

# Afinacija kontinuirno vlitega cementacijskega jekla Č 4320 z niobijem in vanadijem

UDK: 621.746.047:669.14.018.298  
ASM/SLA: D9-q, Ay-b, V, Nb

F. Vodopivec, F. Vizjak, S. Senčič, G. Manojlovič in D. Gnidovec

## II. DEL: IZDELAVA IN PREISKAVA INDUSTRIJSKEGA JEKLA

### 1. PROGRAM DELA

Za delo je bil določen naslednji program:

— izdelava preizkusne šarže cementacijskega jekla Č 4320 z najmanj 0,02 % Nb;

— kontrola ponašanja jekla pri ulivanju, da bi ugotovili, ali dodatek niobija zaznavno vpliva na livnost in druge za ulivanje pomembne lastnosti jeklene taline;

— preiskava litih gredic; naš namen je bil oceniti, ali niobij vpliva na kristalizacijsko strukturo jekla;

— valjanje jekla in opredelitev vpliva začetne in končne temperature valjanja;  
— mehanske preiskave jekla,  
— mikrostrukturne preiskave jekla s posebnim poudarkom na velikosti in stabilnosti avstenitnih zrn.

V tabeli 1 je prikazana sestava preizkusne šarže in sestava dveh jekel istega tipa, ki sta bili izdelani v različnih železarnah in uporabljeni za primerjavo. V obeh primerjalnih jeklih najdemo kot afinator topni aluminij. V vseh jeklih najdemo tudi vanadij, vendar v premajhni količini, da bi lahko učinkovito deloval kot afinator.

Tabela 1: Sestava jekel

Jeklo	Element v %									
	C	Mn	Si	Cr	S	P	Al	N	Nb	V
A	0,14	1,0	0,26	0,85	0,019	0,015	0,002	0,0078	0,02	0,03
B	0,14	1,05	0,28	0,84	0,007	0,014	0,028	0,015	pod 0,005	0,009
C	0,15	1,19	0,33	0,97	0,016	0,027	0,036	0,012	0,005	0,02

A je preizkusno jeklo, izdelano in konti ulito v železarni Štore (šarža 7145 iz leta 1978)  
B in C sta primerjalni elektrojekli iz dveh različnih železarn

V programu dela je bilo predvideno, da bomo izdelali več industrijskih šarž in tako opredelili najmanjši za učinkovito afinacijo potrebni dodatek niobija. Vendar se je to pokazalo kot nepotrebno in ulita je bila samo ena šarža, izsledki s te šarže in laboratorijskega dela namreč omogočajo, da z gotovostjo opredelimo spodnji učinkoviti dodatek niobija.

## 2. REZULTATI

### 2.1 Izdelava in ulivanje jekla

Jeklo Č 4320 je bilo izdelano po standardnem postopku, ki je vpeljan v železarni Štore. Niobij je bil dodan v obliki zlitine niobij tantal s 60 % Nb v ponovco. V jeklu najdemo skoraj ves dodani niobij.

Opazovanja pri ulivanju jekla niso pokazala nobenih anormalnosti v primerjavi z jekli enake vrste.

### 2.2 Kristalizacijska struktura jekla

Iz dveh žil sta bili izrezani ploščici, na njih pripravljene Baumannovi odtisi in izvršeno globoko jedkanje. Primerjava enega in drugega s kristalizacijsko strukturo iste vrste jekla, ki je bilo tudi izdelano in ulito v Štore,<sup>9</sup> ne pokaže opaznih razlik.

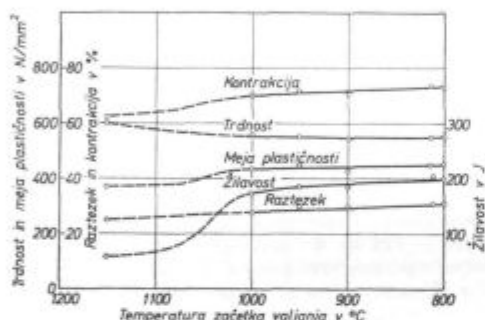
### 2.3 Valjanje jekla

Pred valjanjem so bile gredice ogrete na temperaturo 1150 °C. Temperatura valjanja je bila izmerjena po prvem vtiku. S tem so se zmanjšale napake zaradi zaškajane površine. Začetna temperatura valjanja je bila med 1150 °C (to je normalna

temperatura začetka valjanja) in 800 °C. Končna temperatura valjanja med 980 in 800 °C je bila izmerjena po zadnjem vtiku. Enaka začetna in končna temperatura valjanja 800 °C pomeni, da nadomesti toplota, ustvarjena z energično redukcijo med valjanjem, izgubo zaradi ohlajanja jekla, če je začetna temperatura valjanja zadosti nizka. Med valjanjem ni bilo posebnosti.

### 2.4 Mehanske preiskave jekla

Jeklo je bilo preiskano v valjanem in normaliziranem stanju. Na sliki 1 so prikazane odvisnosti med temperaturo začetka valjanja in mejo plastičnosti, trdnostjo, raztezkom, kontrakcijo in žilavostjo jekla. Na sliki 2 so prikazane iste lastnosti v odvisnosti od temperature konca valjanja. V obeh primerih se pokaže, da v valjanem stanju visoka temperatura začetka in konca valjanja nekoliko povečuje trdnost in zmanjša vse druge lastnosti, še posebej žilavost. Razlago za to gre iskati v mikrostrukturi, o kateri bomo razpravljali kasneje.

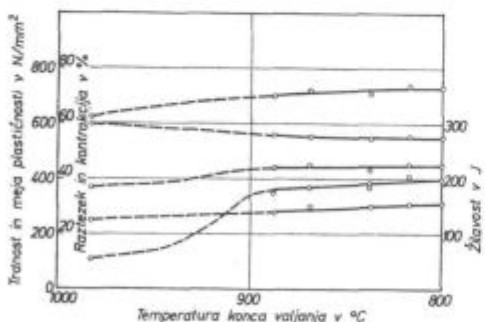


Slika 1

Jeklo A. Odvisnost med temperaturo začetka valjanja in mehanskimi lastnostmi jekla v valjanem stanju

Fig. 1

Steel A. Relationship between the temperature of the initial rolling and the mechanical properties of as rolled steel



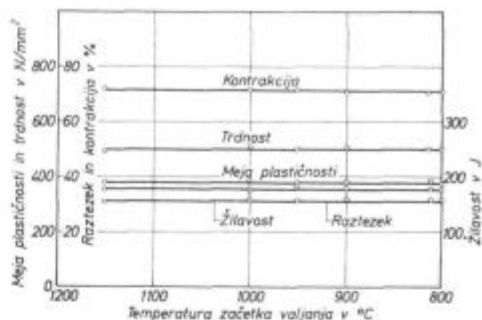
Slika 2

Jeklo A. Odvisnost med temperaturo konca valjanja in mehanskimi lastnostmi jekla v valjanem stanju.

