

**POLITECHNIKA KRAKOWSKA**  
**WYDZIAŁ MECHANICZNY**  
**INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ**

**PRACA DOKTORSKA**

Temat:

**WPŁYW OBRÓBKİ CIEPLNEJ NA WŁASNOŚCI  
MECHANICZNE NISKOWĘGLOWYCH STALI  
STOPOWYCH  
Z DODATKIEM MIEDZI**

**Opracował: mgr inż. Rafał Bogucki**

**Promotor: dr hab. inż. Stanisław M. Pytel, prof. PK**

*Kraków, wrzesień 2007*

# Spis treści

<b>Wprowadzenie</b> .....	4
<b>Analiza stanu zagadnienia</b> .....	6
<b>1. Rozwój niskowęglowych stali konstrukcyjnych</b> .....	6
1.1 Spawalność stali konstrukcyjnych.....	7
1.2 Stale ferrytyczno-perlityczne.....	9
1.3 Stale bainityczne.....	15
1.4 Rozwój stali konstrukcyjnych na blachy grube.....	21
<b>2. Obróbka cieplno-plastyczna niskowęglowych stali konstrukcyjnych</b> .....	25
<b>3. Kształtowanie własności niskowęglowych stali konstrukcyjnych z dodatkiem miedzi</b> .....	33
<b>4. Podsumowanie stanu zagadnienia</b> .....	44
<b>5. Teza pracy</b> .....	46
<b>6. Cel pracy</b> .....	47
<b>7. Badania doświadczalne</b> .....	48
7.1 Materiał do badań.....	48
7.2 Badania dylatometryczne.....	49
7.3 Obróbka cieplna.....	57
7.4 Badania metalograficzne.....	59
7.4.1 Analiza jakościowa wtrąceń niemetalicznych.....	59
7.4.2 Analiza ilościowa wtrąceń niemetalicznych.....	66
7.4.3 Jakościowa ocena mikrostruktury stali.....	67
7.4.4 Analiza mikrostruktury za pomocą Transmisyjnej Mikroskopii Elektronowej.....	76
7.4.5 Ilościowa ocena mikrostruktury.....	92



7.5	Własności mechaniczne.....	94
7.6	Ocena odporności na pękanie.....	113
7.7	Badania fraktograficzne.....	119
<b>8.</b>	<b>Dyskusja i podsumowanie wyników badań.....</b>	<b>126</b>
	<b>Wnioski.....</b>	<b>134</b>
	<b>Literatura.....</b>	<b>136</b>
	<b>Ankes nr 1.....</b>	<b>146</b>
	<b>Ankes nr 2.....</b>	<b>160</b>

## **WPROWADZENIE**

Opracowywanie i wdrażanie nowoczesnych technologii determinuje dynamiczny rozwój różnych gałęzi przemysłu, co wiąże się ze wzrostem zapotrzebowania na stale konstrukcyjne charakteryzujące się wysokimi własnościami mechanicznymi i technologicznymi. Już na etapie projektowania zwraca się szczególną uwagę na zapewnienie wysokiej wytrzymałości, dobrej spawalności oraz jak najwyższej odporności na pękanie.

Tendencją w rozwoju stali przeznaczonych na silnie obciążone i odpowiedzialne konstrukcje spawane jest podnoszenie granicy plastyczności przy zachowaniu odporności na pękanie na stałym wysokim poziomie. Konieczność zapewnienia odpowiedniej jakości połączeń spawanych wymusza ograniczenie zawartości węgla, która w stalach spawalnych nie powinna przekraczać 0,2%, a obecnie istnieje tendencja do obniżenia jego zawartości nawet do 0,02%. Niska zawartość podstawowego pierwiastka powodującego umocnienie wymusza zastosowanie innych mechanizmów podnoszących własności wytrzymałościowe jak rozdrobnienie ziarna, umocnienie wydzieleniowe od węglików i węglikoazotków, umocnienie roztworowe lub wykorzystanie niskotemperaturowych produktów przemiany austenitu.

Specyficzną grupą spawalnych materiałów konstrukcyjnych są stale przeznaczone na blachy grube, wykorzystywane na konstrukcje morskie. Ich cechami charakterystycznymi są wysoka wytrzymałość ( $550 \text{ N/mm}^2 < R_{0,2} < 900 \text{ N/mm}^2$ ), niska temperatura przejścia plastyczno-kruchości  $T_{pk}$  oraz bardzo dobra spawalność przy grubościach blachy powyżej 50 mm. Ze względu na wysokie wymagania, jakim muszą sprostać, ich skład chemiczny oraz procesy technologiczne w trakcie produkcji i przetwarzania podlegają ścisłej kontroli. W tej grupie wyróżnia się dwa podstawowe gatunki stali ULCB (Ultra Low Carbon Bainitic) i HSLA (High Strength Low Alloy) [1-13].

Stale ULCB posiadają bardzo niską zawartość węgla poniżej 0,06%, a ich skład chemiczny i procesy technologiczne zostały tak dobrane by uzyskać wymagane własności mechaniczne bezpośrednio po walcowaniu i przyspieszonym chłodzeniu. Stale te posiadają strukturę niskowęglowego bainitu na tle silnie zdeformowanego ziarna byłego austenitu, uzyskując granicę plastyczności  $R_{p0,2}$  do  $900 \text{ N/mm}^2$  przy zachowaniu wysokiej odporności na pękanie [3-5, 9].

Innym podejściem metalurgicznym, umożliwiającym uzyskanie stali o wysokiej wytrzymałości i ciągliwości przy bardzo niskiej zawartości węgla, jest wykorzystanie mechanizmu umocnienia wydzieleniowego od fazy  $\epsilon$ -Cu w stalach HSLA. W przypadku tych stali stratę umocnienia roztworowego od węgla można zastąpić przez dodatek miedzi w ilości do 2%, wykorzystując zjawisko zmiennej rozpuszczalności w układzie Fe-Cu. W procesie odpuszczania stali, po hartowaniu występuje zjawisko wydzielania się drobnodispersyjnej bogatej w miedź fazy  $\epsilon$ -Cu, powodującej wzrost wytrzymałości przy relatywnie niewielkiej stracie ciągliwości. Obecnie stale te produkuje się w dwóch odmianach wytrzymałościowych: HSLA 80 (min.  $R_{p0,2} = 80$  ksi) o minimalnej granicy plastyczności  $R_{p0,2} = 550$  N/mm<sup>2</sup> oraz HSLA 100 (100 ksi) o minimalnej wytrzymałości  $R_{p0,2} = 690$  N/mm<sup>2</sup> przy zachowaniu minimalnej pracy łamania 81J w temperaturze -84 °C, co regulują normy wojskowe [14].

Literatura bardzo obszernie opisuje mechanizmy kształtujące własności tej grupy stali oraz wpływ obróbki cieplno-plastycznej (OCP) i cieplnej na parametry wytrzymałościowe. Niewiele jest jednak publikacji poruszających problematykę podniesienia wytrzymałości  $R_{p0,2}$  powyżej 890 N/mm<sup>2</sup> (130 ksi) przy zachowaniu ciągliwości na tym samym poziomie [1]. Podejmowane w pracach próby [1, 2] pokazały, że możliwe jest uzyskanie takiego poziomu granicy plastyczności, lecz kosztem znacznego spadku udarności poniżej dopuszczalnej wartości. Pomimo tego faktu należy zauważyć, że wyniki tych prac są bardzo cenne i wskazują ewentualne kierunki dalszego rozwoju tej grupy stali.

*W poniższej pracy podjęto próbę oceny możliwości uzyskania stali w klasie  $R_{p0,2min} = 890$  N/mm<sup>2</sup> poprzez: modyfikację składu chemicznego takimi pierwiastkami jak Cu, Ni i Mo, przy zawartości węgla nieprzekraczającej 0,03% oraz zmianę parametrów obróbki cieplnej polegającej na hartowaniu z następnym odpuszczaniem w szerokim zakresie temperatur.*

*Celem części eksperymentalnej było określenie optymalnych parametrów obróbki cieplnej dla analizowanych wytopów laboratoryjnych w celu uzyskania granicy plastyczności  $R_{p0,2} \geq 890$  N/mm<sup>2</sup> i minimalnej pracy łamania w temperaturze -84°C wynoszącej 81J [14].*

## *Analiza stanu zagadnienia*

### **1. ROZWÓJ NISKOWĘGLOWYCH STALI KONSTRUKCYJNYCH**

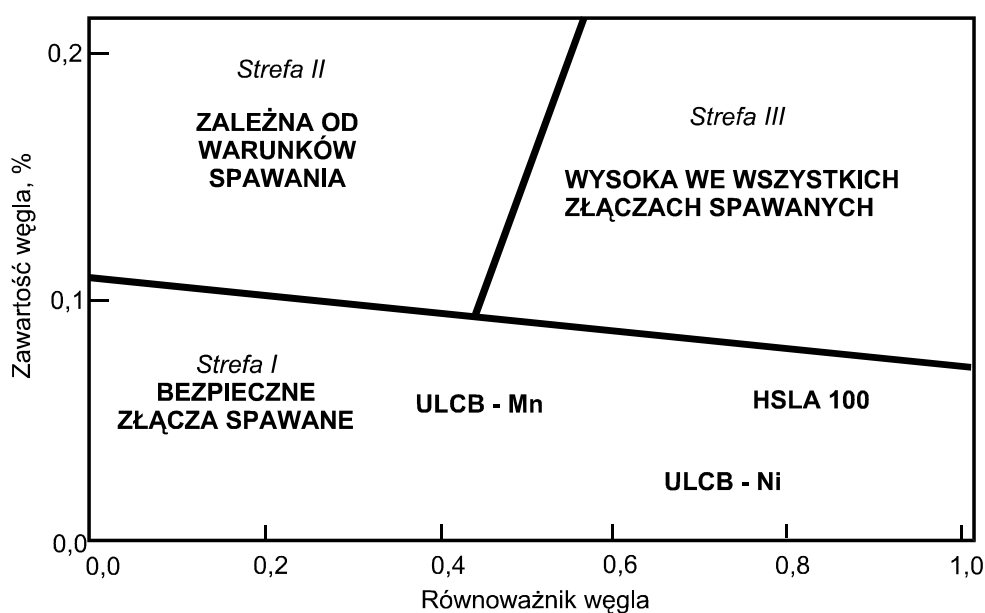
Masowe wykorzystanie stali jako materiału konstrukcyjnego rozpoczęło się w drugiej połowie XIX wieku wraz z opracowaniem technik jej wytapiania, pozwalających na uzyskanie stali stosunkowo niskim kosztem. Przełomem w produkcji stali było opracowanie i opatentowanie w roku 1856 przez *Henryka Bessemera* procesu wytapiania stali w konwerterze tlenowym [15, 16]. Był to impuls do rozwoju kolejnych metod produkcyjnych. *Martin* i *Karol Siemens* rozwinęli proces martenowski, następnie *William Siemens* opracował elektryczny piec łukowy, co zwiększyło możliwości produkcyjne stali konstrukcyjnych [16-18]. Dzisiaj stale produkuje się w zasadowych konwerterach tlenowych lub w przypadku kształtowników ze stali konstrukcyjnej w piecach łukowych z ciągłym odlewaniem stali. Produkcja blach uległa zmianie z systemu konwertorowego BOF (Basic Oxygen Furnaces) na przetapianie w piecach łukowych EAF (Electric Arc Furnace) z ciągłym odlewaniem. Pozwala to uzyskiwać wyroby prawie bezodpadowe, a sam proces charakteryzuje się dużą wydajnością i małą energochłonnością, co sprzyja ochronie środowiska [19, 20].

Dynamiczny rozwój nowych gatunków stali konstrukcyjnych spowodowany był problemami występującymi podczas spawania tradycyjnych stali ferrytyczno-perlitycznych. Problem ten ujawnił się w trakcie II wojny światowej, gdy na skale przemysłowa do masowej produkcji okrętów zastosowano proces spawania. Dziś spawanie jest podstawową techniką łączenia wszelkiego rodzaju konstrukcji począwszy od drobnych elementów stosowanych w motoryzacji po wielkogabarytowe konstrukcje, takie jak kadłuby statków, konstrukcje stalowe budynków itp. Z tego względu przy doborze materiału na konstrukcje, oprócz parametrów wytrzymałościowych, należy uwzględniać parametry technologiczne. Zastosowanie materiału teoretycznie droższego może być bardziej ekonomicznie opłacalne po uwzględnieniu kosztów procesów spawania takich jak wstępne podgrzewanie czy konieczność stosowania specjalnych elektrod i technik spawania, które są niezbędne przy materiałach charakteryzujących się skłonnością do występowania tzw. pęknięć zimnych w spoinie i strefie wpływu ciepła.

Wysoka jakość połączeń spawanych połączona z wysoką wytrzymałością była możliwa do uzyskania jedynie przez odpowiednią inżynierię składu chemicznego oraz dobór parametrów procesów przetwarzania stali.

## 1.1. Spawalność stali konstrukcyjnych

Ważną cechą technologiczną materiału przeznaczonego na wielkogabarytowe i wysokowytrzymałe elementy konstrukcyjne jest ich spawalność. Można ją zdefiniować jako zdolność do tworzenia trwałego połączenia o własnościach chemicznych, fizycznych i wytrzymałościowych zbliżonych do materiału rodzimego. Utworzone połączenie musi być zdolne do przenoszenia obciążeń oraz charakteryzować się odpornością na powstawanie pęknięć w trakcie i po zakończeniu spawania. Częstym zjawiskiem dyskwalifikującym połączenie jest występowanie w spoinie i w strefie wpływu ciepła (SWC) tzw. pęknięć zimnych. Literatura obszernie opisuje ten problem, czego przykładem jest praca *Graville'a* [21], w której przedstawił podatność stali do tworzenia pęknięć spawalniczych SWC w zależności od równoważnika węgla  $C_e$ , zawartości węgla w stali oraz sposobu spawania, rys.1.



Rys. 1. Podatność stali do powstawania pęknięć w strefie wpływu ciepła [22]

Na wykresie można wyróżnić trzy obszary I, II i III, które określają wrażliwość spoiny i SWC na pęknięcia w zależności od warunków i parametrów spawania, oraz grubości blachy. Najmniejszą wrażliwość wykazują materiały znajdujące się w obszarze I, natomiast obszar III jest silnie uzależniony od metody i parametrów spawania oraz od temperatury wstępnego podgrzewania łączonych blach.

Wysokie temperatury występujące podczas spawania powodują silny rozrost ziarna austenitu, prowadząc do powstawania gruboziarnistej mikrostruktury, co niekorzystnie wpływa na własności mechaniczne spoiny i SWC. O własnościach spoiny decyduje tworząca się w wyniku chłodzenia mikrostruktura, która zależy od wielu czynników m.in. składu chemicznego, metody spawania, oddziaływania cieplnego podczas nakładania kilku ściegów oraz prędkości chłodzenia po spawaniu. Stosunkowo krótkie czasy przebywania stali powyżej  $A_{c3}$  podczas spawania powodują duże niejednorodności w składzie chemicznym powstającego austenitu, co w efekcie końcowym również rzutuje na tworzącą się mikrostrukturę w spoinie i SWC złącza podczas chłodzenia [23].

Skłonność stali do powstawania pęknięć zimnych określana jest na podstawie równoważnika węgla  $C_e$ , którego wartość jest uzależniona od składu chemicznego i może być określana z wzoru zaproponowanego przez International Institute of Welding [24] podanej zależnością:

$$C_e = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr+Mo+V)}{5} + \frac{(Cu+Ni)}{15} \quad \% \quad (1)$$

Zauważyć można, iż decydujący wpływ na spawalność stali ma zawartość węgla, dlatego konieczne jest jego ograniczanie. Przedstawiona zależność służy do oceny spawalności stali SSPW (stałe spawalne o podwyższonej wytrzymałości), charakteryzujących się niską zawartością węgla (do 0,2%) i dodatków stopowych. Autorzy prac [1, 23] zaobserwowali, że stosowanie zależności (1) w przypadku stali HSLA 100 i ULCB, w których zwiększono ilości dodatków stopowych takich jak Ni, Cu, Mo przy jednoczesnym znacznym obniżeniu zawartości węgla, może prowadzić do błędnych wniosków z uwagi na wysokie wartości współczynnika  $C_e$ . Lis w swojej monografii [1] zaproponował stosowany przez Det Norske Veritas równoważnik węgla  $C_E$ , który dokładniej oddaje rzeczywistą skłonność do powstawania pęknięć zimnych podczas spawania stali o niskiej zawartości węgla:

$$C_E = C + \frac{Si}{30} + \frac{(Mn + Cu + Cr)}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5B \quad \% \quad (2)$$

Oprócz zawartości węgla na kruchość SWC ma wpływ zawartość wodoru, stan naprężeń pozostających w złączu oraz tworzenie się gruboziarnistej struktury, będącej następstwem oddziaływania cyklu cieplnego spawania. Rozrostowi ziarna w SWC złącza

można zapobiegać przez zmniejszenie szybkości chłodzenia SWC w zakresie temperatury najmniejszej trwałości austenitu oraz poprzez dodanie pierwiastków o dużym powinowactwie do węgla, np.: Ti, Nb, V, które tworząc trudno topliwe węgliki i węglikoazotki hamują rozrost ziaren [25].

## 1.2. Stale ferrytyczno-perlityczne

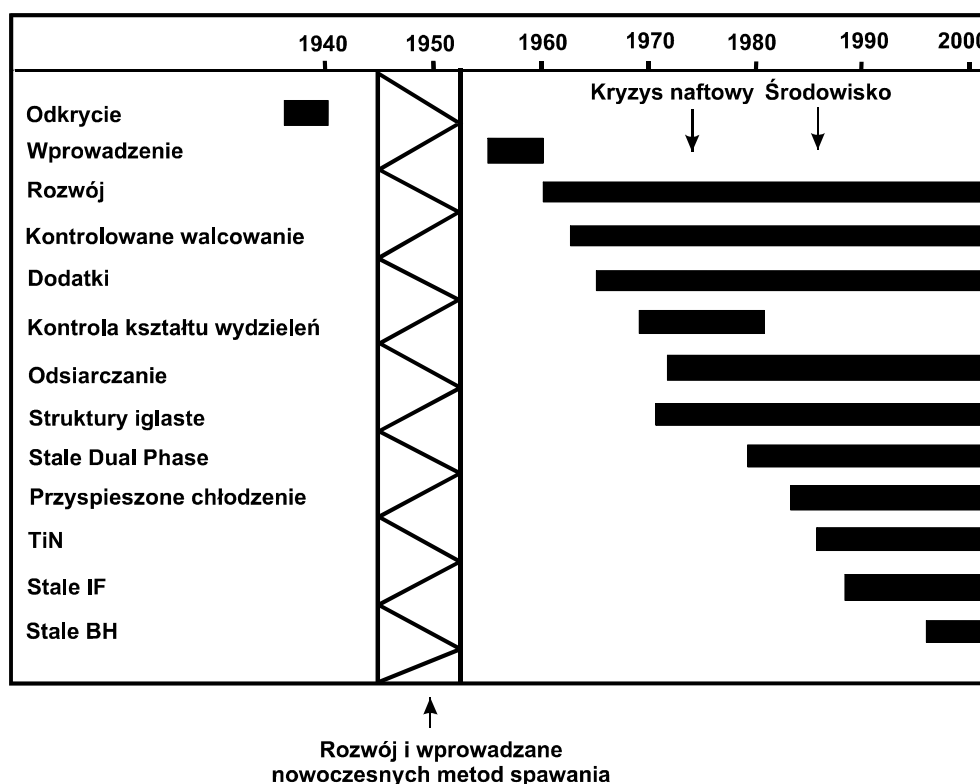
Rozwój wysokowytrzymałych gorąco walcowanych stali pod koniec XIX wieku opierał się na podnoszeniu wytrzymałości poprzez zwiększanie zawartości węgla w strukturze ferrytyczno-perlitycznej. Specyfika zastosowań tych materiałów, niski stan wiedzy na temat mechanizmów kształtujących ich własności oraz brak możliwości technologicznych sprawiły, że nie przywiązywano uwagi do takich parametrów jak spawalność, odkształcalność czy odporność na pękanie [26]. Przykładem mogą być stosowane w USA stale na mosty - A7 i na budynki - A9 wg ASTM, które charakteryzowały się granicą plastyczności na poziomie  $220 \div 240 \text{ N/mm}^2$ . Stale te zostały zastosowane do budowy pierwszego stalowego mostu Eads w St. Louis w latach 1867 – 1874 o konstrukcji nitowanej. Późniejsze prace konserwacyjne z wykorzystaniem techniki spawania ujawniły bardzo niską jakość tych stali. Problemem okazała się zbyt duża zawartość węgla, która jak wiadomo silnie obniża spawalność stali [18, 27-29]. Przed II wojną światową wytrzymałość stali konstrukcyjnych podnoszono zwiększając zawartość perlitu poprzez dodatek węgla w ilości do 0,3% [29]. W Anglii według zaleceń z 1934 roku podstawową stalą konstrukcyjną była stal o zawartości węgla 0,27% i manganu 1,5%, charakteryzująca się granicą plastyczności  $350 \text{ N/mm}^2$  w blachach o grubości 30 mm, które określano nazwą High Tensile Strength (HTS) [26, 31].

Idea zastąpienia nitowania elementów konstrukcyjnych procesem spawania elektrycznego pojawiła się już pod koniec XIX wieku w związku z możliwością znacznego obniżenia kosztów produkcji [15]. Pierwszy most o konstrukcji spawanej powstał w Polsce w 1928 roku nad rzeką Słudwią w okolicy Łowicza wg projektu inż. *Stefana Bryły*. Jednak duża zawartość węgla w ówczesnie produkowanych stalach konstrukcyjnych była powodem wielu awarii, niejednokrotnie prowadzących do katastrof. Zastosowanie technik spawania na szeroką skalę podczas II wojny światowej, szczególnie w konstrukcjach morskich, doprowadziła do wielu awarii statków transportowych typu *Victory* i *Liberty*. W przypadku tych ostatnich w latach 1943÷46 duża ich ilość zatонуła w skutek kruchego pęknięcia kadłubów i jak podano [30] 12 z nich uległo przełamaniu. Z powodu znacznych



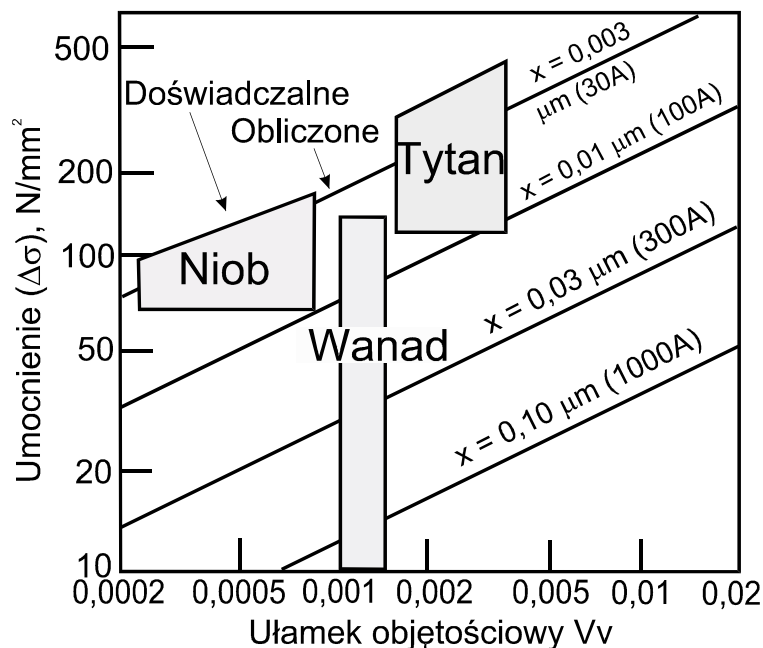
strat podjęto próby wyjaśnienia przyczyn awarii. Przeprowadzone badania wykazały, że podstawową przyczyną dekohezji była niska jakość metalurgiczna stali, spowodowana wysokim stężeniem takich pierwiastków jak P, S i N, dużym udziałem wydłużonych siarczków MnS oraz tworzeniem się w spoinie i strefie wpływu ciepła SWC gruboziarnistych struktur iglastych silnie zwiększających kruchość i podwyższających temperaturę przejścia plastyczno-kruchoego  $T_{pk}$  [15, 30-33]. Jak podano w pracy [15] pierwsze próby rozwoju stali spawalnych (HSLA – High Strength Low Alloy) rozpoczęto już w latach 40 ubiegłego wieku, rys. 2. Jednak stosowane procesy metalurgiczne oraz problemy z uzyskaniem wystarczającej wytrzymałości przy ograniczeniu zawartości węgla były powodem niewielkiego zainteresowania tego typu stalami.

W latach 50 ubiegłego wieku, dwóch badaczy E. O. Hall i N. J. Patch przedstawili w swoich pracach [34-36] korzystny wpływ rozdrobnienia ziarna na wytrzymałość i ciągliwość stali. Zastosowanie w stalach HSLA dodatków w postaci Al i N w połączeniu z normalizowaniem pozwoliło na uzyskanie drobnoziarnistej stali charakteryzującej się wytrzymałością na poziomie  $300 \text{ N/mm}^2$  oraz dobrą spawalnością i niską temperaturą  $T_{pk}$  [26, 37].



Rys. 2. Rozwój stali z grupy HSLA [15]





Rys. 3. Wpływ mikrodotadków na przyrost granicy plastyczności [38]

Dalszy wzrost wytrzymałości przy zachowaniu na wysokim poziomie własności plastycznych, uzyskano poprzez zastosowanie mikrodotadków w postaci Nb, V i Ti. Pierwiastki te dodane w ilości nie większej niż 0,1% tworzą w austenicie oraz w ferrycie węgliki i węglikoazotki o dużym stopniu dyspersji powodując, zgodnie z teorią Asby’ego-Orowana [39, 40], przyrost granicy plastyczności. Najkorzystniejszy okazał się dodatek Nb, który przy niewielkiej ilości powoduje znaczny przyrost granicy plastyczności, rys. 3 [38, 41-43].

Podstawowym mechanizmem umacniającym w początkowym okresie wytwarzania ferrytyczno-perlitycznych stali konstrukcyjnych było umocnienie roztworu stałego [37]. Jednak wzrost granicy plastyczności przy tym mechanizmie jest stosunkowo niewielki i uzależniony od ilości i rodzaju zastosowanego dodatku stopowego, rys. 4 [1, 26, 37]. Przyrost wartości granicy plastyczności przez umocnienie ferrytu można zapisać w postaci zależności [37]:

$$\Delta\sigma_s = k_i \delta^{1/2} (c_i)^{1/2} \quad (3)$$

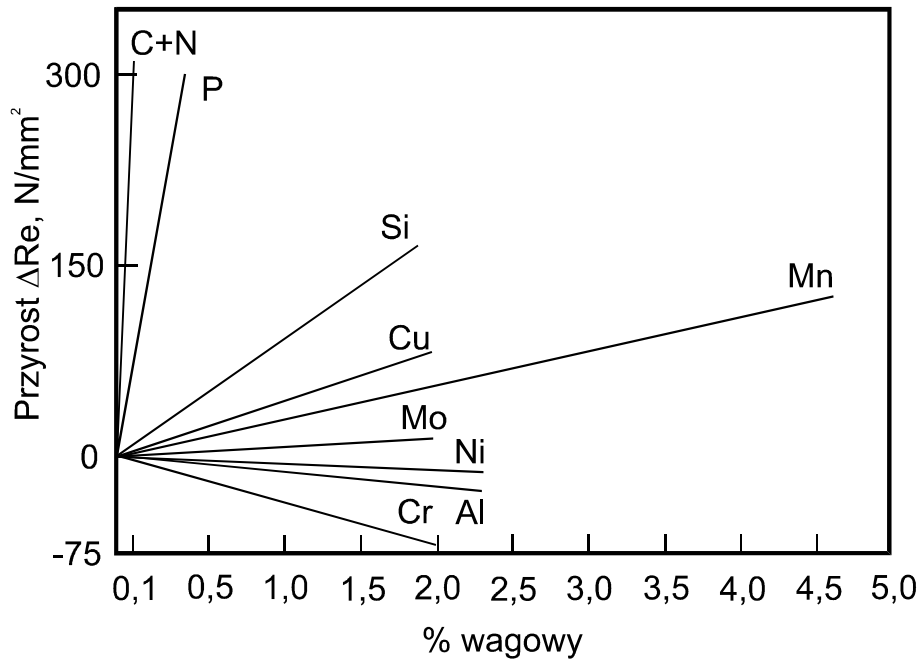
gdzie:

$\Delta\sigma_s$  – przyrost granicy plastyczności

$k_i$  – stała materiałowa

$\delta^{1/2}$  – parametr niedopasowania pomiędzy osnowa a atomami pierwiastka rozpuszczonego

$c_i$  – stężenie  $i$ -tego pierwiastka w roztworze stałym



Rys. 4 Wpływ zawartości pierwiastków w roztworze stałym na przyrost granicy plastyczności [37]

Wprowadzenie do stali mikrododatków w postaci Nb, V lub Ti powoduje umocnienie wydzieleniowe od tworzących się węglików i węglikoazotków wg zależności [37]:

$$\Delta\sigma_w = \alpha G b \frac{\sqrt{V_V}}{r} \quad (4)$$

gdzie:

$\Delta\sigma_w$  – przyrost granicy plastyczności

$\alpha$  – stała

$G$  – współczynnik sprężystości postaciowej

$b$  – długość wektora Burgersa dyslokacji

$V_V$  – ułamek objętościowy wydzieleni

$r$  – średni promień wydzielenia

Zastosowanie mikrododatków w połączeniu z OCP pozwala na znaczne rozdrobnienie mikrostruktury, co zgodnie z teorią Halla-Patcha [34-36] powoduje wzrost granicy plastyczności, zgodnie z zależnością:

$$\sigma_y = \sigma_p + k_y d^{-1/2} \quad (5)$$

Po uwzględnieniu wszystkich mechanizmów Morrison [44] zmodyfikował równanie Halla-Patcha, które dla stali ferrytyczno-perlitycznych o zawartości perlitu nieprzekraczającej 20% przyjmuje postać:

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y d^{-1/2} + \Delta\sigma_s + \Delta\sigma_d + \Delta\sigma_w + \Delta\sigma_t \quad (6)$$

gdzie

$\sigma_y$  – granica plastyczności

$\sigma_i$  – opór sieci dla ruchu dyslokacji

$k_y$  – stała (współczynnik blokowania dyslokacji przez granice ziaren)

$d$  – średnia średnica ziarna

$\Delta\sigma_s$  – umocnienie roztworu stałego

$\Delta\sigma_d$  – umocnienie dyslokacyjne

$\Delta\sigma_w$  – umocnienie wydzieleniowe

$\Delta\sigma_t$  – umocnienie teksturą

Własności mechaniczne stali ferrytyczno-perlitycznych są funkcją ich składu chemicznego (przede wszystkim zawartości węgla), wielkości ziarna ferrytu oraz umocnienia od węglików i węglikoazotków.

Podstawowym czynnikiem decydującym o przydatności stali na wysokowytrzymałe elementy konstrukcyjne pracujące pod dużym obciążeniem, jest granica plastyczności. Z tego względu podjęto wiele prób mających na celu znalezienie korelacji pomiędzy granicą plastyczności stali ferrytyczno-perlitycznych a ich składem chemicznym i wielkością ziarna. Przykładem może być zależności podana przez Pickeringa [26]:

$$R_e = 15,4 [3,5 + 2,1(\%Mn) + 5,4(\%Si) + 23(\%N_f) + 1,13(d^{-1/2})] \quad (7)$$

gdzie:

$N_f$  – zawartość azotu rozpuszczonego w ferrycie

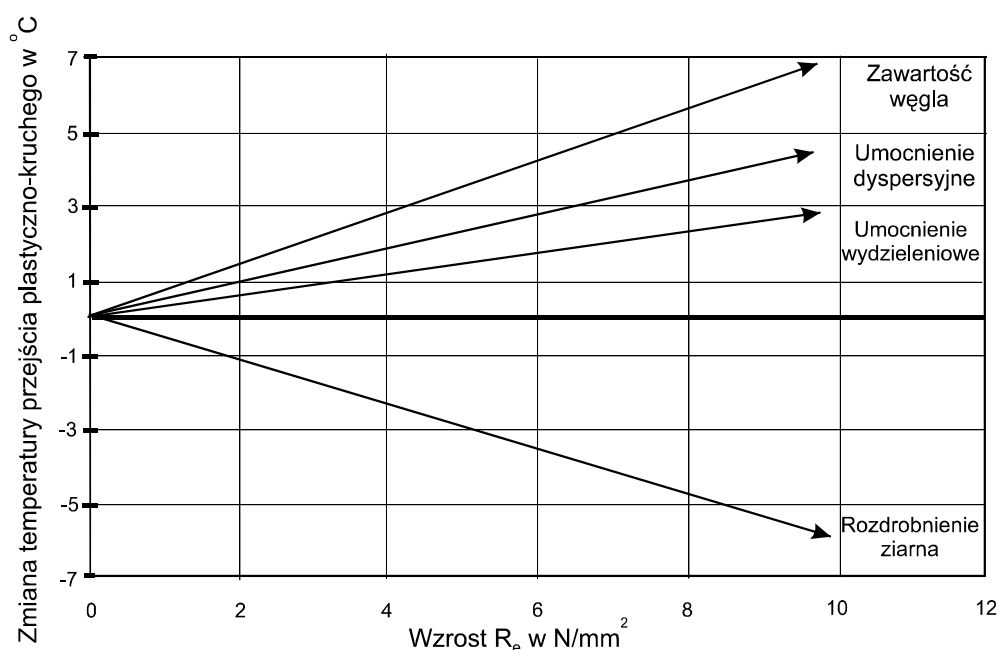
$d$  – średnia średnica ziarna ferrytu

Podstawowe kryterium doboru stali konstrukcyjnych, jakim jest granica plastyczności, nie pozwala ocenić odporności na pękanie w zakresie obniżonej temperatury. Wskaźnikiem dającym ogólny pogląd o odporności na pękanie materiału

w obniżonej temperaturze jest przejście plastyczno-krucho  $T_{pk}$ . Czynnikiem silnie wpływającym na temperaturę  $T_{pk}$  w stali ferrytyczno-perlitycznej jest zawartość węgla [26]. Wyniki licznych opracowań metaloznawczych potwierdzają, że wszystkie mechanizmy powodujące umocnienie, za wyjątkiem rozdrobnienia ziarna, podwyższają temperaturę  $T_{pk}$ , rys. 5 [1, 26, 45]. Istnieją zależności matematyczne pozwalające oszacować temperaturę  $T_{pk}$  na podstawie składu chemicznego i wielkości ziarna, czego przykładem może być równanie podane przez Pickeringa [26]:

$$T_{pk} [^{\circ}C] = -19 + 44(\%Si) + 700(\%N_f) + 2,2(\%perlitu) - 11,5(d^{-1/2}) \quad (8)$$

Zastosowanie procesu regulowanego walcowania podczas produkcji stali zawierającej mikrodotatki pozwoliło na znaczne rozdrobnienie mikrostruktury i w połączeniu z umocnieniem wydzieleniowym od węglików i węglikoazotków uzyskano w stalach ferrytyczno-perlitycznych granicę plastyczności na poziomie  $550 \text{ N/mm}^2$  przy  $T_{pk}$  około  $-70^{\circ}C$  [46, 47]. Dalsze podnoszenie granicy plastyczności w stalach ferrytyczno-perlitycznych było utrudnione i ekonomicznie nieopłacalne. Z tego względu zaczęto coraz więcej uwagi przywiązywać do przemian fazowych podczas chłodzenia austenitu ze szczególnym uwzględnieniem przemiany bainitycznej.



