

# O nastanku krogljčastih in prozornih vključkov aluminijevega oksida v jeklih

UDK: 620.186.14  
ASM/SLA: M21c, 9—69

F. Vodopivec, B. Koroušič, B. Ralič in J. Arh

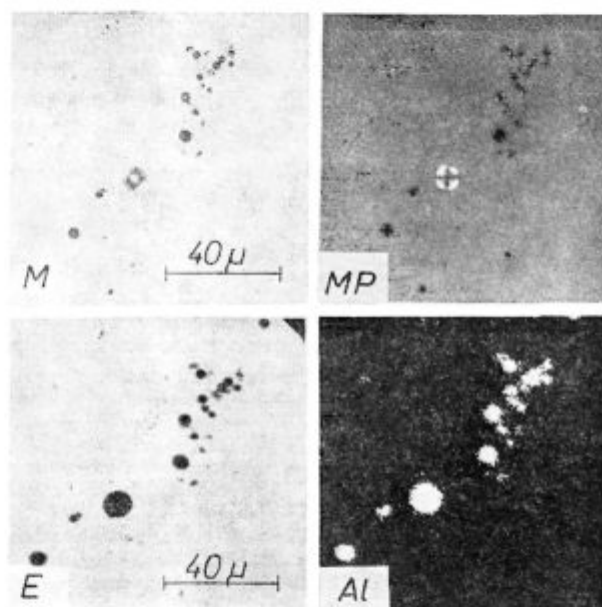
*Kratek pregled literature. Opis oblike vključkov na osnovi opazovanj v optičnem in raster mikroskopu. Sestava vključkov in jekel v katerih so nastali. Razprava o pogojih za nastanek vključkov in njihovo ohranitev v jeklu.*

Krogljčaste vključke s premerom do  $2\ \mu\text{m}$  sta opazila Plöckinger in Wahlster v ostanku kisle raztopitve jekel, pomirjenih z aluminijem (1), krogljčaste vključke aluminijevega oksida so opazili tudi Ooi, Sekine in Kasai (2). Pred nekaj časa smo opazili krogljčaste vključke na metalografskih obruskah jekel, ki so kristalizirala v laboratorijski kokili po desoksidaciji z aluminijem (3,4). Steinmetz in Lindenberg sta ugotovila (5), da med desoksidacijo mirujoče taline čistega železa z aluminijem nastajajo krogljčasti vključki z reakcijo med kisikom v raztopini v talini in dodanim aluminijem (5). Ko se podaljša čas reakcije, nastajajo vključki z dendritno obliko in končno se ti razvijajo v zrnate vključke, kakršne najdemo normalno v jeklih, dezoksidiranih z aluminijem.

Izvršili smo nekatere raziskave z namenom, da opredelimo pogoje, v katerih se lahko v jeklu razvijajo krogljčasti vključki aluminijevega oksida. Vzorce za preiskave smo vzeli iz jeklene taline po različnih tehnoloških posegih, npr.: pihanje kisika in dodatek desoksidantov. Če jeklo ni bilo predhodno dezoksidirano z aluminijem, smo desoksidacijo s tem elementom izvršili v laboratorijski kokili, v katero smo vlili vzorce za preiskave in analize. V tabeli 1 je sestava vseh preiskanih jekel. Količina prostega kisika je bila izračunana s predpostavko, da je bila talina brez aluminija, ta je bil dodan v laboratorijsko kokilo, in pri  $1600^\circ\text{C}$  v ravnotežju z vsebino ogljika in silicija, kolikor je teh elementov pokazala kemijska analiza strjenega jekla.

Metalografske preiskave so pokazale različne vrste oksidnih vključkov v jeklih: krogljčaste vključke manganovega alumosilikata; krogljčaste vključke kalcij-aluminijevih silikatov, vključke kalcijevega aluminata, galaksitne vključke, zrnate vključke aluminijevega oksida in krogljčaste in prozorne vključke s premerom do ca.  $20\ \mu\text{m}$  (sl. 1 in 2). Ti vključki so pokazali pri mikroskopiranju v polarizirani svetlobi križ, ki je značilen za silikatne vključke. Opazovanje jedkanih površin obruskov v raster elektronskem mikroskopu je

pokazalo, da je bila površina krogljčastih vključkov gle v posamičnih primerih popolnoma gladka. Često so iz površine rastle zaobljene protuberance, krogljčasti vključki pa so bili povezani v pare in v večje sprege (sl. 3, 4, 5, 6 in 7).