Fig. 2

Steel A. Relationship between the temperature of the final rolling and the mechanical properties of as rolled steel

Na slikah 3 in 4 so prikazane lastnosti normaliziranega jekla (temperatura normalizacije 920 °C) v odvisnosti od temperature začetka in konca va-

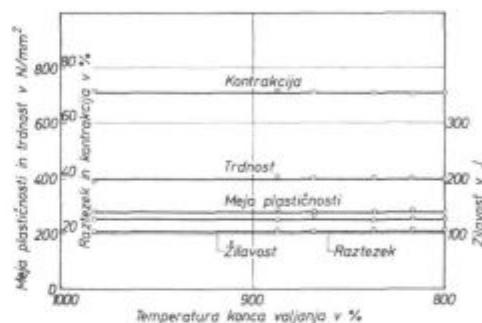


Slika 3

Jeklo A. Odvisnost med temperaturo začetka valjanja in mehanskimi lastnostmi jekla v normaliziranem stanju

Fig. 3

Steel A. Relationship between the temperature of the initial rolling and the mechanical properties of as normalized steel



Slika 4

Jeklo A. Odvisnost med temperaturo konca valjanja in mehanskimi lastnostmi jekla v normaliziranem stanju

Fig. 4

Steel A. Relationship between the temperature of the final rolling and the mechanical properties of as normalized steel

ljanja. V obeh primerih se jasno pokaže, da temperatura valjanja nima nobenega vpliva na lastnosti jekla v normaliziranem stanju. Tudi o tej ugotovitvi bomo razpravljali v nadaljevanju.

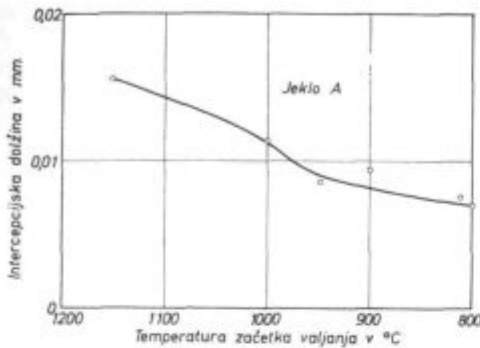
### 2.5 Mikroskopske preiskave

#### 2.5.1 Valjano stanje

Na vzorcih valjanega jekla smo določili velikost zrn ferita in perlita, oz. bajnita po metodi linearne intercepcije. Po tej metodi se določa povprečni idealiziran premer zrn mikrostrukture. Ta premer je sorazmeren velikosti zrn, ki jo določamo po primerjalnih tabelah, na primer velikosti po tabeli ASTM.

V slikah 5 in 6 je intercepcijska dolžina prikazana v odvisnosti od začetne in končne temperature valjanja. Obe odvisnosti sta praktično identični in kažeta, da temperatura predelave vpliva na zrnatost mikrostrukture valjanega jekla. Intercepcijska dolžina se zmanjšuje hitreje do približno ca 950 °C, kot pod njo. Vendar je pomembna predvsem končna temperatura valjanja in je zato važna ugotovitev, da se velikost zrn hitreje zmanjšuje do končne temperature valjanja ca 900 °C, kot pod to temperaturo.

Približno pri 950 °C nastajajo najhitreje izločki niobijevega karbonitrida v deformiranem jeklu.<sup>10</sup> Prelom v odvisnosti na sliki 6 je znak, da je med valjanjem jekla prišlo do vezave dela niobija v izločke.

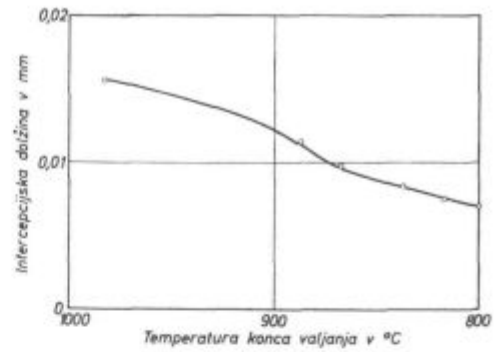


Slika 5

Jeklo A. Odvisnost med temperaturo začetka valjanja in velikostjo zrn v valjanem jeklu

Fig. 5

Relationship between the temperature of the initial rolling and the grain size of as rolled steel



