakulta strojní, 2011