

## Raziskava tvorbe AlN v jeklu in njegovega vpliva na deformacijsko sposobnost maloogljičnih jekel v vročem

UDK: 669.14.018.2  
669-157.8

ASM/SLA: Ay-n, N7b, Q23q

Franc Vodopivec

*Deformacija pospešuje tvorbo AlN iz prenasičenega avstenita. Prisotnost izločkov AlN v jeklu v začetku deformacije zmanjšuje deformacijsko sposobnost in povečuje deformacijsko odpornost tem bolj, čim manjši so izločki. Aktivacijska energija za deformacijo ni odvisna od tega, ali je pred deformacijo AlN v izločkih ali pa v trdni raztopini v avstenitu.*

### 1. UVODNI DEL

Aluminij je standarden dodatek za dezoksidacijo in afinacijo jekel. Mnogo je razprav, v katerih se obravnava mehanizem in kinetika dezoksidacije staljenega jekla z Al, mnogo je tudi razprav o tem, kako Al, ali točneje povedano AlN, afinira avstenitna in feritna zrna v maloogljičnih jeklih, ni pa bil dosedaj objavljen noben celovit opis obnašanja aluminijevega nitrida (AlN) med predelavo jekla pri padajoči temperaturi. V tem nekoliko bolj obširnem članku bomo rezumirali večletno delo na tem področju in poizkusili fizikalno metalurško utemeljeno razložiti to ponašanje na osnovi lastnih raziskav in literaturnih podatkov. Velja, da nekateri literaturni viri niso popolnoma utemeljeni s fizikalno-metalurškega stališča, kljub temu pa so še vedno osnova za udomačeno interpretacijo vpliva AlN na nekatere pojave pri predelavi jekla.

Ni naš namen, da bi razpravljali o mehanizmu zavornega učinka AlN na migracijo kristalnih zrn avstenita, torej na njegov afinacijski učinek. O tem obstajajo številni viri, katere smo analizirali v dveh že objavljenih razpravah (1, 2).

Vse raziskave smo opravili na maloogljičnih jeklih, ki so bila izdelana in predelana v pločevino, debelo 15 mm, v železarni Jesenice.

Sestava jekel je prikazana v tabeli 1.

Tabela 1: Sestava jekel (%)

Oznaka	C	Mn	Si	Al	N		
A	0,08	0,25	0,36	0,073	0,0102		
B	0,19	1,46	0,46	0,047	0,014	0,045 Nb	0,055 V
C	0,22	1,30	0,35	0,055	0,0105		
D	0,21	0,29	1,20	0,032	0,105		
E	0,11	0,49	0,23	0,029	0,063		
F	0,09	0,36	0,20	0,051	0,073		

Raziskave je omogočila večletna podpora RSS in železarne Jesenice, zasluga za določitev AlN gre Osojnik Andreji, ki je na metalurškem inštitutu v Ljubljani metodiko analize AlN v jeklu razvila do stopnje rutinske uporabe.

### 2. TOPNOST AlN V AVSTENITU IN NJEVOVA TVORBA PRI OHLAJANJU IN OGREVANJU JEKLA

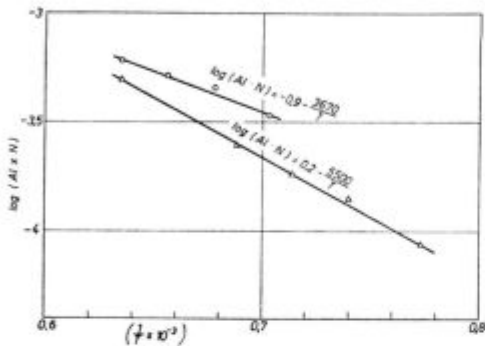
Darken s sodelavci (3) je definirala analitsko odvisnost med količino Al in N, ki sta raztopljena v avstenitu, in temperaturo v obliki topnostnega produkta  $\log (Al \times N) = K_1 + K_2/T$ . V izrazu so:  $K_1$  in  $K_2$  konstanti ter  $T$  absolutna temperatura. Ta izraz je bil mnogokrat potrjen, vendar so precejšnje razlike v vrednosti posameznih koeficientov, katere so objavili različni avtorji. Zelo obširen pregled teh podatkov najdemo v ref. 4, pregled v nekoliko manjšem obsegu najdemo tudi v ref. 5.

Vrednost topnostnega produkta je odvisna od sestave jekel, ni pa zanemarljiva tudi razlika, ki je lahko posledica metodike določanja AlN. Izločki AlN so v jeklih veliki približno med 50 in 10 000 Å.

Dr. Franc Vodopivec dipl.inž. je samostojni raziskovalec na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

Njihova velikost je odvisna od temperature nastanka (6,13). Beeghly je razvil metodiko za izolacijo AlN iz jekla, često pa je vprašljivo, koliko lahko filtriranje zagotovi, da bo analiza zajela tudi najmanjše delce ter bo tako kvantitativna in ne bo zajela samo večjih izločkov.

Na sliki 1 je prikazana topnost AlN v dveh jeklih po analizah, ki so bile opravljene na Metalurškem inštitutu v Ljubljani. Analize so bile izdelane v obeh jeklih ob istem času, zato lahko predpostavimo, da so eventualna analitska odstopanja pri obeh jeklih enaka. Torej je topnost AlN resnično odvisna od sestave jekla.



Slika 1

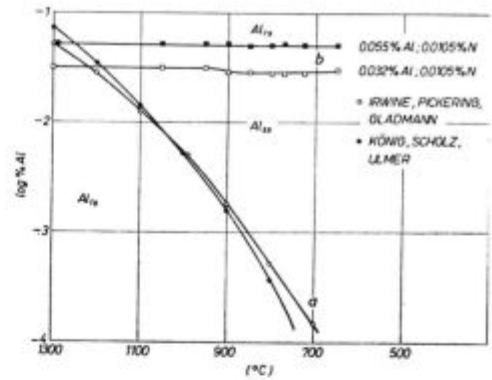
Topnost AlN v dveh jeklih. Spodnja črta predstavlja topnostni produkt za jeklo A, zgornja pa topnostni produkt za mikrolegirano jeklo B

Fig. 1

Solubility of AlN in 2 steels. Lower line represents the solubility product in steel A and upper line in steel B

Velja, da je v jeklih, ki imajo do 0,04 % topnega Al in 0,01 % N, pri 1250° C ves AlN v trdni raztopini v avstenitu, hitrost izotermnega raztapljanja pa je razmeroma hitra (5,8). Že dolgo je znano, da se pri ohlajanju jekla izloča AlN iz prenasičenega avstenita z veliko histerezo (9). Na sliki 2 smo za dve jekli vrisali teoretično topnost, izračunano po dveh različnih virih, in količino AlN, ki je nastala pri počasnem ohlajanju obeh jekel s topilne temperature 1300° C, pri kateri je bil ves AlN v trdni raztopini v avstenitu. Med teoretično topnostjo in resnično količino AlN v ohlajajočem se avstenitu je velika razlika. Proces izločanja se začne pri temperaturi transformacije avstenita (sl. 3), vendar tudi tedaj količina AlN bistveno ne zraste. Ni mogoče opredeliti, koliko količina AlN v feritu odstopa od topnosti, ker ni zanesljivih podatkov za topnost AlN v feritu. Zanimivo je, da se po prehodu premenske temperature količina AlN znova zmanjša. To potrjuje, da se po transformaciji avstenita v ferit del AlN znova raztopi v feritu in precipitira pri nižji temperaturi (32).

Na sliki 4 je prikazana količina AlN v mehkem jeklu v odvisnosti od trajanja izotermnega ogrevanja pri temperaturah 1000 in 840° C, pri čemer je bilo jeklo enkrat ohlajeno neposredno s topilne temperature 1300° C na temperaturo izločanja, dru-

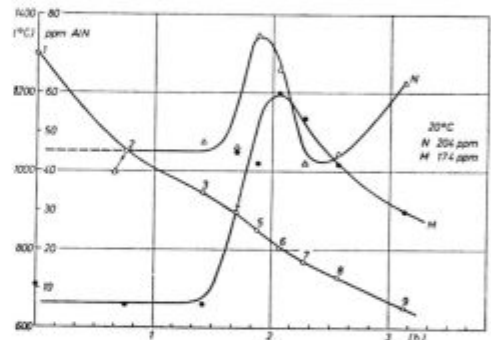


Slika 2

Jekli C in D. Teoretična topnost (krivulja a), izračunana po podatkih iz dveh različnih virov in količina Al, ki je vezan v AlN v jeklu, ki je bilo s topilne temperature počasi ohlajeno do določene temperature in kaljeno (krivulji b). Ohlajanje med 1300 in 800° C je trajalo približno 2 uri

Fig. 2

Steels C and D. Theoretical solubility (courbe a) calculated from references data and Al bound in AlN in steels slowly cooled from solution temperature to different temperatures and quenched (courbe b). Cooling time between 1300 and 800° C approximately 2<sup>h</sup>



Slika 3

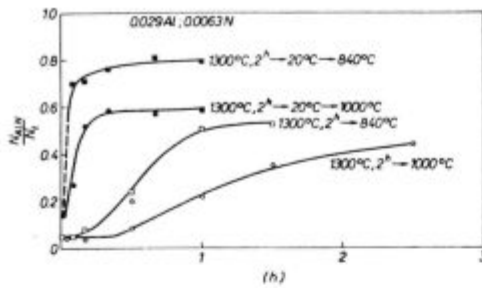
Vpliv počasnega ohlajanja na količino AlN, ki se je izločil iz trdne raztopine v jeklih C (krivulja M) in D (krivulja N). Vzorci so bili ogrevani pri topilni temperaturi 1300° C 2 uri, ohlajeni v peči do določene temperature in kaljeni. Srednja krivulja kaže temperaturo prekinitve ohlajanja v peči in kaljenja

Fig. 3

Influence of slow cooling on quantity of AlN precipitated in steels C (courbe M) and D (courbe N). Samples annealed 2<sup>h</sup> at solution temperature 1300° C, furnace cooled to different temperatures and quenched. The middle courbe shows the quenching temperatures.

gič pa je bilo gašeno s temperature raztapljanja in nato ponovno ogreto na temperaturo izločanja.