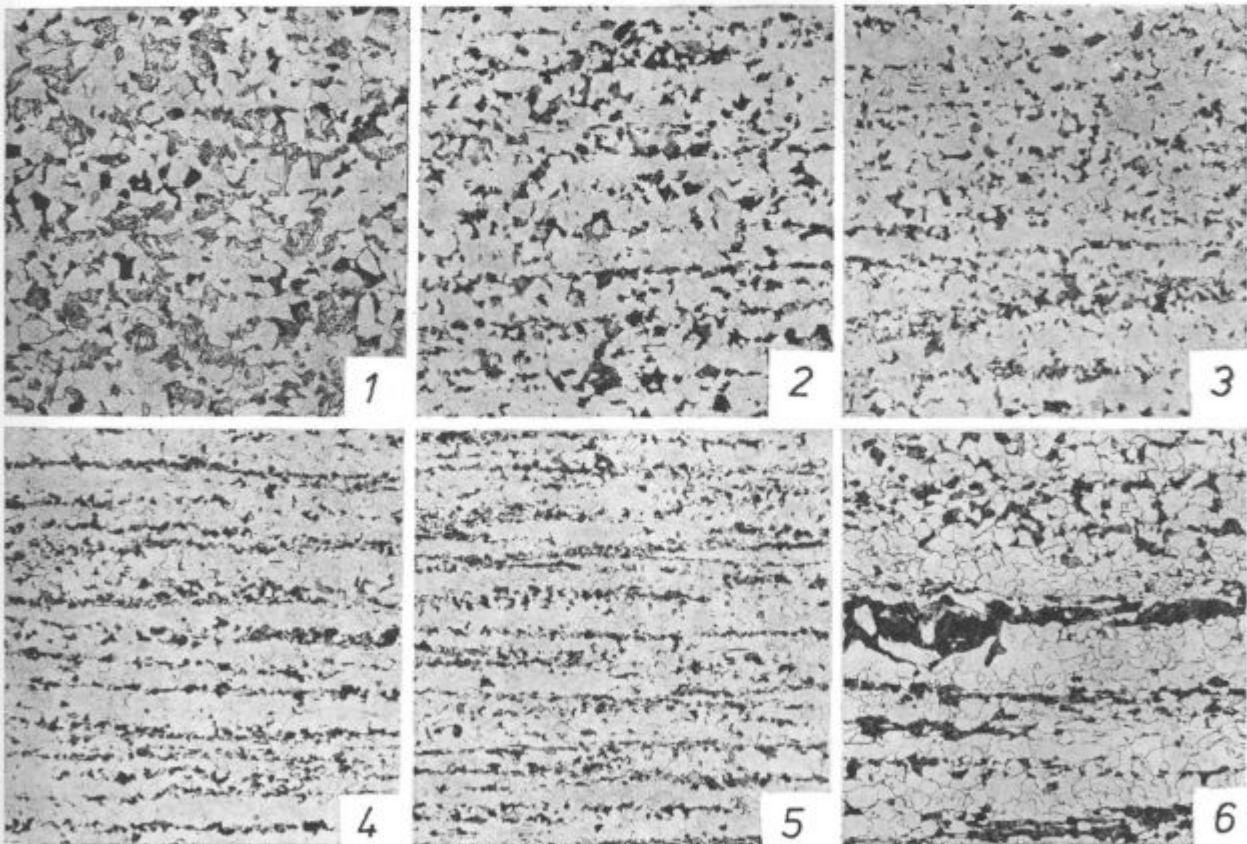
Slika 6

Jeklo A. Odvisnost med temperaturo konca valjanja in velikostjo zrn v valjanem jeklu

Fig. 6

Relationship between the temperature of the final rolling and the grain size of as rolled steel

Cementacijska jekla se ne uporabljajo v valjanem stanju, temveč po toplotni obdelavi. Zato odvisnosti na slikah 5 in 6 nista pomembni za oceno uporabnosti jekla, temveč zato, da razumemo procese, ki se dogajajo v jeklih med predelavo in so splet deformacije, rekristalizacije in izločanja.



Slika 7

Pov. 100 ×, jeklo A. Mikrostruktura v valjanem stanju  
T<sub>i</sub> — temperatura začetka valjanja v °C  
T<sub>f</sub> — temperatura konca valjanja v °C

T <sub>i</sub>	T <sub>f</sub>	T <sub>i</sub>	T <sub>f</sub>
1—1150	980	5—950	837
2—1000	886	6—820	816
3—900	870	7—800	800

Fig. 7

Magnification 100 ×, steel A. Microstructure of as rolled steel. T<sub>i</sub> — temperature of initial rolling in °C, T<sub>f</sub> — temperature of final rolling in °C

T <sub>i</sub>	T <sub>f</sub>	T <sub>i</sub>	T <sub>f</sub>
1—1150	980	5—950	837
2—1000	886	6—820	816
3—900	870	7—800	800

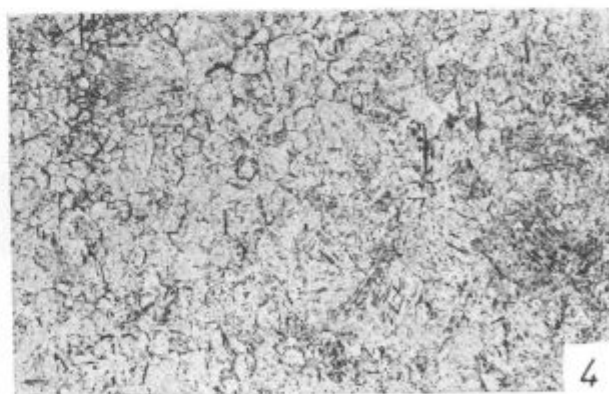
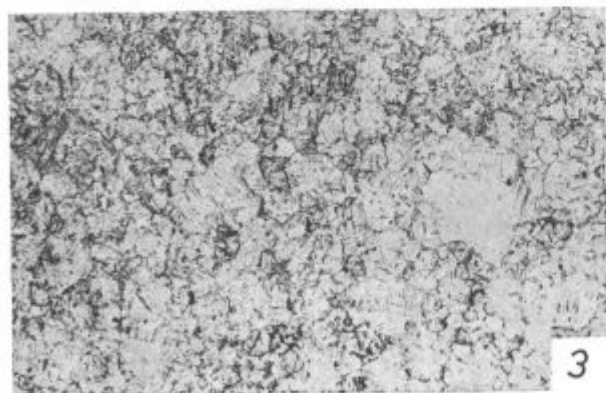
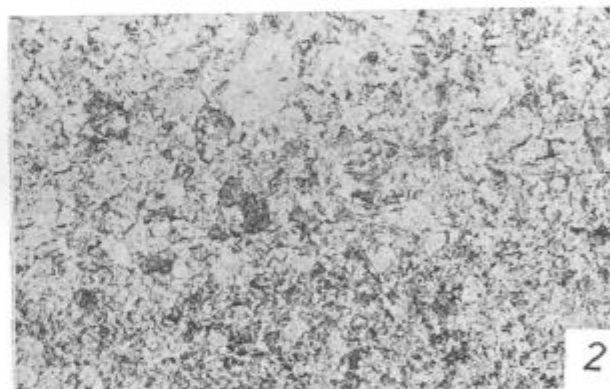
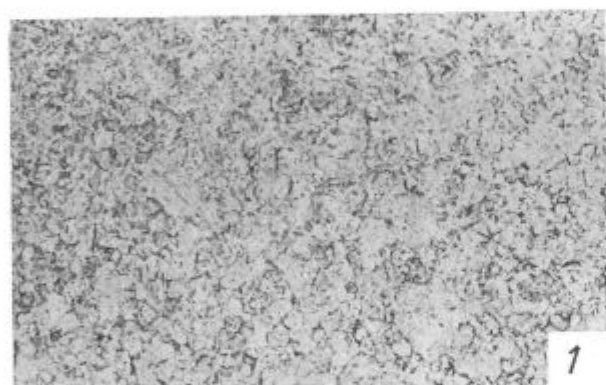
Tabela 2: Velikosti austenitnih zrn pri 920 °C

Jeklo	Trajanje ogrevanja pri 920 °C (ur)		
	1	4	8
A 1	5—7 posamična zrna 2	5—6 posamična zrna 2	5—6 posamična zrna 2
A 4	6—7 posamična zrna 2	6—7 posamična zrna 2	6 posamična zrna 2
A 6	5—7 posamična zrna 2	5—7 posamična zrna 2	5—7 posamična zrna 2
B	7	7 številna zrna 1 in večja	večinoma 1 in večja na posamičnih mestih zrna 7
C	7	7 posamična zrna 1 in večja	večinoma 1 in večja na posamičnih mestih zrna 7

A 1 končna temperatura valjanja 980 °C

A 4 končna temperatura valjanja 870 °C

A 6 končna temperatura valjanja 800 °C



Slika 8

Pov. 100 ×, jeklo A. Austenitna zrna po 1 uri in 4 urah ogrevanja pri 920 °C

- 1 T. 1150 °C, ogrevanje 1 uro
- 2 T. 1150 °C, ogrevanje 4 ure
- 3 T. 800 °C, ogrevanje 1 uro
- 4 T. 800 °C, ogrevanje 4 ure