Slika 1

Mikroposnetek v navadni (M) in polarizirani svetlobi pod navzkrižnimi nikoli (MP), elektronski posnetek sestave (E) in specifični X posnetek za Al (Al). Različno veliki prozorni in prosojni krogljčasti vključki aluminijevega oksida. Jeklo 2.

Fig. 1

Microphotograph in ordinary (M) and polarized light under crossed nicols (MP), electron picture (E) and specific X-ray picture for Al (Al). Transparent and translucent spheroidal inclusions of aluminium oxide of various sizes. Steel 2.

Analiza v elektronskem mikroanalizatorju je pokazala, da so krogljčasti vključki brez silicija, kalcija, mangana, žvepla in drugih elementov ter da je v njih največ  $0,1\ \%$  železa. Analiza je bila izvršena s snopom s premerom pod  $1\ \mu\text{m}$  in z energijo  $15\ \text{kV}$ . Kljub temu je lahko majhna količina železa posledica analitske napake zaradi fluorescence matriksa med analizo v elektronskem mikroanalizatorju. Zato je mogoče iz analize sklepati, da so krogljčasti vključki čisti aluminijev oksid. Ni bilo preverjeno, ali je to oksid tipa  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ali kak drug aluminijev oksid. Iz podatkov v tabe-

li 1 je mogoče sklepati, da na nastanek krogljičastih in prozornih vključkov aluminijevega oksida ne vpliva prisotnost različne količine ogljika, silicija, mangana in različnih nečistoč v jekleni talini. Tudi nima vpliva prisotnost drugih vrst vključkov v jekleni kopeli, na primer silikatov, aluminatov ali zrnatih vključkov  $Al_2O_3$ . Vključki nastajajo v širokem intervalu koncentracije kisika v talini in pri zelo različnih dodatkih aluminija za desoksidacijo jeklene taline.

To je nekoliko v protislovju s podatkom iz reference 5, da nastajajo krogljičasti vključki aluminijevega oksida le pri določeni količini kisika, raztopljenega v jekleni talini. To nesoglasje je najverjetneje posledica razlike v kristalizaciji jekla. Kristalizacija se je izvršila pri preiskusih, opisanih v referenci 5, zelo počasi, v našem primeru pa so se jekla zelo hitro strdila.

V paralelnih vzorcih jekla, ki niso bili desoksidirani v laboratorijski kokili, smo opazili le vključke brez aluminijevega oksida in zrnate vključke tega oksida. V vzorcih, ki so bili vzeti po desoksidaciji jekla iz ponovce, smo našli pretežno zrnate vključke aluminijevega oksida, posamične

in zelo redke krogljičaste vključke aluminijevega oksida in nobenih prozornih vključkov tega oksida. Enako velja za vzorce jekla, ki so bili odrezani od blokov istih jekel.

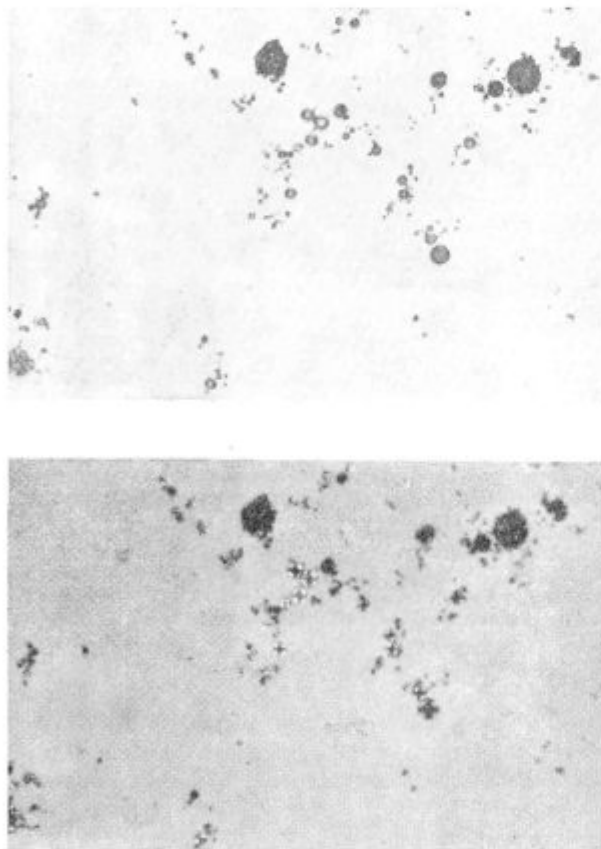
Metalografska preiskava ni pokazala nobenih posebnih značilnosti v porazdelitvi krogljičastih vključkov aluminijevega oksida, često pa so bili zbrani v gruče. V krogljičastih in prozornih vključkih nismo nikdar opazili zrastkov drugih oksidov, ki so bili sicer prisotni v jeklu kot samostojni vključki. Kaže torej, da nastanejo krogljičasti in prozorni vključki aluminijevega oksida z reakcijo med kisikom, ki je raztopljen v jekleni talini in aluminijem, ki je bil dodan za dezoksidacijo, kot navaja vir 5, in ne z redukcijo drugih oksidov, prisotnih v talini pred dodatkom aluminija. Lahko torej sklepamo, da v ravnotežnih pogojih nastajajo krogljičasti vključki pri določenem potencialu kisika v jekleni talini, pri intenzivni desoksidaciji, ki se izvrši v laboratorijski kokili, pa predstavlja krogljičasti vključki prvo stopnjo reakcije med kisikom raztopljenim v talini, in aluminijem, ki je bil dodan za dezoksidacijo ter zato njihov nastanek ni pogojen z določeno aktivnostjo kisika v talini.