Različen način ogrevanja na izločilno temperaturo je povzročil precejšnjo razliko v hitrosti nastajanja AlN. Hitrost nastanka nove faze, ki nastane z izločanjem iz trdne raztopine pri konstantni temperaturi, torej tudi hitrost izotermne tvorbe AlN, je odvisna od dveh parametrov: od hitrosti difuzije sestavnih elementov in od hitrosti nukleacije nove faze. Analitično je mogoče kinetiko izločanja opisati z eksponentialno funkcijo, ki zajema proces nukleacije in proces difuzijske rasti kali.



Slika 4

Jeklo E. Vpliv trajanja ogrevanja pri 1000 in 840 °C na delež teoretično možne količine AlN, ki se je izločil iz trdne raztopine v avstenitu. Po toplinem ogrevanju pri 1300 °C je bil del vzorcev neposredno ohlajen na temperaturo izločanja, drugi del pa je bil kaljen in ponovno ogret na temperaturo izločanja

Fig. 4

Steel E. Influence of isothermal annealing at 1000 and 840 °C on the part of theoretical AlN content precipitated from austenite. Part of samples was directly cooled to precipitation temperature after solution annealing at 1300 °C and part was quenched from solution temperature and reheated to precipitation temperature

Iz oblike kinetičnih odvisnosti na sl. 4 lahko opredelimo vzrok za počasno izločanje po neposredni ohladitvi s topline temperature. Hitrost difuzije Al in N v avstenitu pri določeni temperaturi ni odvisna od tega, ali jeklo ohladimo z višje temperature ali pa ga na isto temperaturo ogrevamo s sobne temperature. Torej razlika v hitrosti tvorbe AlN ne more biti posledica difuzivnosti sestavnih elementov, temveč je posledica razlike v hitrosti nukleacije AlN. Ohladitev jekla s topline na sobno temperaturo in ponovno ogrevanje na temperaturo izločanja ustvari mnogo kali, ki omogočijo, da se proces tvorbe AlN hitro konča in količina AlN doseže vrednost, ki jo definira topnostni produkt za isto temperaturo.

V začetku izotermnega zadržanja po neposredni ohladitvi s temperature toplinogrevanja je kratka inkubacijska doba. Nanjo opozarjamo zato, ker jo bomo pri nadaljevanju tega dela izkoristili za preizkuse preoblikovalnosti.

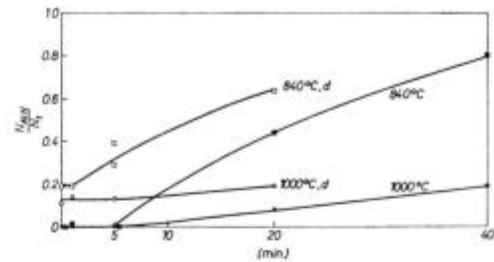
### 3. TVORBA AlN MED DEFORMACIJO AVSTENITA

#### 3.1 Tvorba AlN v deformiranem avstenitu

V prejšnjem odstavku smo obravnavali tvorbo AlN v rekristaliziranem avstenitu, med predelavo pa prihaja do deformacije in mehčanja jekla, kar povečuje nestabilnost trdne raztopine AlN v avstenitu in pospešuje normalno in diskontinuirno, oz. medfazno precipitacijo. Do take precipitacije prihaja na transformacijski površini med transformacijo avstenita v ferit in perlit (11).

Da bi opredelili vpliv deformacije in rekristalizacije na stabilnost prenasočene raztopine AlN v avstenitu, smo vzorce jekla po toplinem ogrevanju pri 1300 °C ohladili na temperaturi 1000 in 840 °C,

jih pri tej temperaturi v enem prehodu med valji deformirali za približno 58 % in nato zadržali pri tej temperaturi do 40 minut (sl. 5). Ker smo o rezultatih teh preizkusov že poročali (12), jih bomo



Slika 5

Jeklo E. Vpliv trajanja ogrevanja deformiranega in nedeformiranega jekla na količino nastalega AlN. Po toplinem ogrevanju so bili vzorci, ohlajeni na temperaturi 1000 oz. 840 °C, deformirani ali ne, izotermno zadržani in kaljeni v vodi

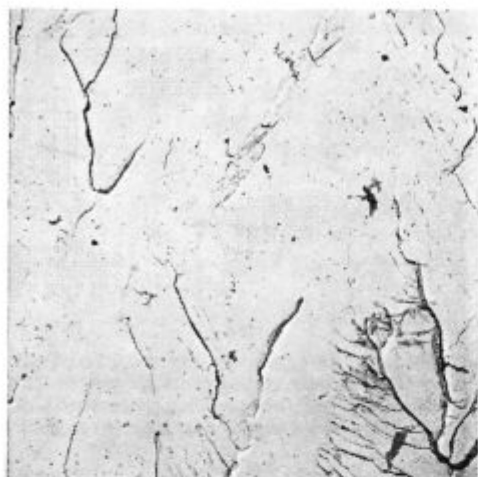
Fig. 5

Steels E. Influence of isothermal annealing length on the quantity of precipitated AlN in deformed and underformed steel. After solution treatment samples were cooled to 1000, resp. 840 °C, ev. deformed, isothermally annealed and quenched

le na kratko povzeli. V nedeformiranem jeklu je v začetku izotermnega zadržanja že preje omenjena kratka inkubacijska doba, v kateri kemijska analiza ne pokaže, da bi prišlo do tvorbe AlN. Po tej inkubacijski dobi se začne tvoriti AlN s hitrostjo, ki je odvisna od hitrosti nastanka kali in je pri 840 °C mnogo večja, kot pri 1000 °C. Deformacija, oz. statična rekristalizacija avstenita, ki se izvrši za deformacijo, povzroči, da hitro nastane določena količina AlN, ki je tem večja, čim nižja je temperatura. Čim je odpravljena energija, ki jo je deformacija vnesla v kristalno mrežo avstenita, je kinetika izločanja enaka kot v nedeformiranem jeklu in tvorba AlN postane odvisna od hitrosti procesa nukleacije, podobno kot v nedeformiranem jeklu. Kljub sorazmerno veliki redukciji je nastala v deformiranem jeklu razmeroma majhna količina AlN. Vprašanje je, kako poteka tvorba AlN pri valjanju, ko si redukcije debeline valjanca in statična rekristalizacija avstenita zaporedno sledijo pri padajoči temperaturi. Iz slike 4 in njenega tolmačenja lahko ekstrapoliramo sklep, da je mogoče pričakovati po vsaki redukciji in rekristalizaciji stopnjasto povečanje količine AlN. Količina AlN, ki se pri vsaki redukciji debeline izloči iz trdne raztopine, pa je pri padajoči temperaturi čedalje manjša, kajti prenasočene se zmanjša po vsaki stopnji. Med valjanjem izločanje ne poteče do ravnotežne topnosti, temveč ostane vedno v prenasočeni trdni raztopini še nekaj AlN. Izkušnje namreč kažejo, da se količina AlN, ki jo je mogoče določiti po kemijski poti, poveča po normalizaciji maloogljčnega jekla.

Preiskave v elektronskem mikroskopu ne kažejo, da bi bila bistvena razlika v velikosti AlN precipitativ med deformiranim in nedeformiranim

jeklom. Na slikah 6 in 7 vidimo drobne izločke AlN v nedeformiranem jeklu, ki je bilo zadržano 40 min. pri 1000°C, in v deformiranem jeklu s pri-

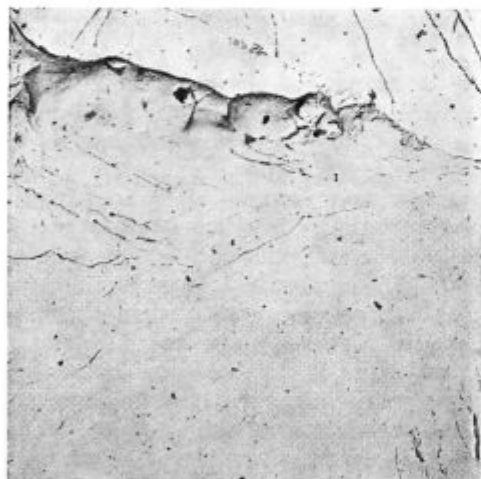


Slika 6

Jeklo E. Pov. 6000 X. Ekstrakcijska replika prelomne površine. Nedeformirani vzorec je bil 40 minut zadržan pri 1000°C po neposredni ohladitvi s topilne temperature. Izločeno približno 0,004 % AlN

Fig. 6

Mag. 6000 x. Steel E. Fracture extraction replica. Undeformed steel was 40 min. annealed at 1000°C after direct cooling from solution temperature. Precipitated AlN nearly 0,004 %



Slika 7

Jeklo E. Pov. 6000 X. Ekstrakcijska replika prelomne površine. Vzorec je bil deformiran in 20 minut zadržan pri 1000°C po neposredni ohladitvi s topilne temperature. Izločeno približno 0,004 % AlN

Fig. 7

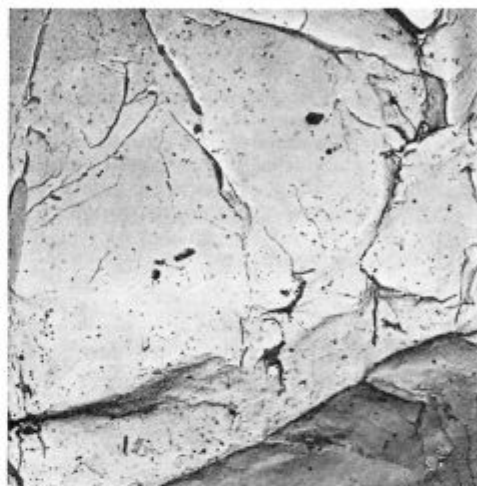
Steel E. Mag. 6000 x. Fracture extraction replica. Deformed steel was 20 min. annealed at 1000°C after direct cooling from solution temperature. Precipitated AlN nearly 0,004 %

bližno enako količino AlN, ki je bilo zadržano 20 min. pri 1000°C. Povprečna velikost izločkov na sl. 6 je 297 Å, na sliki 7 pa 274 Å. Verjetno pa je resnična povprečna velikost izločkov nekoliko

manjša, zato ter zaradi sorazmerno majhne povečave posnetkov na njih ni razločiti izločkov z velikostjo pod približno 60 Å.