Rys. 5. Wpływ czynników strukturalnych na temperaturę przejścia plastyczno-krucho w niskowęglowych stalach konstrukcyjnych [45]

### 1.3. Stale bainityczne

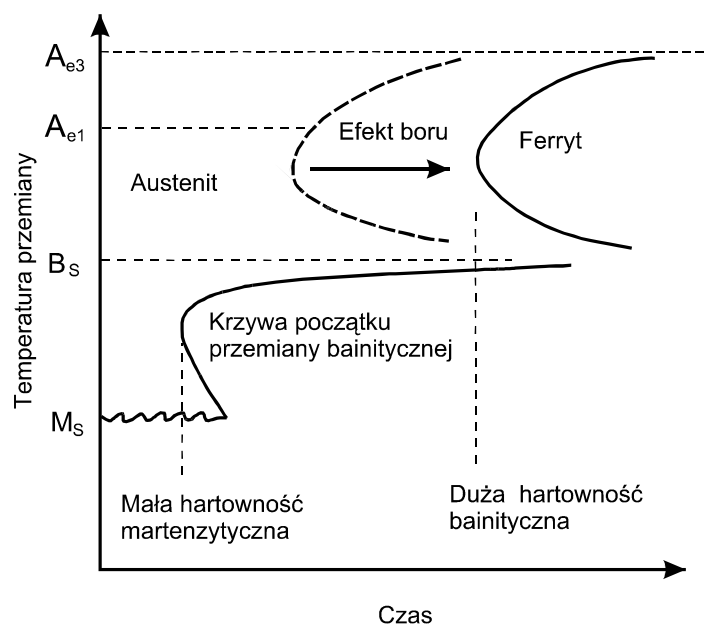
Od 1950 roku, obok stali o strukturze ferrytyczno-perlitycznej podjęto badania nad niskowęglowymi stalami bainitycznymi [48, 49]. Zawierały one od 0,1 do 0,15% węgla oraz podwyższone zawartości pierwiastków stopowych zapewniające otrzymanie struktury bainitycznej podczas chłodzenia na powietrzu elementów o znacznych grubościach. W zależności od zawartości węgla i temperatury przemiany austenitu uzyskiwano granicę plastyczności w zakresie 450 do 900 N/mm<sup>2</sup> [26].

Do podstawowych kierunków rozwoju niskowęglowych stali bainitycznych zaliczamy [49]:

- Otrzymanie struktury bainitycznej w trakcie chłodzenia na powietrzu, co pozwala zrezygnować z zabiegów hartowania i odpuszczania,
- Uzyskanie dobrej spawalności i zdolności do odkształceń plastycznych na zimno, poprzez ograniczenie zawartości węgla i zmniejszenie wartości równoważnika węgla,
- Zapewnienie odpowiedniej wytrzymałości na rozciąganie od 600 do 1200 N/mm<sup>2</sup> i granicy plastyczności w zakresie 450 do 900 N/mm<sup>2</sup>,
- Zapewnienie wysokiej ciągliwości dla danego poziomu wytrzymałości.

W celu spełnienia tych wymagań konieczne jest odpowiednie dobranie składu chemicznego tak, aby stal spełniała następujące warunki [26, 37]:

- Przemiana ferrytyczna musi być opóźniona w stosunku do przemiany bainitycznej,
- Przemiana bainityczna nie powinna być opóźniona, aby bainit powstawał w szerokim zakresie temperatur chłodzenia bez niebezpieczeństwa tworzenia się struktury martenzytycznej,
- Krzywa początku przemiany bainitycznej powinna być płaska, aby temperatura przemiany nie zmieniała się z szybkością chłodzenia.



Rys. 6. Wykres CTPi dla niskowęglowej stali z dodatkiem boru i 0,5% Mo [26]

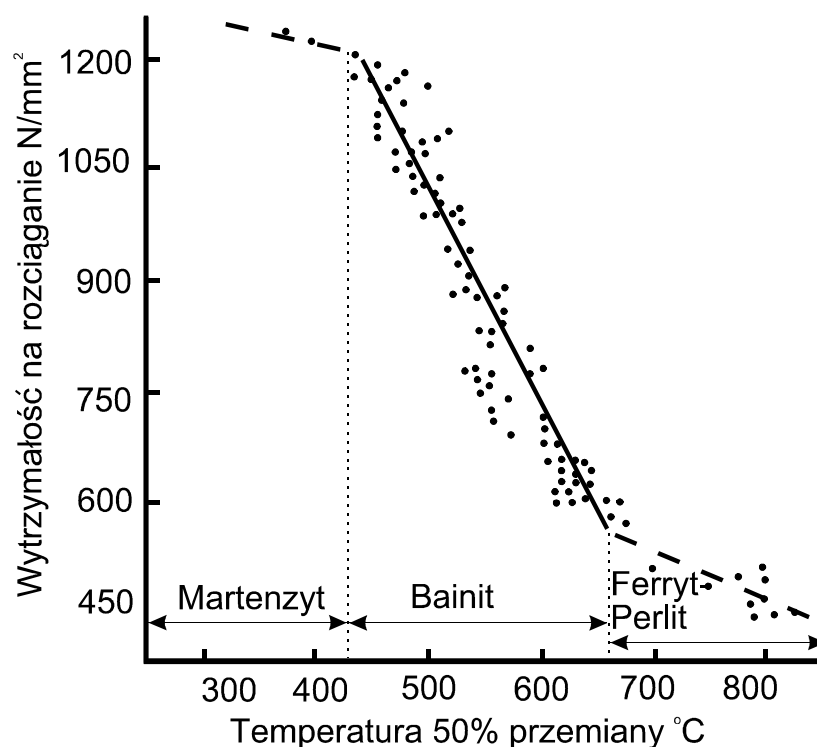
Przykładowo wymagania te zostały spełnione przez stal zawierającą 0,1÷0,15% C, 0,5% Mo i 0,002% B, rys. 6 [26]. Duża stabilność przechłodzonego austenitu w obszarze przemiany ferrytycznej, spowodowana dodatkiem molibdenu i boru, umożliwiła uzyskiwanie struktury bainitycznej w trakcie chłodzenia na powietrzu w prętach o średnicy od 0,5 do 50 cm [26, 37].

Wytrzymałość na rozciąganie stali bainitycznej wzrasta liniowo wraz ze spadkiem temperatury przemiany w stalach o zawartości węgla od 0,05 do 0,20%, co potwierdzają wyniki badań zamieszczone na rys. 7 [26]. Obniżenie temperatury przemiany powoduje powstanie drobniejszej i bardziej iglastej mikrostruktury. Dodatkowo poniżej temperatury 550 °C obserwuje się zmianę struktury z bainitu górnego na bainit dolny.

Obniżenie temperatury początku przemiany bainitycznej  $B_s$  w celu otrzymania struktury banitu dolnego, który charakteryzuje się zarówno wysoką wytrzymałością jak i dobrą ciągliwością, można uzyskać przez odpowiednie sterowanie składem chemicznym. Steven i Haynes [50] wykazali, że temperatura  $B_s$  jest funkcją składu chemicznego stali zgodnie z zależnością (9), a temperatury  $B_{50\%}$  i  $B_f$  zależą od temperatury  $B_s$ :

$$B_s [^{\circ}C] = 830 - 270(\%C) - 90(\%Mn) - 83(\%Mo) - 70(\%Cr) - 37(\%Ni) \quad (9)$$

$$B_{50} [^{\circ}C] = B_s - 60 \quad B_f [^{\circ}C] = B_s - 120$$



Rys. 7. Wpływ temperatury przemiany bainitycznej na poziom wytrzymałości odpowiadającej 50% przemiany [26]

Uzyskanie temperatury końca przemiany bainitycznej  $B_f$  na wymaganym poziomie można osiągnąć poprzez sterowanie składem chemicznym. Najsilniejszy wpływ ma dodatek węgla, jednak z przyczyn oczywistych jego zawartość nie może przekraczać 0,2%. Najbardziej korzystny ze względu na ciągliwość stali bainitycznych jest dodatek niklu, jednak wymagane są znaczne jego ilości, co jest niekorzystne ze względów ekonomicznych. Równie dobre rezultaty jak wynika z badań [51, 52] uzyskano przy zastosowaniu takich pierwiastków jak chrom i mangan.

Na podstawie badań stwierdzono, że istnieje zależność pomiędzy składem chemicznym a temperaturą  $B_s$ , co pozwala, jak wykazał Pickering [26] na wyznaczenie zależności wytrzymałości na rozciąganie  $R_m$  od składu chemicznego dla stali bainitycznych:

$$R_m \text{ [N/mm}^2\text{]} = 15,4[16 + 125(\%C) + 25(\%V + \%Ti) + 15(\%Mn + \%Cr) + 12(\%Mo) + 8(\%Ni) + 6(\%W) + 4(\%Cu)] \quad (10)$$

Własności wytrzymałościowe stali o mikrostrukturze bainitycznej zależą od czterech czynników [49, 53-55]:

- Umocnienia ferrytu bainitycznego pierwiastkami substytucyjnymi jak i międzywęzłowymi,
- Wielkości pakietów i szerokości listew bainitycznych, których rozdrobnienie powoduje przyrost granicy plastyczności zgodnie z zależnością N. J. Petcha,
- Umocnienia dyspersyjnymi wydzieleniami węglików i węglikoazotków,
- Wysokiej gęstości dyslokacji.

Mechanizmy te zwiększają intensywność umocnienia wraz ze spadkiem temperatury  $B_s$  [26]. Honeycombe i Pickering [54] przedstawili zależność granicy plastyczności od parametrów mikrostruktury:

$$R_{p0,2} [N/mm^2] = -191 + 17,2(d^{-1/2}) + 14,9(n^{1/4}) \quad (11)$$

gdzie:

$d$  – średnia wielkość ziarna ferrytu bainitycznego

$n$  – liczba węglików przypadających na  $1mm^2$

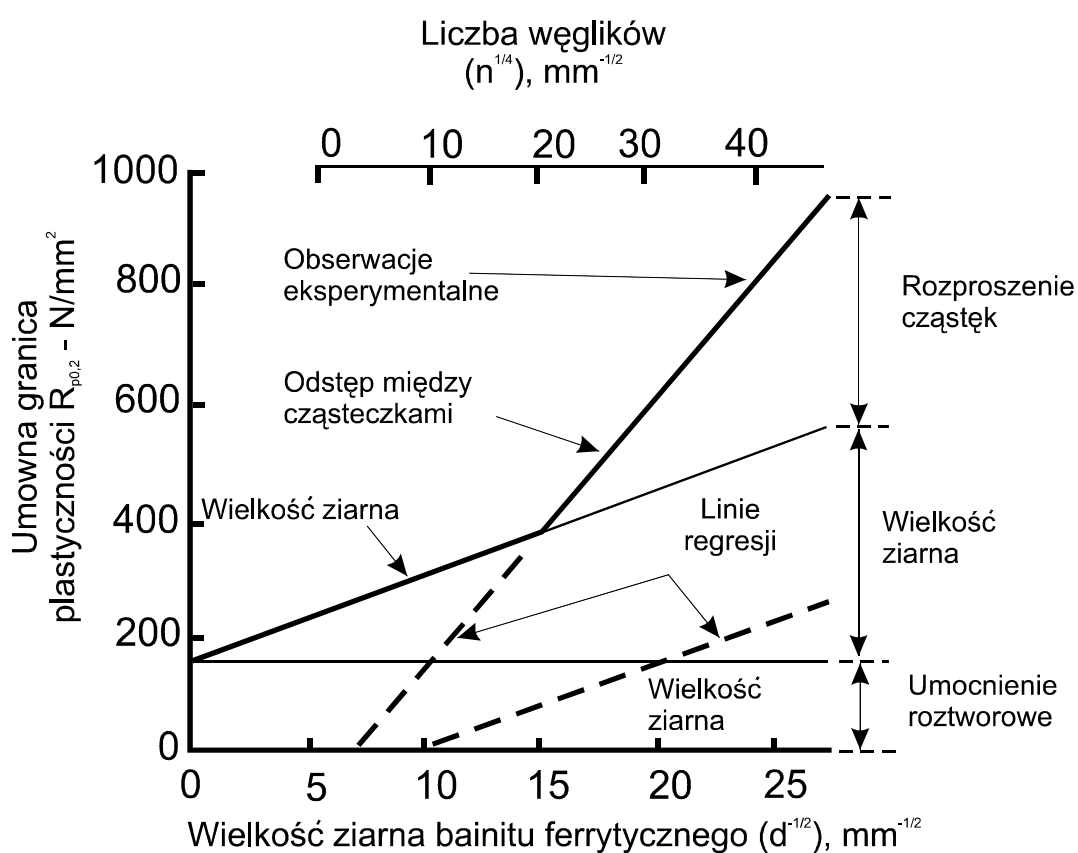
Empiryczna natura tego równania przedstawiona w postaci ujemnej stałej wskazuje, że istnieje pewien próg, poniżej którego węglik nie wpływa na umocnienie. Dlatego w niskowęglowym bainicie górnym węglik występujący na granicach ferrytu bainitycznego nie wpływa na umocnienie, ponieważ odległości pomiędzy nimi są większe niż szerokość listew. Tylko w niskowęglowym bainicie dolnym węglik występujący wewnątrz listew powodują umocnienie, jak przedstawiono na rys. 8, co zostało potwierdzone w pracach [55, 56].

Stale bainityczne oprócz wysokiej wytrzymałości i dobrej spawalności, muszą charakteryzować się wysoką odpornością na pękanie i niską temperaturą  $T_{pk}$ . Praca łamania w stalach bainitycznych jest funkcją zawartości węgla, wytrzymałości, temperatury  $B_s$ , wielkości pierwotnego ziarna austenitu i składu chemicznego. Ponadto znaczący wpływ na temperaturę  $T_{pk}$  ma rodzaj struktury bainitycznej. Bainit górny charakteryzuje się niższą udarnością niż bainit dolny. Wraz ze wzrostem wytrzymałości w bainicie górnym w wyniku obniżania temperatury  $B_s$  temperatura  $T_{pk}$



rośnie. Jednak przy wytrzymałości około  $900 \text{ N/mm}^2$ , która odpowiada zmianie struktury z bainitu górnego na bainit dolny obserwuje się nagły spadek temperatury  $T_{pk}$ , rys. 9 [26]. Takie zachowanie jest spowodowane dwoma czynnikami [49, 52]:

- Węglik o dużych rozmiarach lub obszary wysokowęglowego martenzytu w bainicie górnym pękają tworząc nadkrytyczną wadę, dla której niskokątowe granice między listwami ferrytu bainitycznego nie są przeszkodą,
- Drobne węglik i duża gęstość dyslokacji w bainicie dolnym występujące wewnątrz listew ferrytu bainitycznego stanowią przeszkodę dla rozprzestrzeniającego się pęknięcia łupliwego.



Rys. 8. Mechanizmy umacniające w niskowęglowym bainicie [26]

Ze względu na charakter przemiany bainitycznej, która zachodzi przez proces ścinania w austenicie [57-59], na temperaturę  $T_{pk}$  będzie wpływać wielkość ziarna byłego austenitu [60-62] i rozmiar pakietów ferrytu bainitycznego, gdyż ich granice są efektywnymi barierami dla propagującego pęknięcia łupliwego [37]. Temperaturę przejścia w stan kruchy stali bainitycznej o strukturze listwowej można oszacować na

podstawie wielkości pakietów  $D_B$  i średniej szerokości listew  $l_B$  [63] zgodnie z zależnością:

$$T_{PK} [^{\circ}C] = k \ln(D_B l_B)^{1/2} \quad (12)$$

gdzie:

$k$  - stała

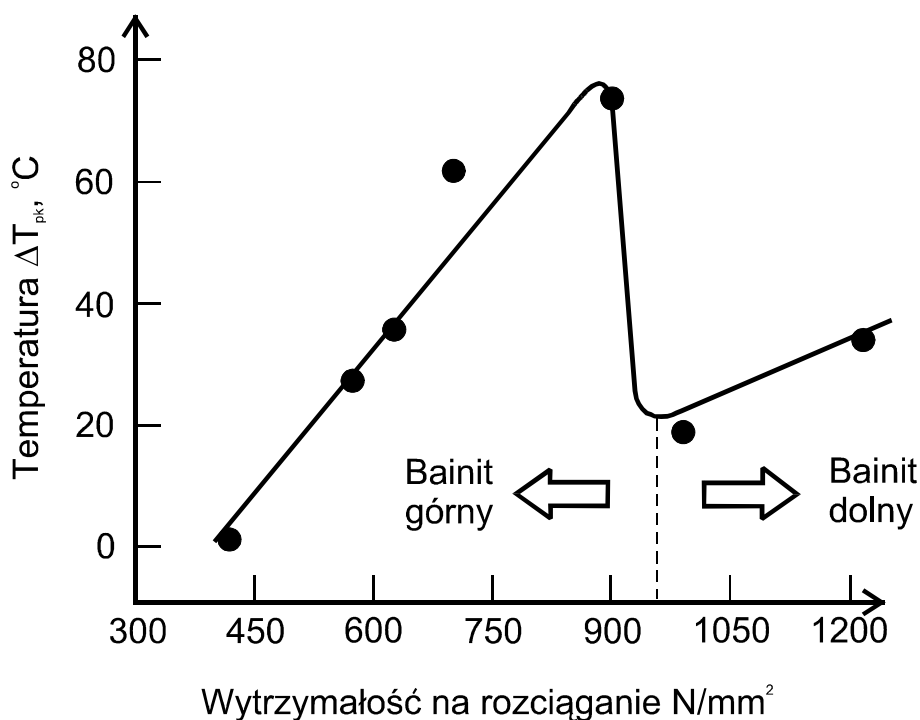
Skutecznym sposobem na obniżenie temperatury  $T_{pk}$  jest zmniejszenie wielkości ziarna byłego austenitu [56, 62], co wiąże się ze zmniejszeniem wielkości pakietów i szerokości listew. Doświadczalne dane wpływu wielkości ziarna byłego austenitu na temperaturę  $T_{pk}$  przedstawiono na rys. 10 [64]. Wyniki tych badań można zapisać w postaci równania liniowego [37]:

$$T_{PK} [^{\circ}C] = \alpha - \beta d_a^{-1/2} \quad (13)$$

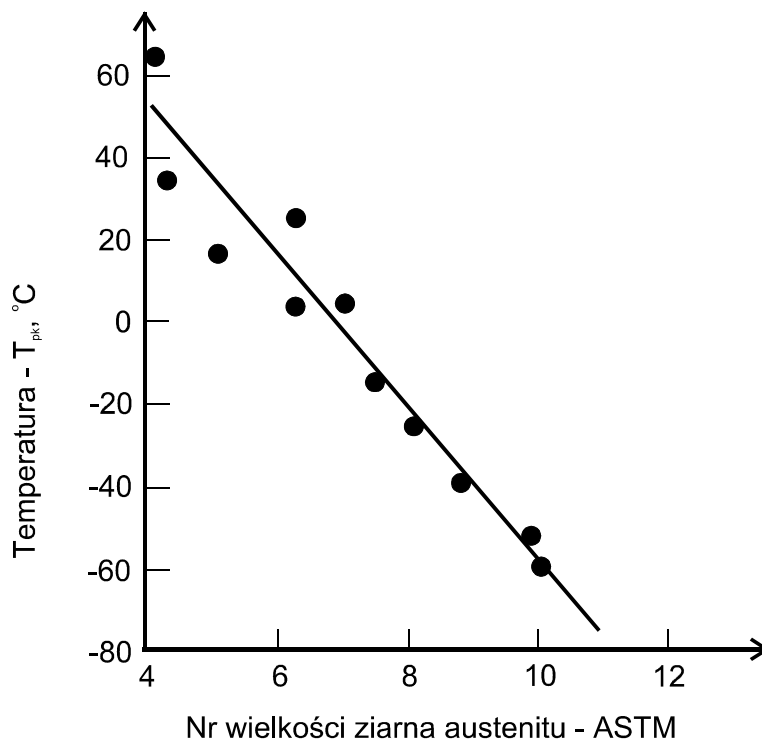
gdzie:

$\alpha$  i  $\beta$  – stałe

$d_a$  – średnia średnica ziarna byłego austenitu



Rys. 9. Zależność temperatury przejścia plastyczno-krucho  $T_{pk}$  od poziomu wytrzymałości w niskowęglowej stali bainitycznej o zawartości węgla od 0,05 do 0,15% [26]



Rys. 10. Wpływ wielkości ziarna na temperaturę przejścia plastyczno-kruchego  $T_{pk}$  [64]

Uzyskanie stali bainitycznej o wymaganym poziomie wytrzymałości i udatności w połączeniu z dobrą spawalnością wymaga otrzymania drobnoziarnistej mikrostruktury niskowęglowego bainitu dolnego. Możliwe jest to do uzyskania poprzez zastosowanie odpowiedniej inżynierii składu chemicznego połączonej z regulowaną obróbką cieplno-mechaniczną, czego przykładem mogą być niskowęglowe stale bainityczne ULCB [3] charakteryzujące się bardzo niską zawartością węgla, poniżej 0,03% i granicą plastyczności na poziomie  $900 \text{ N/mm}^2$ , przy zachowaniu wysokiej ciągliwości osnowy.

#### 1.4. Rozwój stali konstrukcyjnych na blachy grube

Specyficzną grupą materiałów są stale przeznaczone na spawalne blachy grube wykorzystywane w konstrukcjach morskich [1, 2, 23]. Stale konstrukcyjne przeznaczone do budowy okrętów marynarki wojennej, takich jak lotniskowce, niszczyciele czy okręty podwodne, muszą spełniać rygorystyczne wymagania. Podczas projektowania uwzględnia się siły wewnętrzne i zewnętrzne działające na kadłub okrętu. Również należy brać pod uwagę takie czynniki jak siłę fali, stan morza, uderzenia dziobem o fale, wibracje, różnice cieplne, ładunek, wyporność, obciążenia spowodowane lądowaniem i startem samolotów, obciążenia występujące przy nagłych zanurzeniach i wynurzeniach okrętów podwodnych,

oraz skutki zmęczenia materiału, pęknięcia korozyjnego itp. [65-67]. Konstrukcje morskie operujące w obszarach arktycznych narażone są na działanie bardzo niskich temperatur, co powoduje konieczność stosowania materiałów o niskiej  $T_{pk}$  [68].

Przez kilka dekad podstawowym materiałem na wysokowytrzymałe konstrukcje morskie były ferrytyczno-perlityczne stale HTS (High Tensile Steels) oparte na C-Mn. Z powodu niskiej spawalności oraz niskiej granicy plastyczności stali HTS, nieprzekraczającej  $350 \text{ N/mm}^2$  (52ksi), rozpoczęto po II wojnie światowej prace nad rozwojem nowej generacji stali, przeznaczonej na silnie obciążone konstrukcje morskie. Efektem tych prac było opracowanie stali o minimalnej granicy plastyczności  $550 \text{ N/mm}^2$  (80 ksi) oznaczonej symbolem HY-80. Była to pierwsza stal, która uzyskiwała wyższe własności wytrzymałościowe od stali HTS z zachowaniem wysokiej ciągliwości [69]. Kompozycja składu chemicznego stali HY-80 była oparta na stali opracowanej w roku 1894 przez zakłady *Kruppa* [68], którą zmodyfikowano przez podwyższenie zawartości niklu i chromu. W tabeli 1 przedstawiono porównanie składu chemicznego stali HY-80, HY-100, HY-130 i HTS. Podstawą kształtowania własności stali HY-80 było hartowanie i odpuszczanie, co gwarantowało uzyskanie wytrzymałości i ciągliwości na wysokim poziomie [69].

Tabela 1. Składy chemiczne wybranych stali konstrukcyjnych (podano zawartości maksymalne)

Materiał	$R_e$ [N/mm <sup>2</sup> ]	Skład chemiczny w [%]											
		C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	Nb	Ti	V
HTS <sup>1</sup>	350	0,18	1,6	0,04	0,04	0,50	0,25	0,40	0,08	0,35	0,05	-	0,10
HY-80 <sup>2</sup>	550	0,2	0,45	0,02	0,02	0,38	1,86	3,32	0,63	0,25	-	0,02	0,03
HSLA-80 <sup>3</sup>	550	0,07	0,7	0,025	0,01	0,4	0,9	1,0	0,25	1,3	0,06	0,015	-
HSLA-100 <sup>4</sup>	690	0,06	1,05	0,015	0,006	0,4	0,75	3,65	0,65	1,75	0,06	-	-

<sup>1</sup> – [69], <sup>2</sup> – MIL-S-16216/1987, <sup>3</sup> – MIL-S-24645/1990, <sup>4</sup> – MIL-S-24645A/1991

Wytrzymałość tej stali jest uzależniona od zawartości węgla, która nie powinna przekraczać 0,2%. Dodatek Mn ma na celu modyfikowanie siarczków, a Mo zmniejszenie wrażliwości stali na kruchość odpuszczania. Podwyższone zawartość Ni, Mo i Cr zwiększają hartowność i zapewniają po ulepszeniu cieplnym strukturę martenzytu odpuszczonego w blachach o znacznych grubościach [70]. Po raz pierwszy stal HY-80 zastosowano w latach 1951-52 na poszycie kadłubów okrętów *USS Albacore* i *USS Forrestal*. Jednak już w roku 1958 wystąpiły problemy związane z pojawianiem się

pęknięć w strefie spoiny [71]. Przeprowadzone badania ujawniły problemy ze spawalnością tej stali, wynikające z wysokiej zawartości węgla i dodatków stopowych zwiększających hartowność i wartość równoważnika węgla  $C_e$  [31]. Kolejnym problemem była wysoka podatność na kruche pękanie spowodowana wrażliwością struktury na pękanie wodorowe w SWC [31]. W celu poprawy spawalności i wyeliminowania problemów z rozprzestrzenianiem się wodoru w spoinie i SWC, proces spawania był poddawany ścisłej kontroli, polegającej na stosowaniu specjalnych elektrod, podgrzewaniu wstępnym, oraz sterowaniu temperaturą warstw pośrednich, co wymagało wysokich kwalifikacji i umiejętności operatora, podnosząc w ten sposób znacznie koszty wytwarzanych konstrukcji [31, 69, 71].

Kryzys naftowy w 70-tych latach ubiegłego wieku, doprowadził do wzrostu zapotrzebowania na wysokowytrzymałe stale spawalne z przeznaczeniem na konstrukcje morskie pracujące w obniżonych temperaturach [69, 72, 73]. Konieczność opracowania nowych gatunków stali, mogących sprostać rosnącym wymaganiom, spowodowało dynamiczny rozwój przemysłu stalowniczego. W roku 1981 Naval Sea Systems Command (NAVSEA) zainicjował program badawczy, mający na celu opracowanie wysokowytrzymałych stali [69]. Podstawowym założeniem programu było opracowanie materiałów charakteryzujących się wysoką wytrzymałością i ciągliwością oraz dobrą spawalnością, przeznaczonych do budowy okrętów i konstrukcji morskich w postaci blach grubych. Program uwzględniał wprowadzenie i rozpowszechnienie technologii regulowanej obróbki cieplno-plastycznej [4, 74], poprawę jakości metalurgicznej oraz wykorzystanie produktów przemiany austenitu, podczas przyspieszonego chłodzenia. Prace te zaowocowały powstaniem nowych gatunków stali, sklasyfikowanych w literaturze anglojęzycznej w dwóch grupach: ULCB [4, 5] i HSLA+Cu [4-10, 74, 75].

Stale ULCB należą do nowej generacji materiałów, w których ścisłej kontroli podlega skład chemiczny, wymagana jest wysoka czystość metalurgiczna oraz poddawane są one niskotemperaturowej obróbce cieplno-plastycznej. Pomimo niskiej zawartości węgla ( $0,02\pm 0,06\%$ ) w stalach tych uzyskuje się granicę plastyczności na poziomie  $600\pm 890\text{ N/mm}^2$  oraz wysoką odporność na pękanie zarówno w temperaturze otoczenia jak i w temperaturze obniżonej. Dodatek takich pierwiastków jak Mo, Cr i B zwiększa hartowność tych stali i umacnia roztwór stały. Wskutek rozszerzenia przemiany bainitycznej [26] uzyskuje się bezpośrednio po obróbce cieplno-plastycznej strukturę ferrytyczno-bainityczną, bądź bainityczną, nawet w trakcie chłodzenia na powietrzu.

Wpływ na wytrzymałość tych stali ma temperatura przemiany bainitycznej, natomiast ciągliwość zależy od stopnia rozdrobnienia ziarna i czystości metalurgicznej [9, 10].

Stale HSLA+Cu należące do drugiej grupy, również charakteryzują się bardzo niską zawartością węgla, nieprzekraczającą 0,08%, granicą plastyczności w przedziale  $552\div 890\text{ N/mm}^2$  i temperaturą  $T_{pk}$  około  $-100^\circ\text{C}$  [69]. Spadek umocnienia od węgla jest rekompensowany dodatkiem miedzi w ilości  $1\div 1,7\%$ , która w wyniku obróbki cieplnej, polegającej na hartowaniu i odpuszczaniu wydziela się w postaci fazy  $\epsilon\text{-Cu}$ , powodując wzrost wytrzymałości [1, 2, 6-8, 10-13]. Zasadniczym celem programu zainicjowanego przez NAVSEA było zmniejszenie kosztów budowy okrętów poprzez poprawę procesów spawalniczych, polepszenie jakości metalurgicznej, wytrzymałości i ciągliwości stali przeznaczonych na kadłuby statków. Jako pierwszą opracowano stal o oznaczeniu HSLA 80, która wg normy ASTM A710, a później amerykańskiej normy wojskowej MIL-S24645 [14] charakteryzowała się granicą plastyczności od  $552\text{ N/mm}^2$  (80 ksi) do  $690\text{ N/mm}^2$  (100 ksi) i pracą łamania w temperaturze  $-84^\circ\text{C}$  ( $-120^\circ\text{F}$ ) równą 81J [60]. Została ona opracowana przez International Nickel Company na bazie stali *Nicuage* o składzie chemicznym 0,06% C, 1% Ni, 0,5% Mn, 1,1% Cu, 0,02% Nb [76, 77] i po pomyślnych testach i certyfikacji w lutym 1984 roku dostarczono pierwszą partię blach, które wykorzystano do budowy *USS Ticonderoga* [69].

Kolejnym etapem w rozwoju tych stali było podniesienie wytrzymałości przy zachowaniu ciągliwości na niezmiennym poziomie. Badania nad modyfikacją składu chemicznego stali HSLA 80 prowadzono w 37 ośrodkach badawczych [78]. Efektem tych prac była stal o oznaczeniu HSLA 100, która w roku 1990 została znormalizowana [14] i dopuszczona do zastosowań w budowie okrętów. W stalach tych podwyższono zawartość niklu i miedzi, poprawiając jednocześnie jakość metalurgiczną poprzez obniżenie zawartości siarki i fosforu [1]. Zgodnie z normą wojskową [14] stale te powinny osiągać granicę plastyczności w zakresie od  $690\text{ N/mm}^2$  (100 ksi) do  $890\text{ N/mm}^2$  (130 ksi) i energie łamania na poziomie 81J w temperaturze  $-84^\circ\text{C}$ . W chwili obecnej jest to podstawowa stal konstrukcyjna stosowana na poszycia i odpowiedzialne elementy konstrukcyjne okrętów podwodnych, niszczycieli, lotniskowców, jak również platform wiertniczych pracujących w warunkach obniżonej temperatury.

Znaczna ilość prac badawczych skupia się na charakteryzowaniu własności mechanicznych w funkcji obróbki cieplnej [81-88] lub zmiany parametrów procesu cieplno-mechanicznego [89-95]. Prace te jednoznacznie wskazują, iż przekroczenie granicy plastyczności powyżej  $890\text{ N/mm}^2$  jest możliwe jedynie kosztem znacznego

spadku ciągliwości. Dlatego wydaje się, że dalszy rozwój tej grupy stali musi się opierać na modyfikacji składu chemicznego. Wyniki badań przedstawione w pracach [1, 2] wskazują, iż podwyższenie zawartości miedzi do około 2% wpływa korzystnie na wzrost poziomu granicy plastyczności. Należy jednak zaznaczyć, że w przypadku pracy [2] poziom granicy plastyczności powyżej  $890 \text{ N/mm}^2$  przy zachowaniu warunku minimalnej pracy łamania 81J w temperaturze  $-84 \text{ }^\circ\text{C}$ , uzyskano jedynie w blachach o grubości 19 mm natomiast w przypadku blachy o grubości 51 mm obydwa warunki jednocześnie nie zostały spełnione. W celu poprawy poziomu wytrzymałości i ciągliwości, oprócz podwyższenia zawartości Cu, należy równocześnie podwyższyć zawartość Ni. Sugerują to badania [1, 91, 96] prowadzone na niskowęglowych wysokowytrzymałych stalach do pracy w obniżonych temperaturach, w których zawartość niklu podwyższono do 5%. Niewiele danych w literaturze dotyczy Mo [95, 97, 98], którego dodatek nie przekracza na ogół 1%, za wyjątkiem publikacji [99], gdzie  $\text{Mo} > 3\%$ . Wyniki jednoznacznie wskazują na korzystny wpływ tego pierwiastka na poziom wytrzymałości po hartowaniu, jednak w literaturze brakuje informacji dotyczącej wpływu  $\text{Mo} > 1\%$  na mikrostrukturę i własności stali HSLA modyfikowanej Cu, poddanej różnym wariantom obróbki cieplnej.

