

## Rekristalizacijski diagrami

Alenka Rodič

Železarna Ravne izvaja obširen raziskovalno razvojni projekt pod naslovom *PLASTIČNA PREDELAVA JEKEL V HLADNEM*. Del tega projekta je s serijo raziskovalnih nalog prevzel v izvajanje tudi metalurški inštitut v Ljubljani s sofinanciranjem raziskovalne skupnosti Slovenije.

V fazi programiranja tega projekta smo zbrali doslej razpoložljivo dokumentacijo in izvedli serijo uvodnih raziskav orientacijskega značaja, da bi se na osnovi ugotovitev v nadaljnjem izvajanju projekta lahko odločili za metodiko, ki naj bi nas najbolj učinkovito privedla do pričakovanih rezultatov projekta.

Raziskovanje odnosov hladne deformacije in rekristalizacije predstavlja pri tem zelo pomemben del, obenem pa neposredno služi razvoju tehnologije in ugotavljanju objektivnih kriterijev fazne in končne kontrole.

Izkušnje so pokazale, da klasični rekristalizacijski diagrami, kakršne poznamo npr. za mehko nelegirano jeklo in nekatera malolegirana jekla, ne dajejo potrebnih in pričakovanih informacij pri visokolegiranih jeklih in zlitinah. Izkazalo se je, da so za posamezne vrste jekel primerne različne metode raziskav, pri čemer pa gre največkrat za kombinacijo mehanskih in metalografskih preiskav.

Izbrali smo vrsto tipičnih predstavnikov posebnih jekel iz proizvodnega programa — dve visokolegirani jekli feritnega tipa, dve visokolegirani jekli avstenitnega tipa, nerjavno in nižje legirano orodno jeklo — za katere v članku podajamo ugotovitve, ki bodo osnova za programiranje raziskovalnega projekta.

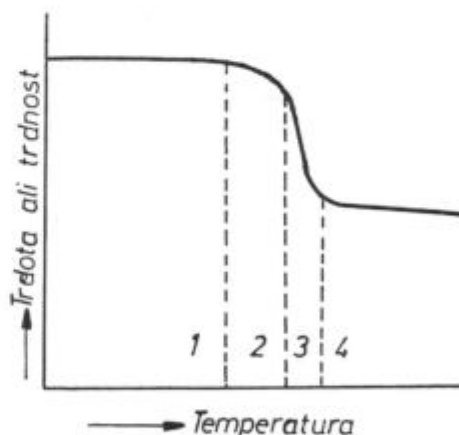
Osnova tehnologije hladnega preoblikovanja z vlečenjem so rekristalizacijski diagrami, ki nam nazorno prikazujejo medsebojne odnose strukturnih sprememb in lastnosti jekla, stopnje deforma-

cij in pogojev rekristalizacije, od katerih je odvisna sposobnost za nadaljnje deformacije.

Mehanske utrditve, spremembe fizikalnih lastnosti ter deformacije strukture, ki nastanejo zaradi hladne deformacije, lahko odstranimo delno ali popolnoma, kar je odvisno od temperature žarjenja za rekristalizacijo.

Shema<sup>1</sup> na sliki 1 prikazuje dogajanje v hladno deformiranem jeklu pri ogrevanju na različne temperature: Pri tem ločimo:

- temperaturno območje, v katerem ni nobenih sprememb,
- temperaturno območje poprave ali opomoči kristalov, ki vpliva delno na mehanske lastnosti, ne povzroča pa strukturnih sprememb,



Slika 1

Shema dogajanj<sup>1</sup> pri ogrevanju hladno deformiranega jekla v različnih temperaturnih območjih:

- 1 — brez sprememb,
- 2 — opomoč ali poprava kristalov,
- 3 — rekristalizacija,
- 4 — sekundarna rekristalizacija.

Fig. 1

Scheme of phenomena<sup>1</sup> in heating cold worked steel in various temperature regions:

- 1 — without changes
- 2 — recovery
- 3 — recrystallization
- 4 — secondary recrystallization

Alenka Rodič, dipl. inž. metalurgije, vodja metalografskih laboratorijev v železarni Ravne.

— temperaturno območje rekrystalizacije, v katerem se bistveno spremenijo mehanske lastnosti in struktura zaradi nastajanja novih kalij, iz katerih rastejo nova zrna;

— temperaturno območje sekundarne rekrystalizacije, ki se izraža z neenakomerno rastjo zrn in s poslabšanjem mehanskih lastnosti.

Poprava kristalov in rekrystalizacija sta termodinamična procesa, pri katerih se odstrani nakopičena energija, ki jo je kovina dobila pri hladni obdelavi.

## IZDELAVA REKRISTALIZACIJSKIH DIAGRAMOV

Za rekrystalizacijo je potrebna določena kritična stopnja predelave, ki jo je dobila kovina pred primarno rekrystalizacijo. Za različne stopnje predelave pa je potrebno ugotoviti tudi primerno temperaturo žarjenja, zato lahko rečemo, da imamo za vsako stopnjo deformacije določeno kritično temperaturo rekrystalizacije. Če je stopnja deformacije premajhna, pod kritično stopnjo, nastanejo lahko pri rekrystalizaciji zelo groba zrna, prav tako pa nastane tudi grobozrnata struktura, če je temperatura žarjenja višja od kritične temperature rekrystalizacije. Zelo je treba paziti na režim segrevanja. Če ogrevamo počasi, nastanejo večja zrna, kot če ogrevamo hitreje do enake temperature.

Rekrystalizacijski diagrami združijo oba procesa — primarno rekrystalizacijo in rast zrna. Na klasičnih rekrystalizacijskih diagramih je pokazana odvisnost velikosti zrna od stopnje deformacije in rekrystalizacijske temperature. V glavnem je zrno večje pri manjši stopnji deformacije, če je bila temperatura žarjenja dovolj visoka, da je sploh nastopila rekrystalizacija.

Potrebna rekrystalizacijska temperatura je nižja pri večji stopnji deformacije. Z drugimi besedami rečeno, aktivacijska energija, ki je potrebna za začetek rekrystalizacije, je lahko manjša, če se je nakopičilo več notranje energije pri hladni deformaciji. Omeniti je treba, da pri zelo majhnih stopnjah deformacije sploh ne pride do rekrystalizacije zaradi neznatne notranje energije, ker skoraj ni nobenega padca energije.

Rekrystalizacijske diagrame izdelujemo tako, da z različnimi stopnjami deformacije predelano kovino ogrejemo na različne temperature in po končani rekrystalizaciji izmerimo velikost zrna.

Tako nastanejo klasični rekrystalizacijski diagrami, med katerimi je splošno poznan predvsem tipičen rekrystalizacijski diagram mehkega ogljikovega jekla.

V naslednjih točkah bomo obravnavali nekaj značilnosti manj znanih rekrystalizacijskih diagramov za nekatera visokolegirana jekla.

Izkušnje pri raziskavah rekrystalizacije so pokazale, da določanje optimalne temperature rekrystalizacije samo na osnovi meritev velikosti zrna

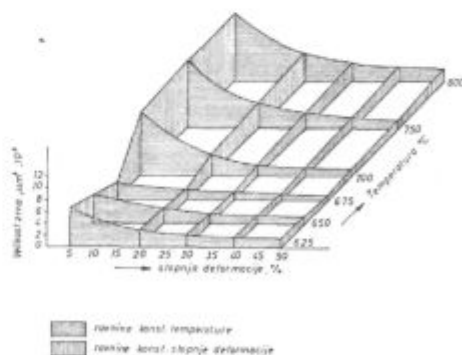
pri mnogih vrstah jekla ni dovolj zanesljivo. Ta ugotovitev še posebno velja za visokolegirana konstrukcijska in orodna nadevtektoidna jekla. Vso pozornost je treba posvetiti kombiniranemu preizkušanju mehanskih lastnosti in metalografskim preiskavam razpoteženosti zrna na vzdolžnih metalografskih obrusih. Rekrystalizacija je popolnoma potekla takrat, ko je zrno zopet popolnoma enakoosno. Prav lahko pa se zgodi, da je takrat zrno že nekoliko naraslo. Sledi torej, da minimalna velikost zrna ne določa vedno optimalnih pogojev rekrystalizacije glede sposobnosti jekla za nadaljnje plastično deformiranje v hladnem.

V nadaljevanju podajamo nekaj značilnih rekrystalizacijskih diagramov. Osnovni namen tega članka je z dosedanjimi izkušnjami prispevati k projektu raziskav hladne predelave specialnih jekel, tako da bi za posamezne značilne vrste jekel izbrali najprimernejši tip rekrystalizacijskih diagramov, ki nam pri študiju rekrystalizacijskih pogojev omogoča najboljše uporabne ugotovitve.