Na nobenem posnetku ni videti, da bi pospešen razpad trdne raztopine zaradi deformacije in njej sledeče rekristalizacije imel za posledico spremembo oblike izločkov ali njihove razporeditve v avstenitu.

Po 4-urnem ogrevanju pri 1000°C zrasteta velikost in gostota precipitativ le malo (sl. 8). Poprečna velikost izločkov na sl. 8 je 342 Å. Po daljšem izotermnem zadržanju se pojavijo tudi nizi izločkov po kristalnih mejah (sl. 9) in posamezni pali-



Slika 8

Jeklo E. Pov. 6000 X. Ekstrakcijska replika prelomne površine. Vzorec je bil 4 ure zadržan pri 1000°C po neposredni ohladitvi s topilne temperature. Izločeno ca. 0,01 % AlN

Fig. 8

Mag. 6000 x. Steel E. Fracture extraction replica. Underformed steel was 4<sup>h</sup> retined at 1000°C after direct cooling from solution temperature. rPrecipitated AlN nearly 0,01 %



Slika 9

Isti vzorec kot slika 8

Fig. 9

Same sample as fig. 8

časti precipitatu, ki so bistveno večji od povprečja. Paličasti izločki dosega do 2 mikrona in debelino do 0,15 mikrona (sl. 10).

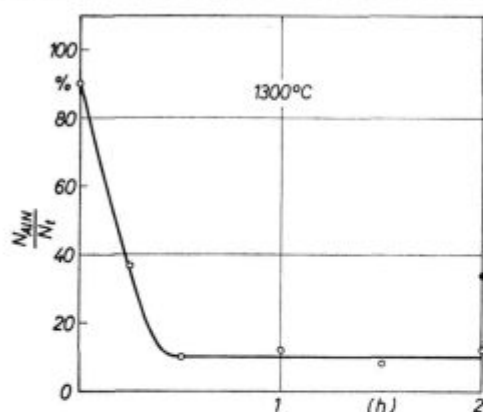


Slika 10  
Isti vzorec kot slika 8  
Fig. 10  
Same sample as fig. 8

Velja torej, da prihaja pri podaljšanju izločilnega ogrevanja do povečanja količine AlN, do počasne rasti vseh izločkov in do pospešene paličaste rasti posameznih izločkov. Paličasta rast izločkov je omenjena tudi v literaturi (13, 29, 30).

### 3.2 Tvorba AlN med vrtilno deformacijo avstenita

Težko je doseči, da bi predelava jekla z valjanjem potekala izotermno, in slediti, kako naraščajoča deformacija vpliva na proces izločanja AlN



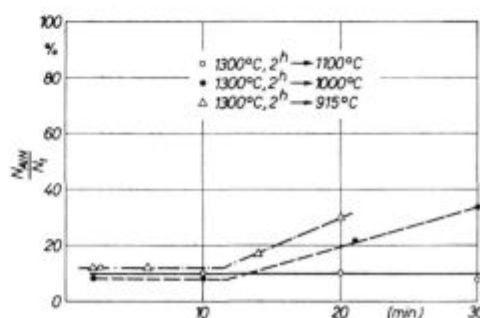
Slika 11

Jeklo A. Vpliv trajanja ogrevanja pri 1300 °C na količino AlN v avstenitu. Na ordinati je razmerje med količino AlN v izločkih in celotno količino AlN v jeklu

Fig. 11

Steels A. Influence of annealing length at 1300 °C on AlN content in austenite. On ordinate we find the proportion between AlN in form of precipitates and total AlN content in steel

iz prenasičenega avstenita. Lažje je mogoče to ugotoviti s torzijskimi preizkusi, pri katerih je mogoče izvršiti brez težav izotermno deformacijo in doseči pri tem poljudno stopnjo deformacije. Pri preizkusih smo valjaste vzorce, ki se uporabljajo za preizkus preoblikovalnosti pri torzijski deformaciji (31), najprej ogrevali v deformacijski peči eno uro pri 1300° C, dosegli popolno raztopitev AlN v avstenitu (sl. 11), nato pa vzorce hitro ohladili na temperaturo deformacije 1000 do 1200° C, izvršili določeno deformacijo pri izbrani temperaturi, nato pa preizkušance hitro vzeli iz peči in gasili v vodi. Ugotovili smo (14), da je v temperaturnem intervalu med 915 in 1100° C približno 10 min. dolga nukleacijska doba, v kateri kemijska analiza pokaže konstantno količino AlN v avstenitu (sl. 12), ki ustreza slepi vrednosti analitične metode.

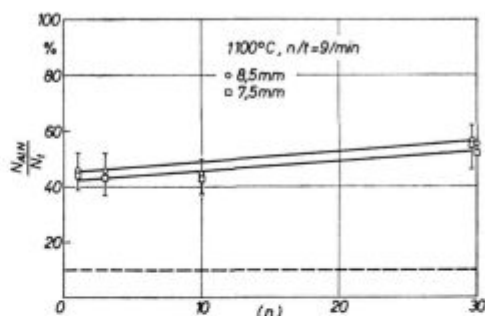


Slika 12

Jeklo A. Vpliv zadrževanja pri različnih temperaturah po ohladitvi s topilne temperature na količino precipitiranega AlN. Ista ordinata kot na sl. 11

Fig. 12

Steel A. Influence of isothermal retaining at different temperatures after cooling from solution temperature on the content of precipitated AlN. Same ordinate as in fig. 11



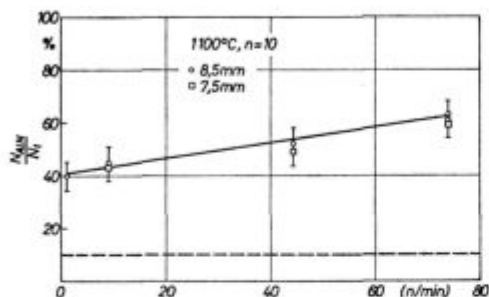
Slika 13

Jeklo A. Vpliv stopnje deformacije (izražene v številu vrtljajev) na količino izločenega AlN pri 1100 °C. Hitrost deformacije: 9 vrt./min. Ordinata je ista kot na sl. 11. Oznaki 8,5 in 7,5 pomenita, da je AlN določen iz slojev, ki so bili ostruženi pri teh debelinah iz deformiranega preiskovanca z debelino 10 mm

Fig. 13

Steel A. Influence of increasing strain (expressed as revolutions number) on the content of precipitated AlN at 1100 °C. Strain rate 9 rev./min. same ordinate as in fig. 11. Marks 8,5 and 7,5 signify that AlN was analysed from layers at such diameter from deformed samples of diameter 10 mm

Pri povečanju deformacije avstenita od 1 do 30 vrtljajev zraste količina AlN le za približno 10 % (sl. 13). Pri konstantni velikosti deformacije poveča sprememba hitrosti deformacije od 1 do 74 vrtljajev na minuto količino precipitiranega AlN za približno 20 % (sl. 14). Zanimivo in morda presenetljivo je dejstvo, da pri isti hitrosti in stopnji deformacije sprememba temperature deformacije ne vpliva zaznavno na količino precipitiranega AlN (sl. 15), kljub temu, da se v istem temperaturnem intervalu spremeni prenasíčenje avstenita z AlN.

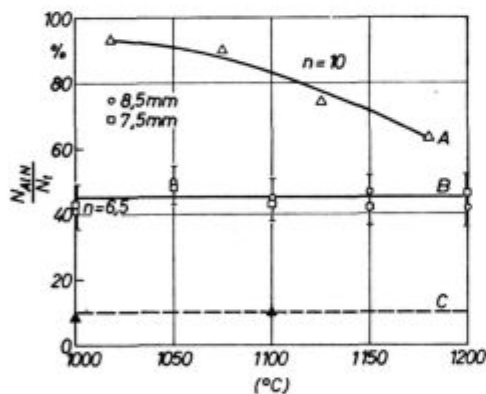


Slika 14

Vpliv hitrosti deformacije na delež precipitiranega AlN pri 1100 °C. Oznake so iste kot na sl. 13

Fig. 14

Steel A. Influence of deformation rate on the content of precipitated AlN at 1100 °C. Same marks and ordinate as in fig. 13.



Slika 15

Jeklo A. Krivulja A predstavlja topnost AlN, krivulja B pa količino AlN, ki je pri različnih temperaturah precipitirala pri deformaciji, ki ustreza 10 vrtljajev (izjema je preiskušavec, ki je bil deformiran 6,5 vrtljajev pri 1000 °C). Hitrost deformacije 9 vrt/min

Fig. 15

Steels A. Courbe A shows the AlN solubility and courbe B AlN content precipitated at different temperatures at constant deformation 10 rev. (deformation at 1000 °C was 6,5 rev.). Deformation rate 9 rev./min.

Torej tudi vrtilna deformacija pospeši izločanje AlN iz prenasíčenega avstenita. Zanimivo je, da naraščanje stopnje izotermne deformacije, sprememba v hitrosti deformacije in sprememba temperature deformacije ne vplivajo pomembno na količino nastalega AlN. Ker predpostavljamo,

da se s tem, da v kristalno mrežno avstenita vnese mo več energije v obliki povečane stopnje deformacije in povečane hitrosti deformacije, bistveno ne spremeni hitrost difuzije Al in N na precipitacijska jedra, lahko sklepamo, da spremembe v pogojih deformacije ne povzročijo bistvene razlike v gostoti nastalih kali.