## **2. Obróbka cieplno-plastyczna niskowęglowych stali konstrukcyjnych**

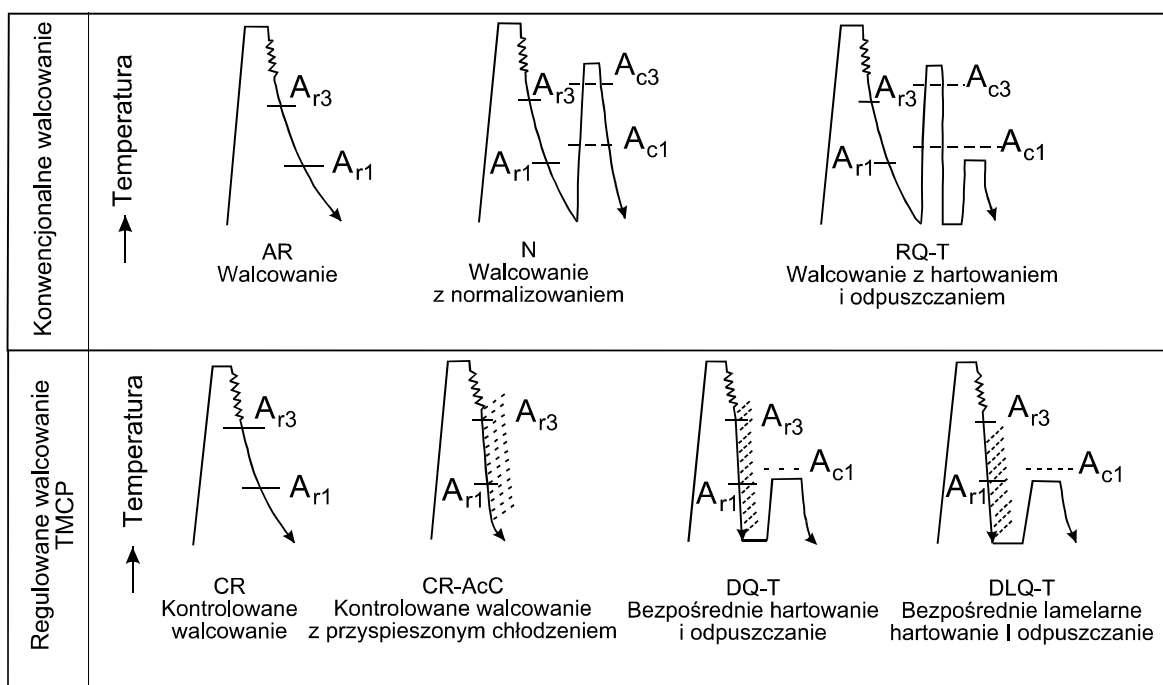
Obróbka cieplno-plastyczna należy do podstawowego procesu przetwarzania stali i jest stosowana od wielu wieków. Jej rozwój jest bezpośrednio związany z wyjaśnianiem zjawisk zachodzących w strukturze w wyniku oddziaływania temperatury i odkształcenia plastycznego, które zaczęto badać dopiero na początku XX wieku. Przykładem może być praca doktorska Z. Jeffriesa z roku 1918 [100]. Poznawanie i rozumienie mechanizmów zachodzących w trakcie obróbki cieplno-plastycznej pozwalało na coraz lepsze wykorzystanie tego procesu do kształtowania wysokich własności mechanicznych stali.

Rozwój konwencjonalnych technik obróbki cieplno-plastycznej oraz stosowanej obecnie regulowanej obróbki cieplno-plastycznej przedstawiono na rys. 11 [101]. Jeszcze sto lat temu podstawową techniką przetwarzania stali było walcowanie na gorąco z następnym normalizowaniem stosowanym w celu rozdrobnienia struktury ferrytyczno-perlitycznej rys. 12. W roku 1935 zastosowano pierwszy raz proces ponownego nagrzewania i hartowania RQ (Reheat Quenching) oraz proces ponownego hartowania z odpuszczaniem RQ-T (Reheat Quenching - Tempered) uzyskując w ten sposób stal o wysokiej wytrzymałości i ciągliwości [101]. Technikę przyspieszonego



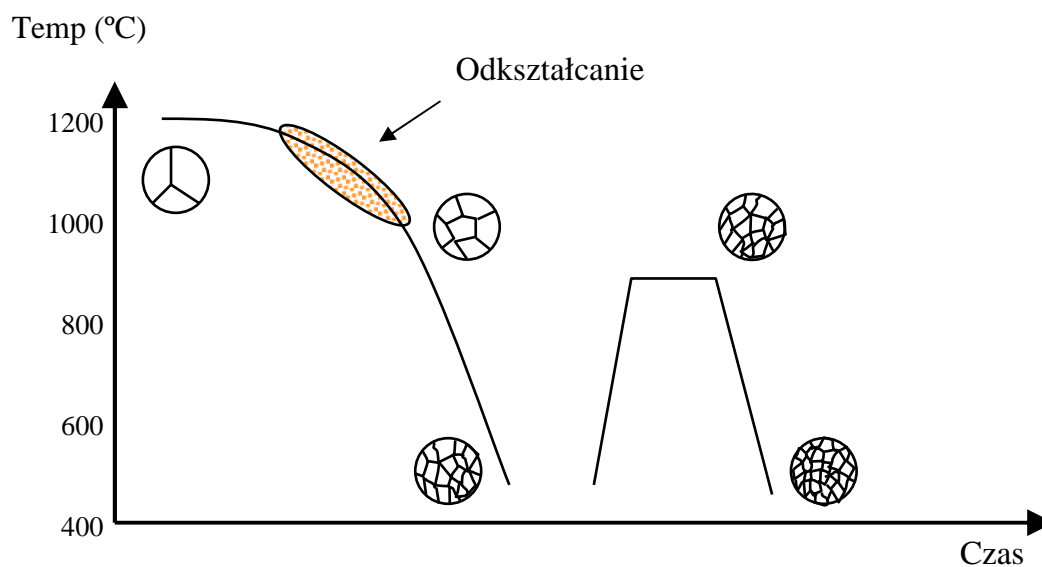
chłodzenia AcC (Accelerated Cooling) zastosowano pierwszy raz w Wielkiej Brytanii w roku 1962 w procesie walcowania taśm na gorąco [102].

Przełomem w rozwoju obróbki cieplno-plastycznej (OCP) było zastosowanie mikrodotyków w postaci Nb, V, Ti i Al. Pierwiastki te wpływają na przebieg procesu OCP, jednak ich wpływ jest zróżnicowany, zależy od ich powinowactwa do C i N oraz związaną z tym rozpuszczalnością ich węglików i węglikoazotków. Podstawowym zadaniem mikrodotyków jest opóźnienie rekrytalizacji austenitu, rys. 13, oraz ograniczenie rozrostu ziarna austenitu, rys.14 [103, 104, 108]. Ma to zasadnicze znaczenie podczas realizacji procesu kontrolowanego walcowania CR (Controlled Rolled), które pozwala na uzyskanie drobnego ziarna austenitu i w efekcie silne rozdrobnienie struktury ferrytycznej. Regulowana OCP określana w literaturze angielskiej skrótem TMCP (Thermo-Mechanical Control Process), podczas której steruje się temperaturą wsadu, stopniem odkształcenia oraz szybkością chłodzenia, pozwoliła na wdrożenie do produkcji nowoczesnych stali mikroskopowych [105-107]. Proces regulowanej OCP jest połączeniem dwóch technik (CR+AcC), a po raz pierwszy został zastosowany na skalę przemysłową do produkcji blach w Japonii w roku 1980, rys. 15. [101].

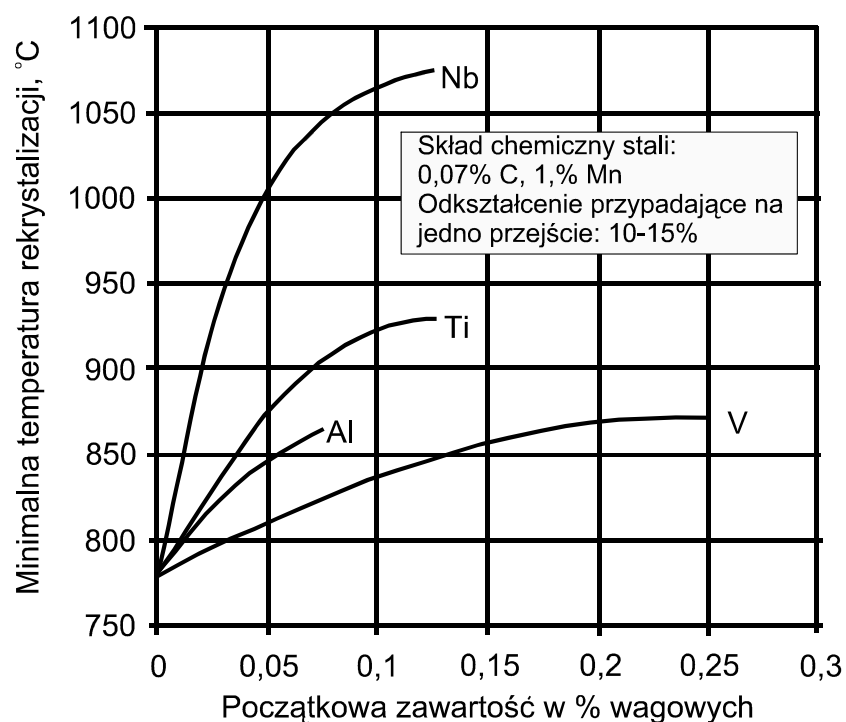


Rys. 11. Rozwój konwencjonalnej i regulowanej obróbki cieplno-plastycznej [101]

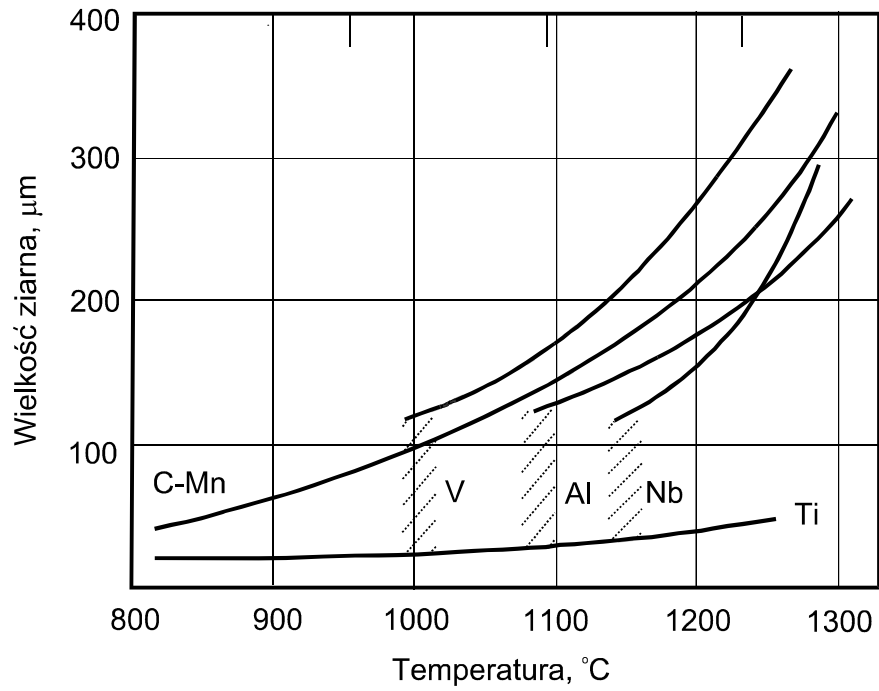




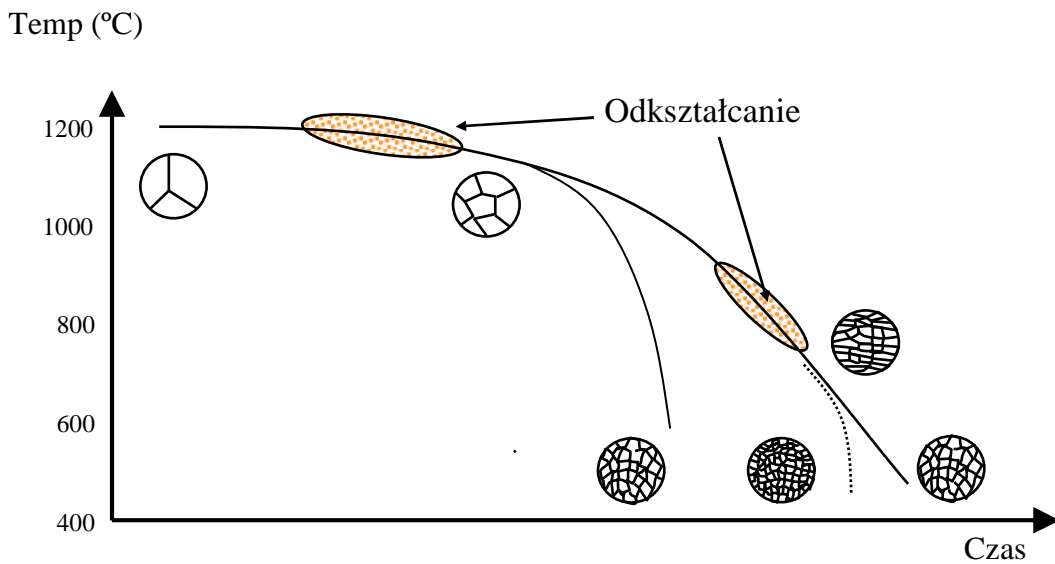
Rys. 12. Schemat tradycyjnej obróbki cieplno-plastycznej z zabiegiem normalizowania [104]



Rys. 13. Zależność temperatury rekrytalizacji austenitu od mikrodotyków [108]



Rys. 14. Rozrost ziaren austenitu w stalach z mikrodotatkami [104]



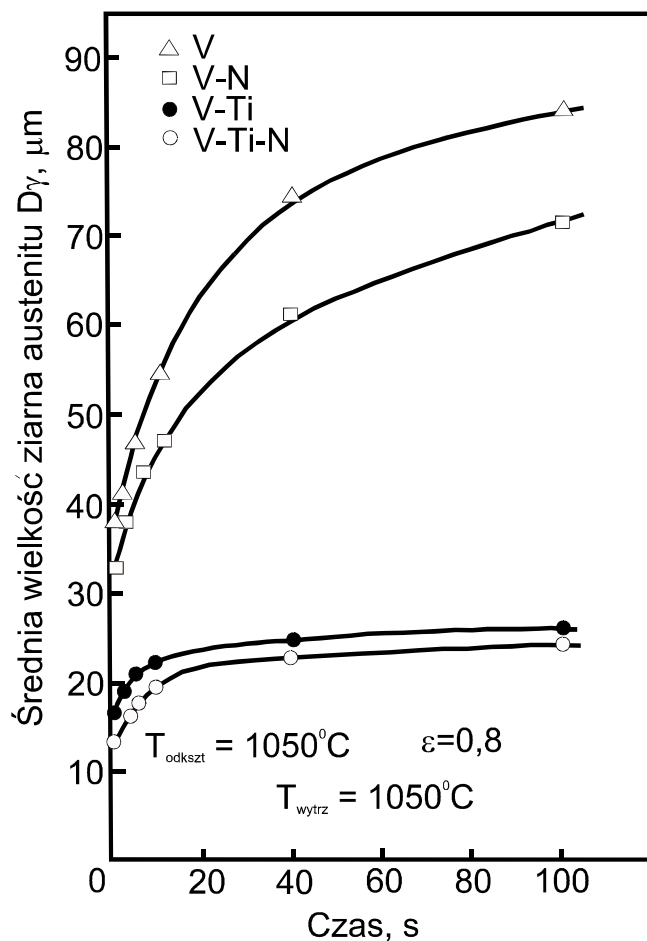
Rys. 15. Schemat regulowanej obróbki cieplno-plastycznej [104]

Podstawowym zadaniem regulowanej OCP jest otrzymanie drobnoziarnistego ferrytu, który można uzyskać: z drobnoziarnistego zrekrytalizowanego austenitu lub

drobnoziarnistego silnie odkształconego niezrekrytalizowanego austenitu [37]. Stąd różni się dwa podstawowe rodzaje regulowanej OCP: rekrytalizującą obróbkę cieplno-plastyczną (ROCP), przeprowadzaną powyżej temperatury rekrytalizacji austenitu, określaną w literaturze anglojęzycznej jako Recrystallization Controlled Rolling (RCR), oraz konwencjonalną obróbkę cieplno-plastyczną (KOCP), przeprowadzaną poniżej temperatury rekrytalizacji austenitu i oznaczaną w literaturze angielskiej jako Conventional Controlled Rolling (CCR) [108-112].

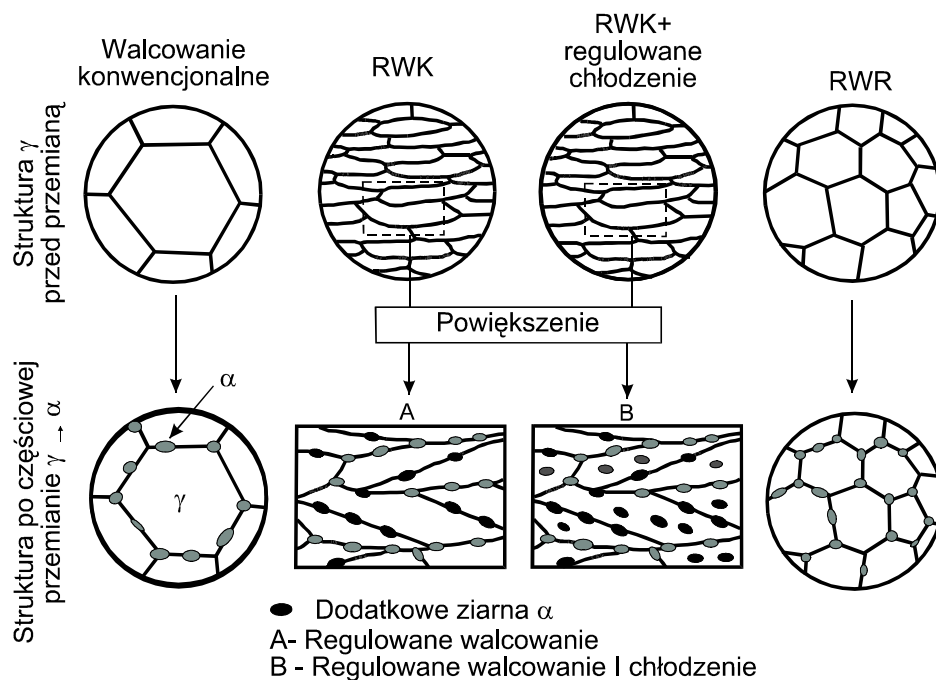
Proces ROCP polega na prowadzeniu odkształcenia plastycznego zgniotem wyższym od krytycznego w temperaturze zapewniającej rekrytalizację austenitu. Po każdym przepuszczeniu na walcowni zdeformowany austenit ulega rekrytalizacji stopniowo zmniejszając wielkość ziarna. Końcowa wielkość ziarna jest funkcją temperatury i wartości odkształcenia w ostatnich przepustach [26]. Jednak zapewnienie dużego stopnia zgniotu w końcowym etapie ROCP jest niekorzystne z uwagi na zwiększenie obciążenia walców i problemów z zachowaniem tolerancji wymiarowych wyrobu. Rozwiązaniem tego problemu jest zastosowanie niewielkiego stopnia zgniotu w połączeniu z mikrodotądkiem Ti, który działa hamująco na proces rekrytalizacji. Przy zgniocie niewiększym niż 10% wydzielania TiN mogą całkowicie zahamować proces rekrytalizacji, natomiast przy większym stopniu odkształcenia ich wpływ jest niewielki [37]. Oprócz hamowania rekrytalizacji cząstki TiN spełniają dodatkowo zadanie barier ograniczających rozrost ziarna austenitu po zakończeniu procesu walcowania, rys. 16 [37]. Graniczna wielkość końcowego ziarna ferrytu uzyskiwana techniką ROCP wynosi około  $7\mu\text{m}$  [37].

Walcowanie w procesie KOCP wykonuje się dwuetapowo. W pierwszej kolejności prowadzi się odkształcenie wstępne, w zakresie rekrytalizacji austenitu, powodując jego rozdrobnienie tak jak ma to miejsce w ROCP. Następnie walcowanie zostaje przerwane w celu obniżenia temperatury slaby poniżej temperatury rekrytalizacji  $T_r$  i wtedy rozpoczyna się drugi etap obróbki plastycznej. Poprawne przeprowadzenie walcowania w tym etapie wymaga dokładnej znajomości temperatury  $T_r$  oraz zastosowania mikrodotądzków pozwalających na rozszerzenie zakresu temperaturowego pomiędzy  $T_r$  i  $A_{r3}$ . Pierwiastkiem najskuteczniej podnoszącą temperaturę  $T_r$ , a zatem zwiększającym zakres bezpiecznego walcowania w drugim etapie jest Nb, rys. 13.



Rys. 16. Wpływ dodatku Ti na rozrost ziarna austenitu w procesie KOCP [37]

Podczas walcowania stali metodą KOCP następuje wzrost powierzchni granic ziaren austenitu, zwiększa się gęstość dyslokacji oraz pasm odkształcenia i granic bliźniaczych, będących uprzywilejowanymi miejscami zarodkowania ferrytu podczas przemiany. Ponadto obecność obcych faz lub wydzielen węglików i węglikoazotków dodatkowo zwiększa liczbę miejsc zarodkowania, prowadząc do silnego rozdrobnienia ziarna ferrytu, które po procesie KOCP może osiągać wielkość  $2\div 3\ \mu\text{m}$  [37]. Znacznie większe rozdrobnienie struktury w procesie KOCP w porównaniu z ROCP związane jest z większą ilością powstających zarodków ferrytu w trakcie przemiany, jak zilustrowano to na rys.17 [37].

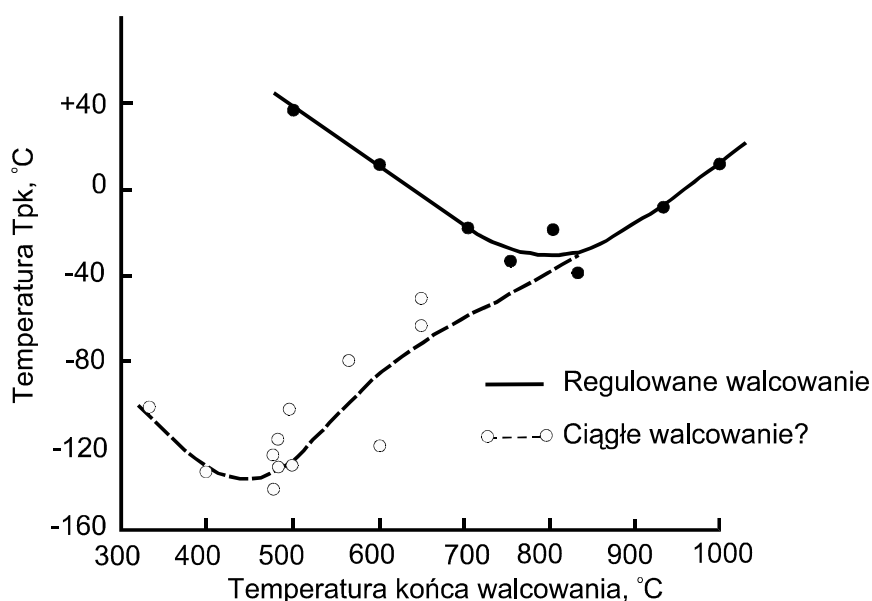


Rys. 17. Wpływ techniki walcowania na ilość powstających zarodków podczas przemiany  $\gamma \Rightarrow \alpha$  [37]

Istotnym czynnikiem podczas OCP jest stosowanie kontrolowanego chłodzenia [113-115]. Przyspieszenie chłodzenia bezpośrednio po procesie walcowania pozwala na obniżenie temperatury przemiany austenitu w ferryt, co powoduje dodatkowe rozdrobnienie mikrostruktury, prowadząc do wzrostu wytrzymałości z jednoczesnym obniżeniem temperatury  $T_{pk}$  [26]. Jednak proces ten wymaga odpowiednio dobranego składu chemicznego tak, aby w wyniku przyspieszonego chłodzenia nie powstawały niskotemperaturowe produkty rozpadu austenitu podwyższające temperaturę  $T_{pk}$ . Wpływ obniżenia temperatury przemiany austenitu na ciągliwość stali w obniżonych temperaturach jest korzystny jedynie do pewnego zakresu temperatur, po czym obserwuje się wzrost temperatury  $T_{pk}$ , rys. 18 [116]. Techniki przyspieszonego chłodzenia po procesie regulowanej OCP często wykorzystywane są do produkowania w niskowęglowych stalach konstrukcyjnych struktur ferrytu iglastego lub bainitu niskowęglowego charakteryzujących się wysoką wytrzymałością z jednocześnie niską temperaturą przejścia w stan kruchy [26, 117]. Stale te uzyskują granicę plastyczności na poziomie  $900 \text{ N/mm}^2$  i temperaturę  $T_{pk}$  poniżej  $-100 \text{ }^\circ\text{C}$  [26].

W podsumowaniu należy podkreślić, że podstawą kształtowania drobnoziarnistej mikrostruktury podczas OCP jest rozdrobienie ziaren austenitu przed przemianą, którego wielkość jest funkcją:

- Szybkości rekrytalizacji, wzrastającej wraz ze wzrostem temperatury i stopniem odkształcenia, a opóźnianej przez substancje rozpuszczone oraz drobne cząstki i wydzielenia,
- Szybkości wzrostu ziaren, które rosną wraz z podwyższaniem temperatury, natomiast cząstki wydzielenia hamują ich tempo wzrostu.



Rys. 18. Wpływ temperatury końca walcowania na poziom temperatury przejścia plastyczno-kruchej  $T_{pk}$  [116]

Dodatkowo należy uwzględnić czynniki wpływające bezpośrednio na wielkość tworzącego się ziarna ferrytu podczas przemiany, takie jak:

- Temperatura przemiany – wraz z jej obniżeniem zmniejsza się rozmiar ziarna ferrytu,
- Wielkość ziarna austenitu gdyż granice ziaren są miejscami zarodkowania ferrytu,
- Morfologia ziaren austenitu,
- Deformacja podstruktury i wydzielenia będące zarodkami ferrytu [117, 118].

Właściwy dobór składu chemicznego stali, odpowiednie sterowanie procesami regulowanej OCP oraz zastosowanie kontrolowanego chłodzenia ma zasadnicze znaczenie w kształtowaniu mikrostruktury i własności mechanicznych stali konstrukcyjnych charakteryzujących się wysoką ciągliwością i odpornością na kruche pękanie.

### **3. KSZTAŁTOWANIE WŁASNOŚCI NISKOWĘGLOWYCH STALI KONSTRUKCYJNYCH Z DODATKIEM MIEDZI**

Rozwój nowoczesnych gatunków spawalnych stali konstrukcyjnych o wysokiej wytrzymałości i ciągliwości, połączonej z dobrą spawalnością opiera się na [1]:

- Systematycznym ograniczeniu zawartości węgla,
- Ograniczeniu zawartości pierwiastków wpływających na jakość metalurgiczną, ze szczególnym uwzględnieniem siarki i fosforu,
- Wykorzystaniu dodatków stopowych w postaci Mn, Mo, Cr, Ni, B w celu uzyskiwania niskotemperaturowych produktów przemiany austenitu,
- Zastosowaniu mikrododatków Nb, V i Ti do sterowania wielkością ziarna i temperaturą rekrytalizacji austenitu,
- Zastosowaniu procesu kontrolowanej obróbki cieplno-plastycznej,
- Zastosowaniu ulepszania cieplnego połączonego z procesami wydzieleniowymi.

Uzyskanie wysokich własności mechanicznych w stalach o ograniczonej zawartości węgla jest możliwe poprzez sprzężenia odpowiednio dobranego składu chemicznego oraz technologii przetwarzania. Przykładami stali, w których powiązано wysoką wytrzymałość z dobrą ciągliwością są niskowęglowe stale z dodatkiem 1÷2% miedzi oznaczane w literaturze angielskiej skrótami HSLA 80 i HSLA 100 [1-2, 4-13] których składy chemiczne przedstawiono w tabeli 1. W stalach tych istotnym czynnikiem wpływającym na uzyskiwane własności jest ich jakość metalurgiczna. Wysokie wymagania odnośnie zapewnienia możliwie dużej odporności na pękanie wymuszają konieczność ograniczenia domieszek szkodliwych. Obniżenie zawartości siarki do poziomu 0,001% oraz fosforu do 0,003% otrzymuje się w wyniku dodatkowych zabiegów rafinacyjnych, polegających na przedmuchiwaniu ciekłej stali argonem z dodatkiem topników, bądź grzaniu ciekłej stali z dodatkiem topników. Dodatkowe ograniczenie i kontrolę kształtu wtrąceń niemetalicznych powoduje dodanie związków wapnia oraz stopów metali ziem rzadkich jak cer, lantan w procesie odlewania próżniowego [119]. Wpływ jakości metalurgicznej na własności niskowęglowych stali konstrukcyjnych jest opisany w literaturze [10, 12].

Zastosowanie dodatków stopowych w postaci Ni, Cr, Mo, Mn pozwala uzyskać niskotemperaturowe produkty przemiany austenitu nawet przy niewielkich prędkościach chłodzenia. Jest to istotne podczas wytwarzania blach o dużych grubościach, gdyż uzyskanie jednorodnej mikrostruktury na całym przekroju elementu zapewnia jednolite

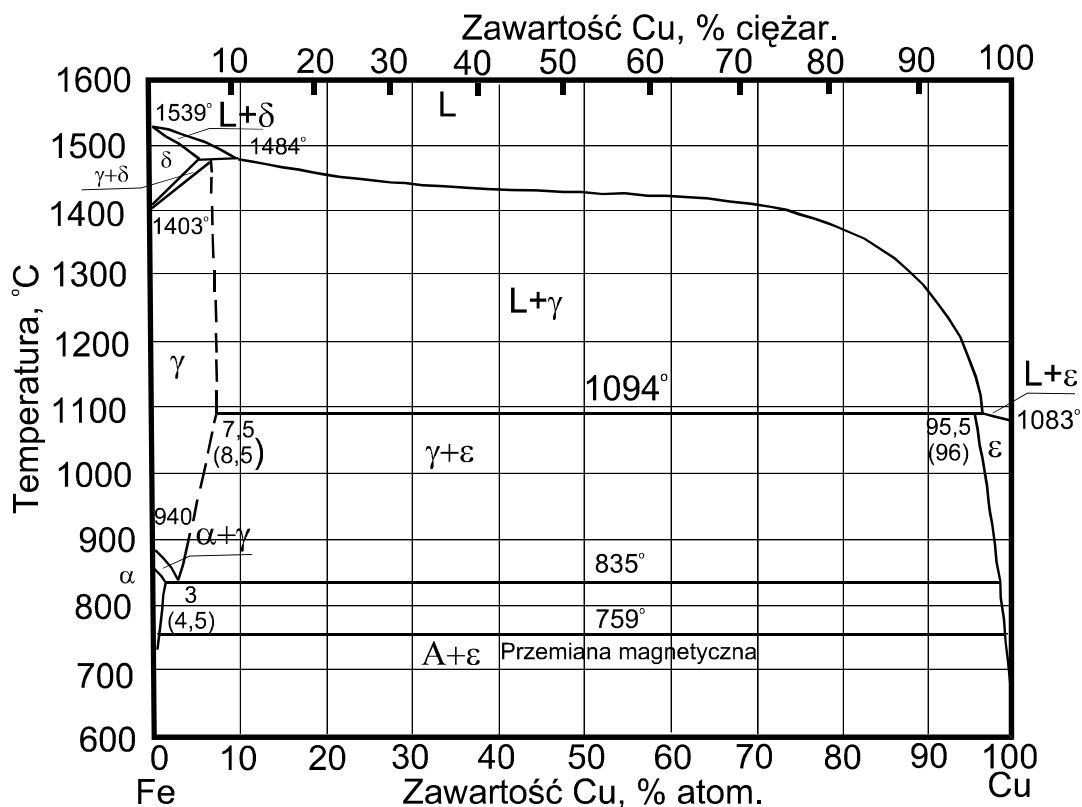
własności wyrobu. Dodatek manganu, oprócz wiązania siarki i umacniania ferrytu, ma za zadanie ograniczyć tworzenie się wysokotemperaturowych przemian austenitu, takich jak ferryt i perlit [69]. Nikiel, chrom i molibden zapewniają odpowiednią hartowność stali.

Jedyną metodą pozwalającą na podniesienie granicy plastyczności z jednoczesnym wzrostem ciągliwości jest rozdrobnienie mikrostruktury stali. Dlatego wiele uwagi poświęca się technikom przetwarzania stali pozwalającym na zmniejszenie wielkości ziarna. Podstawową metodą kształtowania drobnoziarnistej mikrostruktury w wysokowytrzymałych stalach, takich jak stale HSLA 100, jest zastosowanie procesu KOCP w połączeniu z mikrodotatkami Nb, Ti, V i Al.

Dodatek miedzi w zakresie 1÷2% pozwala wykorzystać zjawisko zmiennej rozpuszczalności występującej w układzie Fe-Cu, rys. 19 [120]. Można zaobserwować pewną analogię z układem Fe-Fe<sub>3</sub>C w obszarze bogatym w żelazo, przy czym zamiast cementytu występuje tu faza  $\epsilon$  będąca roztworem stałym żelaza w miedzi (około 96% Cu), określana w literaturze jako  $\epsilon_{\text{Cu}}$  [1, 2, 8, 120, 121]. Powstaje ona w wyniku przemiany perytektycznej w temperaturze 1094 °C pomiędzy roztworem stałym miedzi w żelazie  $\gamma$  o zawartości około 8,5% Cu a cieczą bogatą w miedź [121]. Zmienna rozpuszczalność miedzi w ferrycie do 2,1% wagowych (1,8% at.) w temperaturze 857 °C oraz przemiana eutektoidalna w tej samej temperaturze, stwarza możliwość przeprowadzenia dwóch rodzajów obróbek cieplnych [120-122]:

1. Przesycania z zakresu 800÷850 °C oraz starzenia w celu wydzielenia z ferrytu fazy  $\epsilon_{\text{Cu}}$ .
2. Hartowania z temperatury austenitu w wyniku, czego uzyskuje się strukturę martenzytu listwowego przesyconego miedzią z następnym odpuszczaniem, podczas którego następuje rozkład niskotemperaturowych produktów przemiany austenitu połączony z wydzieleniem się fazy  $\epsilon_{\text{Cu}}$ .