Fig. 8

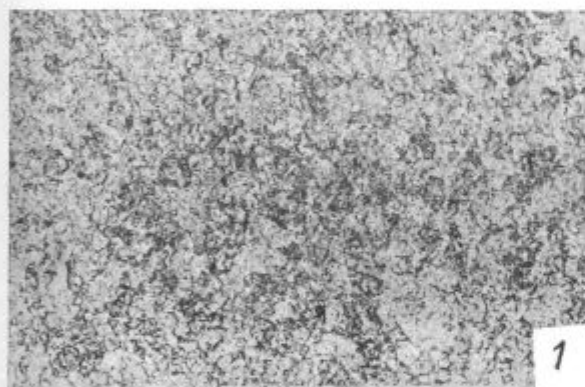
Magnification 100 ×, steel A. Austenitic grains after 1 hour and 4 hours annealing at 920 °C

- 1 T. 1150 °C, 1 hour annealing
- 2 T. 1150 °C, 4 hours annealing
- 3 T. 800 °C, 1 hour annealing
- 4 T. 800 °C, 4 hours annealing



Na sliki 7 je prikazana mikrostruktura valjanega jekla. Po končni temperaturi valjanja  $980^{\circ}\text{C}$  je mikrostruktura sestavljena iz ferita, bajnita in malo perlita. Ta struktura je nastala s transformacijo avstenita, ki je rekristaliziran po zadnjem vtiku in je imel niobij v trdni raztopini. Niobij v tej obliki povečuje kaljivost jekla, je torej vzrok za nastanek bajnita. Po končni temperaturi valjanja  $887^{\circ}\text{C}$  je mikrostruktura sestavljena iz ferita in perlita, najdejo se le posamična zrna bajnita. Enakomernost v velikosti zrn kaže, da je austenit rekristaliziral med valjanjem do konca ali po večini vtikov. Prisotnost bajnita in velikost zrn pa pokažeta, da je del niobijevega karbonitrida med valjanjem precipitiral. Še pri nižji temperaturi  $837^{\circ}\text{C}$  je mikrostruktura le še iz ferita in perlita. Zrna so bolj drobna in precej enakomerna. Pri temperaturah konca valjanja  $816$  in  $800^{\circ}\text{C}$  je mikrostruktura zelo podobna. Oblikujejo neenakomerna, večinoma drobna feritna in perlitna zrna. Svojevrstna je tudi porazdelitev perlita.

Videz mikrostrukture, posebno še lečaste perlitne tvorbe in lečasta področja večjih zrn ferita in perlita, so zanesljiv dokaz, da je jeklo doseglo premensko temperaturo austenit ferit tedaj, ko del austenita ni bil rekristaliziran po več vtikih in je bil del niobija v raztopini v austenitu.

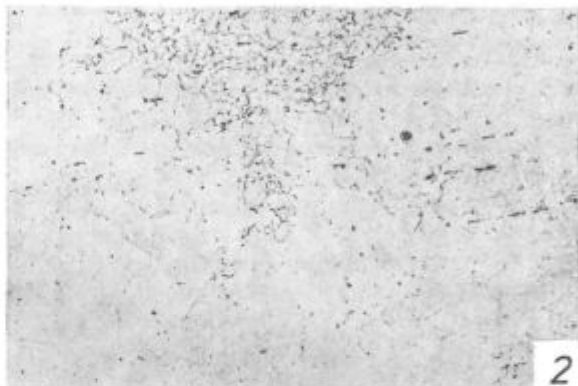
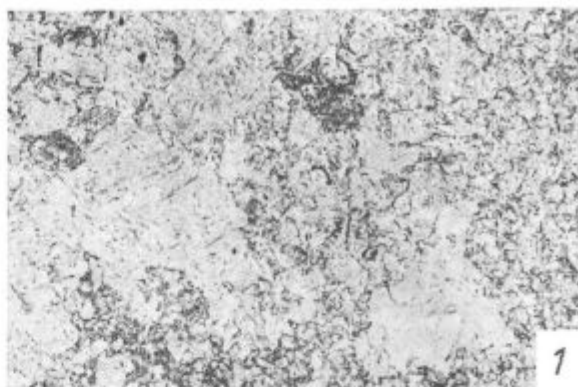


Slika 9

Pov.  $100\times$ , jeklo B. Austenitna zrna po 1 uri (1) in 4 urah (2) ogrevanja pri  $920^{\circ}\text{C}$

Fig. 9

Magnification  $100\times$ , steel B. Austenite grains after 1 hour (1), and 4 hours (2) annealing at  $920^{\circ}\text{C}$



Slika 10

Pov.  $100\times$ , jeklo C. Austenitna zrna po 1 uri (1) in 4 urah (2) ogrevanja pri  $920^{\circ}\text{C}$

Fig. 10

Magnification  $100\times$ , steel C. Austenite grains after 1 hour (1), and 4 hours (2) annealing at  $920^{\circ}\text{C}$

### 2.5.2 Velikost austenitnih zrn

Velikost in obstojnost austenitnih zrn smo preverili z 1-, 4- in 8-urnim ogrevanjem jekla pri  $920^{\circ}\text{C}$ . Po ogrevanju smo vzorce kalili v vodi. Austenitna zrna smo odkrili z jedkanjem vzorcev v pikralu z dodatkom sredstva za zmanjšanje površinske napetosti. Rezultati so prikazani v tabeli 2.

V preizkusnem jeklu velikost zrn ni odvisna od temperature valjanja in se praktično ne spreminja zaradi podaljšanja ogrevanja do 8 ur (slika 8). Zrna niso popolnoma enakomerna, vendar med ogrevanjem ni bilo koalescence in nastanka zelo velikih zrn. Drugače je v obeh primerjalnih jeklih. Po enournem ogrevanju so zrna drobna in enakomerna (slika 9 in 10). Po 4-urnem ogrevanju je v obeh jeklih del austenitnih zrn ostal nespremenjen. Med njimi pa so s koalescenco nastala posamična zrna, ki so večja za nekaj ASTM razredov. Po 8-urnem ogrevanju prevladujejo v jeklih B in C velika koalescirana zrna. V preizkusnem jeklu, ki je legirano z niobijem, so torej austenitna zrna po kratkem ogrevanju nekoliko večja kot v primerjalnih jeklih, vendar so bolj obstojna pri podaljšanju ogrevanja. Razlaga je taka: v obeh primerjalnih jeklih je večji volumski delež aluminijevega nitrida kot v jeklu A volumski delež nio-

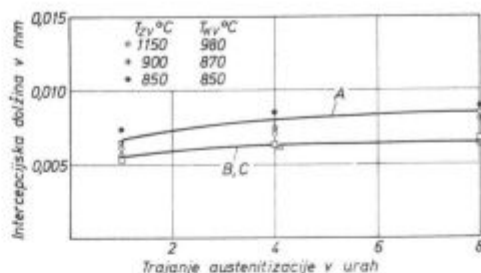
bijevega karbonitrida. Velikost izločkov obeh vrst je podobna pri temperaturi austenitizacije. Zato pri kratkem ogrevanju nastanejo tolikšna zrna austenita, da je njihova velikost v ravnotežju s količino izločkov, ki preprečujejo termično migracijo kristalnih mej. Če bi bilo v jeklu A več niobija, bi bila tudi manjša začetna velikost austenitnih zrn.