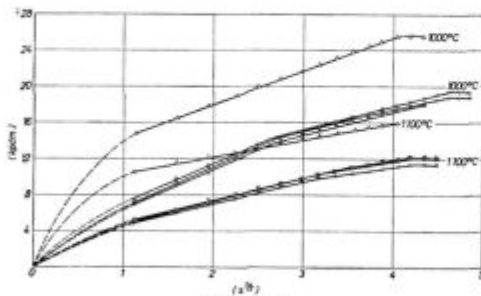
V začetku deformacije je avstenit bogat z AlN v prenasíčenih trdni raztopini. Že majhna deformacija sproži nastanek določene količine AlN in razredči trdno raztopino, s tem se zmanjša prenasíčenje in hitrost nukleacije, ne glede na razliko v količini energije, ki je vnese na kristalno mrežo z različno stopnjo in hitrostjo deformacije. Lahko torej končno sklepamo, da je hitrost nastanka odvisna predvsem od količine AlN, ki je v trdni raztopini v avstenitu, in ne od prenasíčenja. Naši preizkusi so bili preveč kratkotrajni, da bi lahko prišel do izraza vpliv razlike v hitrosti difuzije, ki raste z naraščanjem temperature deformacije, zaradi česar bi se mogoče spremenila odvisnost na sl. 14.

### 3.3 Dinamična poprava avstenita in tvorba AlN

Pri vrtilnem deformacijskem preizkusu avstenita je v začetnem delu linearna odvisnost med stopnjo deformacije in odporom proti deformaciji. To je perioda utrditve avstenita. Njej sledi parabolična perioda, v kateri naraščajočo utrditev zmanjšuje dinamična poprava. Pri tej popravi velika koncentracija vrzeli in visoka temperatura omogočata plezanje in prečno drsenje dislokacij. To omogoča, da dislokacije obidejo zapreke, katere ustvari utrditev avstenita, omogoča pa tudi srečanje in anihilacijo nasprotnih dislokacij ter zmanjšanje njihove gostote in zmanjšanje utrditve kovine (15). Po dosegu maksimalne utrditve, oz. strižne napetosti, ki se iz nje izračuna (27), se odpor avstenita proti deformaciji zmanjša na približno konstantno vrednost zaradi dinamične rekristalizacije (16), ki poteka paralelno z naraščajočo deformacijo. Preizkuse smo napravili pri temperaturah 1000 in 1100 °C, ker smo pričakovali, da v tem temperaturnem intervalu ne bo bistvene razlike v količini in velikosti izločkov AlN, eventualno nastalih med deformacijo. Hitrosti deformacije so bile 0,4, 1,2 in 3,5 vrt./min. Bile so razmeroma majhne zato, da je bilo mogoče zanesljivo grafično registrirati začetni del odvisnosti stopnja deformacije — deformacijska utrditev. Preizkuse smo opravili po predhodnih toplotnih obdelavah istega jekla, ki so zagotovile, da je bil v začetku deformacije AlN v trdni raztopini, drugič pa v obliki izločkov, ki so nastali z dveurnim izotermnim žarjenjem pri 600 °C. Po podatkih iz vira (6) naj bi pri tem ogrevanju nastali izločki s povprečno velikostjo 50 Å. Tega nismo preverili. Avstenit z AlN v prenasíčenih trdni raztopini smo dosegli kot v

točki 3.2, s tem da smo preizkušance ohladili s temperature topilnega ogrevanja 1300°C neposredno na temperaturo deformacije.

Rezultate kažeta sliki 16 in 17. Po začetni linearni periodi se vzpostavi parabolična odvisnost med stopnjo deformacije, oz. trajanjem deformacije pri stalni hitrosti (t) in odporom proti deformaciji, ki je izražen z deformacijskim momentom (M).

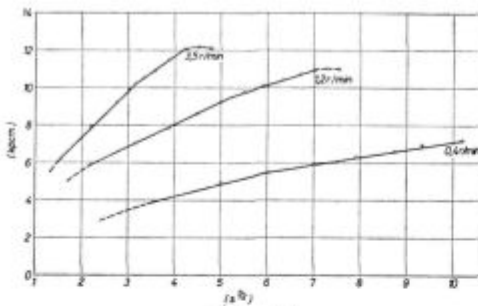


Slika 16

Jeklo A. Vpliv trajanja deformacije pri konstantni hitrosti (torej konstantnega naraščanja deformacije) na odpornost jekla proti deformaciji, ki je predstavljena z deformacijskim momentom. Hitrost deformacije 3,5 vrt/min. Krogi: preiskavanci z AlN v raztopini v avstenitu v začetku deformacije, trikotniki-preiskavanci z AlN v izločkih v začetku deformacije

Fig. 16

Steel A. Influence of deformation at constant rate (thus influence of constant deformation increase) on steel resistance to deformation expressed as deformation torque. Deformation rate 3,5 rev./min. Circles — specimens with AlN in solid solution in austenite at deformation start, triangles — specimens with AlN in precipitates at deformation start



Slika 17

Jeklo A. Enako kot sl. 16 pri različnih hitrostih deformacije 0,4; 1,2 in 3,5 vrt/min

Fig. 17

Same as fig. 16 at different deformation rates 0,4; 1,2, and 3,5 rev/min

Analitični izraz za to odvisnost je:

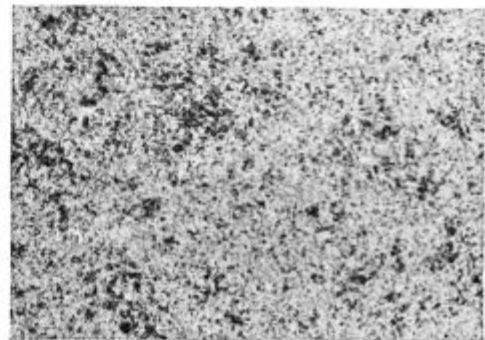
$$M = K_3 + K_4 t^{1/2}$$

V izrazu sta  $K_3$  in  $K_4$  konstanti.

V avstenitu, v katerem je bil v začetku deformacije AlN v obliki izločkov, se enaka parabolična odvisnost ohrani, dokler ni dosežen maksimalni deformacijski moment, torej do začetka dinamične rekristalizacije. Odvisnost je podobna pri avstenitu, ki ima v začetku deformacije AlN v trdni raz-

topini, le da je parabolični del sestavljen iz dveh delov, A in B dela. V delu B je poprava hitrejša, saj v njej raste deformacijski moment počasneje kot v periodi A. Analitično se to izraža v spremembi vrednosti konstant  $K_3$  in  $K_4$ . Proces dinamične poprave je hitrejši v jeklu, ki ima ob začetku deformacije AlN v izločkih, sproži pa se pri večji strižni napetosti. Na sliki 17 vidimo, da se začne dinamična poprava in se izvrši prehod iz faze A v fazo B pri tem manjši deformaciji, čim manjša je hitrost deformacije. To pomeni, da je proces dinamične poprave odvisen od dveh parametrov: od stopnje deformacije in od hitrosti deformacije.

Prisotnost izločkov AlN v avstenitu med deformacijo istočasno poveča deformacijsko utrditev in hitrost dinamične poprave. Upoštevati moramo, da ima jeklo z izločki AlN manjša kristalna zrna avstenita kot jeklo, ki je bilo brez izločkov v začetku deformacije (sl. 18 in 19). Večja utrditev tega jekla, ki se izraža v večjem deformacijskem mo-

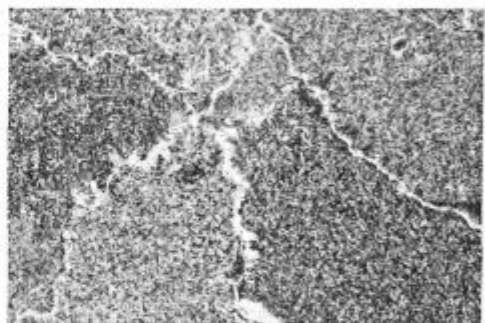


Slika 18

Pov. 50 ×. Jeklo A. Mikrostruktura po naslednji toplotni obdelavi: topilno ogrevanje 1 uro pri 1300 °C, gašenje, izločilno ogrevanje 2 uri pri 600 °C, gašenje, ogrevanje 5 minut pri 1000 °C in gašenje

Fig. 18

Mag. 50 x. Steel A. Microstructure after following thermal treatment: solution annealing 1<sup>h</sup> at 1300 °C, quenching, precipitation annealing 2<sup>h</sup> at 600 °C, quenching, 5 min. heating at 1000 °C and quenching



Slika 19

Pov. 50 ×. Jeklo A. Mikrostruktura po naslednji toplotni obdelavi: Ogrevanje 1 uro pri 1300 °C, ohladitev na 1000 °C, zadržanje 5 minut in gašenje