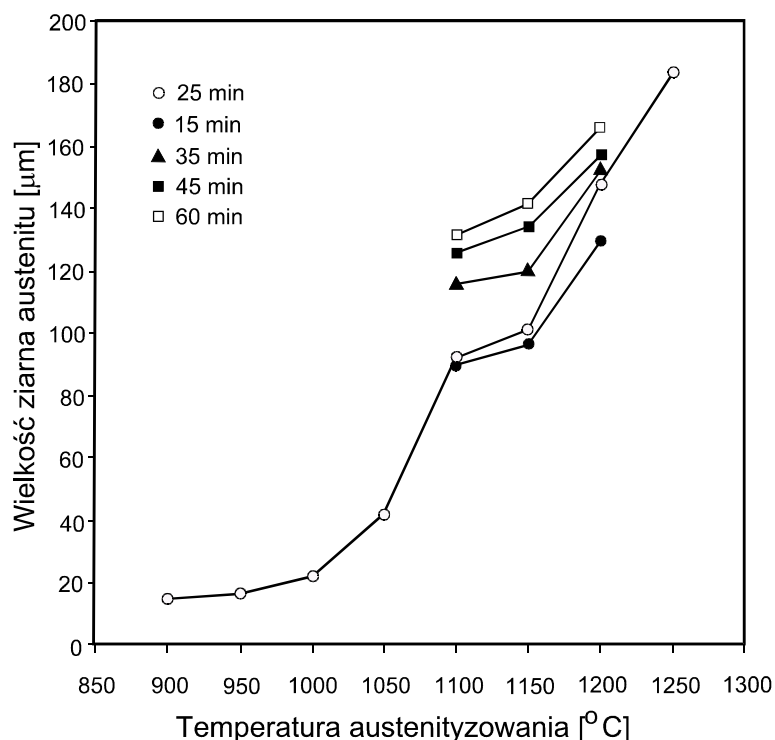
Rys. 19. Układ równowagi fazowej Fe-Cu [120]

Po procesie OCP stali HSLA 100 uzyskuje się blachy o strukturze bainitycznej na tle silnie odkształconego ziarna byłego austenitu. Niewielkie prędkości chłodzenia stosowane bezpośrednio po walcowaniu zapobiegają deformowaniu się blachy, lecz jednocześnie uniemożliwiają całkowite zatrzymanie miedzi w roztworze stałym. Z tego względu po procesie OCP stali o podwyższonej zawartości miedzi konieczne jest zastosowanie dodatkowego zabiegu cieplnego polegającego na hartowaniu i odpuszczaniu, co wiąże się ze wzrostem kosztów wytwarzania omawianej grupy stali, niemniej jednak jest to jedyny sposób uzyskania wysokich własności mechanicznych. Hartowanie w stalach z dodatkiem miedzi, w przeciwieństwie do przesycaenia pozwala na:

1. Otrzymanie struktury niskowęglowego martenzytu listwowego przesyconego miedzią charakteryzującego się wysokimi własnościami mechanicznymi,
2. Dodatkowe rozdrobnienie ziarna austenitu w wyniku przemiany  $\alpha \rightarrow \gamma$ ,

Ze względu na dodatkowy zabieg cieplny po OCP konieczne jest dobranie odpowiedniej temperatury austenitowania. Niskowęglowe stale konstrukcyjne z mikrododatkiem charakteryzują się małą skłonnością do rozrostu ziarna austenitu.

Dotychczasowe opracowania naukowe wskazują, że w stalach HSLA z dodatkiem Nb nagrzewanie do temperatury 1000 °C powoduje tylko nieznaczny rozrost ziarna austenitu rys. 20 [123]. Wielkość byłego ziarna austenitu po hartowaniu jest funkcją temperatury, czasu wygrzewania, składu chemicznego oraz wielkości ziarna po OCP. Stosowanie mikrodotyków w postaci Nb, V i Ti ogranicza rozrost ziarna austenitu, zarówno w trakcie OCP jak i w czasie powtórnego nagrzewania podczas hartowania. Jednak zbyt wysokie nagrzanie powyżej linii  $A_{c3}$  pomimo niewielkiego rozrostu ziarna wpływa niekorzystnie na własności wytrzymałościowe [124-129]. Dlatego w stalach HSLA z dodatkiem miedzi, austenitizowanie przeprowadza się około 50 °C powyżej linii przemiany ferrytu w austenit. Długie czasy wygrzewania wynoszące 1 godzinę pozwalają na ujednorodnienie składu chemicznego austenitu oraz rozpuszczenie wszystkich wydzielań miedzi [2].

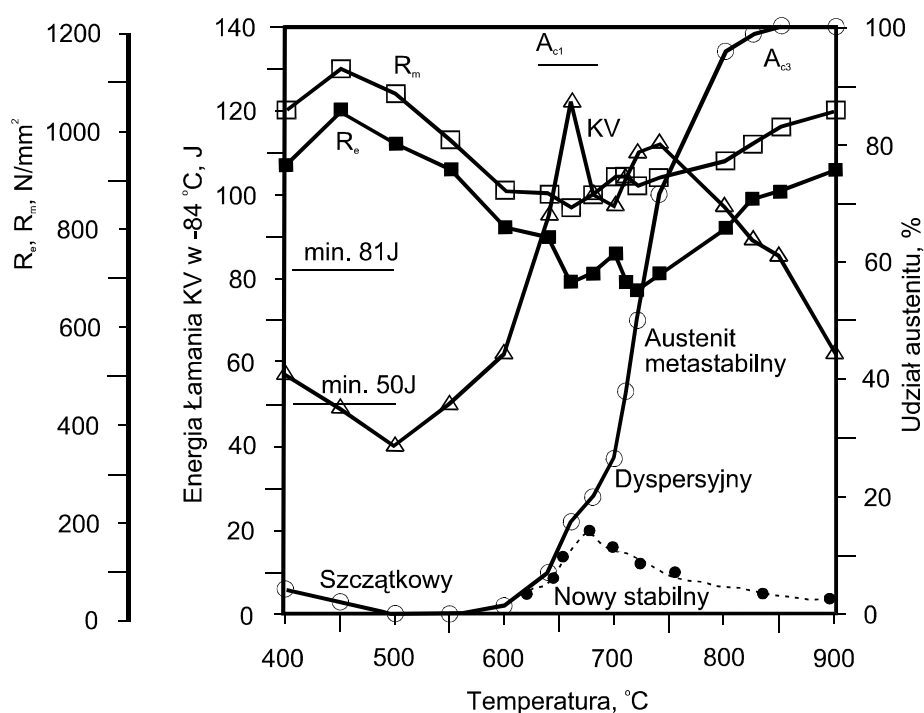


Rys. 20. Wpływ temperatury i czasu wygrzewania na wielkość ziarna austenitu [123]

Po hartowaniu stal HSLA 100 charakteryzuje się strukturą niskowęglowego martenzytu listwowego przesyconego miedzią, która w trakcie odpuszczania wydziela się w postaci fazy  $\epsilon_{Cu}$ . Na rys. 21 przedstawiono typowy przebieg zmiany własności mechanicznych w funkcji temperatury odpuszczania dla stali HSLA 100 [1]. Zmiana

mikrostruktury i własności w trakcie procesów odpuszczania jest wypadkową kilku zachodzących równocześnie procesów [1]:

- Zdrowienia i rekrytalizacji osnowy martenzytycznej,
- Wydzielania się fazy  $\epsilon$ -Cu i węglików,
- Występowania przemiany fazowej w trakcie odpuszczania prowadzącej do powstania mikrostruktury podwójnej ( $\alpha + \gamma$ ) powyżej temperatury  $A_{c1}$  i tworzenie się austenitu *nawrotu* [1].



Rys. 21. Przebieg zmiany własności mechanicznych w funkcji temperatury odpuszczania dla stali HSLA 100 [1]

Wielkość, kształt i dyspersja wydzielającej się fazy  $\epsilon$ -Cu jest funkcją temperatury oraz czasu odpuszczania i ma silny wpływ na kształtowanie własności mechanicznych stali HSLA 100 [1, 11, 12]. Z tego względu wiele uwagi poświęcono procesowi wydzielania się fazy bogatej w miedź w układach Fe-Cu [130-139, 147].

Pierwsze badania mające na celu określenie wpływu miedzi na własności stali konstrukcyjnych przeprowadzili w 1933 roku *Smith* i *Palmer* [140]. Zaobserwowali oni, że można uzyskać przesycony roztwór stały miedzi w ferrycie w temperaturze pokojowej przy zastosowaniu dużej szybkości chłodzenia zbliżonej do szybkości podczas hartowania. Ponadto odkryli, że w stopach z niską zawartością węgla ( $0,05 \div 0,08\%$ ) zwiększona

zawartość miedzi do około 3% powodowała wzrost wytrzymałości w ulepszonej cieplnie stali [140]. Brak zainteresowania stalami o wyższej zawartości miedzi wynikał z problemów, które występowały w trakcie ich przeróbki plastycznej na gorąco. Przy zawartościach powyżej 0,4% Cu w temperaturze 1094 °C zachodzi przemiana perytektyczna, w wyniku, której pojawia się ciecz bogata w miedź. Wnikając podczas walcowania wzdłuż granic ziaren prowadzi do naderwania powierzchni i wad wyrobu. W literaturze można znaleźć szereg prac poruszających problem negatywnego wpływu podwyższonej zawartości miedzi na własności stali [141-145]. W pracach [141, 145] kruchość niskowęglowej stali 4340 przeznaczonej na zbiorniki ciśnieniowe przepiężonych reaktorów atomowych, próbowano powiązać z procesem wydzielania się *klastrów* miedzi w temperaturze 290 °C spowodowanego oddziaływaniem promieniowania neutronowego. Jednak większość prac dotyczących badania procesów wydzieleniowych w stalach o podwyższonej zawartości miedzi wskazuje na jej korzystny wpływ na własności mechaniczne, zarówno w stopach o niskiej zawartości węgla [132-135, 139, 140] jak i w stalach nadeutektoidalnych [136, 138].

Problem wydzielania się fazy ciekłej podczas walcowania stali o podwyższonej zawartości miedzi został wyeliminowany poprzez dodatek niklu w ilości wyższej lub równej zawartości miedzi. Nikiel tworzy z miedzią nieograniczony roztwór stały podnosząc w ten sposób temperaturę przemiany perytektycznej w wieloskładnikowym stopie Fe-Ni-Cu-Cr-Mo [1]. Dodatek Cr i Mo wspomaga procesy wydzieleniowe miedzi oraz likwiduje proces samostarzenia [1, 69].

Zaobserwowano, że przy ilości miedzi powyżej 1,5% przemiana bainityczna zostaje przesunięta do dłuższych czasów inkubacji, polepszając hartowność i kinetykę przemiany martenzytycznej [146]. Pozwala to na uzyskanie mikrostruktury niskowęglowego martenzytu listwowego przesyconego miedzią przy stosunkowo niewielkich szybkościach chłodzenia [1, 31, 146]. Austenitowanie stali HSLA 100 przeprowadza się w temperaturze powyżej 900 °C przez 1 godzinę, co zapewnia rozpuszczenie całej zawartości miedzi w roztworze stałym [146]. Własności mechaniczne stali HSLA 100 są uzależnione od temperatury i czasu odpuszczania. Jest to wynikiem zmian zachodzących w wielkości i kształcie wydzielanej fazy  $\epsilon$ -Cu oraz procesów odpuszczania osnowy martenzytycznej. Liczne opracowania naukowe, w których badano wpływ czasu odpuszczania na procesy wydzieleniowe i własności mechaniczne sugerują, że maksymalny przyrost wytrzymałości uzyskuje się po około 1 godzinie wygrzewania [1, 11, 84, 88, 89].

Mikrostruktura stali po hartowaniu składa się z niskowęglowego martenzytu listwowego o dużej gęstości dyslokacji przesyconego miedzią [1, 2, 8, 11, 31, 84, 86]. Ponadto na niskokątowych granicach listew martenzytu mogą wystąpić niewielkie ilości austenitu szczątkowego [146]. Taka mikrostruktura zapewnia wysokie własności mechaniczne z jednocześnie dobrą ciągliwością. Zastosowanie odpuszczania po hartowaniu umożliwia wzrost wytrzymałości przy zachowaniu ciągliwości na niezmiennym poziomie. Na podstawie przebiegu zmiany własności stali HSLA 100 w zależności od temperatury odpuszczania można wyróżnić kilka etapów. W pierwszym stadium odpuszczania następuje szybki wzrost twardości i wytrzymałości kosztem obniżenia ciągliwości, osiągając szczyt wytrzymałości w zakresie temperatur 450÷500 °C [1, 2, 146]. Mikrostruktura w tym zakresie temperatur nadal składa się z listwowego martenzytu z nieznacznie tylko mniejszą gęstością dyslokacji. Równocześnie rozpoczynają się procesy wydzieleniowe fazy bogatej w miedź. Silny wzrost wytrzymałości i spadek ciągliwości we wczesnym okresie odpuszczania, jest spowodowany powstawaniem trudnych do bezpośredniego zaobserwowania, tzw. *klasterów* miedziowych o sieci regularnej przestrzennie centrowanej, z których następnie tworzą się koherentne z osnową sferyczne wydzielania o tej samej sieci przestrzennej [130, 147]. Pomimo licznych prac badawczych prowadzonych na układach Fe-Cu lub Fe-Cu-Ni [130, 132, 134, 135, 145, 147], jak również na stopach wieloskładnikowych [1, 131, 136, 139] nie wyjaśniono zadawalająco zjawisk powodujących tak silne umocnienie w początkowym okresie wydzielania fazy bogatej w miedź. Badania przeprowadzone za pomocą FIM (Field-Ion Microscope) wykazały, że początkowo *klastery* zawierają znaczne ilości żelaza (około 50% at.) i mają mały parametr niedopasowania z osnową [1, 130, 146, 148]. Wielkość tych *klasterów*, skład chemiczny oraz wpływ na własności sugeruje, iż są to w istocie *strefy Guiniera-Prestona* (GP) [149-151]. Istnienie tych koherentnych *klasterów* można potwierdzić pośrednio za pomocą techniki Mohry [1, 11, 31]. Mechanizm powodujący tak gwałtowny wzrost wytrzymałości pomimo wielu opracowań wciąż jest problematyczny i nadal jest tematem wielu badań. Powstało kilka teorii mających wyjaśnić naturę tego zjawiska. Obliczenia przeprowadzone przez *Hornboga* wykazały, że odkształcenie osnowy wywołane koherentnymi *klasterami* jest zbyt małe, aby znacząco ograniczyć ruch dyslokacji, co jak przypuszczano było powodem wzrostu wytrzymałości. Zaproponował on, że powodem hamowania dyslokacji w szczycie wytrzymałości mogą być powstające wakacje [152, 153]. Inne badania sugerowały występowanie mechanizmu *Orowana* [2, 147], jednak nie zostało to potwierdzone. *Russell* i *Brown* zaproponowali model

opierający się na różnych modułach sprężystości pomiędzy osnowa a tworzącymi się *klasterami* [154]. Obecnie zakłada się, że w szczycie wytrzymałości współistnieją ze sobą *klastery* miedziowe i koherentne cząstki Cu jednolicie rozmieszczone w osnowie [1, 11, 146]. Przypuszcza się, że największy wkład w umocnienie mają małe koherentne wydzielienia o wielkości od 1 do 20 nm, dla których przeważa mechanizm umocnienia *Fleishera-Friedela* [155, 156]. Mechanizm ten opiera się na zjawisku przecinania przez dyslokacje bardzo drobnych koherentnych wydzieleni w przypadku, gdy posiadają one uprzywilejowaną orientację krystalograficzną z osnową stopu [150, 151, 157].

W pracach [1, 11, 146, 147] również stwierdzono, że największy wpływ na wzrost wytrzymałości mają bardzo drobne, koherentne z osnową wydzielienia  $\epsilon$ -Cu o sieci regularnej przestrzennie centrowanej, których wielkość nie przekracza 10 nm.

Nagły spadek ciągliwości w szczycie wytrzymałości w stalach z dodatkiem miedzi był przedmiotem wielu prac badawczych [1, 8, 158, 159]. Przypuszcza się, że przyczyną takiego stanu rzeczy są bardzo drobne koherentne wydzielienia, które są łatwo przecinane przez ruchome dyslokacje, co prowadzi do koncentracji poślizgu w nielicznych płaszczyznach poślizgu [160, 161]. Ta lokalizacja odkształcenia jest przyczyną wcześniejszego inicjowania pęknięcia i spadku ciągliwości. Wraz ze wzrostem temperatury odpuszczania zachodzą równocześnie procesy zdrowienia listwowego martenzytu i wzrostu wydzieleni, co odpowiada drugiemu stadium, w którym następuje spadek wytrzymałości i wzrost ciągliwości [1, 31].

Rosnące wydzielienia  $\epsilon$ -Cu stają się półkoherentne i przy wielkości powyżej 50÷60 Å przebudowują sieć przestrzenną z A2 na A1 (RCP na RCS) [1]. Za pomocą badań magnetycznego i niskokątowego neutronowego rozpraszania (SANA) [145, 162] stwierdzono, że cząstki o wielkości 56 Å są jeszcze koherentne, a powyżej 150 Å tracą koherencję z osnową. Wraz ze wzrostem cząstek  $\epsilon$ -Cu zmienia się ich skład chemiczny. Zaobserwowano, że cząstki koherentne o sieci RCP zawierają od 30 do 70% at. Cu, podczas gdy cząstki niekoherentne o sieci RCS około 96% at. Cu [1, 148]. Wzrostowi cząstek Cu towarzyszy zwiększenie średniej drogi swobodnej miedzy nimi, co przejawia się zmniejszeniem intensywności umocnienia, a przyrost wytrzymałości od wydzieleni zachodzi zgodnie z mechanizmem *Orowana* [1]. Obecność niekoherentnych cząstek znacznie poprawia ciągliwość, gdyż są one łatwo omijane przez dyslokacje, co prowadzi do jednorodnego odkształcania i opóźnia zarodkowanie kruchego pęknięcia [160, 161]. W końcowym etapie II stadium opuszczania obserwuje się nadal strukturę listwową, lecz

o znacznie mniejszej gęstości dyslokacji oraz duże wydzielania bogate w Cu. Dodatkowo zaczynają się pojawiać małe wyspy nowo utworzonego austenitu *nawrotu*, który z powodu wysokiej zawartości dodatków stopowych, takich jak Ni, Cu, Mn, Cr jest stabilny nawet po ochłodzeniu na powietrzu do temperatury otoczenia [1, 146]. Nowy austenit zarodkuje na granicach listew, jak również na wysokokątowych granicach ziaren byłego austenitu. W początkowym etapie powstawania austenitu *nawrotu* nie obserwuje się jego znaczącego wpływu na własności stali. Jednak wraz ze wzrostem temperatury odpuszczania nowo powstały austenit staje się uboższy w pierwiastki stopowe, jego stabilność termiczna zmniejsza się i po ochłodzeniu ulega przemianie na strukturę martenzytyczną. Odpowiada to III stadium odpuszczania, podczas którego obserwuje się wzrost wytrzymałości spowodowany pojawieniem się struktury martenzytycznej. *Steve* i *Haynes* [50] przedstawili zależność temperatury  $M_s$  austenitu w zależności od składu chemicznego:

$$M_s \text{ [}^\circ\text{C]} = 516 - 474(\%C) - 33(\%Mn) - 17(\%Ni) - 17(\%Cr) \quad (14)$$

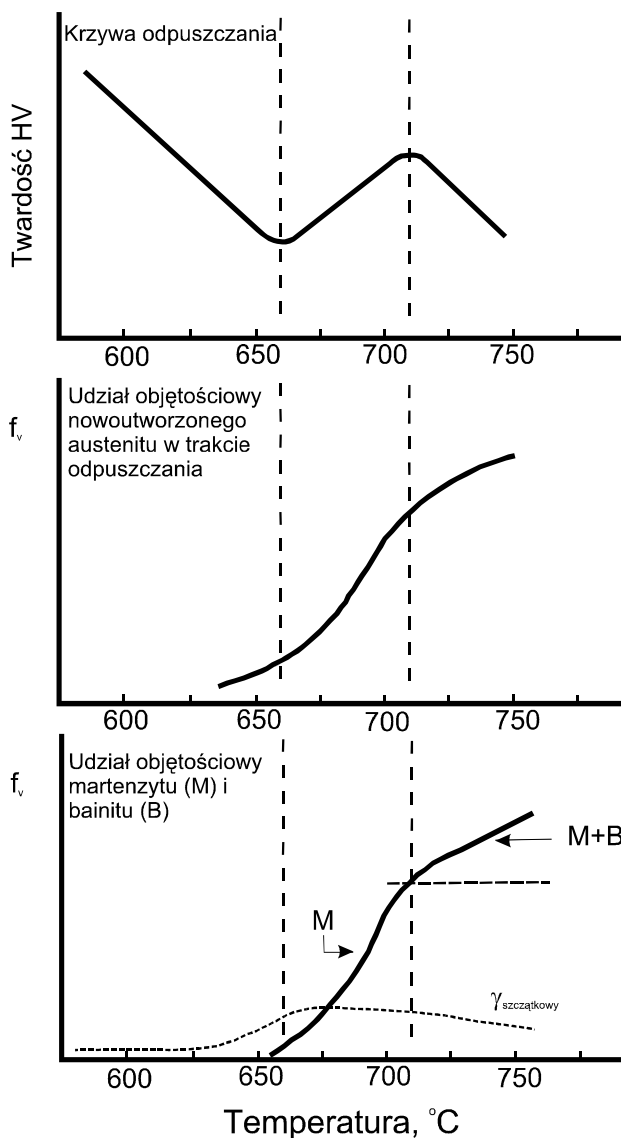
W IV stadium odpuszczania zwiększająca się ilość powstającego austenitu powoduje dalsze jego zubożenie w pierwiastki stopowe, co prowadzi do powstawania podczas chłodzenia struktury bainitycznej i spadku wytrzymałości z równoczesnym wzrostem ciągliwości. Na rys. 22 przedstawiono zmianę ułamka objętości nowo utworzonego austenitu w funkcji temperatury starzenia dla stali HSLA 100 [146].

Tworzeniu się wysp austenicznych towarzyszy proces rozpuszczania się cząstek  $\epsilon_{Cu}$  oraz dalszy wzrost wielkości wydzielen w spoligonizowanej osnowie ferrytycznej [146]. Pomimo niewielkiego spadku, udarność nadal utrzymuje się ona na wysokim poziomie. Prawdopodobnie spowodowane jest to obecnością nowo utworzonego austenitu, który hamuje rozwój pęknięcia kruchego poprzez [146]:

- Wchłanianie zanieczyszczeń występujących na granicach ziaren, zmniejszając w ten sposób możliwość występowania przełomu międzykrystalicznego [146, 163],
- Redukuje tworzenie się węglików, które są niepożądane w osnowie martenzytycznej podczas odpuszczania [164, 165],
- Austenit jest silną barierą dla pęknięcia łupliwego, gdyż w strukturze RCS nie ma płaszczyzn łupliwości,
- Austenit może hamować wzrost pęknięcia kruchego poprzez mechanizm TRIP (TRansformation Induce Plasticity),



- Niskowęglowy martenzyt listwowy lub bainit powstały z austenitu *nawrotu* po ochłodzeniu jest silną barierą dla pęknięcia kruchego gdyż wymusza zmianę kierunku rozprzestrzeniającego się pęknięcia.



Rys. 22. Zmiana ułamka objętości austenitu nawrotu w funkcji temperatury odpuszczania [146]

Istotny wpływ na przebieg procesów odpuszczania i końcowe własności stali z dodatkiem Cu ma OCP. Siatka dyslokacji wprowadzona podczas KOCP opóźnia przemianę martenzytu listwowego w ferryt poligonalny. W pracach [11, 148] zaobserwowano, że wraz ze wzrostem stopnia zgniotu w stopach Fe-Cu skraca się czas potrzebny do uzyskania szczytu wytrzymałości oraz zwiększa się poziom twardości.



Miedź jako dodatek stopowy ma istotne znaczenie w kształtowaniu własności niskowęglowych stali konstrukcyjnych po procesie hartowania i odpuszczania. Na podstawie licznych opracowań naukowych [1, 11, 12, 31, 84-89, 130, 146] rolę miedzi w kształtowaniu własności mechanicznych stali można przedstawić następująco:

1. Miedź rozpuszczona w austenicie obniża temperaturę przemiany martenzytycznej i bainitycznej, co prowadzi do podwyższenia wytrzymałości we wszystkich temperaturach odpuszczania,
2. Poprawia hartowność stali, co ma istotne znaczenie podczas chłodzenia blach o znacznej grubości,
3. Podnosi wytrzymałość poprzez umocnienie wydzieleniowe, a maksymalny przyrost wytrzymałości obserwuje się w temperaturze około 450 °C,
4. Wydzielenia miedzi opóźniają zdrowienie i rekrytalizację struktury martenzytycznej w procesie odpuszczania, co prowadzi do podwyższenia poziomu wytrzymałości,
5. Sprzyja tworzeniu się austenitu *nawrotu* poprzez obniżenie temperatury  $A_{c1}$ .

Odpowiednie sterowanie składem chemicznym, kształtem i ilością zanieczyszczeń, zastosowanie technologii regulowanej obróbki cieplno-plastycznej oraz odpowiedni dobór parametrów obróbki cieplnej, pozwala na uzyskanie materiału o wysokich parametrach technologicznych i wytrzymałościowych, przeznaczonego na silnie obciążone i odpowiedzialne elementy konstrukcyjne.

#### 4. PODSUMOWANIE STANU ZAGADNIENIA

Rozwój nowoczesnych niskowęglowych stali konstrukcyjnych charakteryzujących się wysoką wytrzymałością i odpornością na pękanie, przeznaczonych na blachy grube opiera się na kilku podstawowych założeniach:

1. Odpowiednim doborze składu chemicznego,
2. Zapewnieniu wysokiej jakości metalurgicznej,
3. Rozdrobieniu mikrostruktury,
4. Zastosowaniu odpowiednich parametrów obróbki cieplnej,

Podstawowym problemem w projektowaniu nowoczesnych stali jest takie dobranie składu chemicznego, aby materiał w następstwie kolejnych procesów technologicznych spełniał postawione przed nim założenia. Stale przeznaczone na odpowiedzialne konstrukcje pracujące w ekstremalnych warunkach powinny charakteryzować się wytrzymałością na odpowiednio wysokim poziomie, wysoką odpornością na pękanie, zwłaszcza w obniżonej temperaturze oraz dobrą spawalnością, umożliwiającą otrzymanie spoin o własnościach zbliżonych do materiału rodzimego. Główną tendencją w rozwoju tej grupy stali jest ograniczenie zawartości węgla, gdyż jest to pierwiastek silnie pogarszający jakość uzyskiwanych połączeń spawanych. Spadek wytrzymałości powoduje konieczność zastosowania innych mechanizmów podnoszących wytrzymałość. Dodatki stopowe w postaci Ni, Cr, Mo i Mn mają za zadanie polepszyć hartowność stali, dzięki czemu możliwe jest uzyskanie struktury bainitycznej przy niewielkich szybkościach chłodzenia w blachach o znacznych grubościach. Dodatkowo zwiększają temperaturowy zakres stabilności przechłodzonego austenitu opóźniając przemianę ferrytyczną i perlityczną. Przełomem w produkcji blach o wysokiej wytrzymałości było zastosowanie mikrodotyków Nb, V i Ti. Pierwiastki te tworząc węgliki i węglikoazotki odgrywają ważną rolę w procesie regulowanej OCP, hamując rozrost ziarna austenitu oraz podwyższając temperaturę rekrytalizacji austenitu, zwiększając w ten sposób zakres bezpiecznego walcowania w procesie KOCP. Odpowiedni dobór parametrów obróbki cieplno-mechanicznej oraz zastosowanie mikrodotyków pozwala sterować wielkością ziarna i uzyskiwać finalnie drobnoziarnistą mikrostrukturę. Oprócz wielkości ziarna na ciągliwość w obniżonych temperaturach silnie wpływa jakość metalurgiczna stali. Negatywny wpływ siarki, fosforu i tlenu na ciągliwość stali jest dobrze znana. Dlatego

w celu zapewnienia wysokiej ciągliwości, szczególnie w obniżonych temperaturach, konieczne jest ograniczenie zawartości tych pierwiastków. Początkowo zmniejszanie niekorzystnego wpływu wtrąceń niemetalicznych opierało się na modyfikacji ich kształtu metalami ziem rzadkich, przez co kształt wtrąceń po procesie OCP pozostawał sferoidalny. Obecnie istnieje tendencja do ograniczenia zawartości siarki oraz tlenu w procesie wytapiania stali oraz podczas obróbki pozapiecowej w połączeniu z modyfikacją kształtu i odlewaniem próżniowym. Wysoka jakość metalurgiczna oraz rozdrobnienie mikrostruktury w stalach konstrukcyjnych są podstawowymi metodami kształtowania wysokiej odporności na pękanie tej grupy stali.

Spadek własności wytrzymałościowych spowodowany ograniczeniem zawartości węgla może zostać zrekompensowany poprzez rozdrobnienie mikrostruktury w połączeniu z przemianą bainityczną, jak to ma miejsce w stalach ULCB lub poprzez zastosowanie dodatkowego zabiegu cieplnego w przypadku stali HSLA z dodatkiem Cu. Mechanizmy wykorzystane do kształtowania wysokiej wytrzymałości w niskowęglowych stalach bainitycznych typu ULCB umożliwiają otrzymanie wysokich własności bezpośrednio po procesie OCP. W przypadku stali z dodatkiem Cu zastosowanie dodatkowo obróbki cieplnej po procesie OCP pozwala uzyskać wyższą ciągliwość przy tym samym poziomie wytrzymałości w porównaniu do stali ULCB. W trakcie odpuszczania równocześnie przebiega kilka procesów mających wpływ na własności stali. Wraz ze wzrostem temperatury i czasu odpuszczania postępują procesy wydzielania fazy bogatej w miedź oraz procesy dekompozycji osnowy martenzytycznej. Własności tej grupy stali są funkcją składu chemicznego oraz temperatury odpuszczania. Liczne opracowania naukowe [1, 2, 11, 12, 84-89, 130] jednoznacznie wskazują, że wzrost wytrzymałości w tej grupie stali w wyniku procesów OCP i obróbki cieplnej może nastąpić jedynie kosztem spadku ciągliwości.

## 5. TEZA PRACY

Na podstawie studiów literaturowych oraz wstępnych badań własnych do analizy wybrano pięć wytopów laboratoryjnych niskowęglowych spawalnych stali konstrukcyjnych charakteryzujących się podwyższoną zawartością miedzi [1, 2 4-12]. Głównym kierunkiem prezentowanej rozprawy doktorskiej jest ocena wpływu składu chemicznego, obróbki cieplnej na mikrostrukturę i własności mechaniczne stali przeznaczonych na spawalne blachy grube.

### Tezę pracy sformułowano następująco:

*Odpowiedni dobór składu chemicznego oraz parametrów obróbki cieplnej w niskowęglowych stalach konstrukcyjnych z dodatkiem miedzi umożliwia osiągnięcie poziomu wytrzymałości  $R_{p0,2}$  powyżej  $890 \text{ N/mm}^2$ , przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej odporności na pękanie wyrażonej pracą łamania w temperaturze  $-84 \text{ °C}$  nie mniejszą niż  $81 \text{ J}$ .*

## 6. CEL PRACY I ZAKRES BADAŃ DOŚWIADCZALNYCH

W części doświadczalnej pracy podjęto próbę określenia wpływu obróbki cieplnej na relację wytrzymałość – ciągliwość niskowęglowych stali konstrukcyjnych z dodatkiem miedzi. Podstawowym celem rozprawy jest wyznaczenie charakterystyk wytrzymałościowych omawianej grupy stali w funkcji temperatury odpuszczania oraz określenie parametrów obróbki cieplnej, pozwalającej na uzyskanie wysokiej wytrzymałości (powyżej 890 N/mm<sup>2</sup>) przy zachowaniu pracy łamania na poziomie nie mniejszym niż 81 J w temperaturze -84 °C.

Do podstawowych celów części doświadczalnej pracy należą:

1. Określenie na podstawie badań dylatometrycznych, temperatury przemian fazowych podczas nagrzewania:  $A_{c1}$  i  $A_{c3}$  oraz podczas chłodzenia:  $B_s$  i  $B_f$ ,
2. Jakościowa i ilościowa ocena wtrąceń niemetalicznych przy wykorzystaniu mikroskopu metalograficznego i skaningowego mikroskopu elektronowego oraz ocena ich składu chemicznego,
3. Jakościowa i ilościowa ocena mikrostruktury po hartowaniu i odpuszczaniu przy wykorzystaniu mikroskopu metalograficznego, skaningowego mikroskopu elektronowego oraz transmisyjnego mikroskopu elektronowego,
4. Ocena własności mechanicznych HV30,  $R_{p0,2}$ ,  $R_m$ ,  $A_5$ ,  $Z$ ,  $KV_{+20}$ ,  $KV_{-84}$  w funkcji temperatury odpuszczania,
5. Określenie parametrów  $K_{Ic}$ ,  $J_{Ic}$ ,  $\delta$  charakteryzujących odporność na pękanie w wybranych temperaturach odpuszczania,
6. Badania fraktograficzne topografii przełomów próbek udarnościowych łamanych w temperaturze +20 °C oraz -84 °C oraz analiza miejsc zarodkowania pęknięcia w próbkach z mechaniki pękania.

## 7. BADANIA DOŚWIADCZALNE

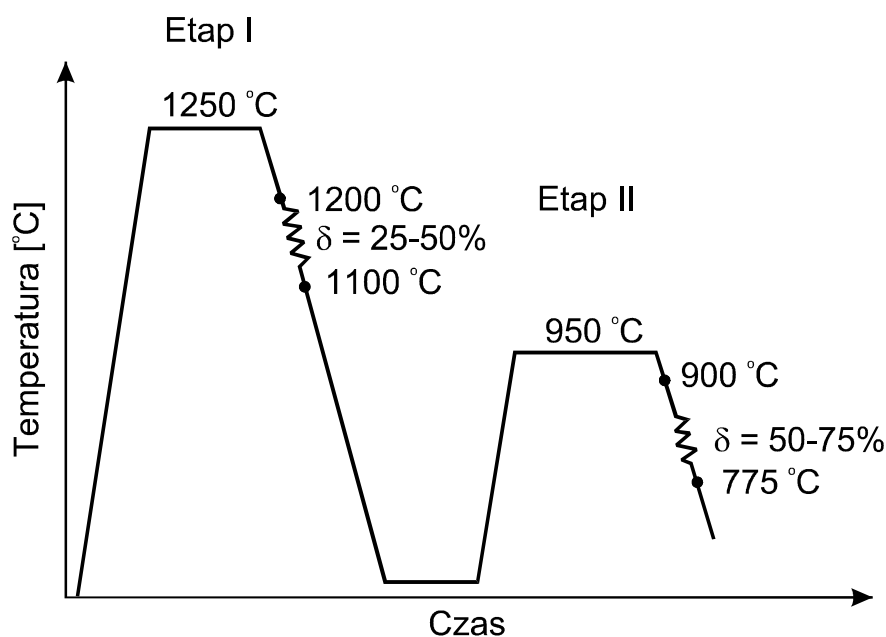
### 7.1. Materiał do badań

W oparciu o przegląd literaturowy wykonano pięć wytopów laboratoryjnych, których składy chemiczne przedstawiono w tabeli 2. Wytopy W1÷W3 pochodziły z wlewków wytapianych w powietrzu o masie 50 kg. Ich skład chemiczny charakteryzuje się zmienną zawartością molibdenu w zakresie od 1÷3%. Wytopy W4 i W5 otrzymano metodą wytapiania próżniowego z wlewków o masie 220 kg, w których podwyższono zawartość niklu do 5,8% i miedzi odpowiednio do 1,5% i do 2%. Wlewki poddano regulowanej obróbce cieplno-plastycznej według schematu przedstawionego na rys. 23.