Podaljšanje ogrevanja pa pokaže, da je afnacijski učinek niobijevega karbonitrida bolj stabilen od učinka aluminiijevega nitrida, saj prvi uspešno preprečuje nenormalno rast austenitnih zrn s koalescenco.

### 2.5.3 Velikost zrn ferita in perlita ter mikrostruktura po normalizaciji

Po različno dolgem ogrevanju pri 920 °C smo vzorce vseh treh jekel ohladili na zraku in izmerili velikost zrn v nastali mikrostrukturi. Rezultate kaže slika 11. V vseh jeklih velikosti zrn rahlo raste s podaljšanjem trajanja ogrevanja, pri čemer so zrna bolj drobna v jeklih B in C kot v jeklu A. Vzrok za razliko v velikosti je enak kot pri austenitnih zrnih; v jeklih B in C je večji

volumski delež afnacijske faze kot v jeklu A. Temperatura valjanja ne vpliva na velikost zrn v normaliziranem jeklu A. Na sliki 12 je prikazana mi-



Slika 11

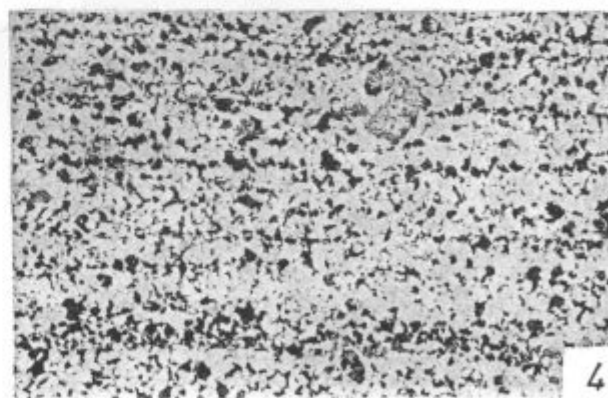
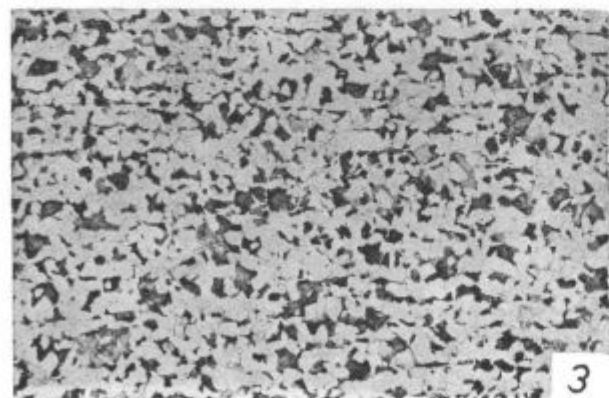
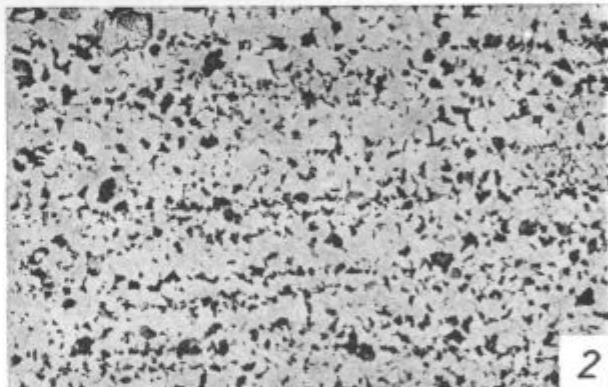
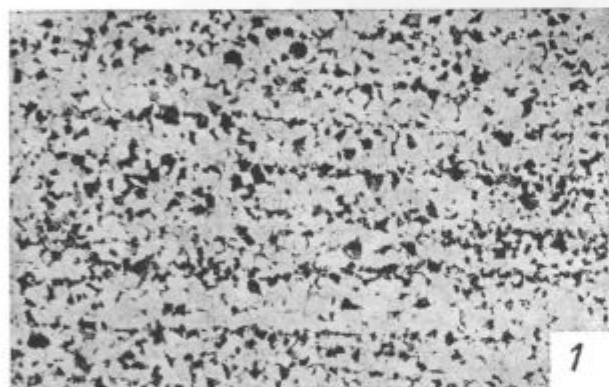
Vpliv trajanja ogrevanja pri 920 °C na velikost feritnih zrn v jeklu A, valjanem pri različnih temperaturah in v jeklih B in C

T<sub>zv</sub> — temperatura začetka valjanja  
T<sub>v</sub> — temperatura konca valjanja

Fig. 11

Influence of the duration of annealing at 920 °C on the size of ferritic grains in steel A, rolled at various temperatures, and in steels B and C

T<sub>zv</sub> — temperature of initial rolling  
T<sub>v</sub> — temperature of final rolling



Slika 12

Pov. 100 ×, jekla A, B in C. Mikrostruktura po normalizaciji

- 1 — jeklo A T<sub>v</sub> 1150 °C
- 2 — jeklo A T<sub>v</sub> 800 °C
- 3 — jeklo B
- 4 — jeklo C

Fig. 12

Magnification 100 ×, steels A, B, and C. Microstructure after normalizing

- 1 — steel A T<sub>v</sub> 1150 °C
- 2 — steel A T<sub>v</sub> 800 °C
- 3 — steel B
- 4 — steel C

krostruktura vseh treh jekel po normalizaciji. Vidimo, da ni razlike v morfologiji ferita in perlita med jekli A, B in C in tudi pri jeklu A ni razlike, ki bi bila v zvezi s temperaturo valjanja.

### 3. KRATKA ANALIZA REZULTATOV

V prvem delu te raziskovalne naloge je bilo izdelanih več šarž iz različnih jekel z naraščajočim dodatkom niobija do ca 0,1 % in vanadija do 0,15 %. Preiskave so pokazale, da ima dodatek niobija mnogo močnejši afinacijski učinek in da je pri jeklu vrste C 4320 doseženo že zadovoljivo zmanjšanje austenitnih zrn pri 0,024 % Nb. Afinacijski učinek te količine niobija je enak kot učinek 0,15 % V.