## REKRISTALIZACIJSKI DIAGRAM ZA JEKLO Č 4961 — RAVNAL 2

(max. 0,05 % C, 22 % Cr, 5,5 % Al)

Iz rekrystalizacijskega diagrama<sup>1</sup>, ki prikazuje na sliki 2 odvisnost velikosti zrna od stopnje deformacije in temperature rekrystalizacije, se vidi, da je z ozirom na velikost zrna najugodnejša temperatura rekrystalizacije 675° C. Pri temperaturah, ki so nižje od 675° C, imamo popravo kristalov in le delno rekrystalizacijo. Nekako v temperaturnem območju 625 — 675° C nastane prepletanje obeh procesov: poprave kristalov in rekrystalizacije. Pri temperaturah nad 675° C nastanejo že večja zrna in iz diagrama se vidi, da je kritična temperatura rekrystalizacije 700° C. Prav tako se iz diagrama razbere, da nastanejo po rekrystalizaciji finejša zrna pri predhodni večji stopnji deformacije. Za



Slika 2

Rekrystalizacijski diagram<sup>1</sup> jekla Č.4961 — RAVNAL 2. Za izdelavo rekrystalizacijskega diagrama je bila uporabljena žica Ø 5,45 mm, ki je bila predhodno žarjena 20 minut na 750° C.

Fig. 2

Recrystallization diagram<sup>1</sup> of Č.4961 — RAVNAL 2 steel. In construction of the diagram 5.45 mm wire previously annealed 20 minutes at 750° C was used.

jeklo Č 4961 je kritična stopnja deformacije okrog 25 %. Pri manjših stopnjah deformacije nastanejo zelo groba zrna.

Zelo važen je tudi čas žarjenja. Pri predolgem času rekristalizacije nastopi sekundarna rekristalizacija ter dobimo zelo groba zrna. Izbrati je treba minimalno potreben čas, ki pa je v glavnem odvisen od vrste jekla. Za jeklo Č 4961 je najugodnejše da ga na rekristalizacijski temperaturi 675° C pri 30 % stopnji deformacije obdržimo približno 30 minut.

Iz tabele 1 vidimo, kakšne so mehanske lastnosti hladno deformiranega jekla, po popravi kristalov pri 600° C in po rekristalizaciji pri 675° C. Vzeta je povprečna vrednost 25 vzorcev. V tem primeru mehanskih lastnosti pri višjih temperaturah rekristalizacije nismo preizkušali.

Tabela 1 — Mehanske lastnosti

| Stanje jekla                                  | $\sigma_T$ N/mm <sup>2</sup> | $\sigma_M$ N/mm <sup>2</sup> | $\delta$ % | $\psi$ % |
|-----------------------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------|----------|
| Hladno deformirano (30 % stopnja deformacije) | 915                          | 1023                         | 15,4       | 49,2     |
| Poprava kristalov pri 600° C (30 minut)       | 630                          | 774                          | 23,9       | 57,7     |
| Rekristalizacija pri 675° C (30 minut)        | 540                          | 701                          | 29,5       | 66,4     |

Iz teh rezultatov vidimo, da ima jeklo, ki je hladno deformirano, visoko trdnost in majhen raztezek. S pravilno toplotno obdelavo se zniža trdnost, hkrati pa se poveča raztezek in razpotegnjena trakasta struktura jekla se spremeni v enakomerne drobnozrnate kristale.

Pri tem velja splošno pravilo, da mora dobra rekristalizacija zagotoviti take mehanske lastnosti in deformacijske sposobnosti jekla, kakršne je imelo jeklo pred hladno deformacijo!

Iz tega klasičnega rekristalizacijskega diagrama smo razbrali naslednje optimalne pogoje:

- temperatura rekristalizacije 675° C,
- čas držanja na temperaturi 30 minut,
- počasno ohlajanje s temperature rekristalizacije,
- stopnja hladne deformacije naj ne bo manjša od 30 %.

Izkušnje pa niso dajale povsem zadovoljivih rezultatov, zato smo se odločili za nekoliko razširjeno raziskavo rekristalizacije, ki nas je privedla do zelo pomembnih ugotovitev<sup>4</sup>.

Pri dodatnih raziskavah smo za vse preizkuse uporabili paličasto jeklo Ø 7 mm iz ene izhodne taline, da ne bi bilo razlik med preizkušanci. Kemijska sestava je bila v normalnih predpisanih mejah z vsebnostjo glavnih elementov

C = 0,02 %,  
Cr = 22,3 %,  
Al = 5,3 %.

Palice smo v enakih standardnih tehnoloških pogojih vlekli v hladnem s tremi različnimi stopnjami redukcije:

- od Ø 7 mm na Ø 6,4 mm s stopnjo redukcije 16,4 %,
- od Ø 7 mm na Ø 5,7 mm s stopnjo redukcije 34 %,
- od Ø 7 mm na Ø 4,2 mm s stopnjo redukcije 64 %.

Rekristalizacijo tako vlečenih palic smo izvajali pri temperaturah 400, 530, 610, 650, 690, 730, 770, 800, 950 in 1000° C. Po 40-minutnem zadrževanju na temperaturi rekristalizacije smo palice gasili v vodi.

Gašenje v vodi ima v primerjavi s počasnim ohlajanjem poseben pomen. Jeklo Č 4961 — RAV-NAL 2 spada v skupino feritnih jekel, ki so pri počasnem ohlajanju nagnjena k izločanju krhkih faz, kar pa v določenih primerih bistveno vpliva na poslabšanje žilavosti in sposobnosti za plastično deformiranje pri vlečenju v hladnem.

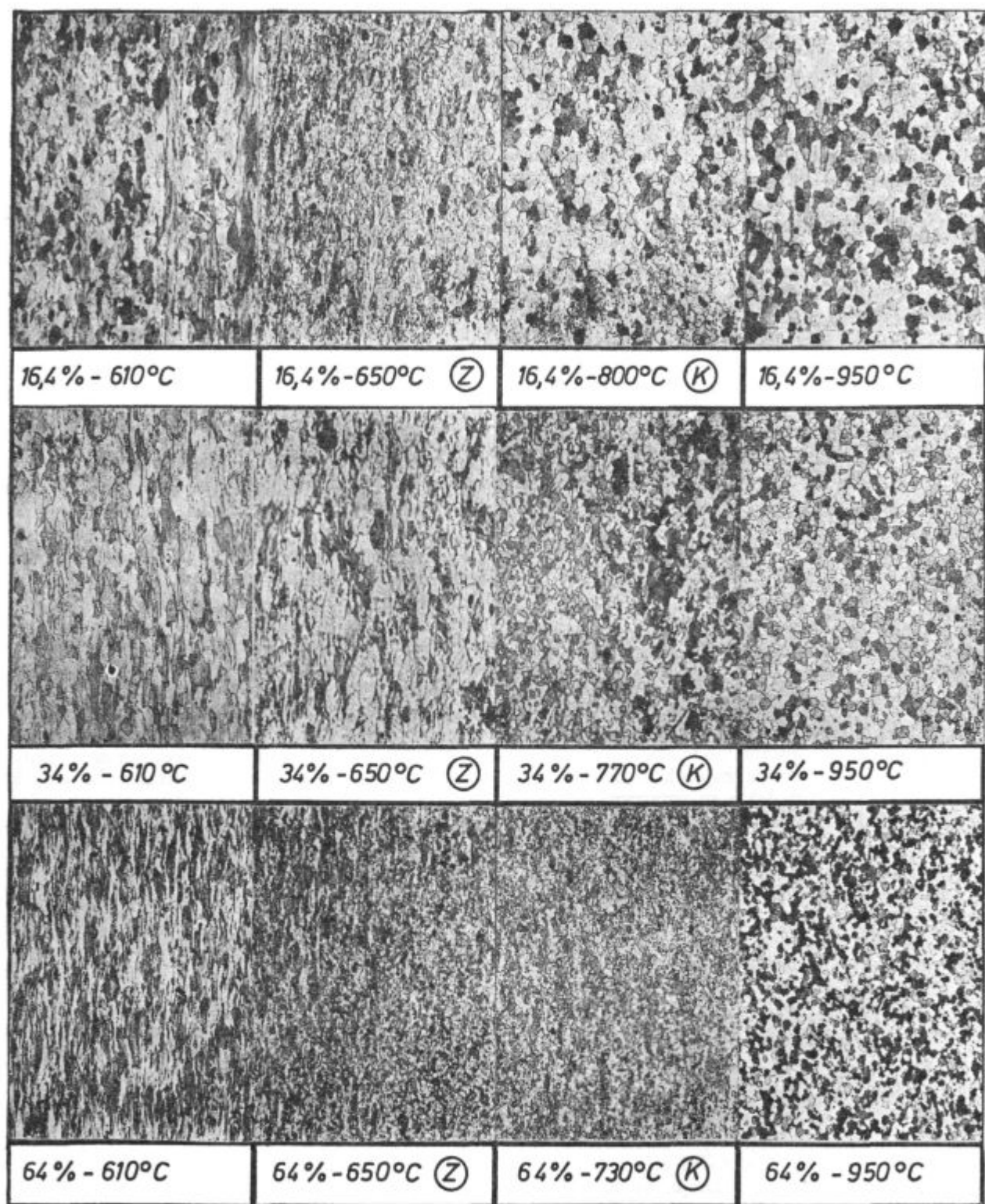
Na sliki 3 je zbranih nekaj značilnih mikrostruktur, ki nazorno prikazujejo spremembe pri rekristalizaciji tega jekla. Jasno se vidi stopnja deformiranosti zrn pod vplivom stopnje redukcije. Temperatura začetka rekristalizacije pri 650° C (in morda nekoliko nižje) je približno enaka pri vseh treh različnih stopnjah redukcije, medtem ko so temperature konca rekristalizacije zelo različne, v odvisnosti od stopnje redukcije. Čim večja je stopnja redukcije, tem nižja je temperatura konca rekristalizacije in tem ožji je temperaturni interval poteka rekristalizacije. Pri večji stopnji redukcije dobimo po končani rekristalizaciji finejše zrno. V določenem temperaturnem območju nad temperaturo konca rekristalizacije ne opazimo bistvenih sprememb velikosti zrna, nato pa začne zrno razmeroma enakomerno naraščati, dokler ne opazimo pri višjih temperaturah značilnega pojava sekundarne rekristalizacije (sl. 4). Temperatura sekundarne rekristalizacije je tem nižja in jakost tega pojava je toliko močnejša, kolikor je večja stopnja redukcije pri hladnem deformiranju jekla.