## SKLEP

V jeklih, ki so bila desoksidirana z aluminijem in hitro strjena v laboratorijski kokili, smo opazili krogljičaste in prozorne vključke aluminijevega oksida, ki so na metalografskih obruskih zelo podobni prozornim silikatnim vključkom. Na nastanek krogljičastih in prozornih vključkov aluminijevega oksida ne vpliva prisotnost drugih vrst oksidnih vključkov v jeklu ter različna množina ogljika, silicija in mangana in nečistost v jekleni talini. Vključki nastanejo v širokem intervalu koncentracije kisika in v širokem intervalu količine aluminija, ki je bil dodan za dezoksidacijo jeklene taline. Na osnovi sedanjih spoznanj sklepamo, da nastajajo vključki v začetku intenzivne dezoksidacijske reakcije med kisikom, ki je raztopljen v jekleni talini, in aluminijem, ki je bil dodan za dezoksidacijo.

## Viri

1. E. Plöckinger in M. Wahlster: *Stahl und Eisen* 80, 1960, 639—
2. H. Ooi, T. Sekine in G. Kasai: *Trans. ISIJ* 15, 1975, 371—379
3. F. Vodopivec in B. Ralić: *Zelezarski Zbornik* 6, 1972, št. 4, 215—229
4. F. Vodopivec, J. Arh in B. Ralić: *Zelezarski Zbornik* 9, 1975, št. 3, 167—179
5. E. Steimetz in H. U. Lindenberg: *Archiv Eisenhüttenwesen* 47, 1976, april, 199—204