Fig. 19

Mag. 50 x. Steel A. Microstructure after following thermal treatment: solution annealing 1<sup>h</sup> at 1300 °C, direct cooling to 1000 °C, retaining 5 min. and quenching

mentu, nastaja zato, ker izločki AlN zavirajo gibanje dislokacij, pa tudi zato, ker finostruktura lahko vskladišči večjo deformacijo kot grobostruktura (17). Večja hitrost dinamične poprave v avstenitu z izločki je lahko rezultat učinka večje napetosti, finejših zrn in prisotnosti izločkov, vendar deleža posameznih dejavnikov ni mogoče ovrednotiti. Mehanizem, po katerem bi lahko izločki AlN pospeševali dinamično popravo, ni poznan, gotovo pa je njihov vpliv vsaj deloma indirektni in se kaže v večji utrditvi jekla. Večja energija kristalne mreže, katere znak je večji odpor jekla proti deformaciji, pospeši proces dinamične poprave zaradi večje koncentracije vrzeli v kristalni mreži. Lažje je razložiti učinek velikosti kristalnih zrn. rKistalne meje delujejo v procesu poprave kot neke vrste požiralniki dislokacij in točkastih napak. Čim večja je gostota kristalnih mej, tem večja je možnost, da se dislokacija in vrzel vanjo ujmeta, zato je poprava hitrejša. Dinamična poprava avstenita je termično aktiviran proces, zato je mogoče iz kinetičnih odvisnosti na sl. 16 izračunati aktivacijsko energijo (Q) za popravo pri naraščajoči strižni napetosti s pomočjo Arrheniusove odvisnosti. Merilo za hitrost poprave je naklon premic na sl. 16. Razmerje med hitrostjo poprave ( $p_1/p_2$ ) pri obeh temperaturah ( $T_1$  in  $T_2$ , °K) predstavlja naslednji analitski izraz, ki je razvit iz Arrheniusove odvisnosti:

$$\log p_1/p_2 = \frac{Q}{R} \left( \frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right)$$

Račun da za avstenit, ki je imel izločke v začetku deformacije, aktivacijsko energijo  $Q = 69$  kcal/mol, za avstenit brez izločkov v fazi A  $Q = 68,5$  kcal/mol, v fazi B pa  $Q = 50$  kcal/mol. Prvi dve vrednosti se zadovoljivo ujemata s podatki, katere literatura navaja za aktivacijsko energijo samodifuzije v avstenitu (18). To potrjuje, da kontrolira dinamično popravo avstenita z izločki in brez izločkov gibanje vrzeli. V avstenitu, ki je bil brez izločkov v začetku deformacije, je aktivacijska energija znatno manjša v fazi B. Domnevamo, da uktreza prehod med fazo A in fazo B v odvisnosti med trajanjem deformacije in utrditvijo začetku tvorbe izločkov AlN iz prenasičenega avstenita (19), verjetno nukleaciji precipitativ. Ni jasno, kako to začetno izločanje lahko pospeši dinamično popravo, posebno še zato, ker ni nobene bistvene spremembe v utrditvi v avstenitu in ker je aktivacijska energija bistveno manjša, kot v fazi A. Ne da bi poznali mehanizem interakcije, lahko ugotovimo, da z začetkom tvorbe izločkov AlN pride do bolj učinkovitega odstranjevanja deformacijske utrditve avstenita z dinamično popravo.

### 3.4 Deformacijska sposobnost avstenita

Vrtilni preizkus se je uveljavil kot zelo primeren za ovrednotenje deformacijske sposobnosti kovinskih materialov, zato smo ga uporabili, da bi

opredelili, kako vpliva razlika v obliki prisotnosti AlN v jeklu, izločki različne velikosti in trdna raztopina na deformacijsko odpornost avstenita.

Uvodni preizkusi so pokazali (20), da je ta metoda za ovrednotenje preoblikovalnosti jekla dovolj občutljiva, da pokaže razlike v predelovalnosti, ki so v istem jeklu v zvezi s stanjem AlN v avstenitu.

Deformacijske preizkuse smo napravili v intervalu temperature 950 do 1150° C z namenom, da bi zagotovili, da se ni bistveno spremenila velikost izločkov med kratkotrajnim ogrevanjem za deformacijo pri določeni temperaturi, ni pa mogoče seveda izključiti možnosti, da se velikost izločkov ni spremenila zaradi deformacije. Zaradi deformacije je prišlo do pospešene tvorbe AlN precipitativ iz prenasičenega avstenita, o čemer smo razpravljali v točki 3.2.

Iz jekla smo pripravili tri vrste vzorcev: ena vrsta vzorcev je bila ohlajena na temperaturo deformacije neposredno s temperature topilnega ogrevanja pri 1300° C, drugi dve vrsti pa sta bili po topilnem ogrevanju gašeni in 2 uri izločilno žarjeni pri 600 in 1000° C.

Po podatkih iz literature naj bi nastali pri nižji temperaturi izločki z velikostjo povprečno 50 Å, pri višji temperaturi pa izločki z velikostjo povprečno 200 Å (6). Meritve na posnetkih 6 in 8 kažejo povprečno velikost AlN izločkov 270 do 300 Å, kar se dobro ujema z literaturnim podatkom.

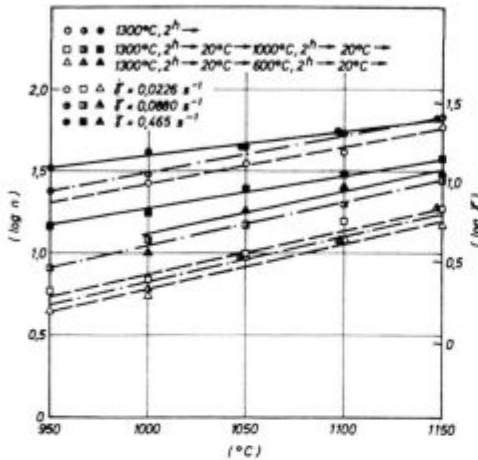
Iz povprečne velikosti (d) lahko na osnovi poznane količine AlN (f) izračunamo tudi medsebojno oddaljenost (l) izločkov po izrazu:

$$l = \frac{d}{2} \cdot \sqrt[3]{\frac{4}{3f}} \quad (21)$$

Če upoštevamo volumski delež AlN  $f = 0,08$  ter velikosti 50 in 200 Å, dobimo povprečno medsebojno oddaljenost izločkov 90 Å po izločilnem ogrevanju pri 600° C, po izločilnem ogrevanju pri 1000° C pa 370 Å. Preizkusi so bili opravljeni pri hitrosti deformacije 3,5 14 in 74 vrt./min. Večjih hitrosti nismo uporabljali zato, ker ni bilo mogoče grafično registrirati odvisnosti deformacija — odpornost proti deformaciji, manjših hitrosti pa nismo uporabili, da bi preizkusi ne trajali predolgo.

Slika 20 kaže, da narašča deformacijska sposobnost, oz. njej ustrežna strižna deformacija (27), eksponentialno z naraščanjem temperature, kar se ujema s podatki iz literature (18). Deformacijska sposobnost je tem večja, čim večja je hitrost deformacije, kar potrjuje literaturne navedbe (33). Največjo deformabilnost ima avstenit, ki je bil v začetku deformacije brez izločkov, ki je torej imel AlN v trdni raztopini; manjšo deformacijsko sposobnost ima jeklo, v katerem so pred začetkom deformacije izločki nastali pri izločilnem žarjenju pri 1000° C in končno ima najmanjšo deformabilnost avstenit z izločki, ki so nastali pri predhod-





Slika 20

Jeklo A. Vpliv temperature deformiranja na število vrtljajev ( $n$ ) oz. ustrezno strižno deformacijo ( $\gamma$ ) do preloma. Toplotne obdelave so navedene v sliki. Hitrosti deformacije ( $\dot{\gamma}$ ) 3,5; 14 in 74 vrt./min

Fig. 20

Steel A. Influence of deformation temperature on revolutions number ( $n$ ) and the corresponding shear deformation ( $\gamma$ ) till fracture. Thermal treatments are indicated in the figure. Deformation rates ( $\dot{\gamma}$ ) 3,5, 14, and 74 rev./min.

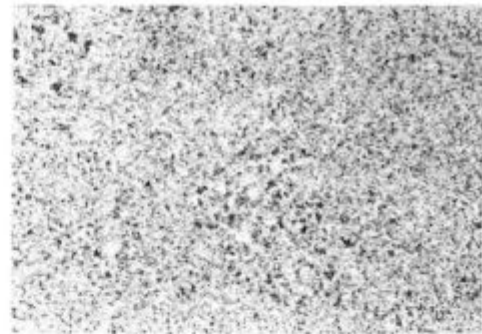
nem izločilnem žarjenju pri 600°C. Lahko torej ugotovimo, da nastajanje izločkov med deformacijo, v prejšnjih točkah smo razložili, kako deformacija pospeši nastanek nitrida, manj zmanjšuje deformacijsko sposobnost avstenita, kot prisotnost izločkov AlN v jeklu v začetku deformacije. Izločki zavirajo premikanje kristalne meje s silo  $P_1 = 3 f \cdot s/d$  (21). V izrazu so:  $f$  — volumski delež faze, ki tvori izločke,  $s$  — površinska napetost avstenita in  $d$  — povprečna velikost izločkov. Torej je nzavorna sila tem večja, čim več je faze, ki tvori izločke in čim manjši so izločki. Predpostavljamo lahko, da izločki s podobno silo zavirajo migracijo rekristalizacijske fronte, zato povečujejo utrditev avstenita ter zmanjšujejo njegovo deformabilnost. Boljšo preoblikovalnost jekla, ki je bila ob začetku deformacije brez izločkov, bi lahko raložili na dva načina: z manjšo količino AlN, ki nastane med deformacijo (glej točko 3.1), ali pa s predpostavko, da so večji izločki AlN, ki nastanejo med deformacijo.

Izločki niobijevega karbonitrida, ki nastanejo v deformiranem avstenitu, so manjši kot izločki, ki nastanejo pri isti temperaturi v rekristaliziranem avstenitu (17). Naše meritve izločkov so bile premalo sistematične, da bi opredelili, kako deformacija vpliva na velikost izločkov. Na osnovi prejšnjega vira pa sklepamo, da so ti izločki lahko samo manjši kot tisti, ki nastanejo med izločilnim ogrevanjem nedeformiranega jekla. Zato moremo boljšo preoblikovalnost razložiti najverjetneje s tem, da ima avstenit, ki je imel v začetku deformacije AlN v trdni raztopini, boljšo deformabilnost zato, ker je v njem manjši del teoretično možne količine AlN vezan v izločkih.