Na osnovi pozitivnih rezultatov laboratorijskega dela je bila izdelana industrijska šarža jekla C 4320. Ker ni bilo mogoče najti podatkov o tem, kako dodatek niobija vpliva na ponašanje jekla pri konti litju, smo prvo šaržo izdelali z najmanjšim dodatkom niobija, pri katerem je bilo mogoče pričakovati primeren afinacijski učinek. Zato je bilo izdelano po standardni tehnologiji jeklo z 0,02 % Nb. Jeklo se je normalno izlilo, kljub temu da je bilo ulivanje zaradi zastoja potrebno izvršiti le skozi dve žili. Zato je trajalo ulivanje približno dvakrat dlje, kot je normalno. To je zadosten dokaz, da dodatek 0,02 % Nb ne vpliva pomembno na livnost jekla in da tudi pri nekoliko povečani količini niobija pri normalnem litju ni pričakovati problemov.

Makroskopske preiskave preseka gredic so pokazale, da dodatek 0,02 % Nb ne vpliva na makrostrukturo strjenega jekla in obliko ter porazdelitev sulfidnih vključkov v gredice.

Preizkusi in preiskave kažejo, da temperatura valjanja vpliva na lastnosti jekla v valjanem stanju, nima pa nobenega vpliva na lastnosti in velikosti zrn po normalizaciji.

Jeklo, legirano z niobijem, ima po 1-urni austenitizaciji pri 920 °C nekoliko večja austenitna zrna in zrna normalizirane mikrostrukture, kot primerjalni jekli iste vrste z dodatkom aluminija, ker je v obeh primerjalnih jeklih več afinacijske faze. Pač pa prisotnost niobija zagotovi, da v jeklu pri podaljšanju ogrevanja pri 920 °C skoraj ni nenormalne rasti austenitnih zrn s koalescenco, kar se dogaja v obeh primerjalnih jeklih. Lahko torej trdimo, da je afinacija austenitnih zrn z niobijem celo bolj učinkovita od afinacije jekel z aluminijem, če so jekla namenjena za daljše ogrevanje, na primer za cementacijo.

Pri valjanju jekla z niobijem se pojavljajo nekatere razlike kot posledica različne interakcije procesov deformacije in rekristalizacije jekla ter tvorbe izločkov niobijevega karbonitrida med valjanjem. Zato dobi valjano jeklo nekoliko slabšo žilavost in plastičnost po visoki temperaturi valjanja. Toplotna obdelava, normalizacija ali drugo

ogrevanje nad AC 3 pa te razlike odpravi in postanejo lastnosti in mikrostruktura neodvisne od režima valjanja.

Rezultati tega dela potrjujejo rezultate preizkusov in preiskav na laboratorijskih jeklih. Z legiranjem z niobijem je mogoče uspešno kontrolirati velikost zrn v cementacijskem jeklu vrste C 4320, ne da bi se zaradi tega pojavili problemi pri izdelavi, ulivanju, predelavi in toplotni obdelavi jekla. Če legiranje 0,02 % niobija zadostuje, da dosežemo velikost austenitnih zrn in stabilnost austenitnih zrn, ki je enakovredna velikosti austenitnih zrn v primerjalnih jeklih, ki imata 0,028 %, oz. 0,036 % topnega Al. Mikroskopska opazovanja kažejo, da je v konti jeklu ves niobij v obliki, sposobni za afinacijo. To je bilo pričakovati glede na to, da je v jeklu iz železarne šture manj dušika kot v obeh primerjalnih jeklih, čeprav so vsa izdelana na elektropeči. Lahko pričakujemo boljše enakomernost v velikosti austenitnih zrn, če bi se povečala količina niobija na 0,025 do 0,035 %.

### 4. SKLEPI

Izdelano je bilo cementacijsko jeklo vrste C 4320 in izvršeni so bili različni preizkusi in preiskave, da bi preverili učinek legiranja niobija na ulivanje, predelavo, mehanske lastnosti in velikost zrn.

Rezultati preizkusov in preiskav kažejo, da:

— legiranje jekla z 0,02 % Nb nima opaznega vpliva na ponašanje jekla pri ulivanju in kristalizaciji;

— legiranje jekla z 0,02 % Nb uspešno kontrolira velikost austenitnih zrn, bolj učinkovito kot legiranje jekla s ca 0,03 % topnega Al. Legiranje z niobijem preprečuje koalescenco austenitnih zrn pri podaljšanju ogrevanja pri 920 °C;

— zaradi legiranja z niobijem so lastnosti jekla v valjanem stanju odvisne od temperature predelave. Po ponovnem ogrevanju preko AC 3 točke pri normalizaciji, kaljenju ali cementaciji po lastnosti niso odvisne od temperature predelave;

— menimo, da je na voljo dovolj dokazov o tem, da je legiranje jekla z niobijem tudi pri odsotnosti aluminija v jeklu učinkovit način afinacije in kontrole velikosti austenitnih zrn in velikosti zrn normalizirane mikrostrukture. Če dodatek 0,02 % niobija zagotovi jeklu velikost zrn 5–6 po ASTM, kar je sprejemljivo. Večja enakomernost bo dosežena s povečanjem količine niobija na 0,025 do 0,035 %.

Nadaljevanje dela je zato potrebno usmeriti v preverjanje lastnosti jekla, predvsem ugotavljanje ponašanja jekla pri cementaciji in pri uporabi cementiranih strojnih delov.

Ne bi imelo smisla z industrijskimi poskusi iskati zgornjo mejo legiranja, ker je iz laboratorijskih preizkusov in industrijskega preizkusa jasno, da je že legiranje 0,02 % niobija učinkovito,



laboratorijski preizkusi pa tudi kažejo, da nad 0,035 % Nb ni več spremembe v učinku legiranja z niobijem. Tudi bi bilo smiselno zmanjšati niobij pod 0,02 % zaradi nevarnosti, da bi bile velikosti austenitnih zrn neenakomerne, priporočljiv bi bil dodatek niobija v razmaku med 0,025 % in 0,035 %.