Tabela 2. Skład chemiczny badanych wytopów oraz odpowiadające im wartości równoważników węgla

Nr wytopu	C [%]	Mn [%]	Si [%]	Ni [%]	Mo [%]	Cu [%]	Ti [%]	Al [%]	C <sub>e</sub>	C <sub>E</sub>
W1	0,015	1,00	0,29	3,53	1,02	1,50	0,02	0,005	0,72	0,28
W2	0,017	0,89	0,27	3,55	1,88	1,51	0,02	0,005	0,88	0,33
W3	0,017	1,00	0,29	3,53	2,94	1,50	0,02	0,006	1,11	0,41
W4	0,030	1,99	0,25	5,82	0,96	1,51	0,11	0,026	1,13	0,38
W5	0,028	1,97	0,24	5,80	0,95	2,11	0,10	0,021	1,23	0,43

P=0,005%, S=0,003%, Nb=0,05%, C<sub>e</sub> – wg zależności (1), C<sub>E</sub> – wg zależności (2)



Rys. 23. Schemat zastosowanej obróbki cieplno-plastycznej

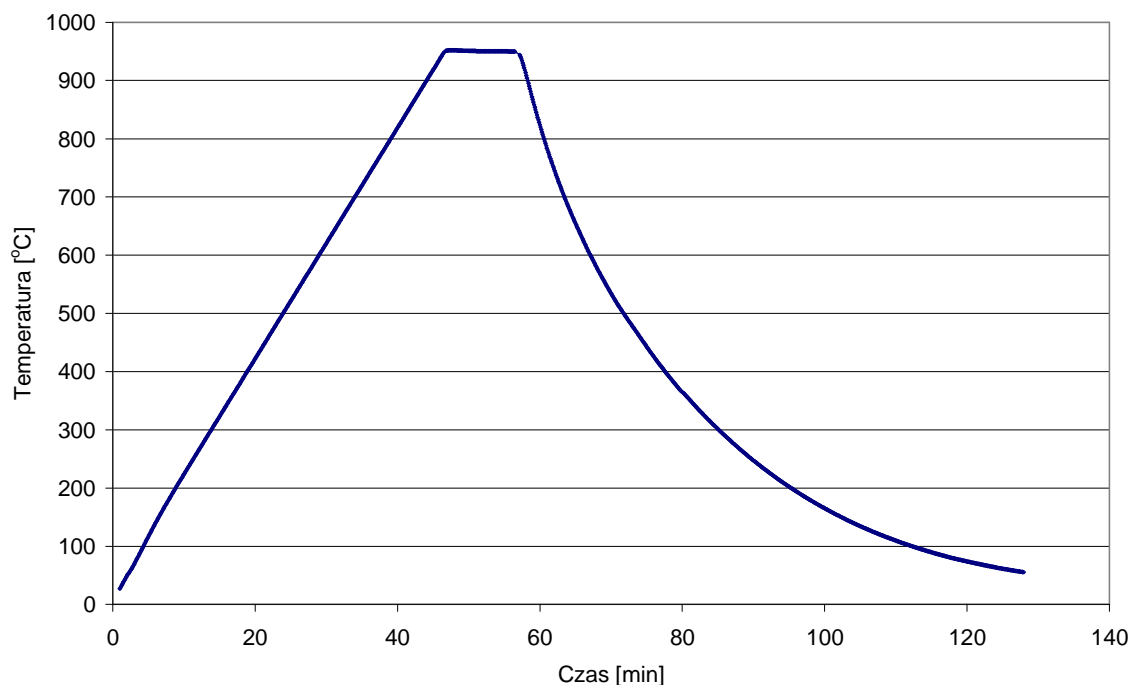
W pierwszym etapie wlewki nagrzano do temperatury 1250 °C, a walcowanie przeprowadzono w zakresie temperatur 1200÷1100 °C, stosując gniot całkowity rzędu  $\delta=25\%$  w wytopach W1÷W3 i  $\delta=50\%$  w wytopach W4 i W5. Po walcowaniu wstępnym słaby chłodzono na powietrzu do temperatury otoczenia. W drugim etapie walcowania zastosowano technologię konwencjonalną (niskotemperaturową) obróbki cieplno-plastycznej. Odkształcone wstępnie wlewki nagrzano do temperatury 950 °C i walcowano stosując gniot całkowity rzędu  $\delta=50\%$  w wytopach W1÷W3 i  $\delta=75\%$  w wytopach W4 i W5, otrzymując w ten sposób płaskowniki o grubości 25mm.

## **7.2. Badania dylatometryczne**

W celu wyznaczenia temperatury przemian fazowych przeprowadzono badania z wykorzystaniem dylatometu firmy NETZSCH TASC 414/2. Analizę przeprowadzono w atmosferze wodoru na walcowych próbkach o średnicy  $\phi$  4 mm i długości 25 mm zorientowanych poprzecznie do kierunku walcowania. Próbki nagrzewano do temperatury 950 °C, a łączny czas nagrzewania i wygrzewania wynosił 1 godzinę. Wykonano po trzy analizy dla każdego z wytopów. Pełny przebieg analizy w postaci graficznej dla wytopu W1 przedstawiono na czterech kolejnych rysunkach. Na rys. 24 przedstawiono przebieg zmiany temperatury w funkcji czasu. Na podstawie rys. 25, obrazującego zmianę wydłużenia próbki w funkcji temperatury, wyznaczono temperatury przemian. Przyjęto, że temperaturę danej przemiany określa moment, w którym wydłużenie próbki na wykresie traci przebieg liniowy. W ten sposób określono temperatury  $A_{c1}$  i  $A_{c3}$ , niezbędne do poprawnego przeprowadzenia austenitowania podczas hartowania oraz temperatury  $B_s$  i  $B_f$ , wyznaczające początek i koniec przemiany bainitycznej. Kolejny wykres na rys. 26 obrazuje zmianę wydłużenia w funkcji czasu, a na rys. 27 przedstawiono zmianę szybkości nagrzewania i chłodzenia. Wykresy przebiegu wydłużenia w funkcji temperatury dla próbek z pozostałych wytopów przedstawiono od rys. 28 do rys. 31. Wartości średnie uzyskanych temperatur zestawiono w tabeli 3. Na rys. 32÷36 przedstawiono mikrostruktury bainitu powstałego podczas procesu chłodzenia próbek analizowanych wytopów w dylatometrze.

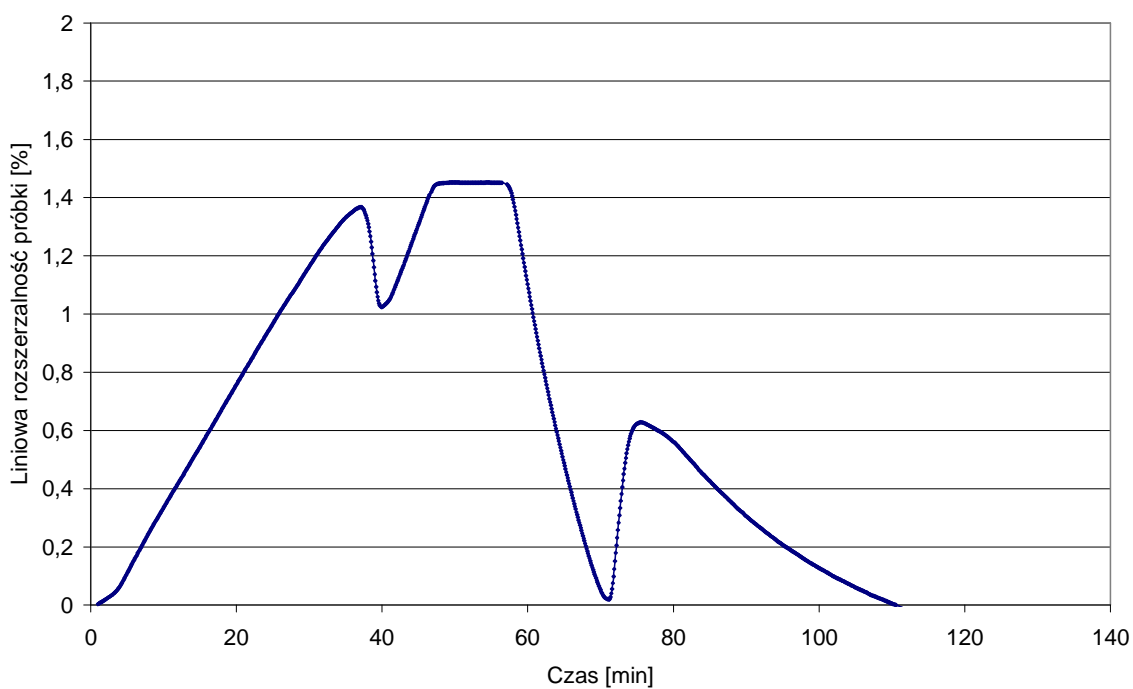
Tabela 3. Wartości średnie temperatur przemian fazowych

Wytop	$A_{c1}$ [°C]		$A_{c3}$ [°C]		$B_s$ [°C]		$B_f$ [°C]	
W1	691	<b>709</b>	846	<b>851</b>	536	<b>535</b>	359	<b>362</b>
	725		847		533		367	
	710		860		535		360	
W2	737	<b>727</b>	876	<b>878</b>	503	<b>500</b>	361	<b>349</b>
	733		880		506		359	
	710		878		492		328	
W3	725	<b>723</b>	868	<b>854</b>	475	<b>473</b>	327	<b>315</b>
	725		854		477		331	
	718		840		467		287	
W4	676	<b>680</b>	810	<b>813</b>	376	<b>377</b>	257	<b>256</b>
	681		816		381		254	
	682		814		374		256	
W5	668	<b>667</b>	813	<b>814</b>	353	<b>355</b>	216	<b>217</b>
	665		820		352		219	
	669		809		361		215	

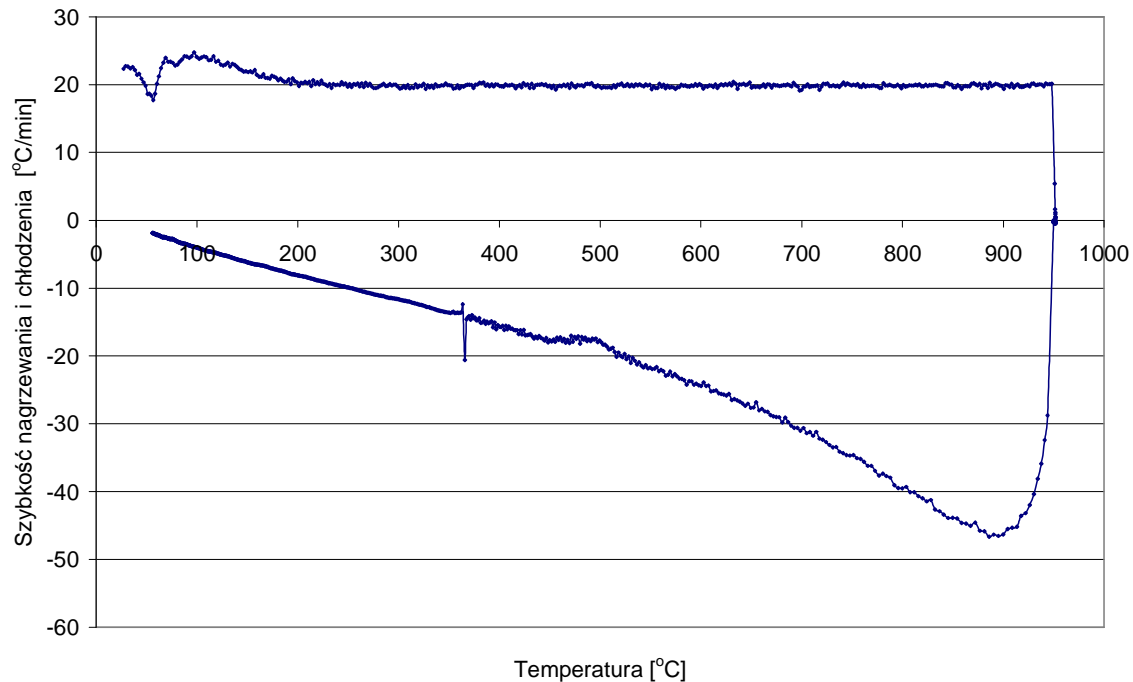


Rys. 24. Przebieg zmiany temperatury w trakcie nagrzewania i chłodzenia podczas badań dylatometrycznych dla wytopu W1

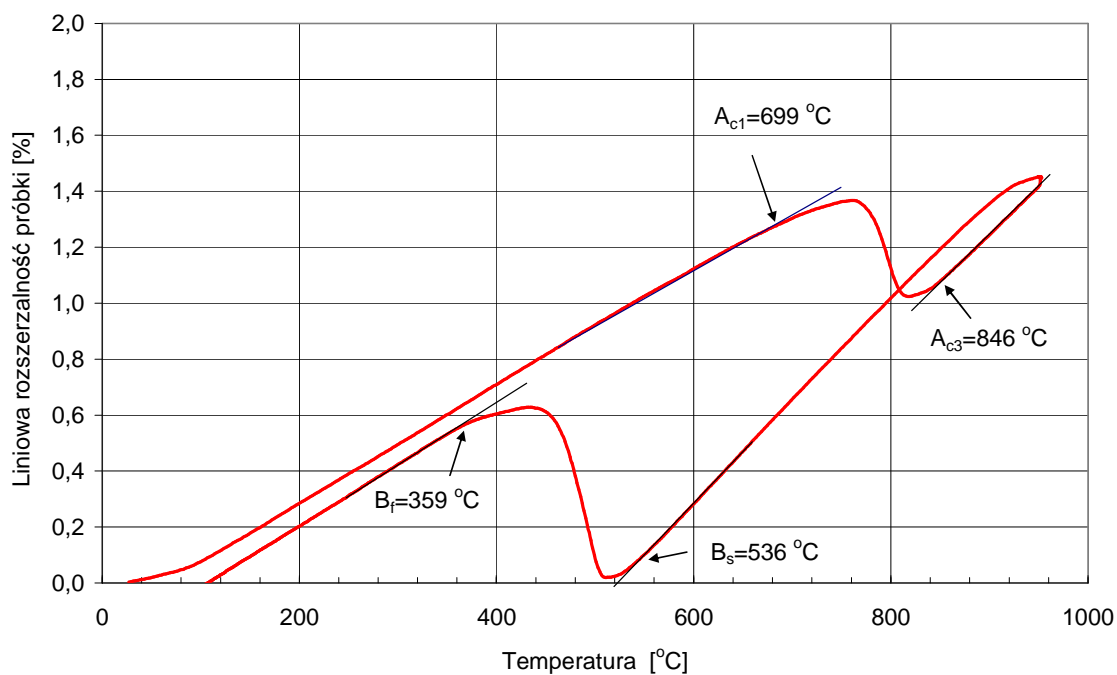




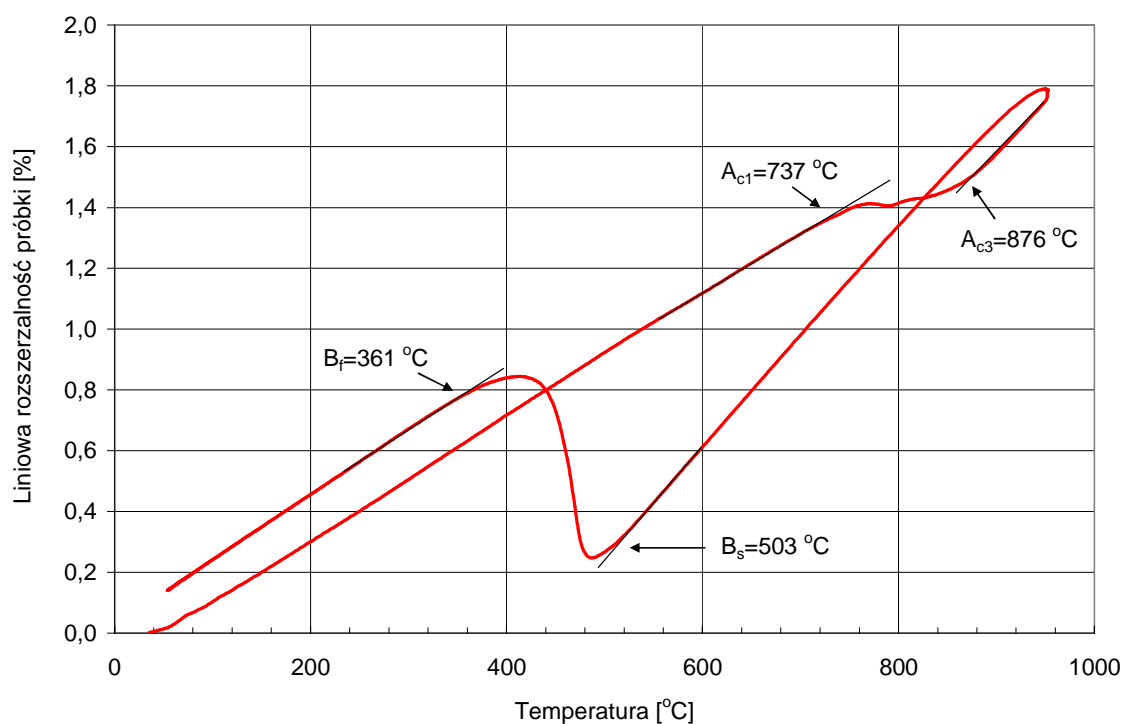
Rys. 25. Zmiana rozszerzalności liniowej próbki w funkcji czasu dla wytopu W1



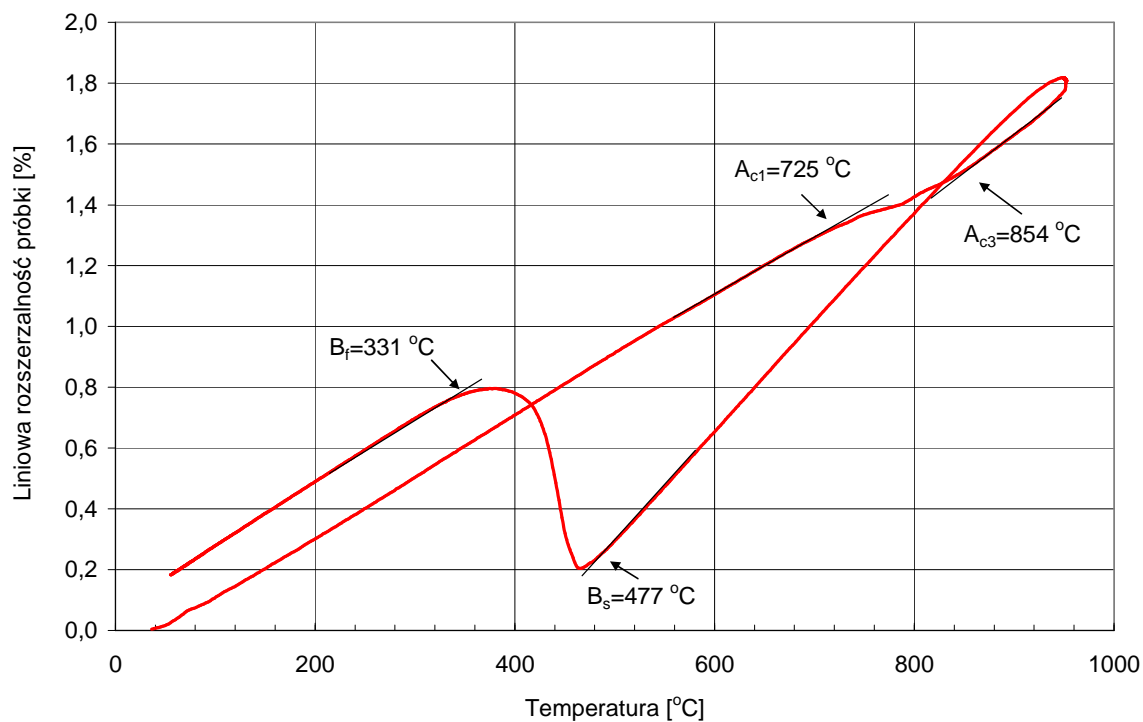
Rys. 26. Zmiana szybkości chłodzenia w trakcie nagrzewania i chłodzenia próbki w funkcji temperatury dla wytopu W1



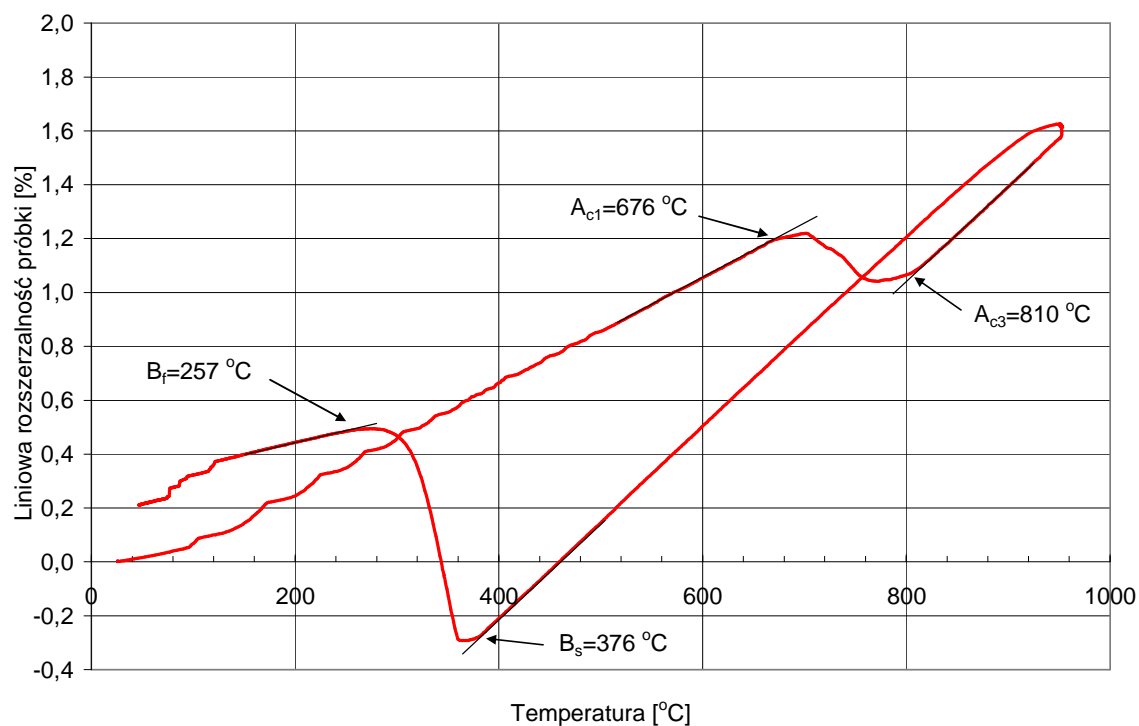
Rys. 27. Przebieg liniowej rozszerzalności próbki dylatometrycznej w funkcji temperatury dla wytopu W1



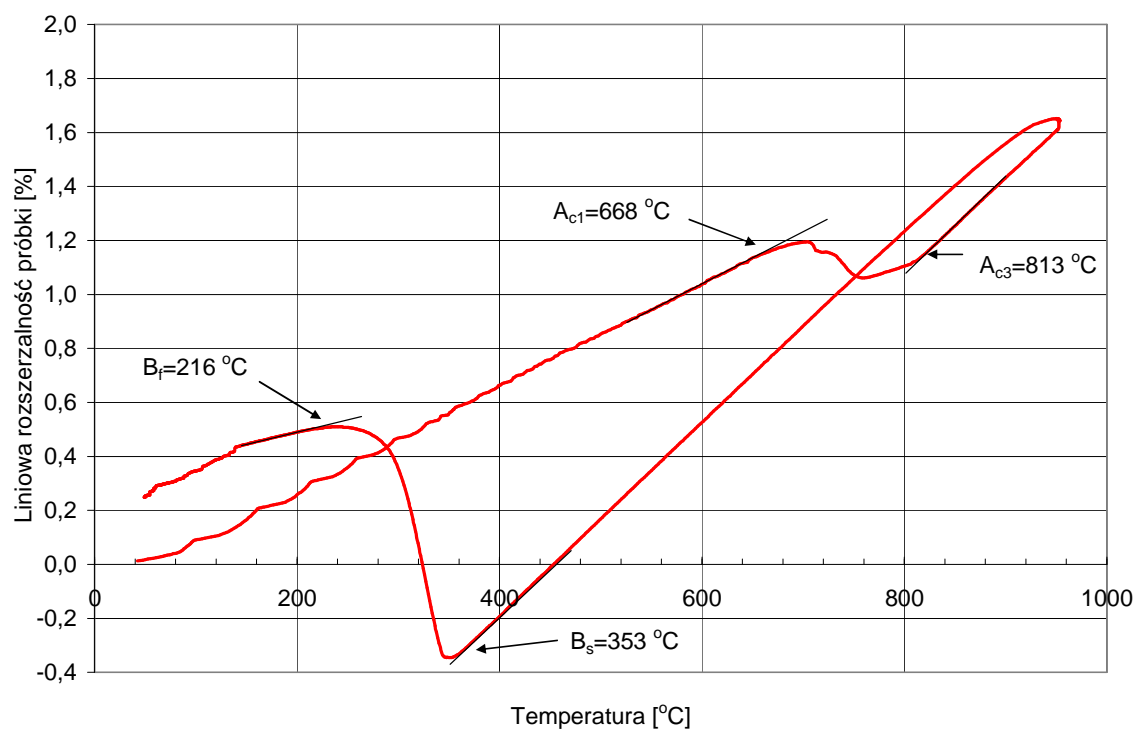
Rys. 28. Przebieg liniowej rozszerzalności próbki dylatometrycznej w funkcji temperatury dla wytopu W2



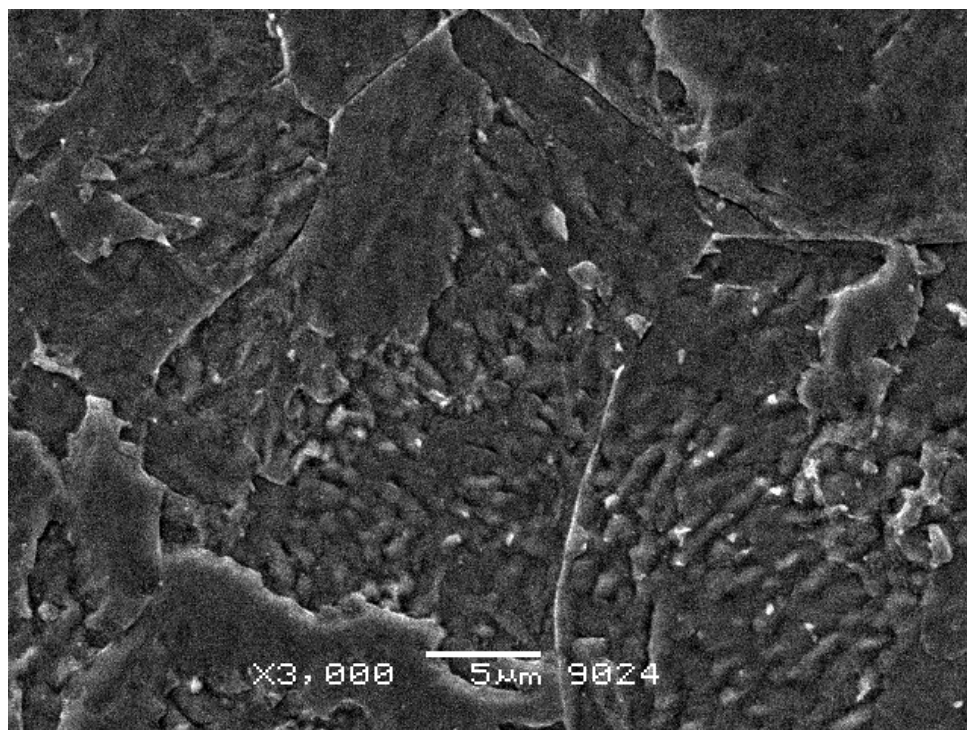
Rys. 29. Przebieg liniowej rozszerzalności próbki dylatometrycznej w funkcji temperatury dla wytopu W3



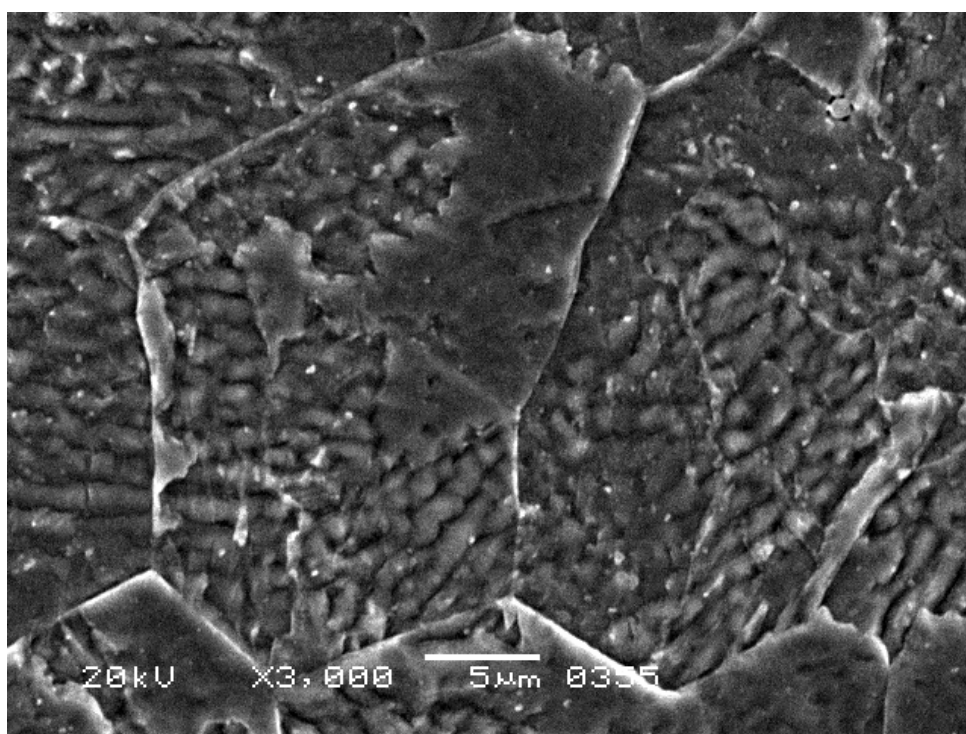
Rys. 30. Przebieg liniowej rozszerzalności próbki dylatometrycznej w funkcji temperatury dla wytopu W4



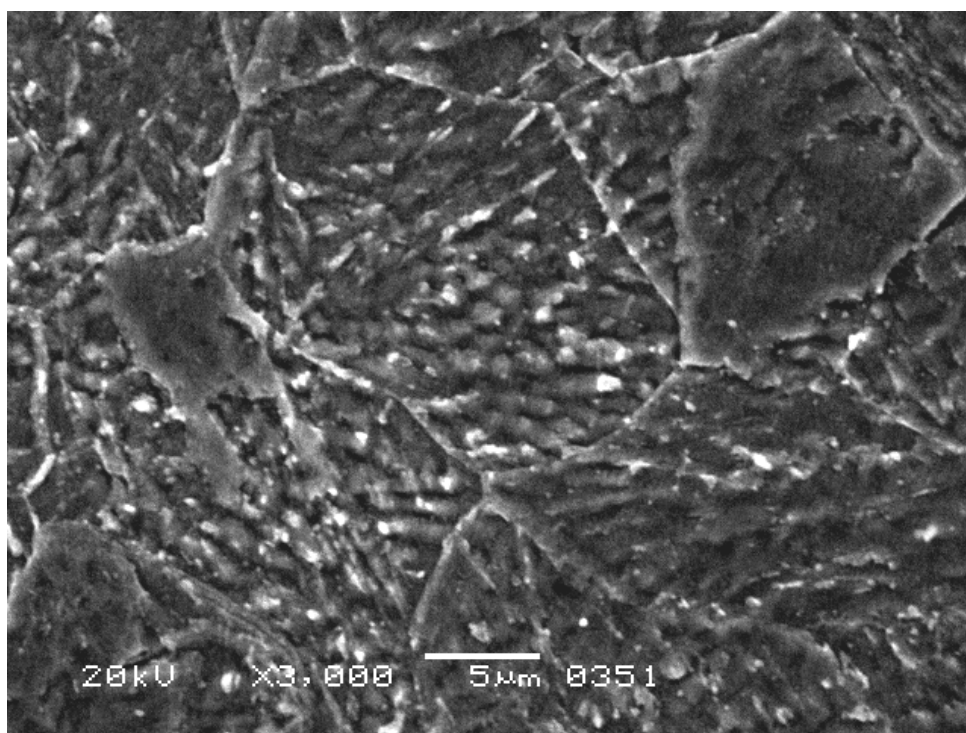
Rys. 31. Przebieg liniowej rozszerzalności próbki dylatometrycznej w funkcji temperatury dla wytopu W5



Rys. 32. Mikrostruktura bainitu w próbce z wytopu W1 po chłodzeniu w dylatometrze

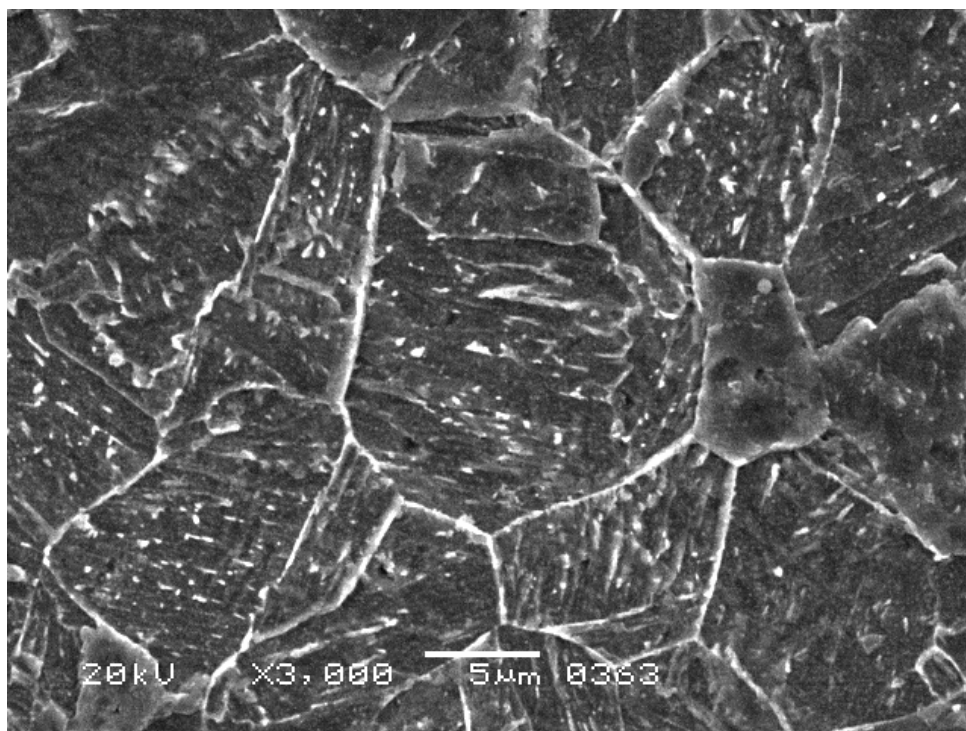


*Rys. 33. Mikrostruktura bainitu w próbce z wytopu W2 po chłodzeniu w dylatometrze*