Rekristalizacija povzroča pospešeno izločanje. To povečuje gonilno silo za dinamično rekristalizacijo za delež  $P_2$ , ki se izračuna iz izraza  $P_2 = v RT \ln(c_1/c_2)$  (34). V izrazu pa so:  $v$  — število molov faze, ki se izloča na mol osnove,  $R$  — plinska konstanta,  $T$  — absolutna temperatura,  $c_1$  in  $c_2$  — koncentracija faze, ki se izloča v trdni raztopini pred rekristalizacijsko fronto in za njo.

Količina AlN je majhna, zato je tudi majhno povečanje gonilne sile za rekristalizacijo zaradi diskontinuirne precipitacije. Točen izračun pokaže, da je sila  $P_2$  za približno 2 reda velikosti manjša kot druge sile, ki oblikujejo gonilno silo za rekristalizacijo (35). Na osnovi tega domnevamo, da je dovoljeno zanemariti neposreden vpliv izločanja AlN na rekristalizacijo in deformabilnost avstenita.

V začetku deformacije je bila različna mikrostruktura avstenita v vzorcih različne vrste, oz. pravilneje povedano, je bila različna velikost avstenitnih zrn. Mikroskopska preiskava je pokazala, da pravzaprav ni razlike v velikosti zrn med obema vrstama vzorcev, ki sta bili pred deformacijo izločilno ogrevani. Pri 950°C so bila avstenitna zrna enakomerna in drobna (sl. 21), pri 1000°C se je v posameznih točkah začela rast zrn (sl. 18), pri 1150°C pa je bila večina avstenita iz dokaj velikih zrn (sl. 22).



Slika 21

Jeklo A. Pov. 50 ×. Mikrostruktura po naslednji toplotni obdelavi: 1 uro pri 1300°C, gašenje, izločilno ogrevanje 2 uri pri 600°C, 5 minut pri 950°C, gašenje

Fig. 21

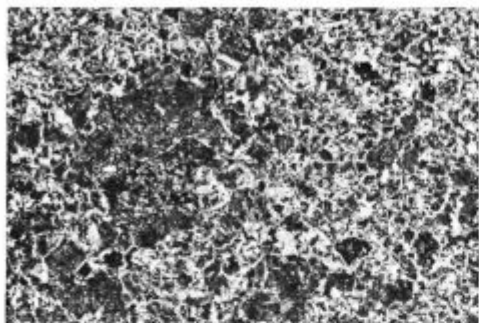
Mag. 50 x. Steel A. Same thermal treatment as in fig. 18. Final quenching temperature 950°C

Jeklo, ki je bilo ohlajeno s temperature topilnega ogrevanja 1300°C na temperaturo deformacije, je imelo mikrostrukturo iz grobih avstenitnih zrn (sl. 19) neodvisno od temperature deformacije.

Dinamična rekristalizacija med vrtilno deformacijo (16) poteka predvsem po kristalnih mejah (17). Torej poteka v večjem obsegu v fino zrnatem kot v grobo zrnatem avstenitu. Hipotetično jeklo brez izločkov AlN ima enako ali boljšo preoblikovalnost, če je bolj fino zrnato. Torej izločki AlN še bolj zmanjšajo deformacijsko sposobnost avstenita, kot kažejo naši preizkusi, med katerimi je

njihov učinek delno zmanjšala različna velikost avstenitnih zrn.

Povečana količina Al in N v jeklu je povezana z večjo občutljivostjo bram in ingotov za trganje površine pri začetku valjanja (22). Občutljivost za trganje bistveno zmanjšamo s tem, da ingote zalo-



Slika 22

Jeklo A. Pov. 50 ×. Ista toplotna obdelava kot vzorec na sl. 21, le da je bila temperatura končnega ogrevanja 1150 °C

Fig. 22

Mag. 50 x. Steel A. Same thermal treatment as in fig. 18. Final quenching temperature 1150 °C

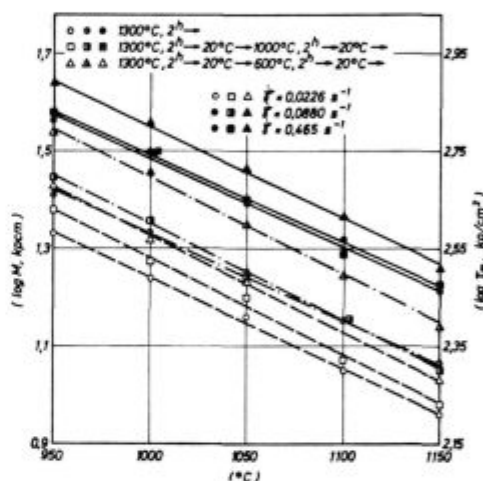
žimo v ogrevalno peč za valjanje, potem ko so se na površini ohladili do temperature, ki omogoča prekrizalizacijo avstenita v ferit. Gredice za trganje niso občutljive, čeprav imajo podobno količino Al in N kot ingoti. S povečano količino Al in N v jeklu je povezano tudi robno pokanje ingotov pri ohlajanju, ki je poznano pod nazivom »panel cracking«.

Različni avtorji povezujejo zmanjšano preoblikovalnost jekla s prisotnostjo AlN v deformiranem jeklu in z nastajanjem in raztapljanjem AlN med deformacijo (23, 24, 25). Tehnološke izkušnje kažejo, da raztapljanje AlN ne more biti vzrok za zmanjšano preoblikovalnost, ker se ta pojavlja pri padajoči temperaturi, ko se izločki tvorijo, ne pa topijo.

Rezultati naših preizkusov kažejo, da nastajanje izločkov ne zmanjša preoblikovalnosti, temveč jo celo povečuje v primerjavi z jeklom, ki ima že izločke. Dalje potrjujejo rezultati naših preizkusov, da prisotnost izločkov AlN zmanjšuje deformabilnost avstenita, vendar ostaja ta mnogo nad tistim nivojem, ki je potreben za uspešno valjanje. Dejstvo, da se raztrganine ne pojavljajo, če jeklo pred zakladanjem v peč ohladimo, da prekrizalizira in da gredice niso občutljive za trganje, četudi imajo podobno količino Al in N kot neprekrizalizirani ingoti, pove, da trganje površine ingotov ni neposredna posledica vpliva izločkov AlN. Ovrednotenje drugih možnih vplivnih parametrov kaže, da je najbolj verjeten vzrok za trganje površine indirektni vpliv Al in N. Najverjetneje povečana količina enega ali obeh elementov povzroča bolj neugodno krizalizacijo skorje ingotov, mogoče tanjšo globulitično skorjo. Med ogrevanjem pred va-

ljanjem se ta skorja stanjša ali odgori. Zato je izpostavljeno pri valjanju natezni obremenitvi jeklo v transkrizalizacijskem pasu. V tem pasu ležijo kristalne meje pravokotno na smer deformacije in slabo prenašajo natezno deformacijo (26). Zato prihaja do trganja površine, ki ga sprožijo ali olajšajo zajede škaže po kristalnih mejah ob površini valjanca. Če jeklo prekrizalizira, se odpravi krizalizacijska tekstura, predvsem neugodna usmerjenost kristalnih mej ob površini in občutljivost za trganje se bistveno zmanjša.

Na sliki 23 vidimo, da z naraščanjem temperature eksponencialno pada odpornost proti deformaciji, ki se izraža z maksimalnim momentom ali maksimalno strižno napetostjo. Največjo odpornost proti deformaciji ima pri enakih deformacijskih pogojih avstenit z drobnimi izločki AlN, ki so nastali pri 600 °C, sledi avstenit z izločki, ki so nastali pri 1000 °C in končno avstenit, ki je bil v začetku deformacije brez izločkov AlN.



Slika 23

Jeklo A. Vpliv temperature na deformacijsko odpornost, ki je izražena z maksimalnim deformacijskim momentom (M) oz. maksimalno strižno napetostjo ( $\tau_m$ ). Iste oznake in hitrosti deformacije kot na sl. 20

Fig. 23

Steel A. Influence of temperature on deformation resistance expressed as maximum deformation torque (M) or maximum shear stress ( $\tau_m$ ). Same marks and deformation rates as in fig. 20

Odvisnosti na sliki 23 lahko prikažemo z naslednjim analitičnim izrazom:

$$\tau_m = A \exp^{-Q/RT}$$

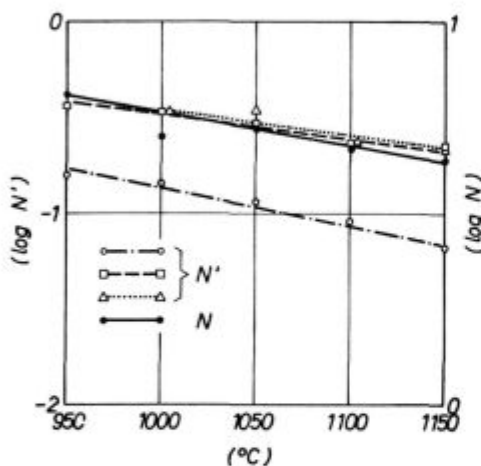
V njej so: A konstanta, Q navidezna aktivacijska energija za deformacijo, R plinska konstanta, T pa absolutna temperatura. Izrednotenje odvisnosti na sl. 23 pokaže aktivacijsko energijo  $Q = 72 \pm 2,5$  kcal/mol neodvisno od hitrosti deformacije in začetnega stanja avstenita. Ta energija se zadovoljivo ujema z aktivacijsko energijo za samodifuzijo v avstenitu (18) in kaže, da proces odprave deformacijskih napetosti ni odvisen od začetnega stanja avstenita, pač pa je odvisen od

vrzeli v avstenitu. Že prej smo opisali vpliv izločkov in njihovega nastanka na deformabilnost avstenita. Velja, da so po kriterijih, katere navaja literatura (21), po obeh izločilnih ogrevanjih precipitirati AlN in razdalja med njimi toliki, da pri deformaciji povečujejo gostoto dislokacij pri enaki deformaciji (glej točko razprave, ki obravnava dinamično popravo avstenita). S tem precipitirati sicer povečujejo gonilno silo za rekristalizacijo in odpravo deformacijskih napetosti, istočasno pa ovirajo ureditev dislokacij v mobilne dislokacijske fronte in premikanje teh front, tj. zavirajo dinamično rekristalizacijo. Zavorni vpliv izločkov je večji, zato ima avstenit z izločki AlN večjo odpornost proti deformaciji kot avstenit brez izločkov v začetku deformacije.