#### Literatura

1. G. Bocher in W. Resch: Strangiessen von Aluminium beruhigten Tiefziehstählen; Stahl und Eisen 96, 1976, 998—1003.
2. F. Vodopivec, F. Vizjak, G. Manojlović, D. Gnidovec, O. Kurner in M. Kmetič: Poročili MI 568/1977 in 681/979.
3. M. Gabrovšek: Mikrolegirana jekla za varjene konstrukcije; Železarski Zbornik 6, 1972, 11—34.
4. B. L. Biggs: Austenite grain size control of medium carbon and carburising steels; Journal of ISI 192, 1959, 361—377.
5. H. Nordberg in B. Aronson: Solubility of Niobium carbide in austenite; Journal of ISI 206, 1968, 1263—1266.
6. F. Vodopivec, M. Gabrovšek in M. Kmetič: Raziskave vpliva vroče deformacije in izločilnega žarjenja na mikrostrukturo in trdoto mikrolegiranega jekla po normalizaciji; Železarski Zbornik 11, 1977, 13—28.
7. M. Tanino in K. Aoki: The precipitation behaviour and the strengthening effect of NbC during tempering and during continuous cooling; Transactions of ISIJ 8, 1968, 337—345.
8. L. Meyer, H. J. Bühler in F. Heisterkamp: Metallkundliche und technologische Grundlage für die Entwicklung und die Erzeugung perlitarmer Baustähle; Thyssenforschung 3, 1971, 8—42.
9. M. Kmetič in sodelavci: Poročilo Metalurškega inštituta, Ljubljana, št. 609/1977.
10. R. K. Amin, G. Butterworth in F. B. Pickering: Effect of rolling variables and stoichiometry on strain induced precipitation of Nb (CN) in C-Mn-Nb steels; Hot Working and Forming Processes, The Metals Society, London, 1980, 27—31.

#### ZUSAMMENFASSUNG

Im Laboratorium sind Schmelzen der Einsatzstahl-sorten C 4320 und C 1221 mit Zusatz bis zu 0,09 % Niobium und bis 0,16 % Vanadium hergestellt worden. Die Stähle sind zu Stäben ausgewalzt worden und Untersuchungen der Grösse und Stabilität der Austenitkörner beim Erwärmen auf 920 °C und der Rekristallisation des Stahles C 4320 nach der Verformung bei 1000 °C sind durchgeführt worden. An dem Stahl ist noch die Härtebarkeit mittels der Stirnabschreckprobe nach Jominy bestimmt worden.

Die experimentellen Schmelzen zeigten, dass die mechanischen Eigenschaften der Stähle nach dem Zusatz bis zu 0,09 % Nb und bis zu 0,16 % V im vorgeschriebenen Intervall bleiben. Der Zusatz von Niobium verkleinert die Korngrösse und vergrössert deren Stabilität bei verlängerter Erwärmung, Vanadium ist dagegen viel weniger wirksam. Deshalb ist nach 8-stündigem Erwärmungsvorgang bei 920 °C die Korngrösse im Stahl C 4320 mit 0,024 % Nb ungefähr gleich wie im gleichen Stahl mit 0,16 % V. Beim einstündigen Erwärmungsvorgang ist der Unterschied in der Einflussintensität der beiden Elemente kleiner. Ein Zusatz von 0,024 % Nb verzögert stark die statische Rekristallisation von Austenit nach der Warmverformung bei 1000 °C, indem der Zusatz von 0,16 % V die Rekristallisation nicht bemerkenswert beeinflusst.

Die Härtebarkeit des Stahles wird beim Legieren mit Niobium schlechter und mit Vanadium besser, jedoch bleibt die Härtebarkeit des Stahles im vorgeschriebenen Intervall.

Auf Grund der laboratorischen Untersuchungen ist im Lichtbogenofen eine Stahlschmelze mit 0,02 % Nb erzeugt und in Knüppel 100 mm 4 kt Strangvergossen worden. Die Untersuchungsergebnisse zeigten, dass das Mikrogefüge, die Ferritkorngrösse und die mechanischen Eigenschaften im gewalzten Zustand von dem Temperaturintervall beim Walzen abhängig sind. Nach kurzzeitiger Erwärmung bei 920 °C sind die Austenitkörner ähnlich wie in zwei Vergleichsschmelzen der gleichen Sorte mit etwa 0,03 % Al, nach 8-stündiger Erwärmung sind diese jedoch kleiner und gleichmässiger.

Die Ergebnisse dieser Untersuchung zeigen, dass im Einsatzstahl C 4320 der Zusatz von Niobium bis zu 0,03 % erfolgreich für die Kontrolle der Austenitkorngrösse angewendet werden kann, dass dieser dem Aluminiumzusatz gleichwertig ist, ohne dass dabei Schwierigkeiten beim Vergiessen dieser Stähle eintreten.



## SUMMARY

Industrial C. 4320 and C. 1221 steels were chosen to prepare laboratory melts with additions up to 0.09% niobium and up to 0.16% vanadium. Steel was rolled into rods and basic metallurgical tests were made to determine the size and the stability of austenitic grains in annealing at 920°C, and to investigate the recrystallization of C. 4320 steel being deformed at 1000°C. The Jominy face hardenability test was made with the last mentioned steel.

Experimental melts show that the previously mentioned additions of niobium and vanadium do not change mechanical properties of steel out of the prescribed range. Addition of niobium reduces the grain size and increases their stability in long annealing while vanadium is much less effective. After 8-hour annealing at 920°C approximately the same size of grains was obtained in C. 4320 steel with 0.024% Nb as in the same steel with 0.16% V. In one-hour annealing the difference in the intensity of influence of both alloying elements is much smaller. Addition of 0.024% Nb highly retards the static recrystallization of austenite after hot deformation at 1000°C while addition of 0.16% V does not influence remarkably the recrystallization.

Alloying steel with niobium reduces the hardenability, alloying with vanadium improves it but the hardenability of steel remains in the prescribed intervals.

Based on laboratory investigations an industrial melt of C. 4320 steel with 0.02% Nb was manufactured in electric arc furnace and continuously cast into 100 × 100 mm billets. Investigations of this melt showed that the microstructure, size of ferrite grains, and mechanical properties in the rolled state depend on the temperature interval of rolling. After normalizing at 920°C all these properties become independent of the temperature interval of rolling. After short annealing at 920°C the austenite grains are similar to those in two reference steels of the same type with about 0.03% Al, after 8-hour annealing they are smaller and more uniform.

The results of investigations show that addition of 0.03% Nb can be a successful addition for the control of the size of austenitic grains in the case-hardenable C. 4320 steel, equivalent to the additions of aluminium but not causing problems during manufacturing and casting the steel.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Из промышленных сталей вида C. 4320 и C. 1221 приготовлены лабораторные расплавы с добавкой до 0,09% ниобия и до 0,16% ванадия. Из расплавов были прокатаны прутки, на которых выполнены основные металлургические исследования с определением величины и стабильности аустенитных зерен при нагреве на 920°C. Также исследовали рекристаллизацию стали C. 4320 после деформации при 1000°C. При этой стали определяли также торцовую закалку по Жомини.

Экспериментальные расплавы показывают, что вследствие добавки ниобия в количестве до 0,09% и ванадия до 0,16% механические свойства стали остались в предписанных пределах. Добавка ниобия уменьшает величину зерен и, при продолжении нагрева улучшает их стабильность; влияние же ванадия менее эффективное. Поэтому, уже после 8 часового нагрева при 920°C величина зерен в стали C. 4320 с содержанием 0,024% ниобия приблизительно, одинакова с подобной сталью с содержанием 0,16% ванадия.