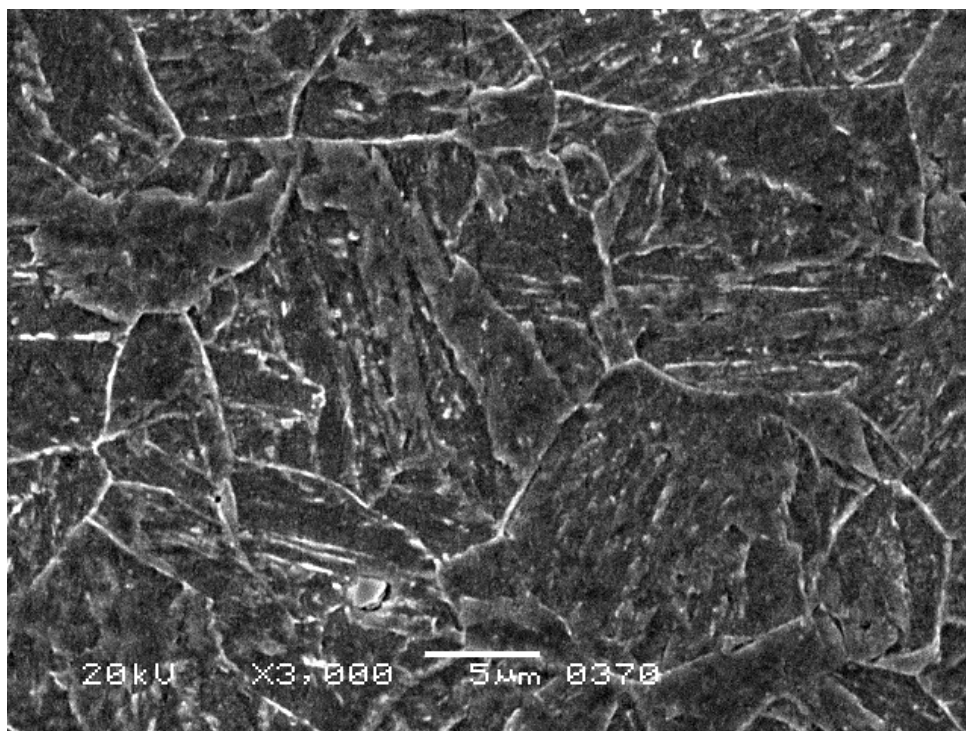


*Rys. 34. Mikrostruktura bainitu w próbce z wytopu W3 po chłodzeniu w dylatometrze*





*Rys. 35. Mikrostruktura bainitu w próbce z wytopu W4 po chłodzeniu w dylatometrze*



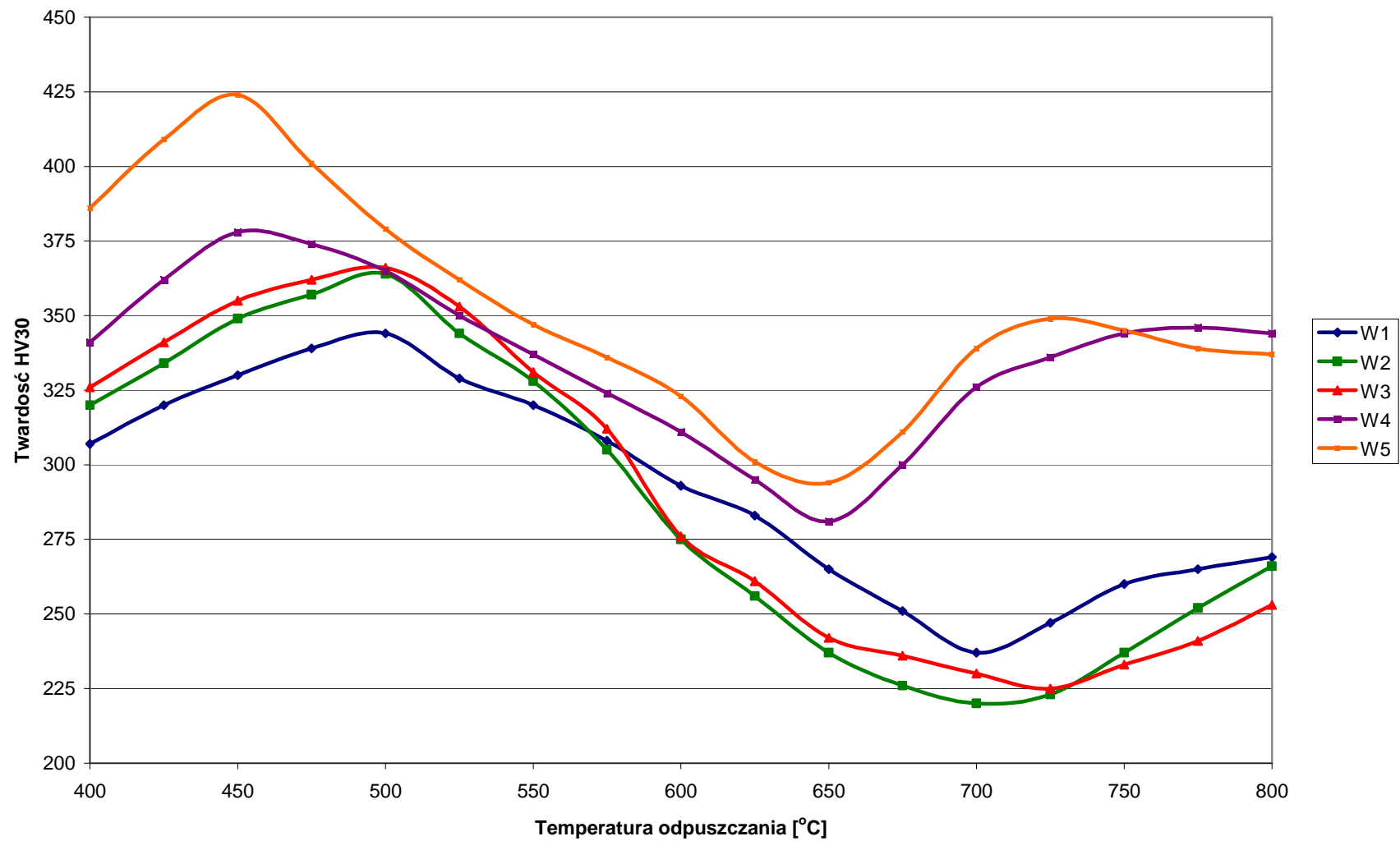
*Rys. 36. Mikrostruktura bainitu w próbce z wytopu W5 po chłodzeniu w dylatometrze*

### 7.3. Obróbka cieplna

Na podstawie wyników uzyskanych z badań dylatometrycznych zamieszczonych w tabeli 3 stwierdzono, że maksymalna średnia wartość temperatury  $A_{c3}$  dotyczy wytopu W2 i wynosi 880 °C. Na tej podstawie dla wszystkich badanych wytopów jako temperaturę austenitowania przyjęto temperaturę o 40 °C wyższą.

W celu wyznaczenia przebiegu zmiany własności wytrzymałościowych badanych wytopów przygotowano próbki o wymiarach 25 mm x 25 mm i grubości 10 mm, które poddano hartowaniu i odpuszczaniu. Próbki nagrzano do temperatury 920 °C, wygrzewano przez 1 godzinę i chłodzono w wodzie. Odpuszczanie przeprowadzono w zakresie temperatury od 400 °C do 800 °C, co 25 °C, wygrzewając przez 1 godzinę i chłodzono w wodzie.

Na tak obrabionych cieplnie próbkach przeprowadzono pomiary twardości metodą *Vickersa* HV30, a wyniki przedstawiono w postaci graficznej na rys. 37. Z uwagi na zbliżony przebieg właściwości wytrzymałościowych  $R_{p0,2}$  i  $R_m$  z przebiegiem zmiany twardości przyjęto, że analiza własności mechanicznych i mikrostruktury po odpuszczaniu zostanie przeprowadzona od temperatury odpowiadającej maksymalnej wytrzymałości do temperatury 800 °C. Dla wytopów W1÷W3 maksymalną wytrzymałość odnotowano w temperaturze 500 °C, natomiast dla wytopów W4 i W5 w temperaturze 450 °C. Dlatego do dalszych badań jako zakres temperatury odpuszczania przyjęto temperaturę od 500 °C do 800 °C dla wytopów W1÷W3 dla wytopów W1÷W3, natomiast w przypadku wytopów W4 i W5 od 450 °C do 800 °C.



Rys. 37. Przebieg twardości HV w funkcji temperatury odpuszczania dla wytopów od W1 do W5

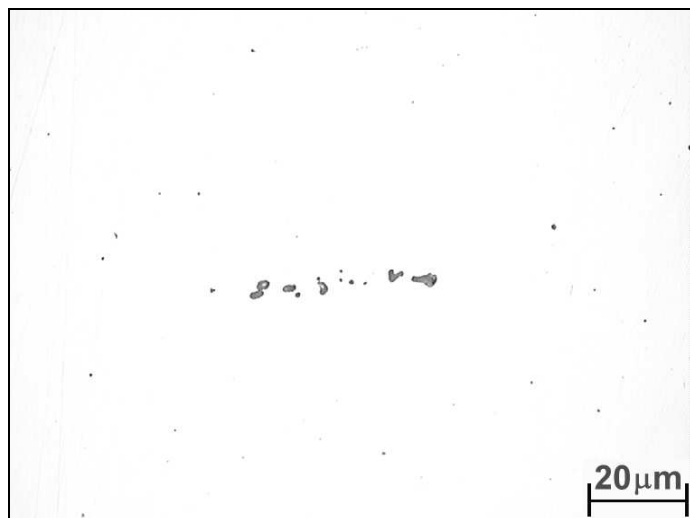


## 7.4. Badania metalograficzne

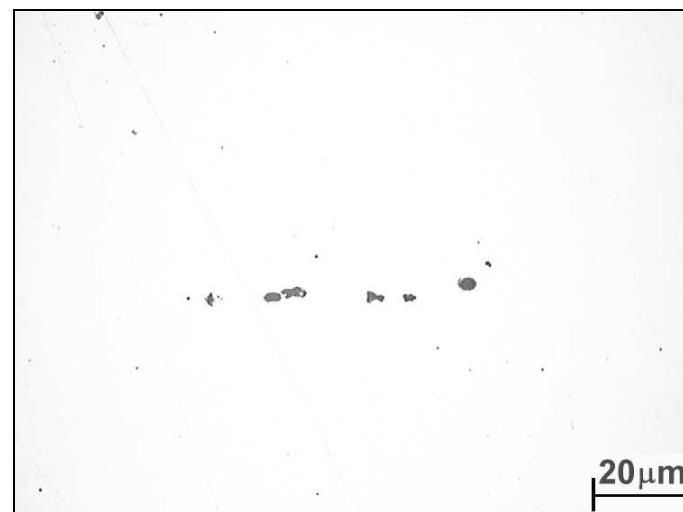
### 7.4.1. Analiza jakościowa wtrąceń niemetalicznych

W celu identyfikacji wtrąceń niemetalicznych (WN) występujących w badanych wytopach przeprowadzono obserwację powierzchni wzdłużnej nietrawionych zgładów metalograficznych pobranych z próbek udarnościowych w pobliżu miejsca pęknięcia. Wstępną ocenę jakościową przeprowadzono przy użyciu optycznego mikroskopu metalograficznego *Nikon Eclipse ME 600* z cyfrowym zapisem obrazu. Szczegółową identyfikację WN przeprowadzono na mikroskopie skaningowym firmy JOEL *JSM5510LV* z przystawką do analizy energii promieniowania rentgenowskiego *IXRF System 500 Digital Processing*. Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że w wytopach występują dwa rodzaje WN różniące się składem chemicznym i kształtem. Do pierwszych można zaliczyć twarde i trudno odkształcalne tlenki oraz azotki, natomiast do drugiej grupy plastyczne i wydłużone w kierunku walcowania siarczki.

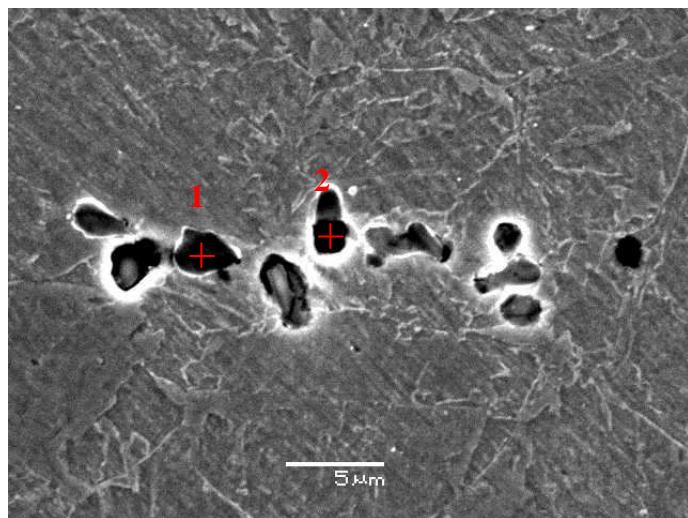
W przypadku wytopów W1÷W3 otrzymanych metodą wytapiania bez osłony próżni dominowały przede wszystkim twarde i kruche tlenki występujące w postaci łańcuszków rys. 38. Na podstawie analizy ich składu chemicznego za pomocą przystawki EDS zidentyfikowano je jako tlenki aluminium  $Al_2O_3$ , rys. 39. Wtrącenia o kształcie włóknistym zidentyfikowano jako siarczki manganu typu MnS, a drobne i sporadycznie występujące wtrącenia o kształcie regularnym jako azotki tytanu TiN, rys. 40. Wytopy próżniowe W4 i W5 charakteryzowały się znacznie lepszą jakością metalurgiczną. Zaobserwowano niewielkie ilości wtrąceń siarczkowych typu MnS, natomiast wtrącenia tlenkowe występowały sporadycznie w postaci pojedynczych cząstek o niewielkich rozmiarach. W badanych wytopach stwierdzono również obecność WN o charakterze złożonym takie jak tlenko-siarczko-azotki, rys. 41÷42.



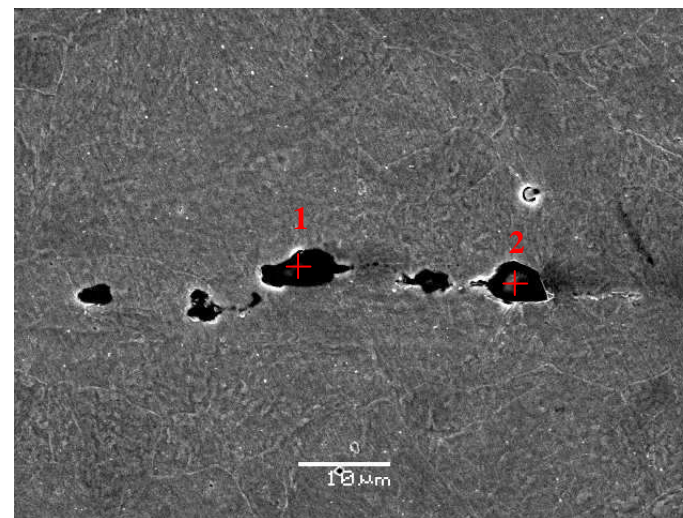
a)



b)

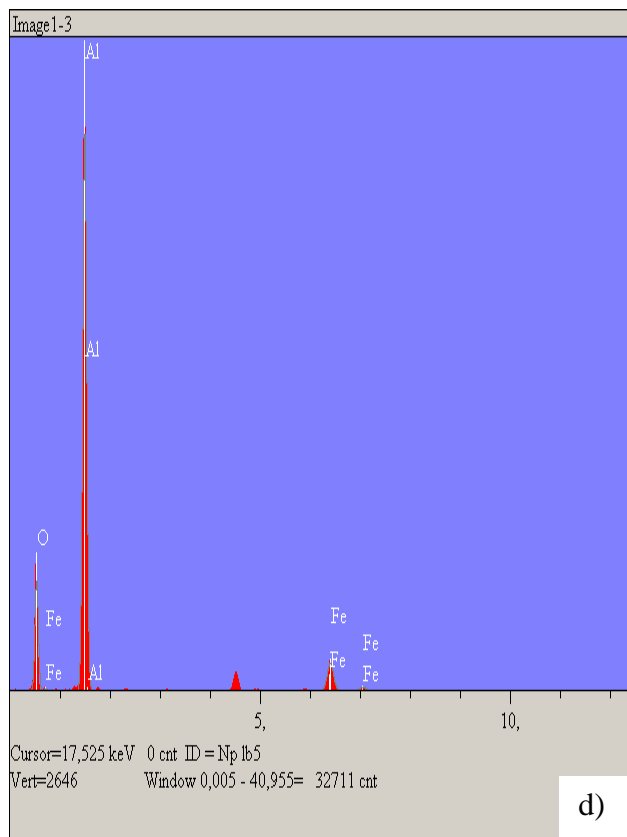
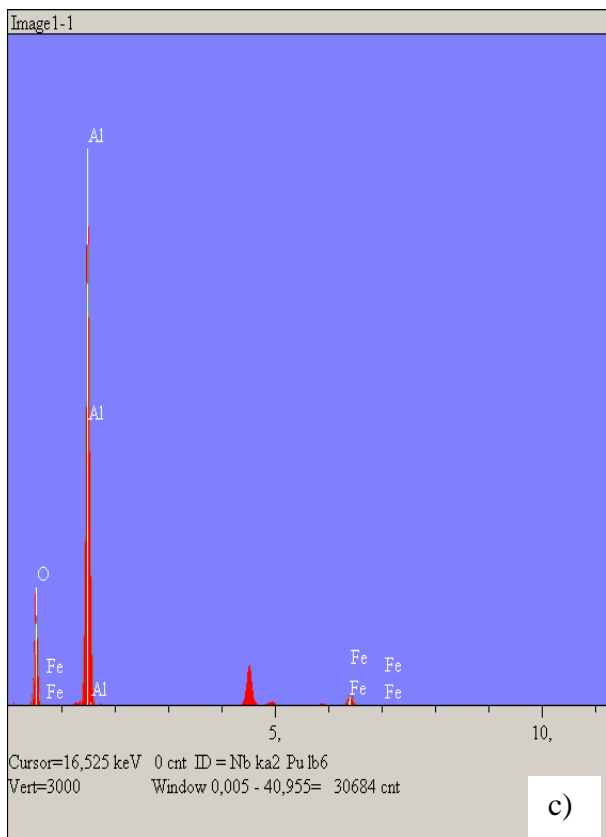
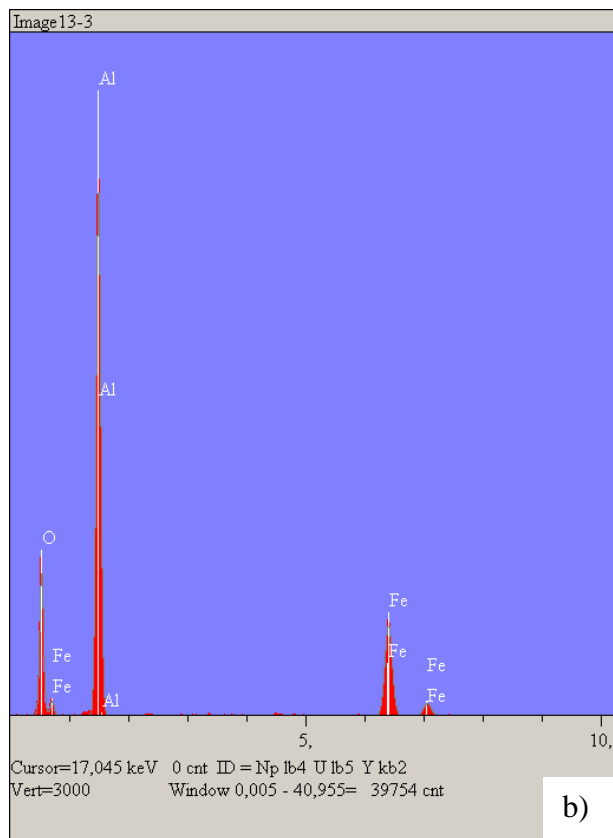
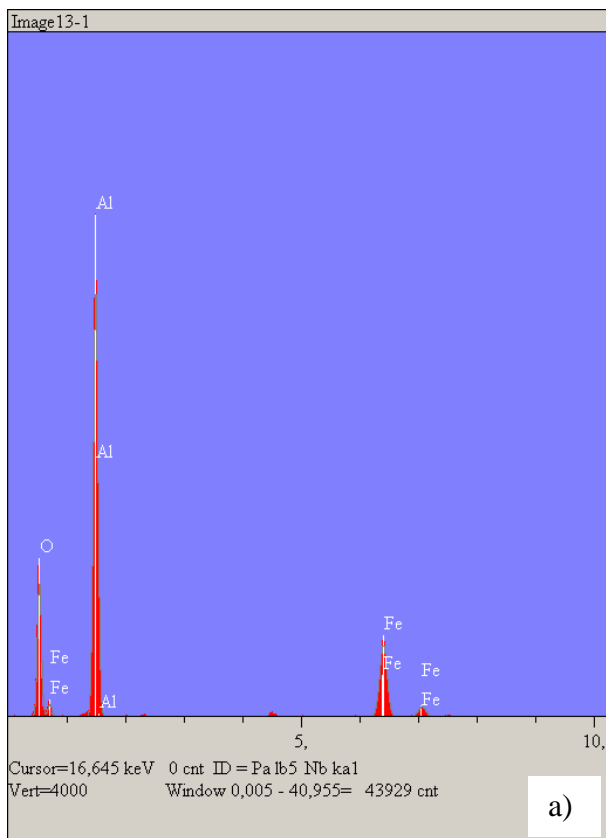


c)



d)

Rys. 38. Typowe wtrącenia tlenkowe a, c) łańcuszek wtrąceń tlenku aluminium w wytopie W1, obraz z mikroskopu metalograficznego oraz SEM, b, d) łańcuszek wtrąceń tlenku aluminium w wytopie W3, obraz z mikroskopu metalograficznego oraz SEM



Rys. 39. Analiza składu chemicznego wtrąceń niemetalicznych: a, b) widmo dla wtrąceń widocznych na rys. 38c wytop W1; c, d) widmo dla wtrąceń widocznych na rys. 38d wytop W3

Tabela 4a. Skład chemiczny wtrącenia z rys. 38a

Pierwiastek	Linia	Intensywność (c/s)	Błąd 2-sig	Koncentracja	Jednostka
O	K $\alpha$	133,29	3,265	48,323	wt. %
Al		492,45	6,276	36,047	
Fe		130,68	3,233	15,630	
				100,000	wt. %

Tabela 4b. Skład chemiczny wtrącenia z rys. 38b

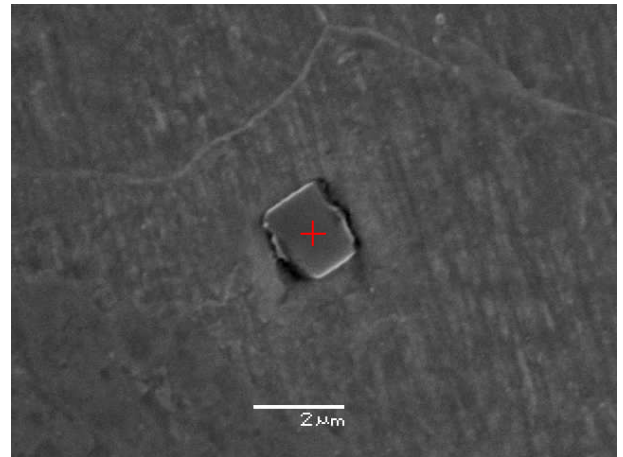
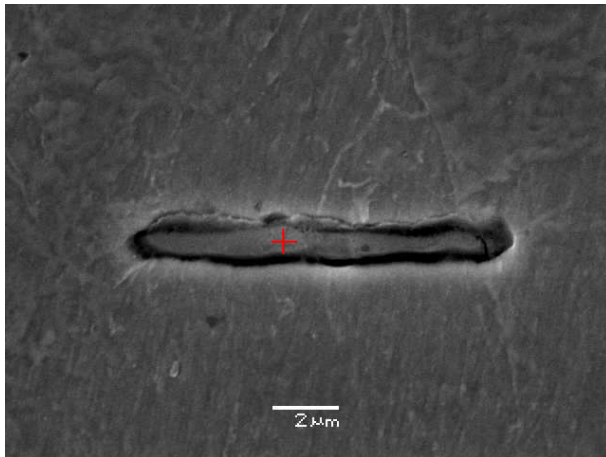
Pierwiastek	Linia	Intensywność (c/s)	Błąd 2-sig	Koncentracja	Jednostka
O	K $\alpha$	107,42	2,931	45,415	wt. %
Al		457,55	6,050	37,840	
Fe		123,62	3,145	16,745	
				100,000	wt. %

Tabela 4c. Skład chemiczny wtrącenia z rys. 38c

Pierwiastek	Linia	Intensywność (c/s)	Błąd 2-sig	Koncentracja	Jednostka
O	K $\alpha$	68,93	2,348	50,022	wt. %
Al		410,71	5,732	47,145	
Fe		12,85	1,014	2,833	
				100,000	wt. %

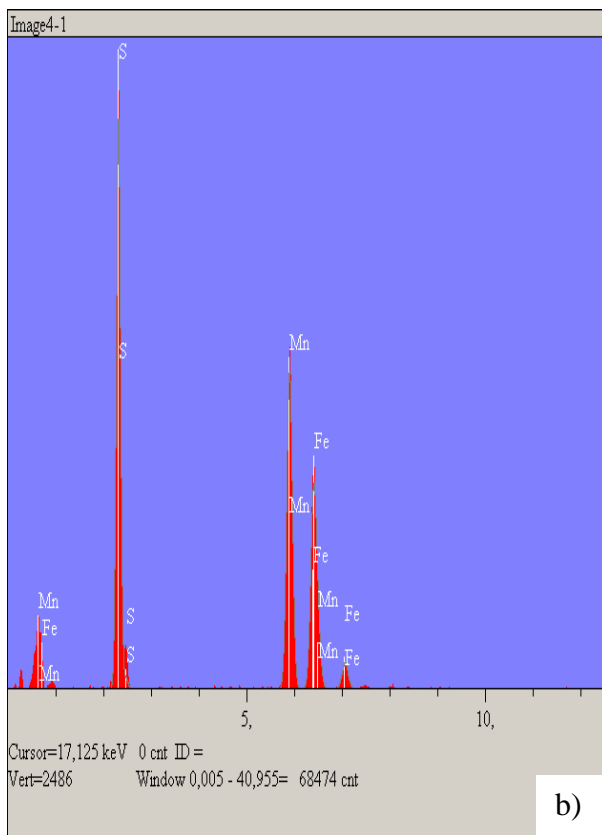
Tabela 4d. Skład chemiczny wtrącenia z rys. 38d

Pierwiastek	Linia	Intensywność (c/s)	Błąd 2-sig	Koncentracja	Jednostka
O	K $\alpha$	76,53	2,474	47,475	wt. %
Al		449,56	5,997	45,826	
Fe		35,56	1,687	6,698	
				100,000	wt. %

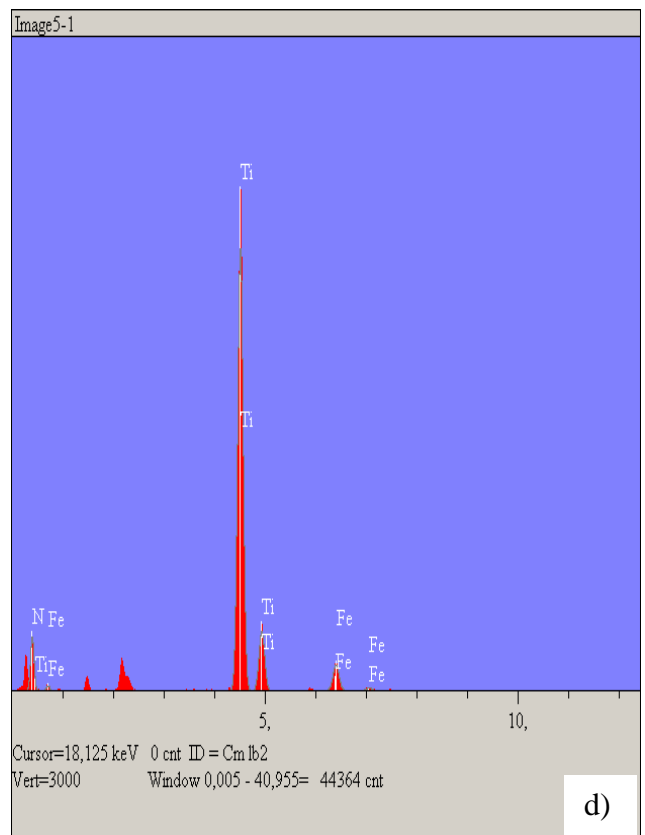


a)

c)



b)

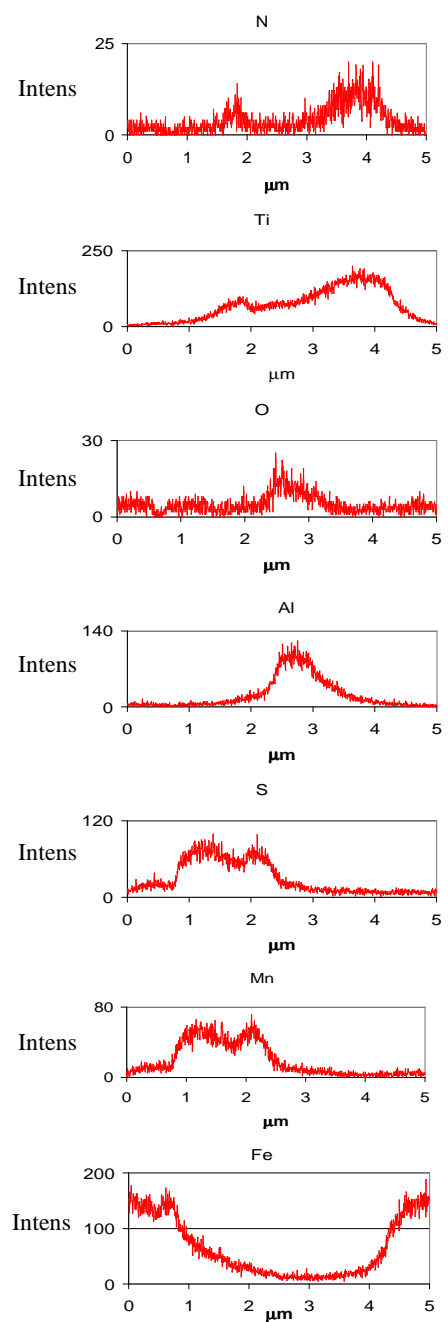
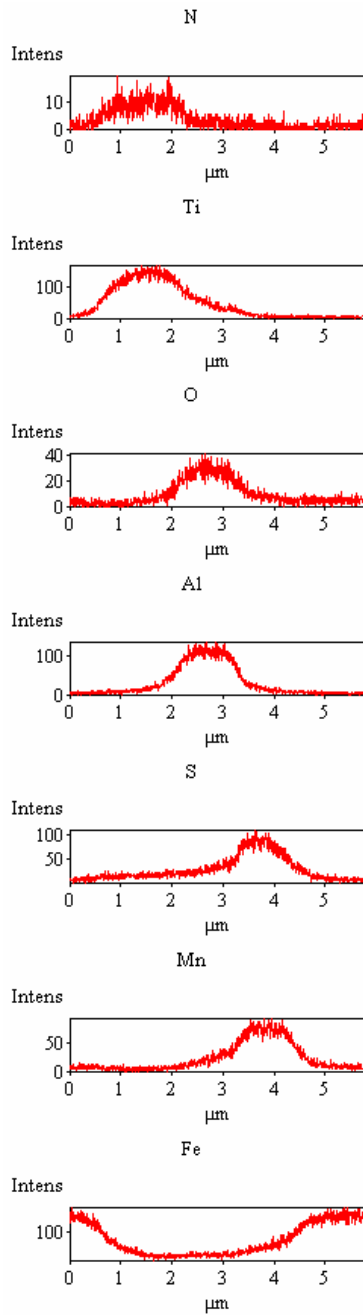
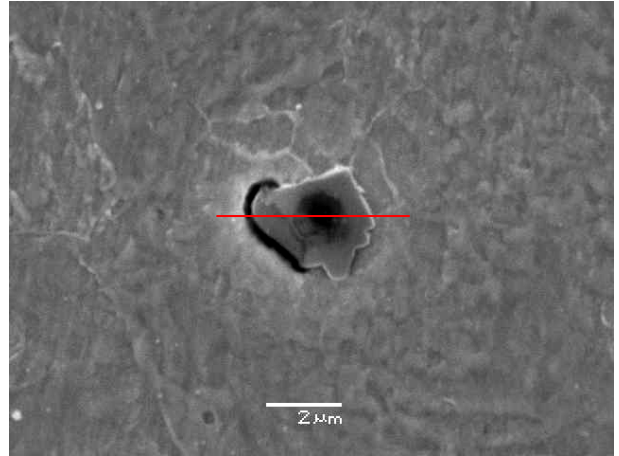
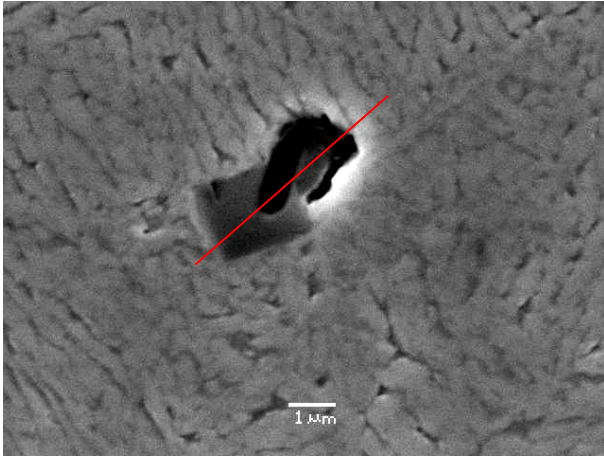


d)