Ta raziskava s serijo metalografskih preiskav mikrostruktur na vzdolžnih obrusih je jasno pokazala, kako pomanjkljive so bile informacije iz klasičnega rekristalizacijskega diagrama na sliki 2. Ta je upošteval le velikost zrna, ne pa razpotegnjenosti pod vplivom hladne deformacije. Prej ugotovljena »optimalna« temperatura rekristalizacije 675° C prav gotovo ne zagotavlja zadostne rekristalizacije, saj se ta pri tej temperaturi komaj dobro začne. Nepopolna rekristalizacija se odraža v neenakomerni mikrostrukturi in nezadovoljivih lastnostih jekla.

Metalografske ugotovitve so v celoti potrdili tudi mehanski preizkusi in meritve trdot.

Slika 5 kaže, da je predvsem kontrakcija obenem z raztržno trdnostjo zelo primerno merilo za ugotavljanje optimalnih pogojev rekristalizacije. Obenem je omejitev minimalne kontrakcije in



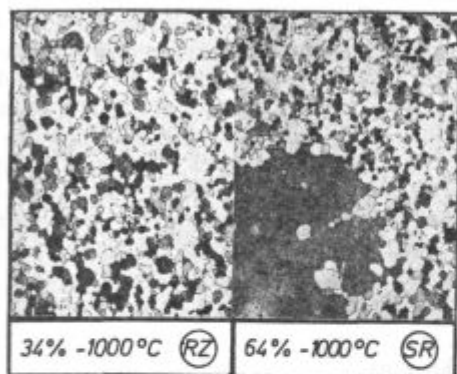


Slika 3

Mikrostrukture jekla Č.4961 — RAVNAL 2, hladno deformiranega z navedenimi stopnjami redukcije, po držanju 40 minut na navedenih temperaturah in gašenju v vodi<sup>2</sup>. Povečava 100×. (Z — temperatura začetka rekristalizacije, K — temperatura konca rekristalizacije)

Fig. 3

Microstructure of Č.4961 — RAVNAL 2 steel, cold deformed with the mentioned degrees of deformation, after it was kept 40 minutes at the mentioned temperature and subsequently quenched in water<sup>2</sup>. Magnification 100 times. (Z — temperature of the beginning of recrystallization, K — temperature of the completed recrystallization).

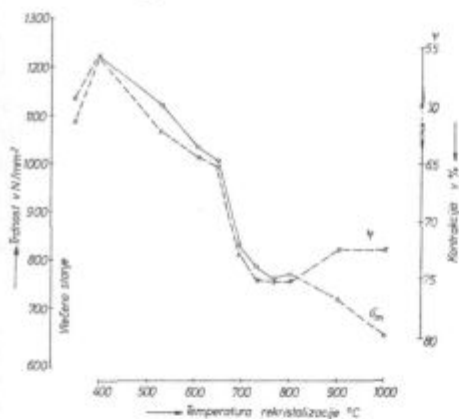


Slika 4

Začetek naraščanja zrn (RZ) in pojav sekundarne rekristalizacije (SR) pri jeklu Č.4961 — RAVNAL 2 po hladni deformaciji z navedeno redukcijo in ogrevanju 40 minut na navedeni temperaturi. S. temperature rekristalizacije gašeno v vodi<sup>2</sup>.

Fig. 4

The beginning of grain growth (RZ) and the phenomenon of secondary recrystallization (SR) in Č.4961 — RAVNAL 2 steel after cold deformation with the mentioned reduction, and after heating 40 minutes on the mentioned temperature. From the recrystallization temperature it was quenched in water<sup>2</sup>.



Slika 5

Trdnost in kontrakcija v odvisnosti od temperature rekristalizacijskega žarjenja<sup>3</sup> z držanjem 40 minut na temperaturi in gašenjem v vodi. Jeklo Č.4961 — RAVNAL 2, stopnja hladne deformacije 64 %.

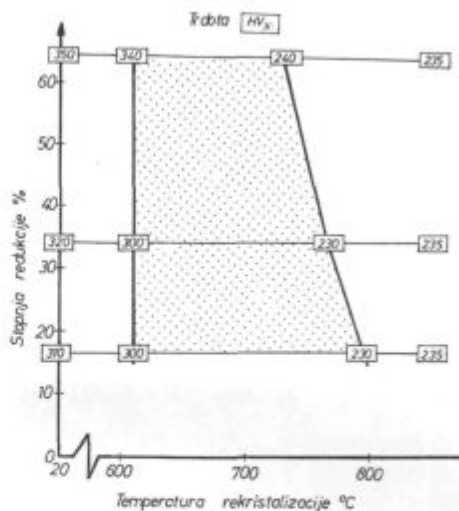
Fig. 5

Strength and contraction related to the recrystallization temperature<sup>3</sup> by holding 40 minutes on the temperature and by subsequent quenching in water. Č.4961 — RAVNAL 2 steel. Degree of cold deformation: 64 %.

maksimalne trdnosti zelo umesten kriterij za kontrolo kakovosti v tehnološkem procesu za oceno stopnje popolnosti izvršene rekristalizacije.

Na sliki 6 je prikazano temperaturno območje rekristalizacije za jeklo Č.4961 RAVNAL 2 pri različnih stopnjah redukcije. Podane so tudi trdote HV<sub>30</sub> v vlečnem stanju ob začetku rekristalizacije in ob koncu rekristalizacije.

Za jeklo Č.4961 — RAVNAL 2 smo torej s to raziskavo ugotovili, da poteka v območju 500 — 600°C opomoč ali delna poprava kristalov, v tem-



Slika 6

Trdota HV<sub>30</sub> in temperaturno območje rekristalizacije pri različnih stopnjah redukcije. Jeklo Č.4961 — RAVNAL 2, držanje na temperaturi rekristalizacije 40 minut in gašenje v vodi.

Fig. 6

HV<sub>30</sub> hardness and temperature interval of recrystallization at various degrees of deformation. Č.4961 — RAVNAL 2 steel. Holding 40 minutes on the temperature and quenching in water.

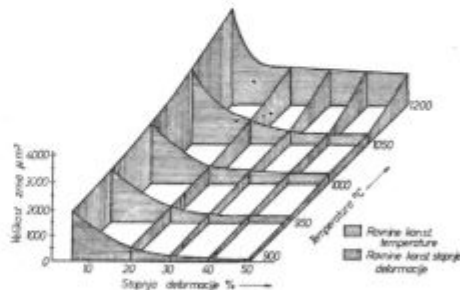
peraturnem območju 600 — 800°C poteka v odvisnosti od različnih stopenj redukcije rekristalizacija, ki je pri 800°C v vseh primerih končana.

Za študij vplivov hladne deformacije in rekristalizacije, za identifikacijo optimalnih tehnoloških pogojev in za kontrolo je pri tem jeklu najprimernejši raztržni preizkus (trdnost — kontrakcija). Za poglobljen študij so zelo pomembne metalografske preiskave na vzdolžnih obrusih.

## REKRISTALIZACIJSKI DIAGRAM ZA JEKLO Č.4561 — RAVNIN 2

(max. 0,2 % C, 21 % Cr, 30 % Ni)

Na sliki 7 je klasičen rekristalizacijski diagram<sup>3</sup> za jeklo Č.4561 — RAVNIN 2. Iz diagrama lahko ocenimo kritično temperaturo rekristalizacije ca. 1070°C in kritično stopnjo deformacije ca. 20 %.