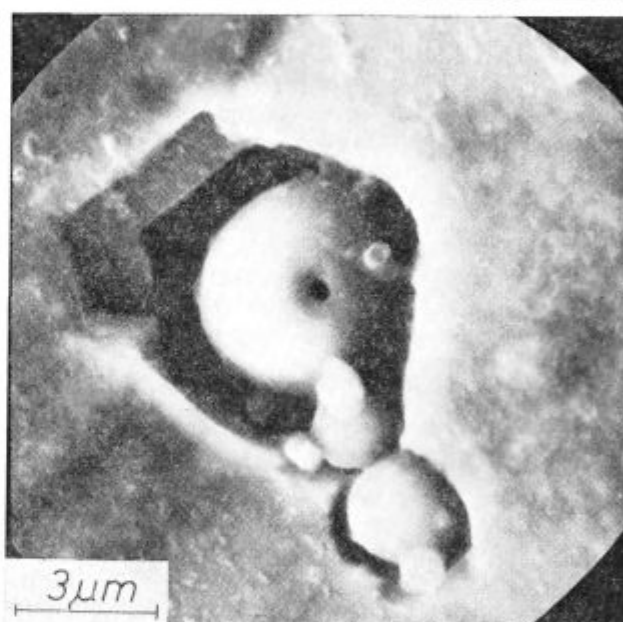
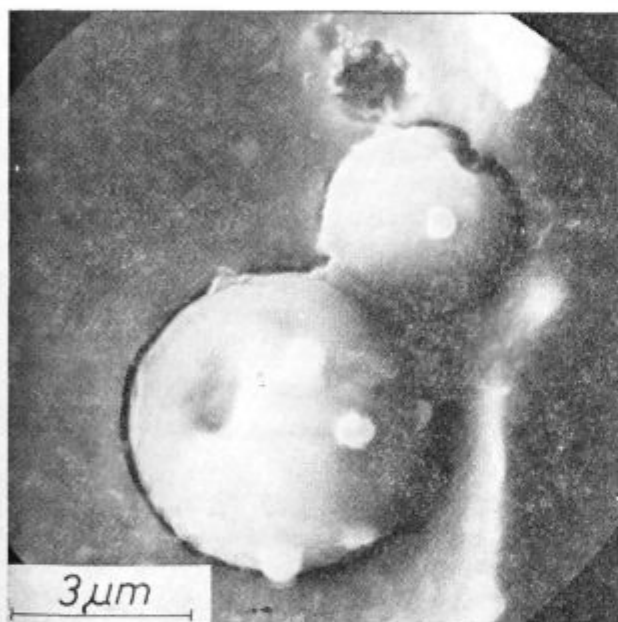
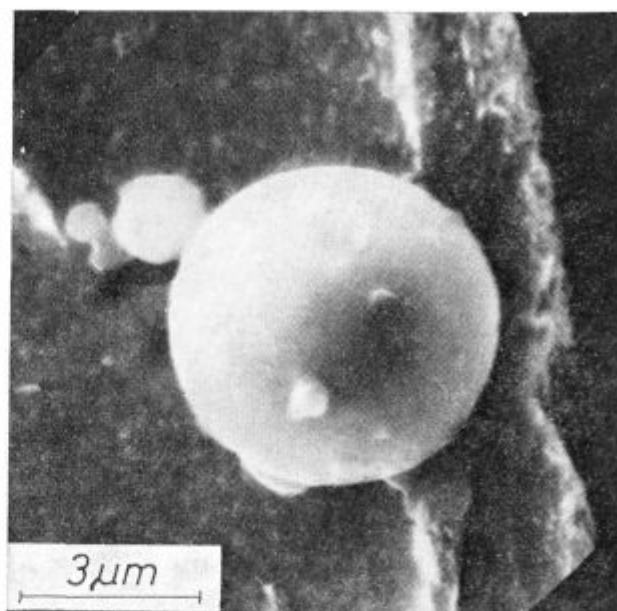
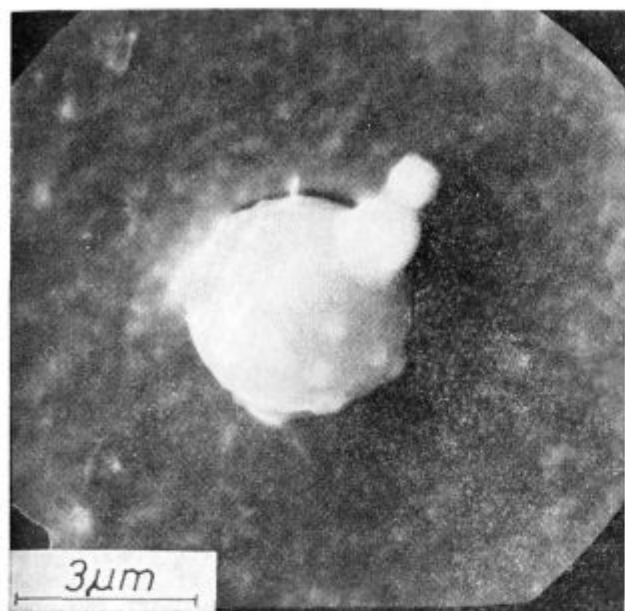


Slika 2

Mikrosposnetki v navadni in polarizirani svetlobi pod navzkrižnimi nikoli, krogljičasti vključki aluminijevega oksida in vključki galaksita.

Fig. 2

Microphotographs in ordinary and polarized light under crossed nicols, spheroidal inclusions of aluminium oxide and galaxite inclusions.



Slika 3, 4, 5, 6 in 7  
Posnetki krogličastih vključkov aluminijevega oksida v  
raster mikroskopu.

Fig. 3, 4, 5, 6 and 7  
Pictures of spheroidal inclusions of aluminium oxide in  
the scanning microscope.