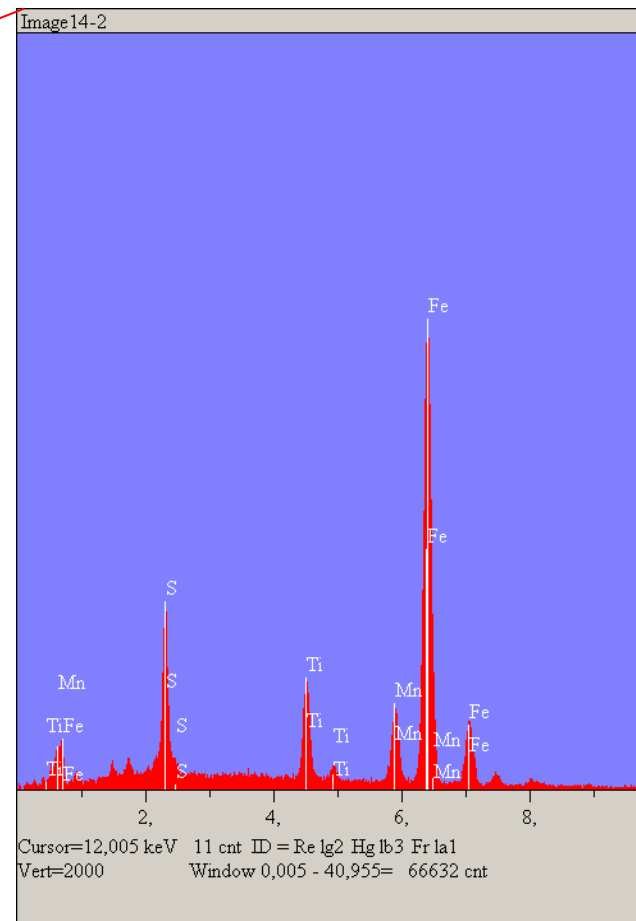
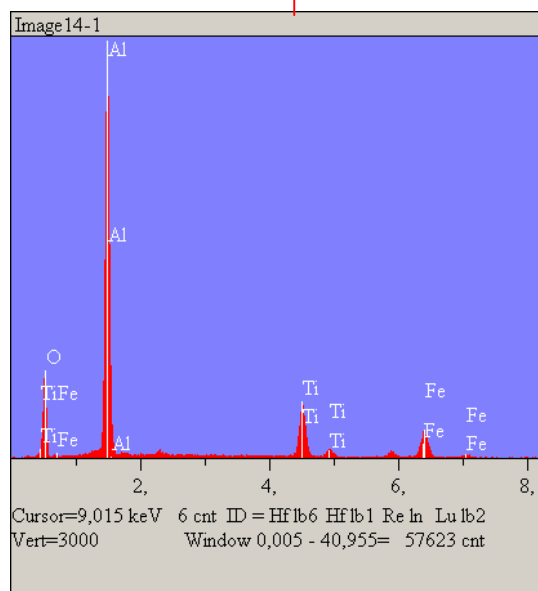
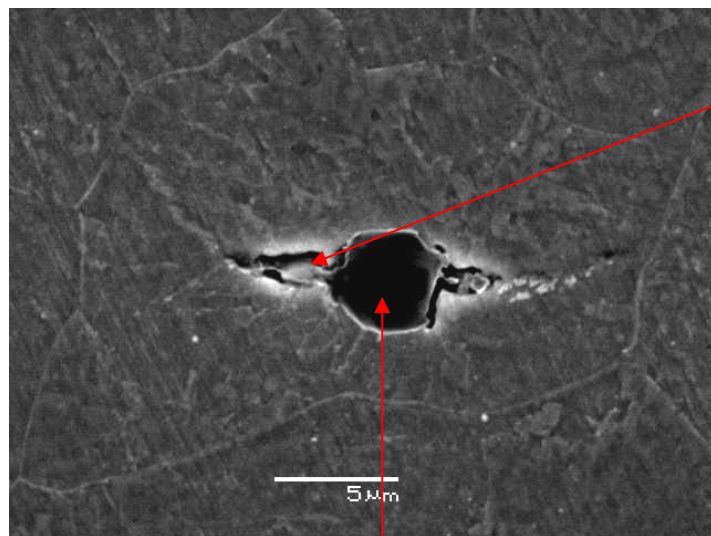
Pier.	Linia	Intens. (c/s)	Błąd 2-sig	Konc.	Jedn.
S	Kα	312,12	4,021	33,27	wt. %
Mn		237,17	3,505	38,76	
Fe		146,35	2,753	27,95	
				100,0	wt. %

Pier.	Linia	Intens. (c/s)	Błąd 2-sig	Konc.	Jedn.
N	Kα	37,91	1,639	39,76	wt. %
Ti		492,72	5,908	54,06	
Fe		33,28	1,536	6,16	
				100,0	wt. %

Rys. 40. Wtrącenia niemetaliczne występujące w wytopach W1 ÷ W3: a) wtrącenie typu MnS wytop W1, b) analiza składu chemicznego wtrącenia MnS oraz udział procentowy pierwiastków, c) wtrącenie typu TiN wytop W3, d) analiza składu chemicznego wtrącenia TiN oraz udział procentowy pierwiastków



Rys. 41. Liniowy rozkład zawartości pierwiastków w złożonych wtrąceniach



Rys 42. Złożone wtrącenie niemetaliczne z analizą składu chemicznego zaznaczonych strzałkami obszarów



#### 7.4.2. Analiza ilościowa wtrąceń niemetalicznych

W celu uzyskania zgładów metalograficznych o wysokiej jakości próbki przeznaczone do analizy stereologicznej WN nawęglano przez 8 godzin w temperaturze 950 °C i hartowano w wodzie. Próbki polerowano na pastach diamentowych o gradacji 6  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  i  $\frac{1}{4}$   $\mu\text{m}$ . Zdjęcia wykonano za pomocą mikroskopu metalograficznego *Nikon Eclipse ME 600* sprzężonego z kamerą cyfrową o rozdzielczości 768x576 pixeli. Na podstawie wstępnej oceny wielkości WN ustalono następujące warunki:

- powiększenie obiektywu: **x50**
- liczba analizowanych pól: **100**
- powierzchnia jednego analizowanego pola: **0,059 mm<sup>2</sup>**
- całkowite pole powierzchni pomiarowej, na zglądzie wzdłużnym: **5,9 mm<sup>2</sup>**
- minimalna powierzchnia analizowanych wtrąceń: **0,25  $\mu\text{m}^2$** , co odpowiada powierzchni **2 pix**

Pomiary prowadzono wzdłuż pięciu równoległych torów wykonując w każdym przejściu 20 zdjęć. Na otrzymanych obrazach przeprowadzono pomiary stereologiczne WN przy użyciu oprogramowania do analizy obrazu *Aphelion*, uzyskując wartości następujących parametrów lokalnych:

$A_i$  – powierzchnia przekroju wtrącenia,  $\mu\text{m}$

$a_i$  – wysokość przekroju wtrącenia,  $\mu\text{m}$

$b_i$  – długość przekroju wtrącenia,  $\mu\text{m}$

Na ich podstawie obliczono parametry:

$d_i$  – umowna średnica przekroju wtrącenia  $\mu\text{m}$

$\lambda_i$  – współczynnik kształtu przekroju wtrącenia określany jako iloraz  $a_i/b_i$

Dodatkowo wyznaczono wartości parametrów globalnych charakteryzujących zbiory WN:

$N_A$  – średnia liczba wtrąceń na jednostkę powierzchni zglądu,  $\text{mm}^{-2}$

$\Sigma b$  – średnia sumaryczna długość wtrąceń na jednostkę powierzchni zglądów,  $\mu\text{m}/\text{mm}^2$

$V_V$  – średni ułamek objętości wtrąceń w jednostkowej powierzchni zglądu, %



Wartości średnie parametrów lokalnych i globalnych z błędami granicznymi średniej arytmetycznej przy poziomie istotności  $\alpha=0,05$  zestawiono w tabeli 5.

Tabela 5. Wartości średnie parametrów stereologicznych wtrąceń niemetalicznych

Parametry $x \pm \Delta x$	Wytop				
	W1	W2	W3	W4	W5
$V_V$ [%]	0,061±0,006	0,067±0,007	0,061±0,006	0,027±0,004	0,018±0,003
$N_A$ [mm <sup>-2</sup> ]	210 ± 14	275 ± 30	211 ± 18	111 ± 11	93 ± 10
$\Sigma b$ [μm/mm <sup>2</sup> ]	430 ± 32	534 ± 96	420 ± 38	215 ± 24	186 ± 25
$A \pm \Delta A$ [μm <sup>2</sup> ]	2,93 ± 0,06	2,36 ± 0,26	3,08 ± 0,31	2,39 ± 0,3	1,91 ± 0,23
$a \pm \Delta a$ [μm]	1,53 ± 0,11	1,43 ± 0,06	1,61 ± 0,07	1,38 ± 0,07	1,26 ± 0,07
$b \pm \Delta b$ [μm]	2,03 ± 0,07	1,93 ± 0,11	2,06 ± 0,11	1,94 ± 0,12	1,99 ± 0,17
$d \pm \Delta d$ [μm]	1,63 ± 0,01	1,53 ± 0,06	1,70 ± 0,07	1,54 ± 0,08	1,41 ± 0,07
$\lambda \pm \Delta \lambda$	0,81 ± 0,01	0,80 ± 0,01	0,82 ± 0,01	0,78 ± 0,02	0,75 ± 0,03

#### 7.4.3. Jakościowa ocena mikrostruktury stali

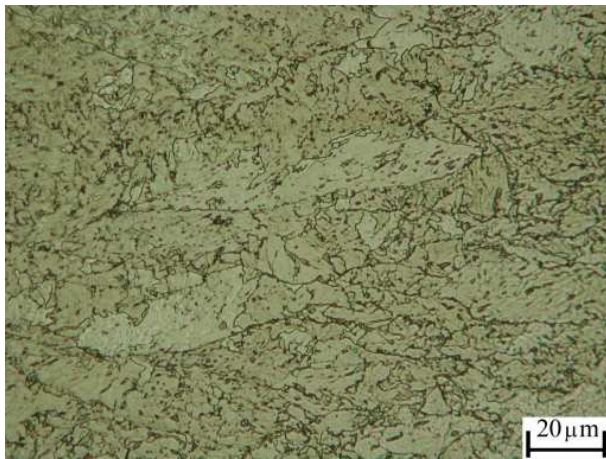
Badania mikrostruktury stali przeprowadzono w stanie dostawy oraz po obróbce cieplnej, tj. po hartowaniu i odpuszczaniu w zakresie temperatur 450÷800°C. Analizę przeprowadzono na wzdłużnych zglądach metalograficznych trawionych 4% roztworem kwasu azotowego w alkoholu etylenowym. Obserwację prowadzono za pomocą mikroskopu metalograficznego *Nikon Eclipse ME 600* oraz przy wykorzystaniu mikroskopu skaningowego *JOEL JSM5510LV*. W celu uzyskania dużego kontrastu podczas obserwacji za pomocą mikroskopu skaningowego próbki poddano *głębokiemu trawieniu*.

W stanie dostawy, tj. po obróbce cieplno-plastycznej wszystkie wytopy posiadały silnie odkształconą w kierunku walcowania strukturę martenzytyczną-bainityczną, rys. 43, przy czym w wytopach W1÷W3 przeważała struktura bainityczna. W celu ujawnienia granic byłego ziarna austenitu próbki trawiono przesyconym wodnym roztworem kwasu pikrynowego z dodatkiem alkilosulfonianu sodowego w temperaturze 90 °C, rys 44.

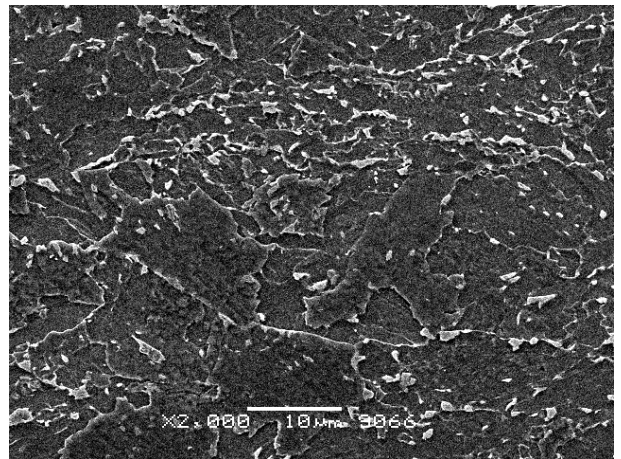
Mikrostruktura próbek po hartowaniu wykazuje odmienne cechy morfologiczne w porównaniu z mikrostrukturą zaobserwowaną na próbkach dylatometrycznych, w przypadku, których dominującą strukturą był bainit, rys. 32-36. Natomiast w próbkach po hartowaniu w wodzie przeważała struktura iglasta, którą zidentyfikowano jako martenzyt z niewielką ilością bainitu w kształcie regularnych obszarów wewnątrz ziaren byłego austenitu, rys. 45.

Badania metalograficzne próbek po odpuszczaniu ujawniły nieznaczne różnice w mikrostrukturze badanych wytopów w początkowym etapie odpuszczania rys. 46-47. Do temperatury 650 °C w przypadku wytopów W1÷W3 i 550 °C dla wytopów W4 i W5 próbki wykazują zbliżone cechy morfologiczne, w których można wyróżnić obszary martenzytu odpuszczonego i bainitu. Istotne zmiany w strukturze zaobserwowano dopiero w chwili pojawienia się przemiany  $\alpha \rightarrow \gamma$ , dla wytopów W1÷W3 w temperaturze 675 °C, a dla W4 i W5 w temperaturze 600 °C, rys. 48. Wygrzewanie stali w zakresie międzykrytycznym  $\alpha + \gamma$  z następnym chłodzeniem w wodzie powodowało tworzenie się struktury dwufazowej (feryt + martenzyt) z rosnącym udziałem objętościowym nowo utworzonej fazy. Do temperatury 750 °C nowo powstałą fazą był martenzyt, rys. 49c, natomiast w temperaturze 800 °C zaobserwowano dodatkowo obszary bainitu, rys. 49d.

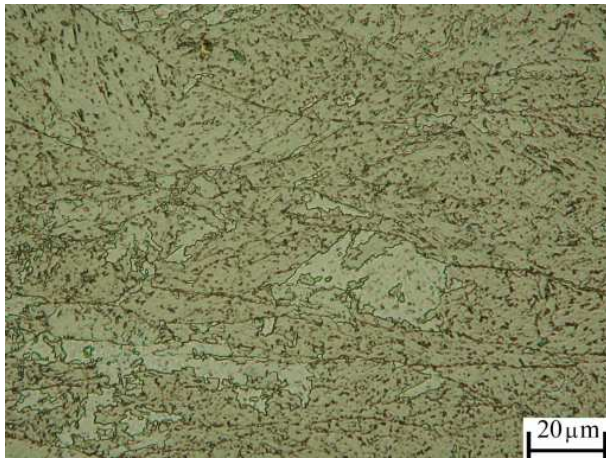




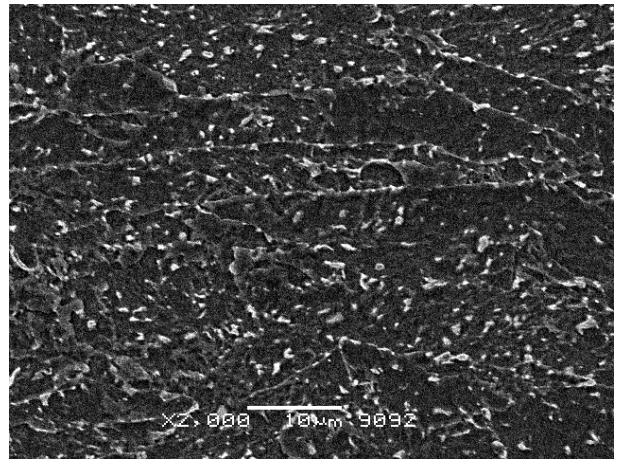
a)



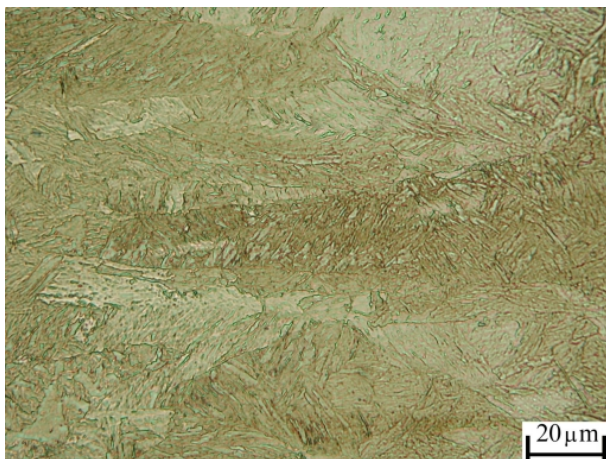
b)



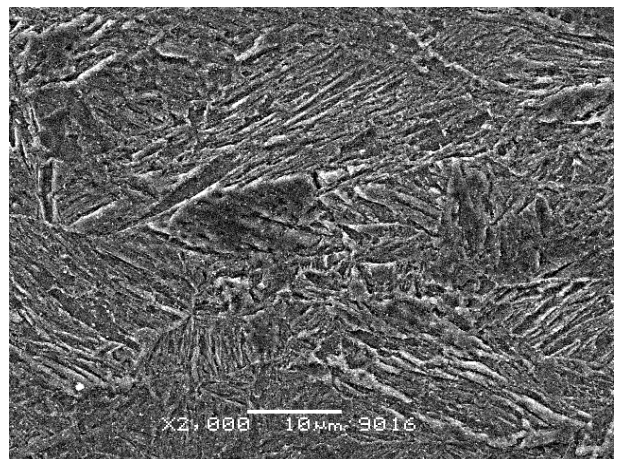
c)



d)



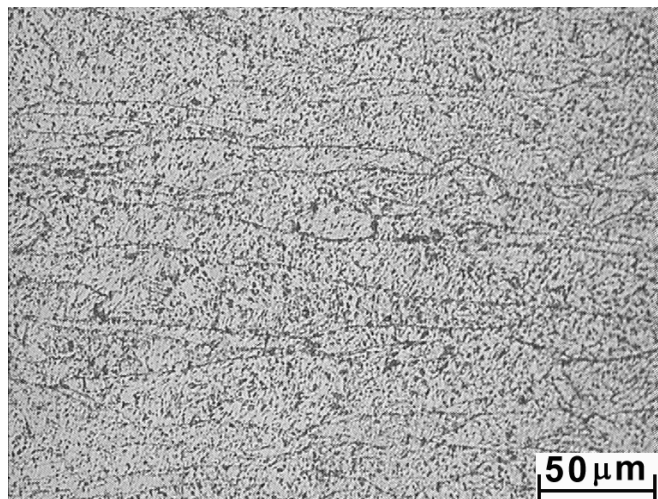
e)



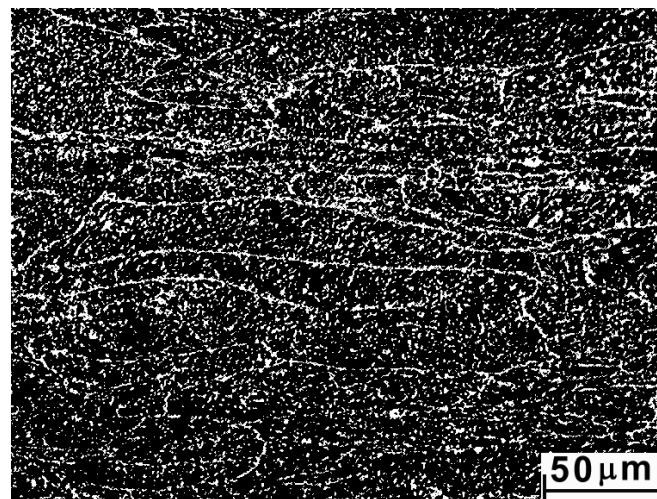
f)

Rys. 43. Mikrostruktura stali w stanie dostawy po trawieniu 4% azotalem. Obraz z mikroskopu metalograficznego oraz SEM: a,b) wytop W1, c, d) wytop W2, e, f) wytop W5

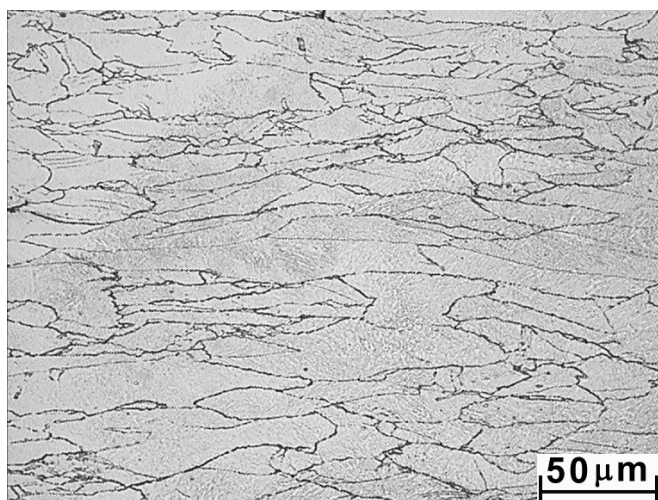




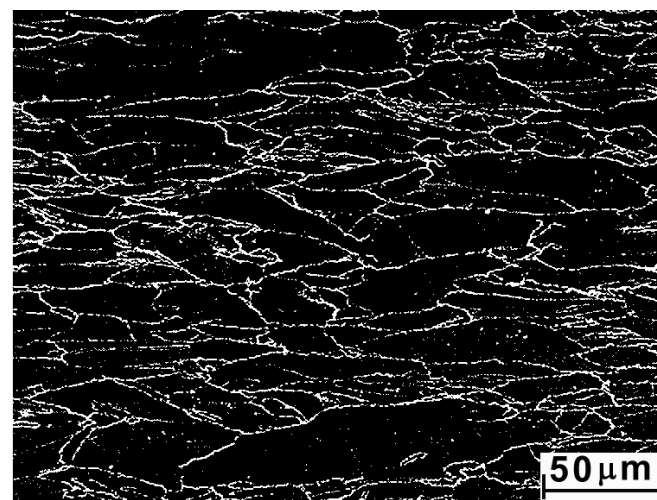
a)



b)



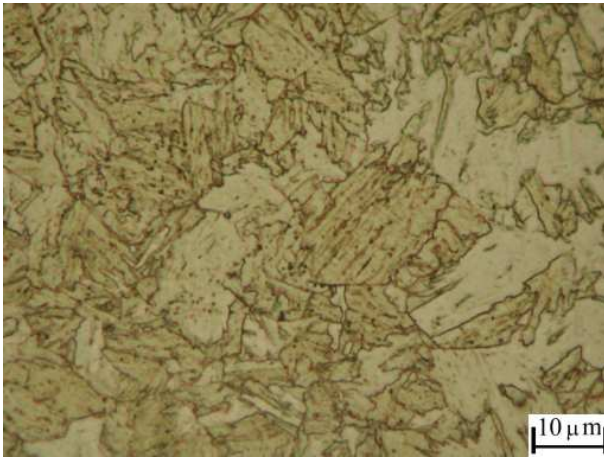
c)



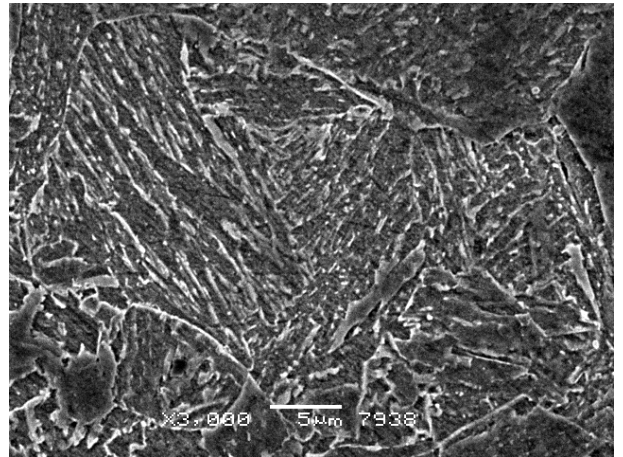
d)

Rys. 44. Mikrostruktura próbek trawionych pikralem z dodatkiem alkilosulfonianu sodowego:  
a, b) jasne i ciemne pole widzenia dla wytopu W1, c, d) jasne i ciemne pole widzenia dla wytopu W5

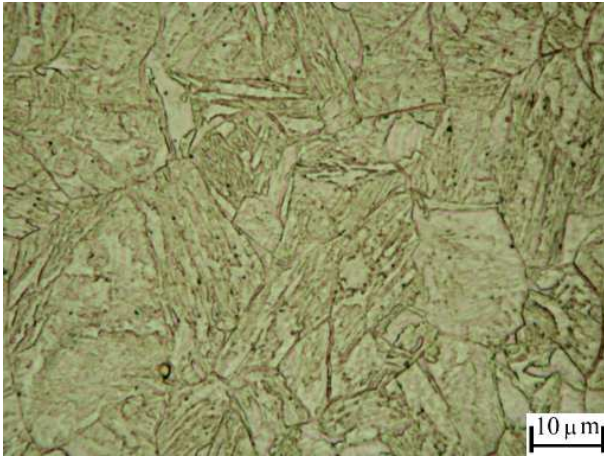




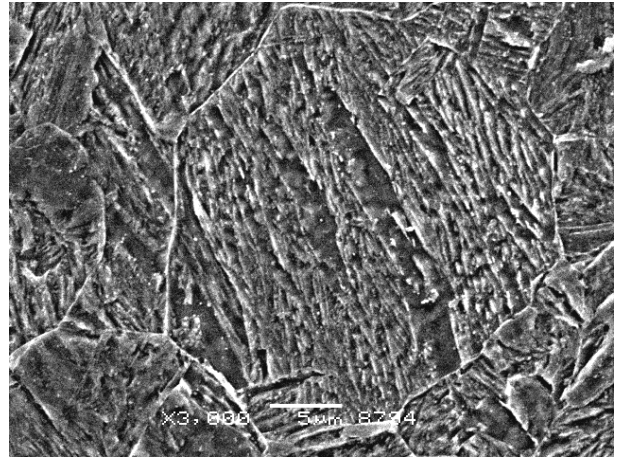
a)



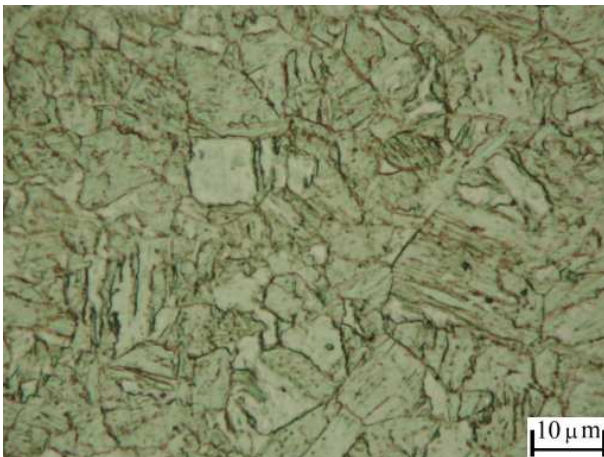
b)



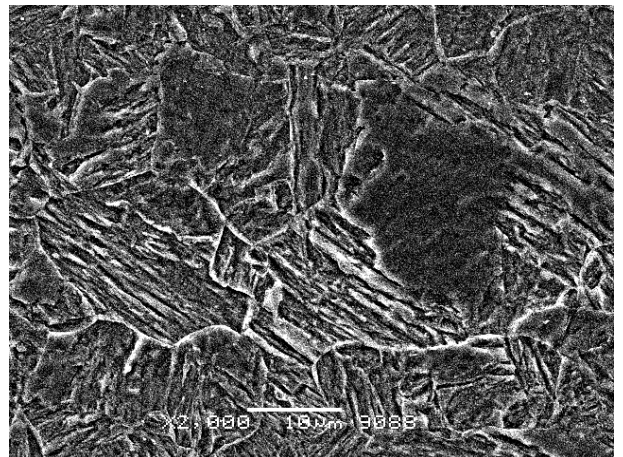
c)



d)



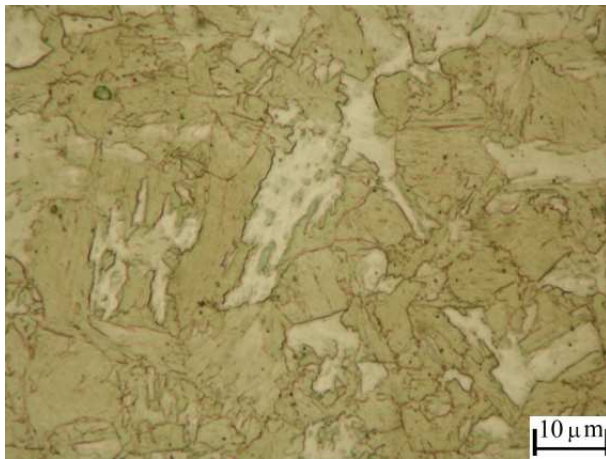
e)



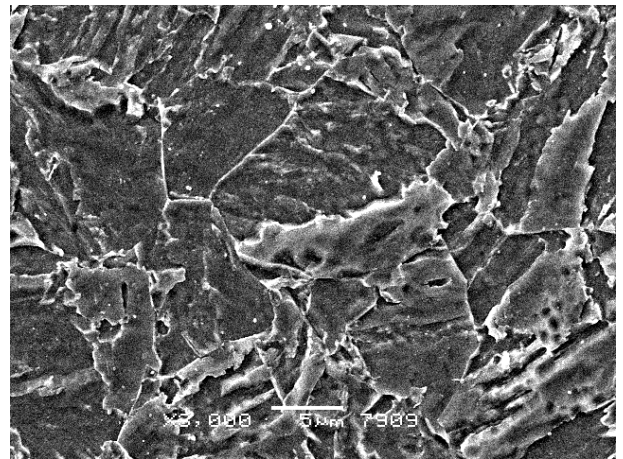
f)

Rys. 45. Mikrostruktura po hartowaniu w wodzie obraz z mikroskopu metalograficznego i SEM:  
a, b) wytop W1, c, d) wytop W3, e, f) wytop W5

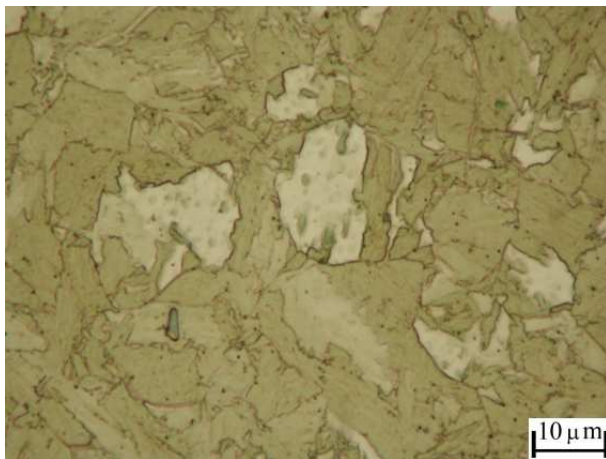




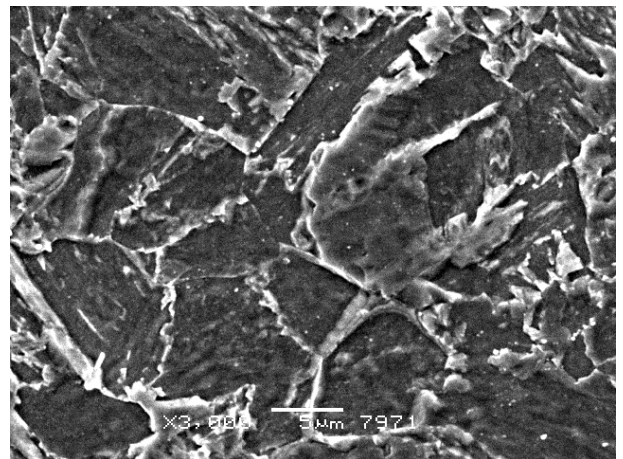
a)



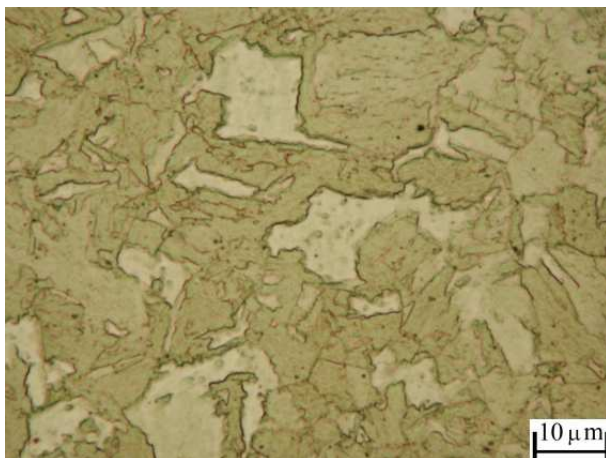
b)



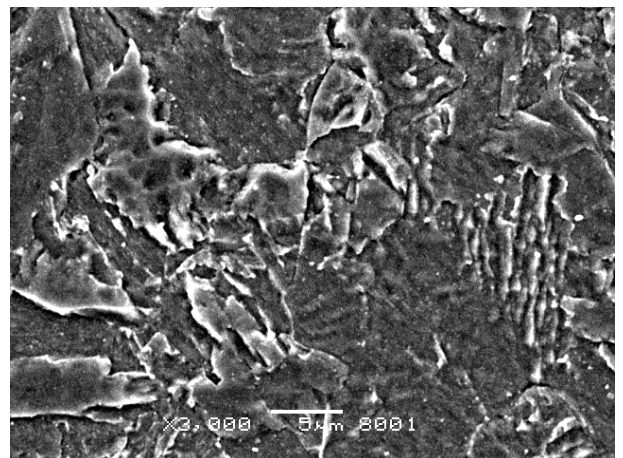
c)



d)



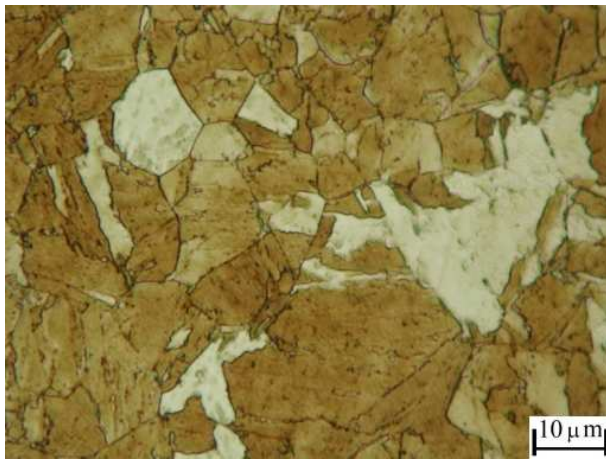
e)



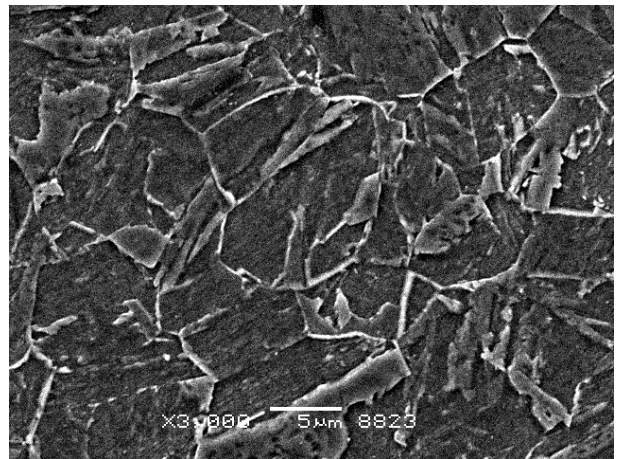
f)

*Rys. 46. Mikrostruktura próbek ze stali W1 po odpuszczaniu: a, b) 500 °C, c, d) 550 °C, e, f) 600 °C – trawienie 4% azotalem obraz z mikroskopu metalograficznego oraz SEM*