Slika 7

Rekristalizacijski diagram<sup>3</sup> jekla Č.4561 — RAVNIN 2.

Fig. 7

Recrystallization diagram for Č.4561 — RAVNIN 2 steel.

Rekristalizacija poteka v območju 900–1050° C. Pri temperaturi pod 850° C je zrno še močno razpognjeno. Čas držanja na temperaturi je normalno ca. 30 minut, nato pa sledi gašenje v vodi.

Z ozirom na splošno poznane lastnosti avstenitnih jekel naj bi po možnosti temperatura gašenja ne bila nižja od 1000° C.

V tabeli 2 so navedene mehanske lastnosti hladno deformiranega in rekristaliziranega jekla (povprečne vrednosti za 25 vzorcev).

Tabela 2 — Mehanske lastnosti

| Stanje jekla                                  | $\sigma_T$ N/mm <sup>2</sup> | $\sigma_M$ N/mm <sup>2</sup> | $\delta$ % | $\psi$ % |
|-----------------------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------|----------|
| Hladno deformirano (40 % stopnja deformacije) | 714                          | 995                          | 19,3       | 51,2     |
| Poprava kristalov pri 850° C (30 minut)       | 394                          | 713                          | 40,0       | 64,0     |
| Rekristalizacija pri 1000° C (30 minut)       | 342                          | 668                          | 46,5       | 70,1     |

Na velikost zrna ima pri jeklu Č 4561 odločilni vpliv tudi temperatura valjanja. Pri tem jeklu se grobega zrna, ki nastane zaradi nepravilne temperature valjanja, ne da popraviti s toplotno obdelavo. Takšno jeklo je potrebno ponovno predelati v vročem, kar pa največkrat ni tehnično izvedljivo (žica). Da se izognemo grobem zrnu, je treba izbrati pravi režim ogrevanja in valjanja. Če so začetne temperature valjanja visoke, postaja z naraščanjem končne temperature valjanja struktura pri toplotni obdelavi vse bolj grobozrnata in nehomogena. Če znižamo končno temperaturo valjanja, se zmanjša stopnja nehomogenosti in velikost zrna. Čim višja je začetna temperatura valjanja, tem nižja mora biti končna temperatura valjanja, da dobimo drobno zrno in homogeno strukturo po toplotni obdelavi. Poizkusi so pokazali, da mora biti pri začetni temperaturi valjanja 1150° C končna temperatura valjanja 960° C, pri začetni temperaturi valjanja 1100° C pa končna temperatura valjanja 1000° C, da bi dobili enako velikost zrna, kar je osnovni pogoj za uspenšo hladno predelavo. Če valjamo pri zelo nizki začetni temperaturi (1000° C), postane zrno pri toplotni obdelavi pri višjih temperaturah, kot je temperatura valjanja, npr. 1050° C, zelo nehomogeno po malih stiskih ter čezmerno drobno po srednjih in velikih stiskih.

Če je začetna in končna temperatura valjanja znatno višja kot temperatura toplotne obdelave, je struktura po toplotni obdelavi grobozrnata in nehomogena. Ugodno je, če je začetna temperatura valjanja znatno višja in končna temperatura znatno nižja od temperature toplotne obdelave, ker tedaj dobimo pri pravilni toplotni obdelavi drobno zrno. Najbolj homogeno strukturo dobimo tedaj, kadar ležita začetna in končna temperatura valjanja blizu temperature toplotne obdelave.

Pri valjanju z nekoliko prevleki je struktura odvisna v glavnem od režima ogrevanja in valja-

nja. Število prevlekov in razdelitev stiskov na posamezne prevleke bistveno ne vpliva na strukturo. Čim večji je stisk pri valjanju, tem bolj drobno zrno dobimo. Nehomogenost strukture, ki nastane pri toplotni obdelavi močno deformiranega jekla, gre na račun povečanja količine zelo drobnih zrn. Nasprotno nastanejo pri sorazmerno majhnih stiskih zelo groba zrna. Čim večji je stisk, tem večji so tudi kontrasti med velikostjo zrna na površini in v sredini.

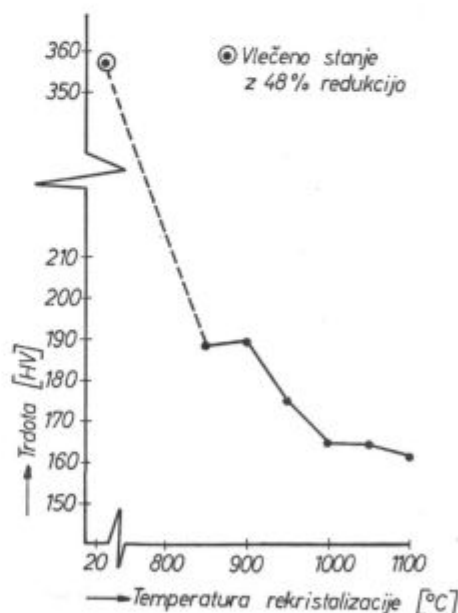
Pri jeklu te vrste je najzanesljivejši kriterij za ocenjevanje stopnje poteka rekristalizacije metalografska kontrola razpognjenosti zrn na vzdolžnih obrusih. Kontrola mehanskih lastnosti sicer zagotavlja lastnosti, ne kaže pa dovolj izrazito optimalnih pogojev toplotne obdelave za popolno rekristalizacijo.

#### REKRISTALIZACIJSKI DIAGRAM ZA JEKLO Č 4571 — PROKRON 11

(max. 0,1 % C, 18 % Cr, 9 % Ni)

Raziskavo rekristalizacije jekla Č 4571 — PROKRON 11 smo omejili v prvi fazi zaradi ugotavljanja optimalne metodike preizkušanja samo na stopnjo redukcije 48 %, zato jo bo treba v naslednjih fazah še razširiti na druge stopnje redukcije.

Valjano jeklo Ø 8 mm je bilo gašeno, po gašenju vlečemo od Ø 8 mm na Ø 5,8 mm v dveh stopnjah, od Ø 8 mm na Ø 6,5 mm in od Ø 6,5 mm na Ø 5,8 mm.



Slika 8

Sprememba trdote po rekristalizaciji z ogrevanjem 15 minut na navedenih temperaturah in gašenju v vodi za jeklo Č.4571 — PROKRON 11, vlečeno z 48 % redukcijo<sup>4</sup>.

Fig. 8

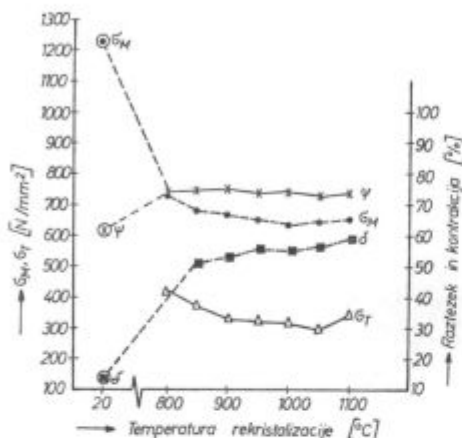
Hardness variation after recrystallization by heating 15 minutes on the mentioned temperatures and quenching in water. Č.4571 — PROKRON 11 steel. Degree of deformation: 48 %<sup>4</sup>.



Nato je bilo vlečeno jeklo gašeno in ponovno vlečeno od  $\varnothing 5,8$  mm na  $\varnothing 4,2$  mm z 48 % redukcijo.

Vzorci  $\varnothing 4,2$  mm smo rekristalizirali pri temperaturah 800, 850, 900, 1000, 1050 in 1100°C. Preizkušance za mehanske preiskave, meritve trdote in metalografske preglede smo 15 minut obdržali na navedenih temperaturah, nato pa gasili v vodi.

Na sliki 8 so prikazane spremembe trdot in na sliki 9 spremembe mehanskih lastnosti.



Slika 9

Spremembe mehanskih lastnosti po rekristalizaciji z ogrevanjem 15 minut na navedenih temperaturah in gašenju v vodi za jeklo Č.4571 — PROKRON 11 vlečeno z 48 % redukcijo<sup>4</sup>.

Fig. 9

Variation of mechanical properties after recrystallization by heating 15 minutes on the mentioned temperatures and quenching in water. Č.4571 — PROKRON 11 steel. Degree of deformation: 48 %<sup>4</sup>.

Mikrostrukture na sliki 10 jasno kažejo, kolikšen je pomen metalografskih pregledov pri kontroli poteka rekristalizacije. Že po rekristalizaciji pod 850°C so očitne spremembe trdote in mehanskih lastnosti v odnosu na vlečeno stanje. Mikrostrukture pa jasno pokažejo, da rekristalizacija še ni potekla. V območju 850—1100°C spremembe mehanskih lastnosti niso takšne, da bi očitno ponazarjale potek rekristalizacije, metalografija pa jasno pokaže, da je mikrostruktura normalna šele po gašenju nad 950°C v vodi.