Deformacijska sposobnost in odpornost avstenita proti deformaciji raste z naraščanjem hitrosti deformacije. Analitično povezuje parametre: največjo strižno napetost ( $\tau_m$ ) (strižno napetost pri maksimalnem deformacijskem momentu v trenutku največje odpornosti avstenita proti deformaciji) ter hitrost deformacije ( $\dot{\gamma}$ ), znani izraz (18)  $\tau_m = K_s \dot{\gamma}^N$ . Eksponent N je enak za vse tri vrste začetnega stanja avstenita (sl. 24) in pada z naraščanjem temperature. Četudi namesto strižne napetosti  $\tau_m$  uporabimo modificirano strižno napetost  $\tau_m/G$  (G je strižni modul pri določeni temperaturi) (28), ne dobimo konstantne vrednosti za N.

Podobna analitična odvisnost  $\dot{\gamma}_p = K_e \dot{\gamma}^{N'}$  povezuje hitrost deformacije in deformacijo pri prelomu ( $\dot{\gamma}_p$ ). Koeficient N' je enak pri obeh izločilnih žarjenjih ter nekoliko manjši v avstenitu, ki je bil brez izločkov v začetku deformacije. V obeh primerih pa vrednost koeficienta N' pada s temperaturo, podobno kot velja za koeficient N.

Deformacija pri maksimalnem momentu ( $\dot{\gamma}_K$ ), to je deformacija tik pred začetkom dinamične



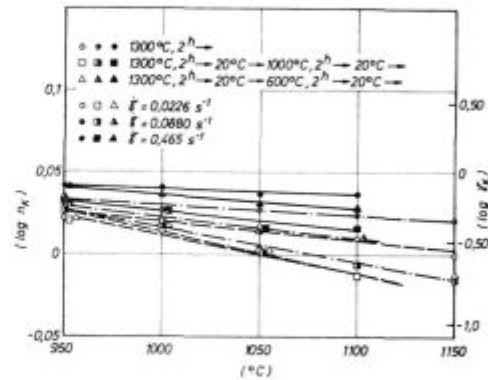
Slika 24

Jeklo A. Vpliv temperature deformiranja na velikost eksponentov N in N'. Oznake za N so enake kot na sl. 20

Fig. 24

Steel A. Influence of deformation temperature on the exponents N and N'. Same marks as in fig. 20

rekristalizacije, se zmanjšuje z naraščanjem temperature (sl. 25) in z zmanjšanjem hitrosti deformacije. Pri enakih pogojih deformacije je deformacija večja v jeklu, ki je bilo brez izločkov v začetku deformacije, in manjša v jeklu z izločki.



Slika 25

Jeklo A. Vpliv temperature deformacije na deformacijo izraženo v številu vrtljajev ( $n_x$ ) oz. strižni deformaciji ( $\gamma_s$ ) v trenutku začetka dinamične rekristalizacije avstenita po dosegu maksimalne odpornosti proti deformaciji

Fig. 25

Steel A. Influence of deformation temperature on deformation (expressed as revolutions number  $n_x$  and corresponding shear deformation  $\gamma_s$ ) at start of the austenite dynamical recrystallisation at maximum deformation resistance

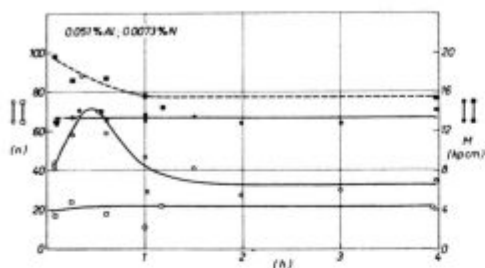
To pomeni, da prenese jeklo, ki je bilo brez izločkov v začetku deformacije, največjo deformacijo, preden se sproži proces dinamične rekristalizacije, najmanjšo pa avstenit, ki ima relativno največje izločke AlN. Kaže torej, da pri približno enaki količini AlN in približno enaki velikosti kristalnih zrn avstenit lahko prenese tem večjo deformacijo, preden se sproži dinamična rekristalizacija, čim bolj drobni so izločki AlN. To je razumljivo, saj smo že prej ugotovili, da predstavljajo izločki tem večjo oviro za dinamično rekristalizacijo avstenita, čim manjši so.

### 3.5 Vpliv izotermnega zadrževanja jekla pri 1000°C na deformabilnost avstenita

Podaljšanje izotermnega zadrževanja jekla, ki je bilo neposredno ohlajeno s topilne temperature, oz. po gašenju s topilne temperature ponovno ogreto na temperaturo deformacije, omogoča, da se izvrši precipitacija AlN. Hitrost te precipitacije pa je v obeh primerih zelo različna, kar se jasno vidi na sl. 4. To se odraža tudi v deformacijski sposobnosti avstenita (sl. 26).

V jeklu, ki je bilo ogreto na temperaturo deformacije 1000°C, po gašenju s topilne temperature doseže deformacijska sposobnost kmalu po začetku ogrevanja neko določeno vrednost, ki se ne spreminja, četudi podaljšamo ogrevanje do 4 ure. Velja torej, da se deformabilnost in odpornost proti

deformaciji spreminjata le, dokler nastaja AlN. Naraščanje velikosti izločkov AlN od povprečno 274 Å po 20-minutnem ogrevanju na povprečno 342 Å po 4-urnem ogrevanju (glej sl. 7 in 8) zaznavno ne spremeni preoblikovalnosti.



Slika 26

Jeklo F. Vpliv izotermnega zadržanja pred začetkom deformacije pri 1000 °C na deformacijo pri prelomu (n) in na odpornost proti deformaciji (M). Različna toplotna obdelava obeh vrst preiskušancev je označena v sliki

Fig. 26

Steel F. Influence of isothermal retaining prior to deformation at 1000 °C on deformation at fracture (n) and maximum deformation resistance (M). Different thermal treatments are indicated in the figure

Jeklo, ki je bilo ohlajeno s topilne temperature na isto temperaturo deformacije 1000 °C, ima v vsem intervalu zadrževanja večjo deformabilnost in manjšo deformacijsko odpornost. Eno in drugo se ujema s tem, kar smo dognali v prejšnji točki te razprave. Odvisnost, ki kaže spremembo deformacijske sposobnosti s časom zadrževanja pri 1000 °C, pa ni enostavna. Deformabilnost narašča, doseže maksimum, nato se zmanjšuje in po eni uri doseže neko konstantno vrednost, ki se praktično ne spremeni več do 4 ur zadržanja.

Z upoštevanjem kinetike izločanja, ki jo prikazuje sl. 4, lahko sklepamo, da je po eni uri zadrževanja nastalo v avstenitu toliko izločkov AlN, da se nadaljevanje izločanja ne odraža več zaznavno na deformabilnosti avstenita, mogoče zato, ker raste količina Al predvsem na račun večanja že obstoječih izločkov. S tem se njihov zavorni učinek na rekristalizacijo ne spreminja. Razlika v deformabilnosti in odpornosti proti deformaciji kaže, da so izločki, ki nastajajo pri neposredni ohladitvi s topilne temperature na temperaturo izločanja, večji kot izločki, ki nastanejo pri isti temperaturi v jeklu, ki je bilo na enako temperaturo izločanja ogreto po gašenju s topilne temperature. To potrjuje sklepanje iz prejšnjih delov te razprave.

Del odvisnosti, v katerem se deformabilnost zmanjšuje s podaljšanjem zadrževanja pred deformacijo, lahko s precejšnjo zanesljivostjo razložimo kot fazo, pri kateri naraščajoča količina izločkov AlN, ki so nastali pred začetkom deformacije, znižuje deformabilnost. Ta ugotovitev je v skladu z ugotovitvami v točki 3.4 te razprave.

Nekoliko presenetljiva, in zato tudi zaenkrat nerazložljiva, je začetna faza do maksimuma, ko

deformabilnost narašča s podaljšanjem zadrževanja pred začetkom deformacije. V tem delu je avstenit v začetku deformacije brez izločkov in prihaja do njihove tvorbe le zaradi deformacije. Zdi se torej, da nastajanje izločkov med deformacijo ali pa njihova rast od začetnih kali do izločkov velikosti, ki jih lahko določimo s kemično analizo, povečuje deformabilnost. Ta hipoteza je v nasprotju z vplivom izločkov, ki imajo zadostno velikost, da jih je mogoče identificirati, o čemer smo razpravljali v točki 3.4. Ne smemo pozabiti, da začetek precipitacije AlN iz avstenita povzroči pospešeno dinamično popravo avstenita. Velja torej, da ni jasna medsebojna odvisnost med deformabilnostjo avstenita in razpadom trdne raztopine AlN v avstenitu v fazi, ko s sedanjimi postopki kemične analize prisotnosti AlN izločkov ne moremo opredeliti. Ta pojav se kaže le pri torzijskem deformacijskem preizkusu in nima vpliva na dogajanja pri tehnoloških pogojih predelave jekel.