При нагреве в течении одного часа разница интенсивности влияния обоих элементов гораздо меньше.

Добавка ниобия в количестве 0,024% существенно тормозит статическую рекристаллизацию аустенита после горячей деформации

при температуре 1000°C, между тем как добавка 0,16% ванадия на рекристаллизацию существенно не влияет. Легирование стали с ниобием уменьшает закалку, а легирование с ванадием её увеличивает, но закалка остается в предписанных пределах.

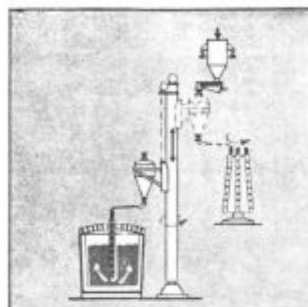
На основании лабораторных исследований приготовлены в электропечи непрерывно отлитые заготовки сечения 100 × 100 мм промышленного расплава стали C. 4320 с содержанием 0,02% ниобия. Исследования этого расплава показали, что микроструктура величины ферритных зерен и механические свойства катаных прутков зависят от температурного интервала прокатки.

После короткого нагрева при 920°C величина аустенитных зерен подобна сталью того же сорта с прибл. 0,03% алюминия, взятых для сравнения. После нагрева в течении 8 часов величина аустенитных зерен меньше и более равномерная.

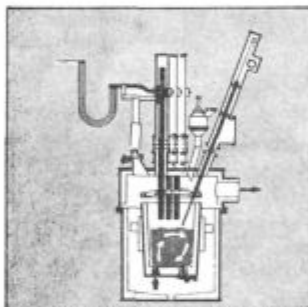
Результаты исследования показали, что цементуемую сталь C. 4320 можно легировать с ниобием в количестве до 0,03% и добавка этого элемента равноценна добавке алюминия при контроле величины аустенитных зерен без каких-либо затруднений при изготовлении и литье.

# MESSO

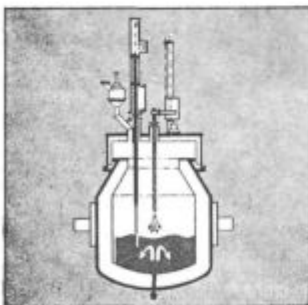
## METALLURGICAL KNOWHOW



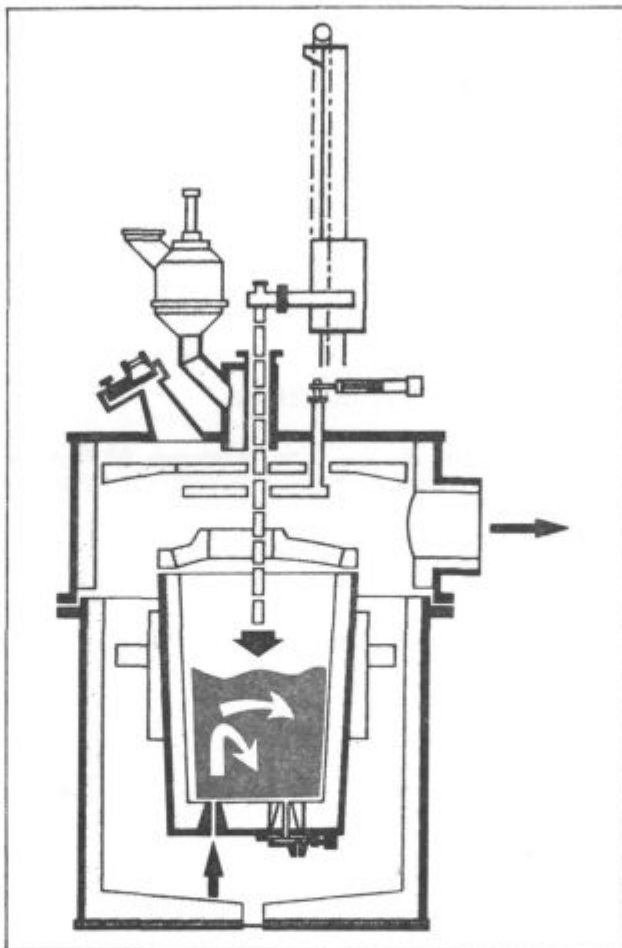
**TN process (for precision desulphurizing and deoxidation)**  
By immersed lance blowing of alkaline earth metals, extremely low contents of sulphur and oxygen are produced in a few minutes, considerably improving the mechanical properties.



**VAD (Vacuum Arc Degassing) Process**  
Satisfies all requirements for greater productivity and higher quality. Heating, degassing, refining and alloy addition take place under vacuum.



**VODC (Vacuum Oxygen Decarburization Converter) process**  
This process combines the proven VOD method with BOF converter practice. This results in little chromium slag with correspondingly low consumption of reducing agents, inert gas (argon) and phosphorizing substances.



**VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) process**  
VOD is used in making stainless steels, decarburization of high chromium alloyed qualities to ELC grades with highest chromium yield.

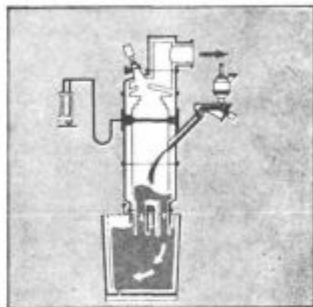
### The choice is yours

Whether you make steel or talk steel the wealth of practical experience behind Standard-Messo is impressive. The wide range of steel processing systems described above have been proven time and time again.

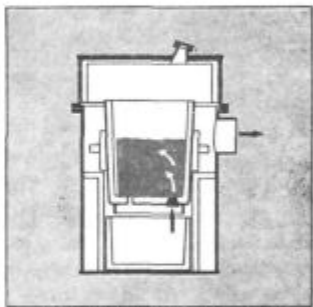
Further detailed information on any of these process systems is available by writing direct to SMD



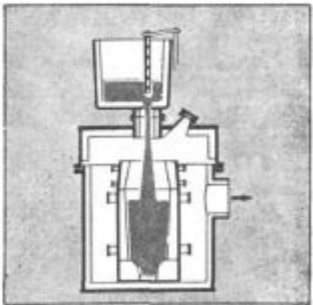
Standard-Messo Duisburg,  
Messo Ingenieurhochhaus,  
Sonnenwall, PO Box 10 02 04,  
D4100 Duisburg 1,  
West Germany.



**RH Circulation**  
Minimum heat loss, excellent degassing — close tolerance alloying, assured quality every time.



**Ladle degassing with inert gas flushing**  
Simple, reliable affording a large reaction area.



**Vacuum Ingot casting**  
Used for casting large ingots for forging. Castings weighing more than 500 t are now feasible. The low hydrogen content shortens annealing times. Vacuum ingot casting is a reliable casting process in which deleterious effects of the atmosphere are completely excluded.