Pri raziskovanju rekristalizacije so pri tem jeklu najzanesljivejše metalografske preiskave vzdolžnih obrusov.

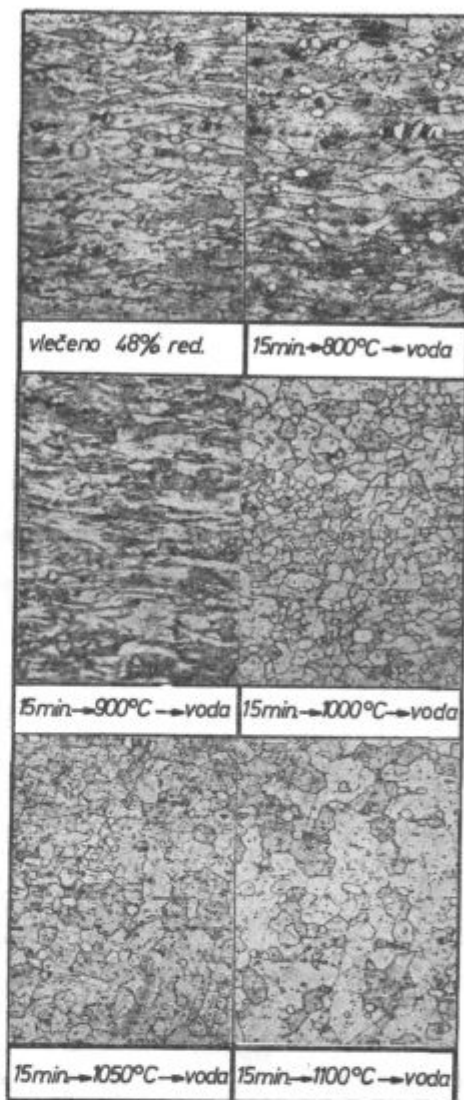
#### REKRISTALIZACIJSKI DIAGRAM ZA JEKLO

»25 Cr«

(0,23 % C, 0,83 % Si, 1,2 % Mn, 24,4 % Cr)

Za raziskavo rekristalizacije jekla 25 Cr smo uporabili jeklo, valjano na  $\varnothing 8$  mm in žarjeno, nato pa vlečeno na  $\varnothing 5,3$  mm s 56 % redukcijo.

Vlečene palice smo rekristalizirali na temperaturah 400, 500, 600, 700, 750, 800, 850 in 900°C. Na temperaturi rekristalizacije smo obdržali vzorce 40 minut, nato pa smo jih ohladili v vodi.



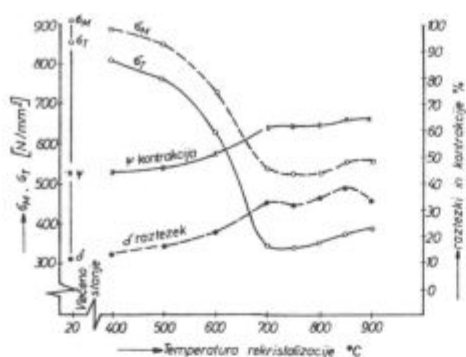
Slika 10

Mikrostrukture<sup>4</sup> vzdolžnih obrusov pri povečavi  $200\times$  v vlečenem in rekristaliziranem stanju za jeklo Č.4571 — PROKRON 11 vlečeno z 48 % redukcijo.

Fig. 10

Microstructures<sup>4</sup> of longitudinal metallographic specimens at 200 times magnification in as-drawn and recrystallized state. Č.4571 — PROKRON 11 steel. Drawn with 48 % reduction.

Spremembe mehanskih lastnosti (sliki 11 in 12) in trdot (slika 13) ter spremembe mikrostrukture (slika 14) zelo nazorno prikazujejo potek rekristalizacije. Ti diagrami in mikrostrukture nedvomno kažejo, da je najugodnejše območje rekristalizacije pri 700—800°C, za kar ob nazornem prikazu skoraj ni potreben dodaten komentar. Pri temperaturah do 600°C so zrna ostala še močno razpotečena. V območju 700—800°C so zrna enakoosna in popolnoma rekristalizirana — enakoosna. V tem območju še ne zasledimo rasti feritnih zrn. Že pri 850°C in še bolj pri 900°C zrno znatno naraste. Čas zadrževanja 40 minut na temperaturi rekristalizacije povsem zadošča.

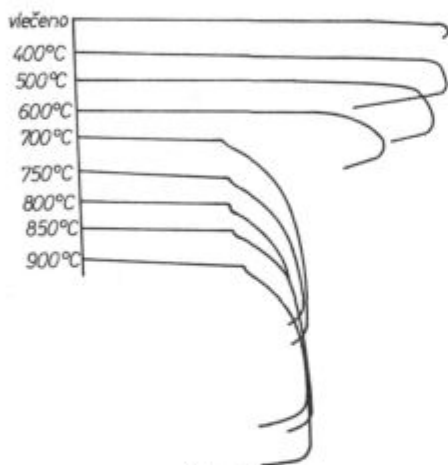


Slika 11

Spremembe mehanskih lastnosti pod vplivom rekristalizacije 40 minut na navedenih temperaturah in gašenja v vodi za jeklo »25 Cr« vlečeno s 56 % redukcijo<sup>4</sup>.

Fig. 11

Variation of mechanical properties influenced by 40 minute recrystallization at the mentioned temperatures and quenching in water. »25 Cr« steel drawn with 54 % reduction<sup>4</sup>.

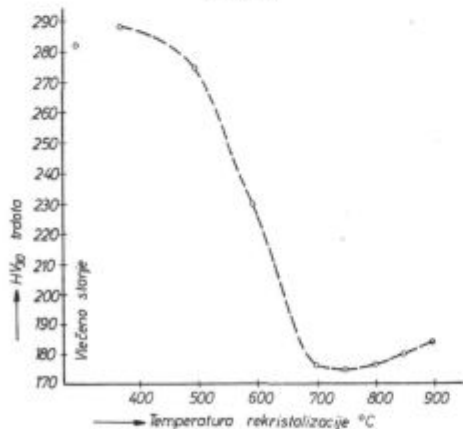


Slika 12

Krivulje napetosti in raztezka registrirane pri trganju prob v vlečenem stanju in po rekristalizaciji jekla »25 Cr«.

Fig. 12

Stress — strain curves recorded at ultimate strength tests of as-drawn samples and after recrystallization of »25 Cr« steel<sup>4</sup>.

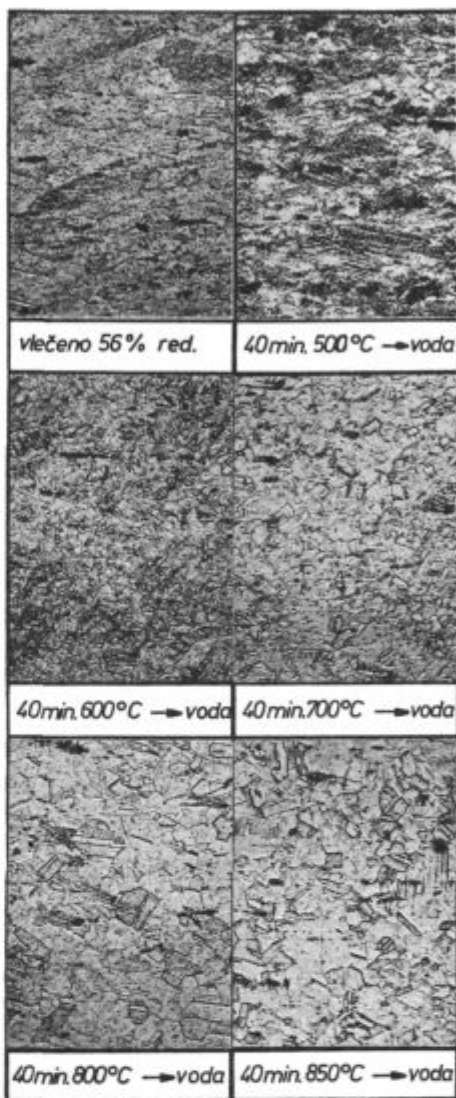


Slika 13

Spremembe trdot pod vplivom rekristalizacije jekla »25 Cr« vlečenega s 56 % redukcijo.

Fig. 13

Variation of hardness influenced by recrystallization of »25 Cr« steel drawn with 56 % reduction.



Slika 14

Spremembe mikrostruktur pod vplivom rekristalizacije jekla »25 Cr« vlečenega s 56 % redukcijo<sup>4</sup>. Povečava 200 ×.