#### Viri:

1. F. Vodopivec in J. Megušar: Rudarsko-Metalurški Zbornik, 1964, št. 3, 297—303
2. F. Vodopivec, L. Kosec in A. Kveder: Rudarsko-Metalurški Zbornik, 1969, št. 1, 13—24
3. C. S. Darken, R. P. Smith in E. W. Filler: Journal of Metals, 12, 1951, št. 12, 1174—1179
4. M. Horgas, I. Bošnjak, Z. Horgas in F. Mujezinović: Poročilo Metalurškega inštituta Hasan Brkić, Zenica, 1975
5. M. Mayhofer: Berg und Hüttemännische Monatshefte 120, št. 7, 312—321
6. T. Gladmann, I. D. McIvor in F. B. Pickering: Journal of ISI 210, 1972, št. 5, 380—390
7. H. F. Beeghly: Anal. Chemistry 21, 1949, št. 12
8. F. Vodopivec, J. Arh in A. Osojnik: Rudarsko-Metalurški Zbornik, 1970, št. 4, 433—444
9. P. König, W. Scholz in H. Ulmer: A. Eisenhüttenwesen 32, 1961, št. 8, 541—556
10. K. J. Irvine, F. B. Pickering in T. Gladmann: JISI 205, 1967, št. 2, 161—182
11. F. Vodopivec in M. Gabrovšek: Härterei-Technische-Mitteilungen 31, 1976, št. 4, 183—186
12. F. Vodopivec: JISI 210, 1972, 664—665
13. T. Gladmann in F. B. Pickering: JISI 205, 1967, št. 6, 653—667
14. F. Vodopivec: Metals Technology 1, 1974, št. 3, 151—152
15. H. P. Stüwe: ISI Publication 108, 1968, 1—6
16. R. A. P. Djajić in J. J. Jonas: JISI 210, 1972, 256—261
17. A. Le Bon, J. Rofes Vernis in C. Rossard: Mem. Scient. Rev. Metallurgie 70, 1973, št. 7/8, 577—588
18. H. J. McQueen: Journal of Metals 28, 1968, št. 4, 31—38
19. F. Vodopivec: Journal of Material Science 10, 1975, 1082—1083
20. F. Vodopivec: Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, št. 41/1971
21. U. Köster: Recrystallisation of metallic materials, dr. Riederer Verlag, Stuttgart, 1971, 215—255
22. J. Arh in F. Vodopivec: Železarski Zbornik 4, 1970, št. 4, 259—264
23. W. Dahl in H. Hengstenberg: A. Eisenhüttenwesen 34, 1964, 1123—1132

24. P. Opel in S. Wagner: A. Eisenhüttenwesen 34, 1964, 1133—1141
25. P. Portevin: Thèse, Université de Paris, 1962
26. F. Vodopivec in M. Torkar: Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, št. 494/1976
27. Y. Ohtakawa, T. Nakamura in S. Sakui: Transactions ISIJ 12, 1972, 207—216
28. Y. Ohtakawa, T. Nakamura in S. Sakui: Transactions ISIJ 12, 1972, 36—44
29. H. Hasebe: Tetsu-to-Hagane Overseas 3, št. 3, 1963, 205 do 213
30. I. Kubik, A. Legat in R. Mitsche: Radex-Rundschau, 1961, št. 6, 739—754
31. A. Kveder: Zelezarski Zbornik 4, 1970, št. 4, 167—178
32. F. A. Hultgren: Blast Furnace and Steel Plant 56, 1958, št. 2, 149—156
33. F. E. White in C. Rossard: ISI Publication 108, 14—20
34. E. Hornbogen: Praktische Metallographie 7, 1970, 349 do 360
35. F. Vodopivec: Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani št. 185/1974

## ZUSAMMENFASSUNG

Beim Erwärmen von Stahl vor der Warmverformung wird ein grosser Teil des AlN im Austenit gelöst. Beim Abkühlen scheidet es aus der harten Lösung mit einer grossen Hysterese als Folge der langsamen Keimbildung. Die Bildung von AlN ist langsam auch bei langsamer Abkühlung im Ofen. Viel schneller ist die Bildung von AlN im Stahl, welcher aus der Lösungstemperatur auf die Zimmertemperatur abgekühlt und danach wieder auf die Ausscheidungstemperatur erwärmt worden ist. Bei der Warmverformung des Stahles durch das Walzen steigt die Menge von AlN im Stahl sprunghaft und wenn dann die Folgen der Warmverformung im Austenit entfernt sind, verläuft die weitere Bildung von AlN gleich im verformten wie auch in unverformtem Stahl. Die Menge an AlN welche bei der einmaligen Warmverformung des Stahles durch das Walzen entsteht, ist verhältnismässig klein. Eine Verdrehungsbeanspruchung beschleunigt die Bildung von AlN, wobei die Verformungsmenge und die Verformungsgeschwindigkeit ohne wesentlichen Einfluss sind. Die Temperatur der Verdrehungsbeanspruchung beeinflusst die AlN Menge, welche bei dieser Verformung entsteht nur unwesentlich. Die dynamische Austeniterholung, die bei der Verdrehungsbeanspruchung vor dem Anfang der dynamischen Rekristallisation verläuft, ist langsamer, und wird bei einer kleiner Schubspannung im Austenit ausgelöst, in welchem vor der Verformung AlN in fester Lösung ist, als im Austenit, in welchem AlN fein ausgeschieden ist. Die

Aktivierungsenergie für die dynamische Erholung beträgt 69 kcal/Mol, abgesehen davon, ob AlN im Austenit vor dem Beginn der Verformung ausgeschieden oder in fester Lösung war.

Die Verformungsfähigkeit des Austenites ist grösser und der Verformungswiderstand kleiner wenn am Anfang der Verformung AlN im Austenit in fester Lösung und nicht ausgeschieden ist. Die AlN Ausscheidungen vergrössern den Verformungswiderstand des Austenites und vermeiden die Verformungsfähigkeit um so mehr je kleiner sie sind. Die Aktivierungsenergie für die stationäre Verdrehverformung des Austenites ist unabhängig von der Form des anwesenden AlN im Stahl und beträgt 72,5 kcal/mol. Das bedeutet, dass es in der Phase der dynamischen Rekristallisation, wie in der Phase der dynamischen Erholung der Diffusionsfähigkeit der Gitterlücken im Austenit den Erweichungsprozess des Stahles regelt.

Die Verformungsfähigkeit und die Bruchverformung steigen ähnlich mit der Zunahme der Verformungsgeschwindigkeit. Ungeachtet den Einfluss des AlN, behält der Austenit eine genügende Plastizität. Die Behauptung, dass es beim Walzen der beruhigten Stähle infolge des unmittelbaren Einflusses von AlN auf die Verformbarkeit des Stahles zum Reißen der Blockoberfläche kommt, ist deshalb nicht berechtigt.

## SUMMARY

During soaking of steel the majority of AlN is brought in solid solution in austenite. During cooling AlN precipitates from austenite with one considerable hysteresis because of slow nucleation. AlN precipitation is slow also during furnace cooling of steel. Much higher is the precipitation rate in steel cooled from solution to ambient temperature and reheated to precipitation temperature. At rolling deformation one step like increase in AlN content in steel takes place, but when strain consequences are eliminated from steel precipitation rate is the same in deformed and in undeformed steel. The quantity of AlN formed at one step rolling deformation of steel is relatively small. Torsional deformation enhances AlN formation, deformation rate and quantity are without important influence on AlN precipitation. Temperature of torsional deformation is without discernible influence of AlN quantity precipitated at equal deformation. Dynamical recovery before dynamical recrystallisation is slower and starts at smaller shear stress in austenite with AlN in solid solution at deformation start than in austenite with

AlN in precipitates. Activation energy for deformation is 69 Kcal/mole independently of the form of presence of AlN in steel at deformation start, solid solution in austenite or precipitates.

Austenite deformability is higher and resistance to deformation lower if AlN is in solid solution in austenite at deformation start than if AlN is in precipitates. These decrease austenite deformability and increase its deformation resistance the more, the smaller is their size. Activation energy for stationary torsional deformation of austenite is 72,5 kcal/mole and it is independent from the form of presence of AlN in steel. Consequently vacancy diffusion is controlling the steel softening during dynamical recovery and dynamical recrystallisation. Deformability and fracture deformation increase in similar way with the increasing strain rate. In spite of AlN influence austenite deformability remains high and therefore surface tearing of Al killed steels ingots could not be attributed to direct influence of AlN on steel deformability.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При нагреве стали до горячей обработки большая часть ААН растворяется в аустените. При охлаждении выделяется из твердого раствора с большим гистерезисом как следствие медленной нуклеации. Медленное образование ААН наступает также при медленном охлаждении в печи. Образование ААН в стали происходит гораздо быстрее при охлаждении нагретой стали на компактную т-ру с последующим вторичном нагреве до т-ры выделения. При деформации стали прокаткой количество ААН резко увеличивается, но когда вследствие деформации из аустенита элиминированы, образование ААН продолжается одинаково без изменения в деформированной как и при недеформированной стали. Количество ААН, которое образуется при однократной горячей деформации стали при прокатки сравнительно незначительно. Деформация при кручении ускоряет образование ААН, причем объем деформации и ее быстрота не оказывают существенного влияния. При деформации кручением т-ра весьма незначительно влияет на количество ААН, которое получается при одинаковой деформации. Динамическое улучшение аустенита, которое наступает при деформации кручением до начала динамической рекристаллизации более медленная и возникает при незначительном напряжении на сдвиг в аустените, в котором ААН уже до

деформации в твердом растворе, в сравнении с аустенитом в котором ААН в мелких выделениях. Энергия активации для динамического улучшения составляет 69 ккал/моль несмотря на то, находился ли ААН в аустените до начала деформации в форме выделений или в твердом растворе.

Способность аустенита к деформации лучше а сопротивление меньше, если при начале процесса преобразования ААН в аустените в твердом растворе а не в форме выделений.

Выделения тем более повышают сопротивление к деформации аустенита и уменьшают его деформируемость, чем они меньше. Энергия активации при стационарной деформации аустенита кручением независима от способа наличия ААН в стали и составляет 72,5 ккал/моль. Это указывает, что процесс размягчения стали контролирует вакансии в решетке аустенита не только в фазе динамической рекристаллизации, но также в фазе динамического улучшения. Способность к деформации и деформация при разрыве повышаются таким же образом при повышении быстроты преобразования. Несмотря на влияние ААН, сохраняет аустенит довольно высокую пластичность и, поэтому, мнение, что при прокатки успокоенной стали образуются трещины на поверхности проката, неоснованно.