Tabela: Sestava jekel v %

	C	Si	Mn	O <sup>1</sup>	O <sup>2</sup>	Al <sup>3</sup>	Vključki
1	0,06	0,19	0,21	0,049	0,0114	0,057	A
2	0,13	0,28	1,41	0,032	0,0069	0,18	B
3	0,15	0,35	1,12	0,015	0,0069	0,034	C, D
4	0,62	0,26	0,59	0,031	0,0091	0,14	A, D
5	0,04	0	0,28	0,072	0,0506	0,12	B, C, D
6	0,12	0	0,15	0,065	0,017	0,06	D
7	0,16	0,38	1,16	0,047	0,0067	0,06	B, C
8	0,06	0,27	0,45	0,053	0,009	0,24	D
9	0,12	0,22	1,13	0,015	0,0072	0,055	A, C, D
10	0,71	0,34	0,49	0,029	0,003	0,24	C, D
11	0,16	0,38	1,16	0,009	0,0067	0,076	A, C, D
12	0,05	0	0,22	0,072	0,0405	0,26	B, C

1. Skupna količina kisika v jeklu

2. Izračunana količina kisika, ki je pri 1600 °C v ravnotežju z ogljikom in silicijem v jekleni talini

3. Kislinotopen aluminij (dodan za dezoksidacijo jekla v laboratorijski kokilici)

4. Vključki v jeklu poleg krogličastih in prozornih vključkov aluminijevega oksida

A — zrnati vključki aluminijevega oksida, B — galaksit, C — krogličast kalcijev aluminat, D — krogličast kalcij-aluminijev silikat

## ZUSAMMENFASSUNG

Die Untersuchungen an einem mit Aluminium vollberuhigten und in der Probeentnahmekokille schnellerstarrenden Stahl zeigten das Vorhandensein kugelig und durchsichtiger Einschlüsse, deren Elektronenmikroanalyse nicht anderes als nur Aluminiumoxyd ergab. Die Einschlüsse sind in Stählen mit verschiedenen Gehalten an Kohlenstoff, Silizium, Mangan und anderen Begleitelementen entstanden, bei verschiedenem Aluminiumzusatz für die Desoxydation und bei verschiedenem Sauerstoffgehalt, welches zur Zeit der Desoxydation in der Stahlschmelze gelöst war. Solche Einschlüsse sind auch in der Stahlschmelze entstanden in welcher schon früher andere Sor-

ten oxydischer Einschlüsse, so wie auch körnige Aluminiumoxydeinschlüsse anwesend waren.

Die Untersuchungen im Rastermikroskop ergaben, dass die Oberfläche dieser Einschlüsse nicht glatt ist sondern, dass aus der Oberfläche abgerundete Protuberanzen heraus wachsen. Die Beobachtungen zeigten, dass diese Einschlüsse wahrscheinlich am Anfang der intensiven Desoxydationsreaktion zwischen dem in der Schmelze gelöstem Sauerstoff und dem Aluminium, welcher zur Desoxydation zugegeben worden ist entstanden sind und sind im Stahl wegen der grossen Abkühlgeschwindigkeit desselben in der Probeentnahmekokille erhalten geblieben.

## SUMMARY

Investigations of steel deoxidized by aluminium and rapidly cooled in a laboratory mould revealed spheroidal and transparent inclusions which composition determined by electron microanalyzer was only aluminium oxide. The inclusions were formed in steel with various contents of carbon, silicon, manganese and impurities, at various additions of deoxidizing aluminium and various contents of dissolved oxygen in the melts. Such inclusions were

formed also in steel melts containing other oxide inclusions and also grained inclusions of aluminium oxide. Investigation by scanning microscope revealed that surface of inclusions is not smooth but rounded protuberances grow out of it. Observations show that inclusions were probably formed in the initial stages of intensive deoxidizing reaction between the aluminium and the dissolved oxygen in the melt, and they were preserved in steel due to rapid cooling in the laboratory mould.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследования показали, что стали, предварительно раскисленные с алюминием и быстро отвержденные в лабораторных изложницах содержат шаровидные и прозрачные включения. Анализ этих включений, выполненный с электронным микроанализатором указал, что эти включения составляют только чистую окись алюминия. Образование этих включений происходит в сталях с различным содержанием углерода, кремния, марганца и примесей, также при различной прибавке алюминия для раскисления и при различном содержании кислорода, который был растворен в расплаве стали во время раскисления. Такие включения обра-

зовались также в расплаве стали, который уже содержал включения окисей других видов, а также зернистые включения окиси алюминия. Исследования с раствором микроскопом показали, что поверхность включений не гладкая: на поверхности прорастания закрученных протуберанцев.

Исследования также показали, что включения возможно образовались в начале интенсивной реакции раскисления между алюминием и кислородом в растворе расплава стали, и сохранились в стали вследствие быстрого отверждения в лабораторных изложницах.