Fig. 14

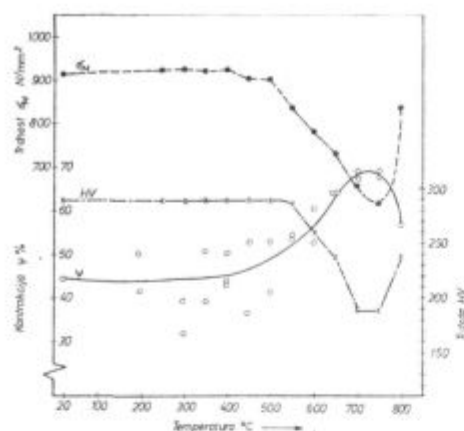
Changing microstructures influenced by recrystallization of »25 Cr« steel drawn with 56 % reduction<sup>4</sup>. Magnification 200 times.

Preizkusi mehanskih lastnosti zelo nazorno karakterizirajo stanje tega jekla, zato so tudi za kontrolo poteka rekristalizacije najprimernejši. Krivulje napetosti in raztezka, registrirane na trgalnem stroju po izvršeni rekristalizaciji, jasno izražajo mejo razteznosti (glej sliko 12). Seveda predstavlja metalografija dragoceno dopolnilo.

#### REKRYSTALIZACIJSKI DIAGRAM ZA JEKLO Č 4173 — PROKRON 4 (0,3 % C, 13,5 % Cr)

Nerjavno orodno jeklo Č 4173 — PROKRON 4 smo vlekli<sup>4</sup> od Ø 8 mm na Ø 7 mm s 23,5 % redukcijo in nato preizkušali odvisnost rekristalizacije





Slika 15  
Rekristalizacijski diagram mehaničnih lastnosti jekla Č.4173 PROKRON 4 za stopnjo redukcije 23,5 %.

Fig. 15  
Recrystallization diagram of mechanical properties of Č.4173 PROKRON 4 steel for 23.5 % degree of deformation.

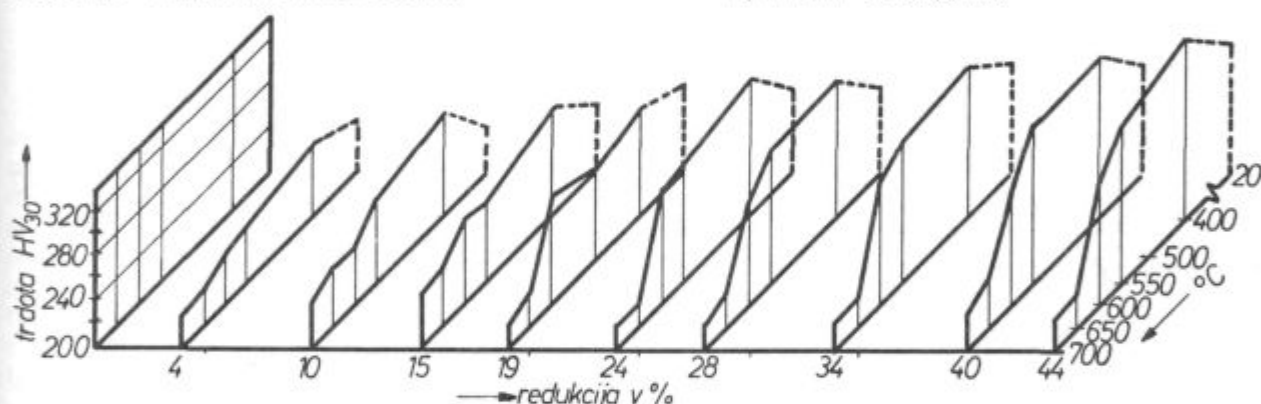
od temperature. Hladno deformirano jeklo smo ogrevali 20–30 minut na različnih temperaturah in ga nato ohlajali na mirnem zraku.

Slika 15 jasno kaže, da je mogoče z meritvami trdote HV dovolj natančno identificirati optimalne pogoje rekristalizacije. Rekristalizacija je zelo učinkovita v temperaturnem območju 700–750 °C. Seveda tudi trdnost izraža enako odvisnost od temperature rekristalizacije. Pri raztržnih poizkusih smo ugotovili veliko trosenje pri meritvah kontrakcije, dokler rekristalizacija ne poteče popolno. Tako je torej tudi enakomernost kontrakcije paralelnih preizkušancev merilo za popolno rekristalizacijo hladno deformiranega jekla. Dobro rekristalizirano orodno jeklo Č.4173 — PROKRON 4 ima trdnost pod 700 N/mm², trdoto pod 200 HV in kontrakcijo nad 60 %.

# REKISTALIZACIJSKI DIAGRAM ZA JEKLO Č.6840 — OW 1 (1,2 % C, 1 % W, 0,1 % V)

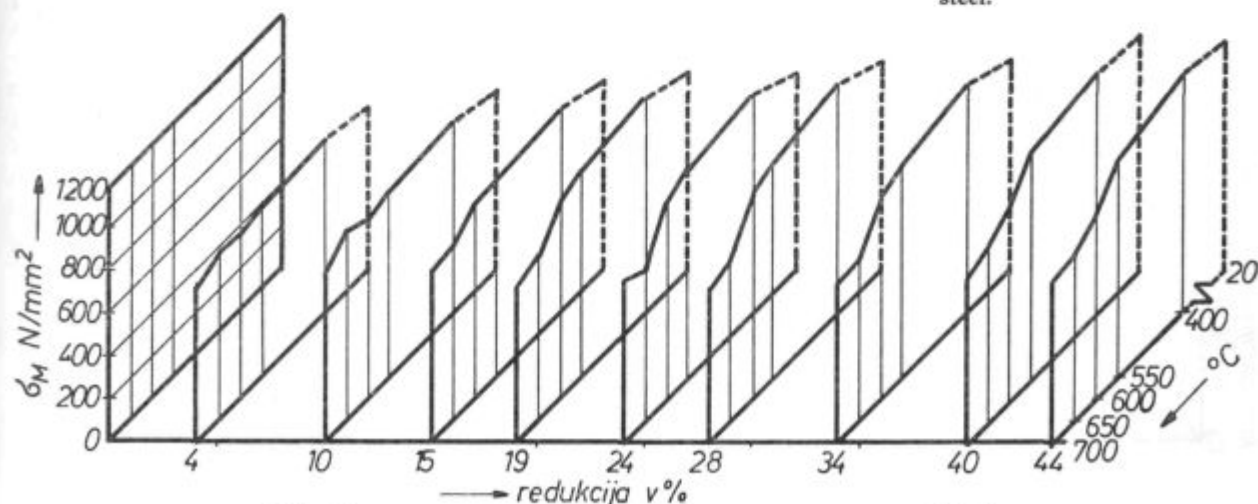
Orodno W — V jeklo, valjano Ø 8 mm smo uporabili v mehko žarjenem stanju z naslednjimi lastnostmi:

- trdota ... 216 HV<sub>30</sub>,
- $\sigma_T$  ..... 398 N/mm²,



Slika 16  
Rekristalizacijski diagram trdot za jeklo Č.6840 — OW 1.

Fig. 16  
Recrystallization diagram of hardness for Č.6840 — OW 1 steel.



Slika 17  
Rekristalizacijski diagram trdnosti za jeklo Č.6840 — OW 1.

Fig. 17  
Recrystallization diagram of strength for Č.6840 — OW 1 steel.

- $\delta_M$  ..... 721 N/mm<sup>2</sup>,  
 —  $\delta$  ..... 23,2 %,   
 —  $\psi$  ..... 29,9 %.

Po različnih stopnjah redukcije do 44 % smo jeklo ogrevali za rekristalizacijo na različnih temperaturah 30 minut in nato ohlajali na zraku. Ohlajanje na zraku je dalo ugodnejše mehanske lastnosti kot ohlajanje v vodi. Pri večjih stopnjah redukcije se je žica že začela trgati med vlečenjem.

Spremembe lastnosti pri rekristalizaciji so prikazane za različne stopnje redukcije na slikah 16—19.

Rekristalizacijski diagram trdote na sliki 16 kaže, da s stopnjo hladne deformacije trdota močno narašča. Zanimiva je ugotovitev, da po ogrevanju hladno deformiranega jekla na temperature v območju 400—600° C dobimo celo višje trdote kot v hladno vlečenem stanju. Najvišje so trdote po ogrevanju 30 minut na 400° C, pri višjih temperaturah pa so relativno nižje. V območju deformacij nad ca. 20 % opažamo pri temperaturah nad 600° C izrazit padec trdote, kar pomeni, da v tem območju poteka rekristalizacija. Trdote so najnižje pri 700° C, pri čemer naj omenimo, da

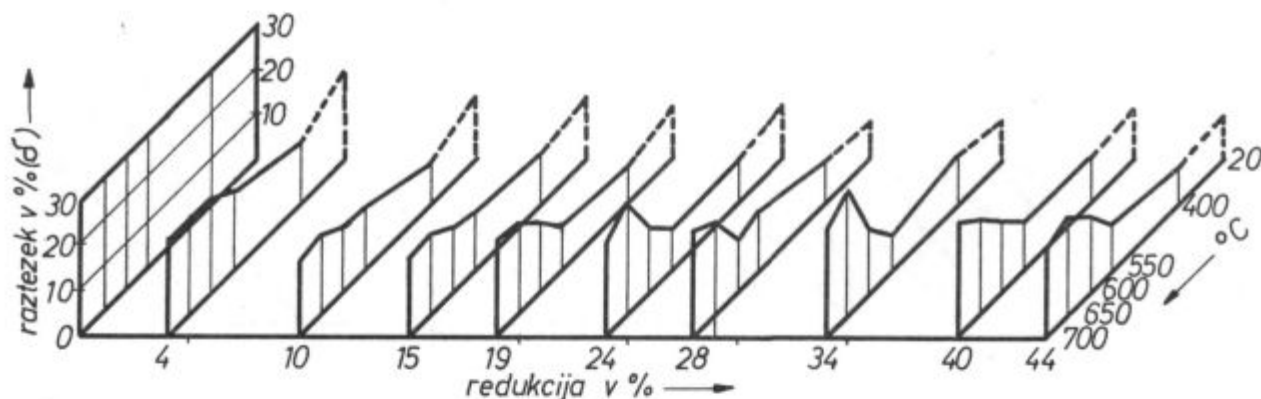
višjih temperatur za rekristalizacijo nismo preizkušali, ker bi se s tem že približali premenskemu območju Ac.

V območju normalnih stopenj redukcije nad 20 % dosežemo po rekristalizaciji trdoto, ki je zelo blizu začetnega mehkožarjenega stanja. Pri stopnjah redukcije 10—15 % pa trdote ne moremo zmanjšati občutno pod tisto, ki jo je imelo jeklo v hladno deformiranem stanju (glej tabelo 3), iz česar bi sklepali, da je v tem območju kritična stopnja deformacije, kar pa bo treba še podrobneje raziskati.

Tabela 3 — Trdote HV<sub>30</sub>

| Stopnje deformacije: | 4 % | 10 % | 15 % | 34 % | 44 % |
|----------------------|-----|------|------|------|------|
| Hladno vlečeno       | 245 | 242  | 260  | 300  | 320  |
| 400° C               | 264 | 294  | 299  | 336  | 364  |
| 600° C               | 248 | 253  | 278  | 311  | 312  |
| 700° C               | 229 | 241  | 250  | 224  | 228  |

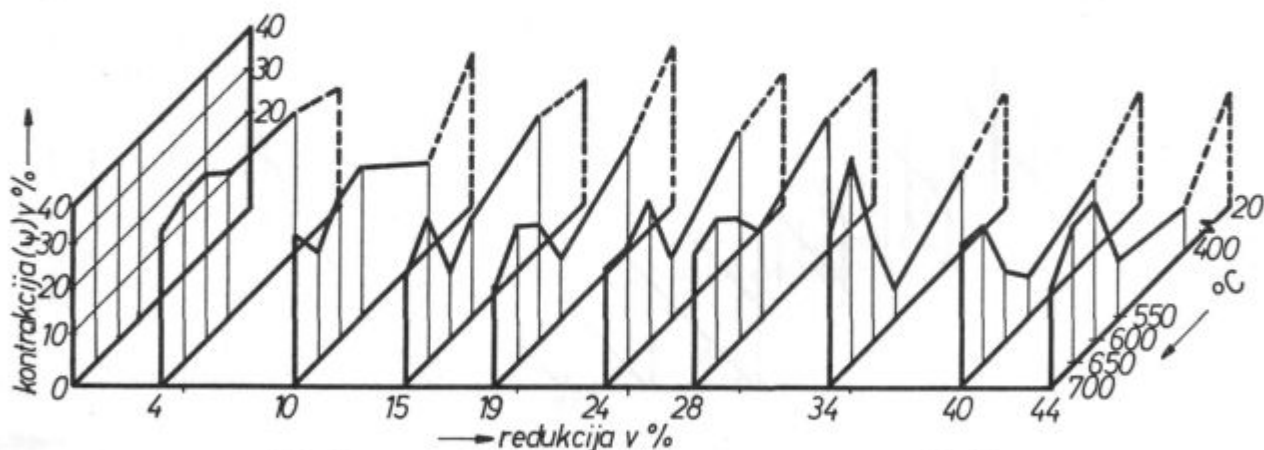
Podobne ugotovitve dobimo tudi iz rekristalizacijskega diagrama za natezno porušitveno trd-



Slika 18

Fig. 18

Rekristalizacijski diagram<sup>a</sup> razteзка za jeklo C.6840 — Recrystallization diagram<sup>a</sup> of elongation for C.6840 — OW 1 steel.



Slika 19

Fig. 19

Rekristalizacijski diagram<sup>a</sup> kontrakcije za jeklo C.6840 — Recrystallization diagram<sup>a</sup> of contraction for C.6840 — OW 1 steel.

nost na sliki 17. Meja razteznosti kaže pri rekristalizaciji popolnoma enako odvisnost od temperature in stopnje redukcije, zato tega diagrama ne podajamo.

Podobno bi lahko razlagali rekristalizacijska diagrama za raztezek in kontrakcijo (sl. 18 in 19), ki prejšnje ugotovitve potrjujejo in še dopolnjujeta s tem, da očitno kažeta najboljšo temperaturo rekristalizacije 650° C.

Upoštevač vse rezultate nateznega porušitvenega preizkusa in merjenja trdote je najboljša rekristalizacija v območju 650—700° C.

Primerjalne raziskave pa so pokazale, da je ohlajanje po rekristalizaciji na zraku pri tem jeklu ugodnejše od ohlajanja v vodi.

Ta vrsta orodnega jekla mora biti v mehkožarjenem stanju popolno sferoidizirano. Pri tovrstnih strukturah sekundarno zrno tudi pri večjih povečavah na optičnem mikroskopu ni vidno. Stopnja hladne deformacije je zato v strukturi slabo izražena, zato metalografski pregled za oceno rekristalizacije ni primeren.

## ZAKLJUČKI

Pri nekaterih visoko legiranih orodnih in konstrukcijskih jeklih ter jeklih in zlitinah za posebne namene rekristalizacijski diagrami klasičnega tipa niso primerni, ker ne zagotavljajo najpomembnejših ugotovitev, oziroma ne opredeljujejo dovolj natančno najboljših tehnoloških pogojev za rekristalizacijo po hladni predelavi. Tudi v smislu kontrolnih kriterijev za fazno kontrolo kakovosti v procesu predelave v hladnem ne dajejo zadovoljivih podatkov.

Preizkusili smo dve vrsti visokolegiranih jekel feritnega tipa.

Pri jeklu z 22 % Cr in 5,5 % Al je za raziskavo rekristalizacij zanimivo območje 600—1000° C, ki vključuje pri temperaturah nad 900° C že pojav sekundarne rekristalizacije. Začetek rekristalizacije je v območju 600—650° C, konec pa v območju 730—800° C. Čim večja je stopnja redukcije, tem nižja je temperatura konca rekristalizacije in tem finejša je zrno. Za tehnološki postopek je optimalna rekristalizacija pri 800° C z ohladitvijo v vodi, ki zagotavlja trdnost pod 850 N/mm<sup>2</sup> in kontrakcijo nad 70 %. Za raziskave in kontrolo je najprimernejši natezni porušitveni preizkus  $\sigma_M, \psi$ .

Pri posebnem visokolegiranem jeklu feritnega tipa s 25 % Cr smo prišli do podobne ugotovitve: optimalni pogoji rekristalizacije so 700—800° C — voda, ki zagotavlja trdnost pod 600 N/mm<sup>2</sup> in kontrakcijo nad 60 %. Očiten znak za potek rekristalizacije je pojav mejne razteznosti pri registriranju krivulj napetosti in raztezka pri porušitvenem preizkusu.

Raziskave rekristalizacije pri dveh vrstah visokolegiranih jekel avstenitnega tipa 21 % Cr — 30 % Ni in 18 % Cr — 9 % Ni so potrdile, da je za potek rekristalizacije hladno vlečenega jekla potrebno normalno gašenje v vodi s temperature nad 950° C. Za kontrolo poteka rekristalizacije je najzanesljivejša metalografska kontrola. Trdnost pri tem lahko zagotovimo pod 750 N/mm<sup>2</sup> in kontrakcijo nad 70 %.

Pri nerjavnem orodnem jeklu z 0,3 % C in 13,5 % Cr je za raziskovanje poteka rekristalizacije zanimivo območje 600—800° C. Pri razmeroma majhni stopnji redukcije 23,5 % smo ugotovili optimalno rekristalizacijo pri 700—750° C z ohlajanjem na zraku (ohlajevanje v vodi ni bilo preizkušeno!), kar zagotavlja trdnost pod 700 N/mm<sup>2</sup>, kontrakcijo nad 60 % in trdoto pod 200 HV.

Malolegirano orodno jeklo za delo v hladnem z 1,2 % C in 1 % W je v mehkožarjenem stanju popolnoma sferoidizirano, zato metalografsko ocenjevanje poteka rekristalizacije ni zanesljivo. Najprimernejše je merjenje trdote ali pa natezni porušitveni preizkus z merjenjem trdnosti in kontrakcije, ki jasno izražata najboljše temperaturno območje rekristalizacije 650—700° C z ohlajanjem na zraku. Raziskava je pokazala, da za to jeklo deformacije v območju 10—15 % niso priporočljive — kritična stopnja!

Na osnovi podanih ugotovitev je mogoče pri nadaljnjih raziskavah metodiko preizkušanja povsem določeno usmeriti in skržiti program potrebnih preiskav. Tudi temperaturno območje rekristalizacij je v tolikšni meri poznano, da bo mogoče potrebne temperature v nadaljnjih raziskavah natančno programirati. Načine ohlajanja po rekristalizaciji smo z raziskavami že precej optimirali. Na račun teh prihrankov v obsegu preizkušanja lahko močno razširimo območje stopenj redukcije pri hladni predelavi, kar je zelo pomembno za uporabo v tehnološkem postopku.

Vse to je le osnova za programiranje in začetek projekta sistematično povezanih raziskovalnih nalog na področju plastične predelave jekel v hladnem.

## Literatura:

1. Suman H.: Metalografija, Zavod za izdavanje udžbenika SRS, Beograd 1965.
2. Rodič J., A. Rodič: Matematični računalniški model za tehnologijo hladne predelave — organizacija kontrole in zbiranja podatkov (Poglavje 6 — Rekristalizacijski diagrami), Poročila Metalurškega inštituta v Ljubljani in Železarne Ravne, raziskovalna naloga MI-149 iz projekta PREDELAVA KOVIN, Ljubljana, november 1973.
3. Žunec J.: Izdelava rekristalizacijskih diagramov, Železarski zbornik 1967, št. 2, str. 113.
4. Rodič A.: Rekristalizacijski diagrami, Interna raziskovalna naloga R-7305 Železarne Ravne.
5. Rodič A.: Metalografska identifikacija rekristalizacije feritnih jekel, Interna raziskovalna naloga R-7101 Železarne Ravne.

## ZUSAMMENFASSUNG

Die Untersuchungen der Rekristallisationsbedingungen stellen ein Teil des Forschungs- und Entwicklungsprojektes der plastischen Verformung im kalten dar.

In Artikel werden zunächst die Ergebnisse der systematischen Untersuchungen behandelt, welche der optimalen Untersuchungsmethodik für die Feststellung der Verfestigungsstufen und der Rekristallisationsbedingungen bei der Entwicklung der Technologie und der Qualitätskontrolle der einzelnen typischen Sorten der Sonderstähle dienen.

Klassische Rekristallisationsdiagramme geben nicht immer zufriedenstellende Informationen, deswegen sind in dieser Untersuchungsphase für die einzelnen Stahlsorten solche Untersuchungsmethoden ausgewählt, welche die reichsten und die zuverlässigsten Informationen über die Verfestigung und Rekristallisation geben.

Für einen hochlegierten ferritischen Stahl mit 22 % Cr und 5,5 % Al ist die optimale Rekristallisationstemperatur 800° C — Wasser, welche eine Festigkeit unter 850 N/mm<sup>2</sup> und eine Querschnittsabnahme über 70 % garantiert.

Ein hochchromlegierter ferritischer Sonderstahl mit 25 % Cr erreicht nach einer Kaltverformung die beste Rekristallisationstemperatur im Temperaturbereich von 700° C

bis 800° C und nach dem Schrecken im Wasser, wobei eine Festigkeit unter 600 N/mm<sup>2</sup> und eine Querschnittsabnahme über 60 % erreicht wird.

Bei einem hochlegierten CrNi Stahl des Types 21/30 und 18/9 ist für eine vollständige Rekristallisation das Schrecken im Wasser von einer Temperatur über 950° C nötig. Für die Kontrolle des Rekristallisationsverlaufes ist die metallographische Kontrolle die zuverlässigste.

Ein rostbeständiger Werkzeugstahl mit 0,3 % C und 13,5 % Cr rekristallisiert am besten von 700° C bis 750° C, was eine Festigkeit unter 700 N/mm<sup>2</sup> und eine Querschnittsabnahme über 60 % zusichert.

Ein schwachlegierter Werkzeugstahl mit 1,2 % C und 1 % W rekristallisiert im Temperaturbereich von 650° C bis 700° C der kritische Deformationsgrad liegt bei 10 bis 15 %. Der Rekristallisationsverlauf wird durch die Änderungen der Härte und der mechanischen Eigenschaften klar angezeigt, die metallographische Prüfung ermöglicht aber keine sicheren Feststellungen.

Auf Grund dieser Einführungsuntersuchungen wird es möglich, das weitere Program der Studie der Rekristallisationsbedingungen auf eine ökonomische und wirkungsvolle Weise auszuführen.

## SUMMARY

Investigations on recrystallization conditions are a part of research project on plastic cold working of steel.

Results of initial systematical investigations aimed to the development of the optimal testing method in determining the degrees of hardening and recrystallization conditions are treated in the paper. It is connected to the development of technology and the phase quality control of single special steel more commonly used.

Common recrystallization diagrams do not always give sufficient informations therefore such investigation methods are chosen for single steel which give the richest possible and the most reliable informations on hardening and recrystallization.

In high-alloyed ferritic steel with 22 % Cr and 5.5 % Al the optimal recrystallization 800° C — water gives the strength lower than 850 N/mm<sup>2</sup> and the contraction over 70 %.

Especially high chromium ferritic steel with 25 % Cr reaches after cold deformation the optimal recrystallization in the interval between 700 and 800° C with subsequent

cooling in water. The achieved strength is below 600 N/mm<sup>2</sup> and the contraction is over 60 %.

For complete recrystallization of high-alloyed 21/30 and 18/9 Cr/Ni steel, quenching in water from above 950° C is necessary. The most reliable control of the recrystallization is the metallographic method.

The best recrystallization of the stainless tool steel with 0.3 % C and 13.5 % Cr is achieved at 700 to 750° C so that the strength is below 700 N/mm<sup>2</sup> and the contraction over 60 %.

The recrystallization region of low alloyed tool steel with 1.2 % C and 1 % W is 650 to 700° C, and the critical degree of deformation is 10 to 15 %. The recrystallization is clearly expressed by changing hardness and mechanical properties while metallographic investigation does not enable reliable findings.

Based on these initial investigations further program of studying recrystallization conditions can be made more economically and effectively.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследования условий рекристаллизации представляет отдел развития проекта исследования «Пластическая переработка сталей холодной деформацией».

В статье рассмотрены результаты вступительных систематических исследований, предназначенных для развития оптимальной методики исследований определения степени упрочнения и условий рекристаллизации при развитии технологии и фазовой проверки качества отдельных типовых марок специальных сталей.

Так как классические диаграммы о рекристаллизации не всегда дают удовлетворительных сведений, то в этой фазе исследований выбраны для отдельных марок стали такие методы исследования, которые дают самые обширные и самые надежные сведения о упрочнении и рекристаллизации.

Для высоколегированной стали ферритного типа с 22 % С и 5,5 % Al оптимальная рекристаллизация при 800° C — вода обеспечивает прочность менее 850 Н/мм<sup>2</sup> и сужение свыше 70 %.

Специальная хромистая сталь с содержанием 25 % Cr имеет после холодной деформации оптимальную рекристаллизацию в

температурном интервале 700—800° C при охлаждении в воде, причем полученная прочность ниже 600 Н/мм<sup>2</sup> и сужение свыше 60 %.

При высоколегированных Cr/Ni сталях типа 21/30 и 18/9 необходимо для полной рекристаллизации охлаждение в воде при температуре свыше 950° C; для проверки процесса рекристаллизации самый надежный металлографический контроль. Нержавеющая инструментальная сталь с содержанием 0,3 % C и 13,5 % Cr лучше всего рекристаллизуется при 700—750° C, что обеспечивает прочность менее 700 Н/мм<sup>2</sup> и сужение свыше 60 %.

Низколегированная инструментальная сталь с 1,2 % C и 1 % W рекристаллизуется в пределах 650—700° C; ее критическая степень деформации 10—15 %.

Процесс рекристаллизации ясно выражает изменение твердости и механических свойств; металлографический обзор не дает надежных определений.

На основании этих вступительных исследований будет возможность последующую программу изучения условий рекристаллизации выполнить более экономически и эффективнее.