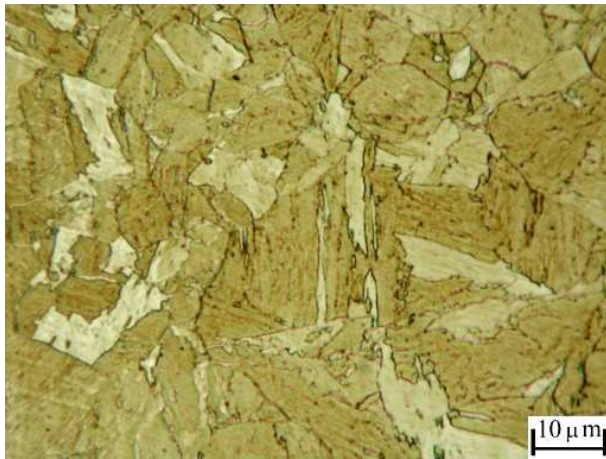




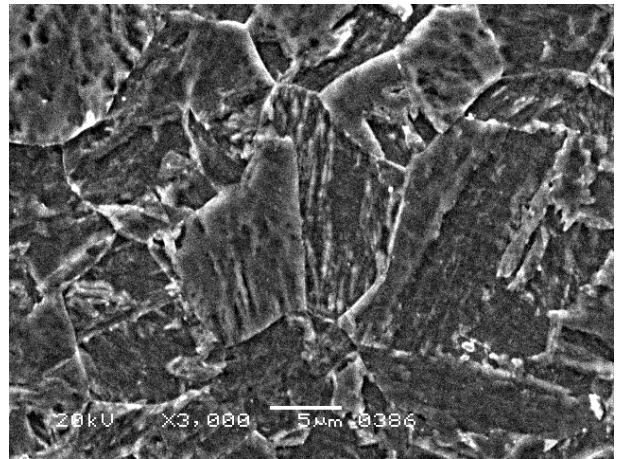
a)



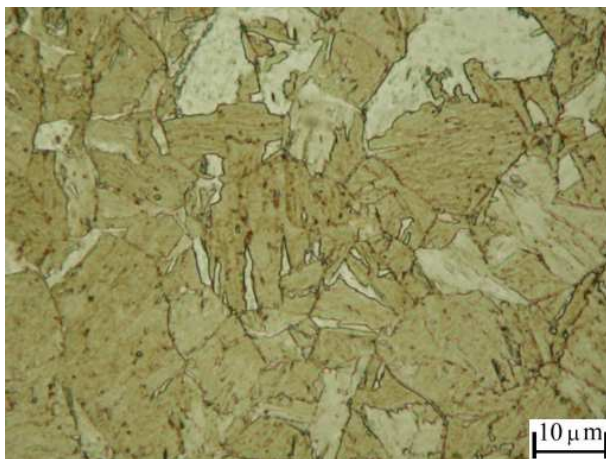
b)



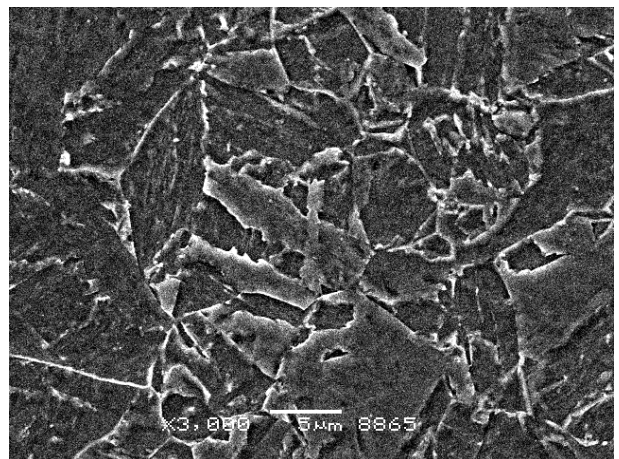
c)



d)



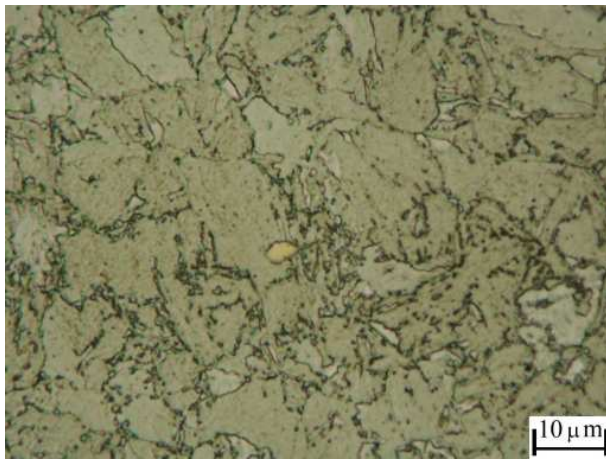
e)



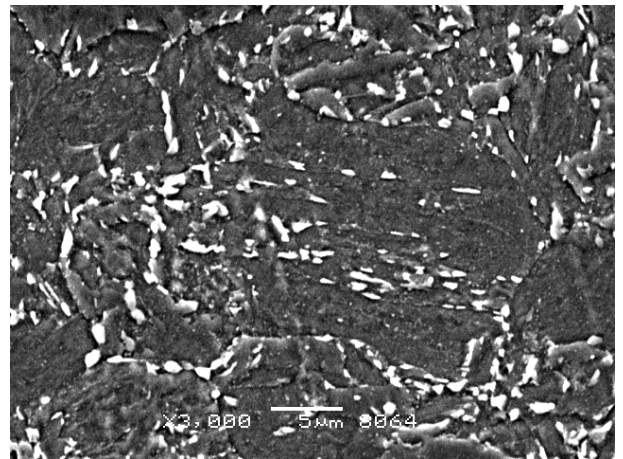
f)

Rys. 47. Mikrostruktura próbek ze stali W5 po odpuszczaniu: a, b) 500 °C, c, d) 550 °C, e, f) 600 °C – trawienie 4% azotalem obraz z mikroskopu metalograficznego oraz SEM

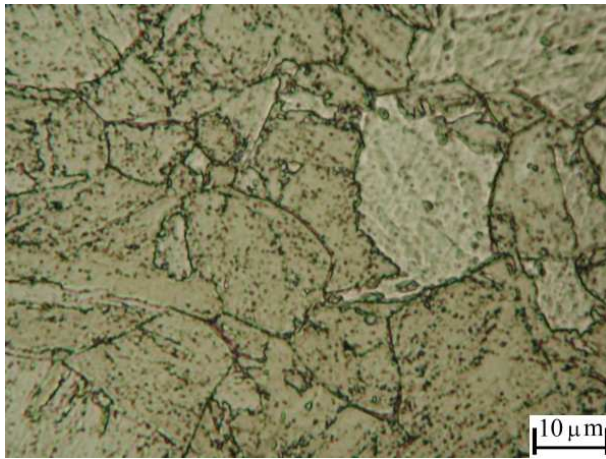




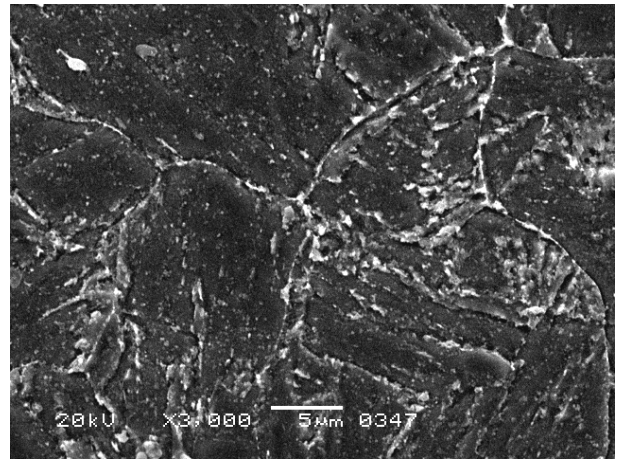
a)



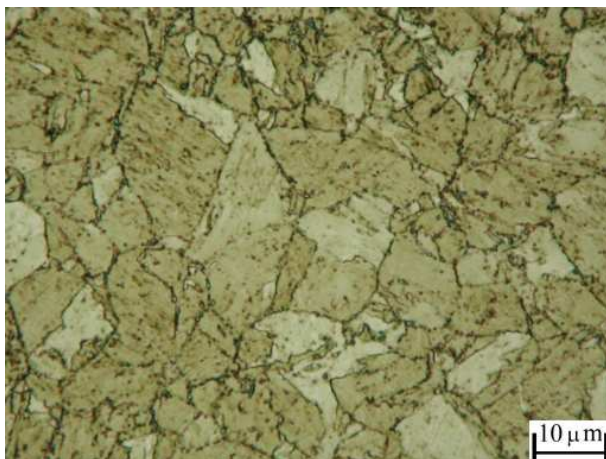
b)



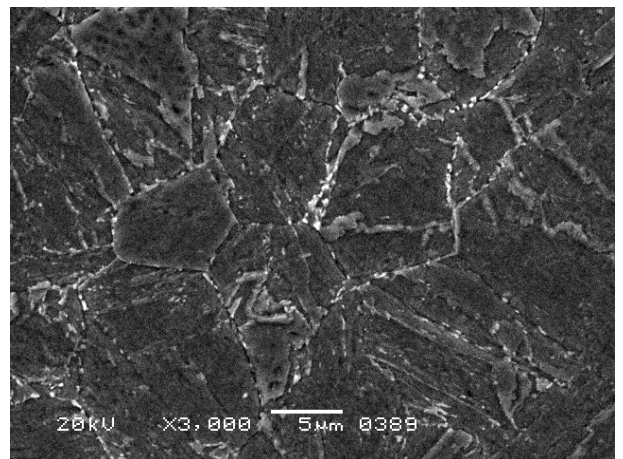
c)



d)



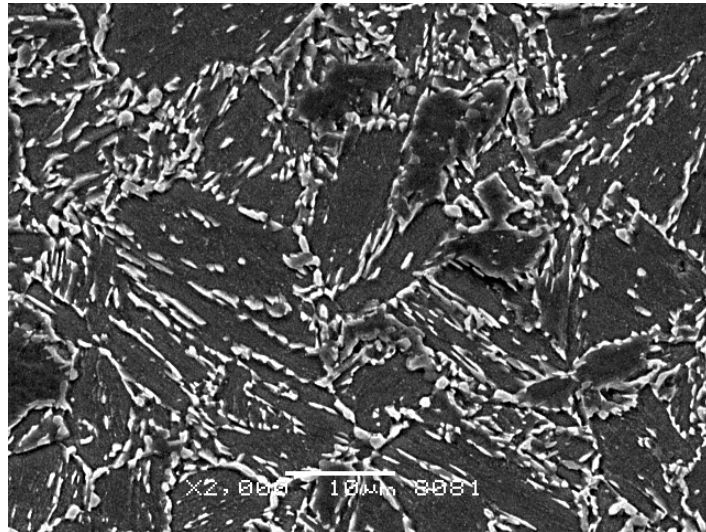
e)



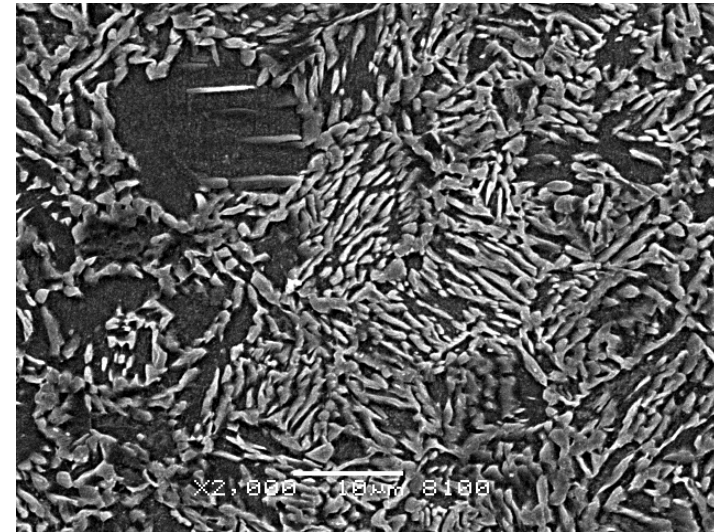
f)

Rys. 48. Mikrostruktura stali po trawieniu 4% azotalem w początkowym etapie pojawienia się przemiany  $\alpha \rightarrow \gamma$  podczas odpuszczania. Obraz z mikroskopu metalograficznego oraz SEM: a, b) wytop W1 po odpuszczaniu w temperaturze 675 °C, c, d) wytop W3 po odpuszczaniu w temperaturze 675 °C, e, f) wytop W5 po odpuszczaniu w temperaturze 600 °C

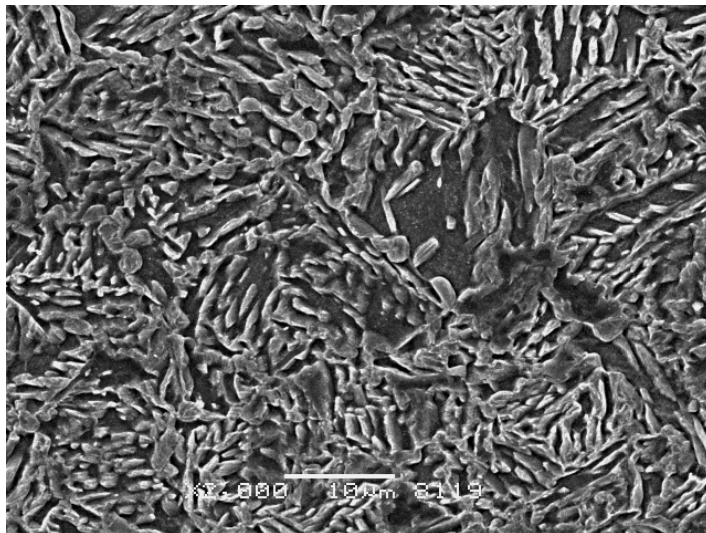




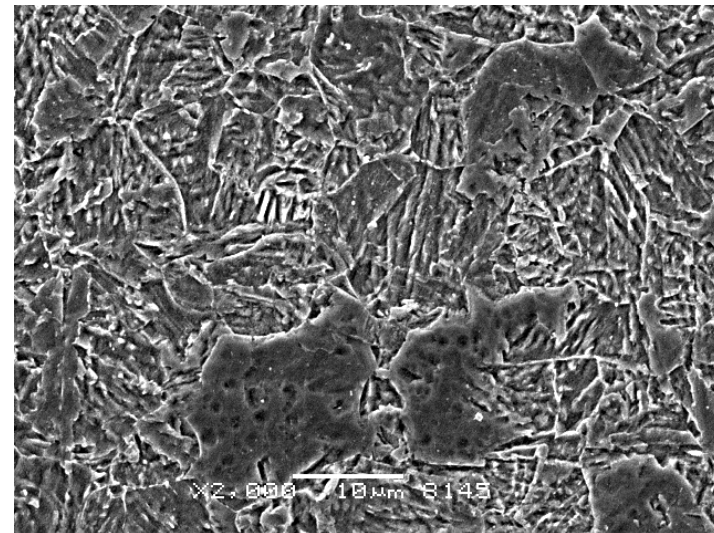
a)



b)



c)



d)

Rys. 49. Mikrostruktura stali po trawieniu 4% azotalem próbek odpuszczanych w różnych temperaturach z zakresu dwufazowego  $\alpha+\gamma$  dla wytopy W1, obraz SEM: a) po odpuszczaniu w 700 °C, b) po odpuszczaniu w 725 °C, c) po odpuszczaniu w 750 °C, d) po odpuszczaniu w 800 °C

#### 7.4.4. Analiza mikrostruktury za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej

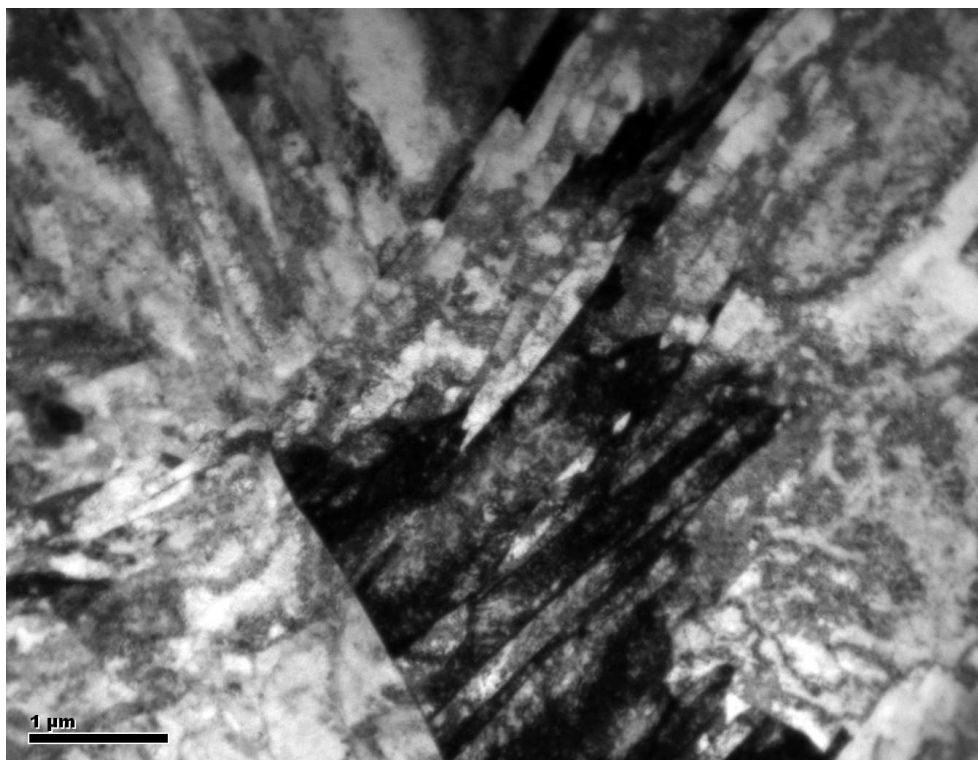
Ocenę mikrostruktury przeprowadzono również na transmisyjnym mikroskopie elektronowym Philips CM 20 z przystawką EDAX. Badania wykonano na cienkich foliach pobranych wzdłużnie do kierunku walcowania. Wstępnie przygotowano plasterki materiału o wymiarach 10x10 mm i grubości 0,5 mm, które szlifowano mechanicznie do uzyskania folii o grubości 0,1 mm. Z tak przygotowanych próbek wycięto krążki o średnicy 3 mm, które poddano procesowi trawienia elektrolitycznego na automatycznej elektropolerce Struers TenuPol-5. Jako odczynnika trawiącego użyto 30% roztworu kwasu azotowego w alkoholu metylowym. Do badań wytypowano wytop W5 charakteryzujący się najlepszymi własnościami mechanicznymi oraz wytop W3 w celu określenia przyczyn nagłego spadku uduwności w temperaturze odpuszczania 575 °C. W przypadku wytopu W5 przygotowano próbki dla temperatur odpuszczania 450, 575, 625, 700 i 750 °C oraz po hartowaniu w wodzie. Identyfikację poszczególnych faz przeprowadzono na podstawie dyfraktogramów. Odległości międzypłaszczyznowe wyznaczono przy pomocy programu *ProcessDiffraction* następnie określono typy płaszczyzn, co pozwoliło na identyfikację faz. Analiza mikrostruktury przeprowadzona za pomocą transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM) ujawniła znacznie więcej szczegółów w budowie fazowej analizowanych próbek. Po hartowaniu mikrostruktura składała się z bainitu i martenzytu listwowego z obszarami o dużej gęstości dyslokacji, rys. 50÷53. Analiza dyfrakcyjna wykazała obecności austenitu szczątkowego, rys. 54, którego niewielkie ilości można zaobserwować na granicach listew podczas obserwacji w ciemnym polu widzenia, rys. 53. Próbkę odpuszczaną w temperaturze 450 °C, cechującą się najwyższą wytrzymałością i bardzo niską pracą łamania, nadal posiadała strukturę listwową, lecz o nieznacznie mniejszej gęstości dyslokacji, rys. 55. Po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C struktura w dalszym ciągu składa się z obszarów o budowie listwowej oraz zaobserwowano strukturę spolygonizowanego ferrytu z wydzieleniami, rys.56÷58, które na podstawie dyfrakcji zidentyfikowano jako cząstki  $\epsilon$ -Cu, rys 59. Wielkość obserwowanych cząstek wahała się w granicach 5÷30 nm, przy czym wydzielenia o wielkości do 20 nm miały kształt sferoidalny, a większe kształt eliptyczny. Podobną mikrostrukturę zaobserwowano w wytopie W3 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, rys. 60÷61. Listwowy charakter struktury nadal jest zachowany, a ich szerokość wynosi 200÷500 nm, natomiast wydzielenia fazy  $\epsilon$ -Cu, rys. 61÷62 miały wielkość 5÷15 nm. Dodatkowo zaobserwowano cząstki o większych rozmiarach 35÷60 nm występujące na granicy fazowej, rys. 63÷64.

Analiza składu chemicznego cząstek ujawniła wysoką zawartość żelaza i molibdenu, rys. 65. Przypuszcza się, że obecność tych wydzielen na granicy fazowej jest przyczyną pęknięcia międzykrystalicznego w wytopie W2 oraz W3 i nagłego spadku udarności po odpuszczaniu w 575 °C. Dyfrakcję od zaobserwowanych wydzielen przedstawiono na rys. 66.

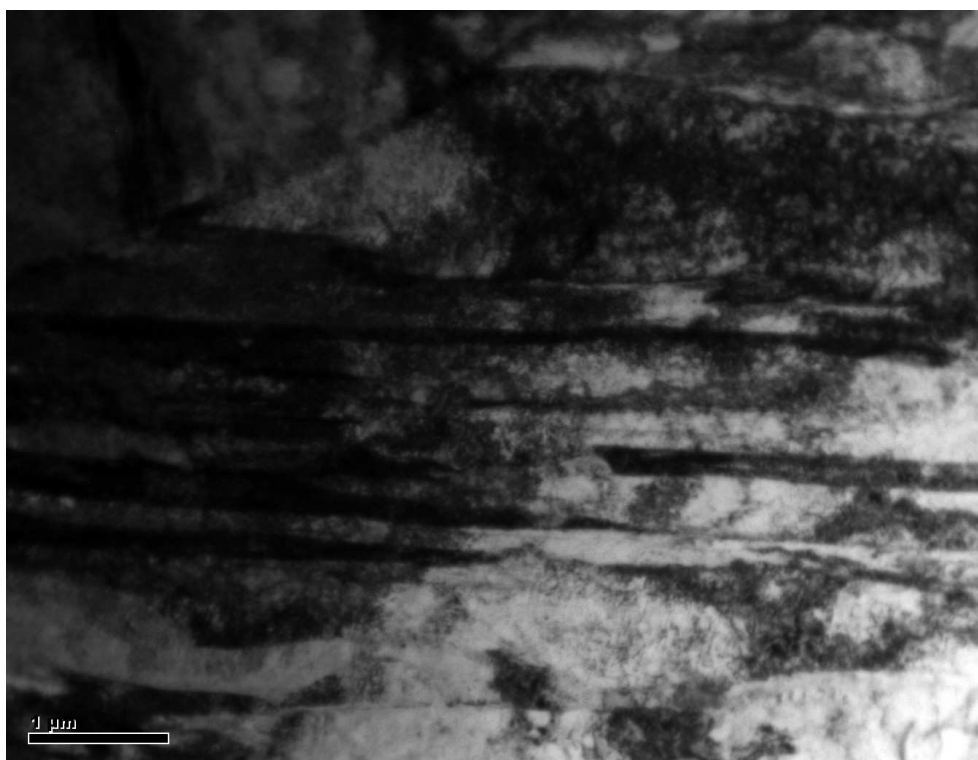
Wzrost temperatury odpuszczania do 625 °C, w której obserwuje się nagły wzrost udarności, powoduje pojawienie się na granicach listew martenzytu, austenitu *nawrotu* bogatego w dodatki stopowe, który nawet po chłodzeniu w wodzie pozostał stabilny, co spowodowane jest wysoką koncentracją pierwiastków stopowych stabilizujących austenit takich jak Ni i Cu, rys 67÷69. Równocześnie obserwuje się wzrost wielkości wydzielen bogatych w miedź, których wielkość mieści się w przedziale 10÷40 nm.

Odpuszczanie w temperaturze 700 °C prowadzi do zubożenia austenitu w pierwiastki stopowe, z którego podczas chłodzenia, tworzą się nowe pakiety martenzytu listwowego o szerokości listew 100÷200 nm, rys. 70÷71. Nadal obserwuje się obszary spolygonizowanego ferrytu z wydzieleniami miedzi, które w dalszym ciągu rosną uzyskując rozmiary 10÷50 nm, rys. 72÷73. W mikrostrukturze po odpuszczaniu w 750 °C zaobserwowano wzrost szerokości listew do 500 nm oraz lokalnie występujące obszary o mniejszej gęstości dyslokacji, rys. 74÷75. Zwiększony udział objętościowy tworzącego się austenitu *nawrotu* powoduje zubożenie go w pierwiastki stopowe przyczyniając się w ten sposób do powstawania po ochłodzeniu mieszaniny listwowego martenzytu i bainitu, rys. 76.

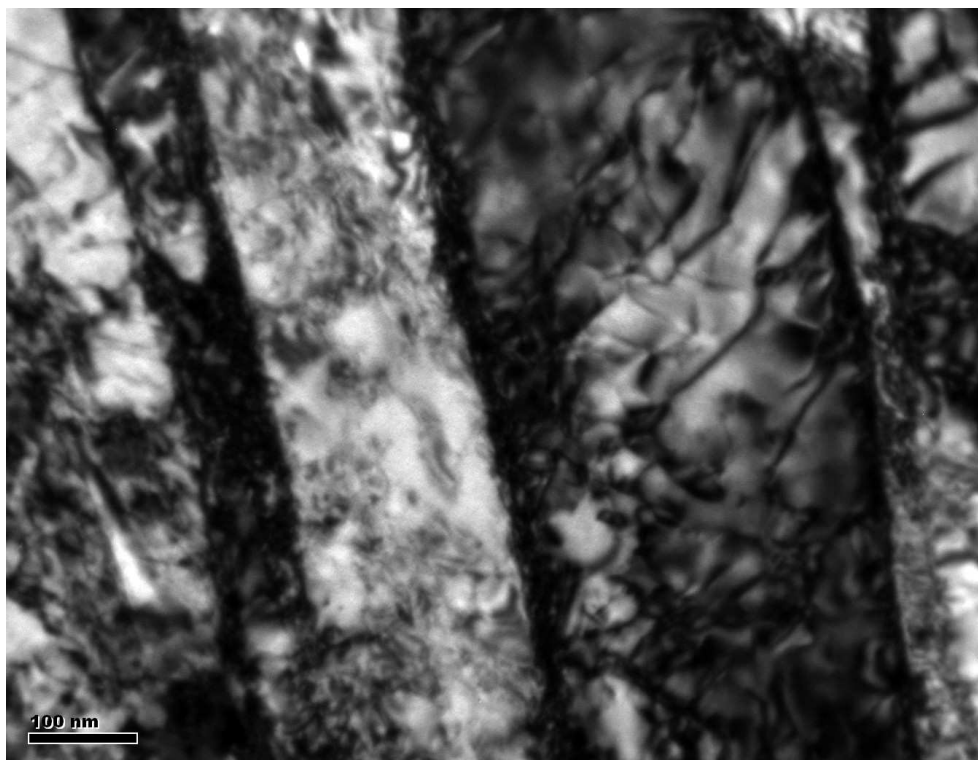




Rys. 50. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po hartowaniu w wodzie, obraz TEM



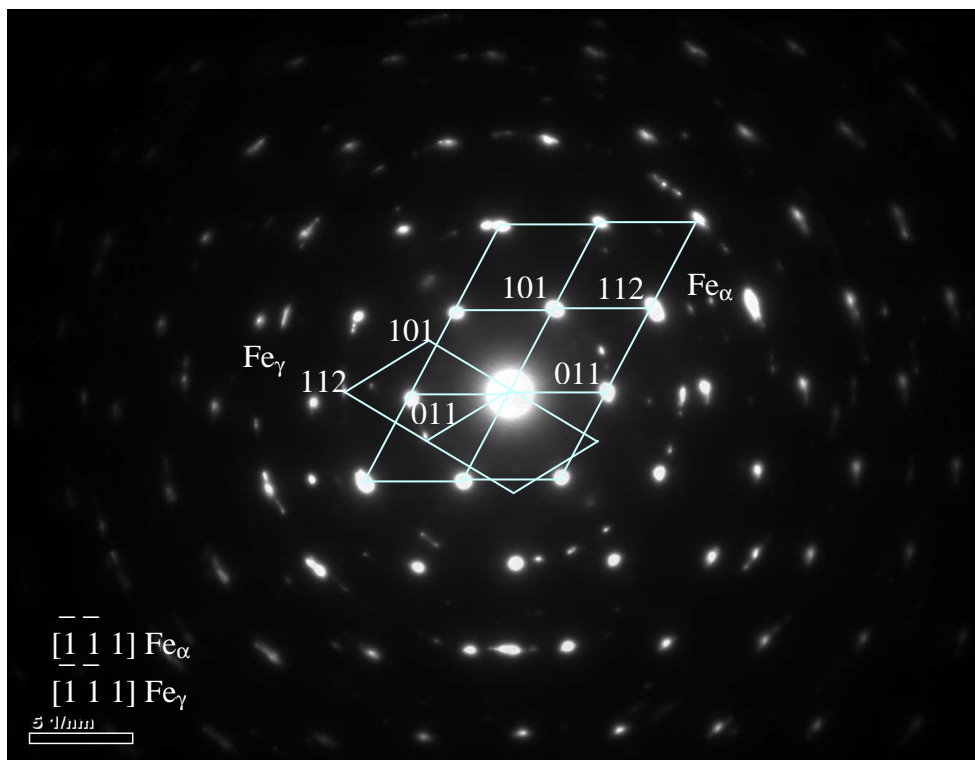
Rys. 51. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po hartowaniu w wodzie, obraz TEM



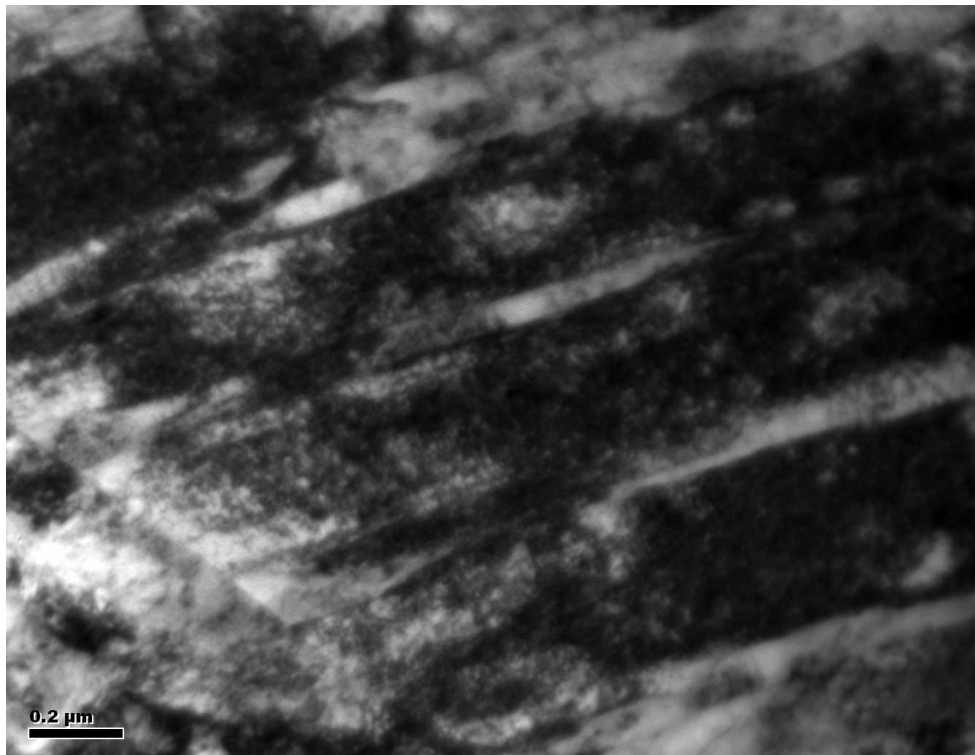
Rys. 52. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po hartowaniu w wodzie, obraz TEM jasne pole widzenia



Rys. 53. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po hartowaniu w wodzie, obraz TEM ciemne pole widzenia

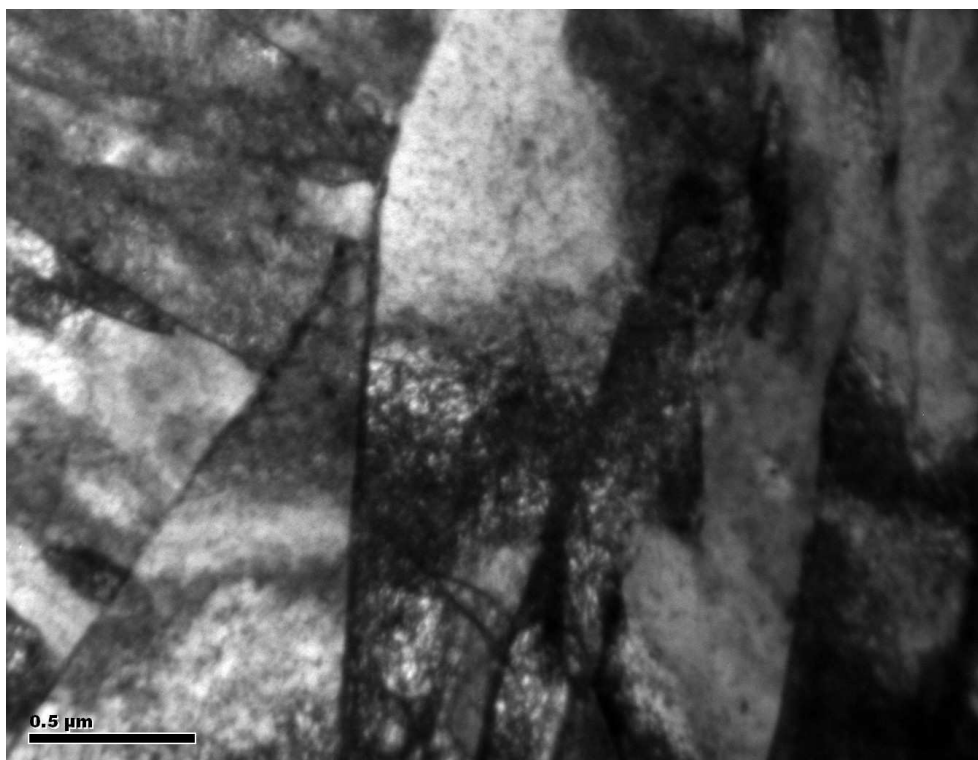


Rys. 54. Dyfrakcja stali z wytopu W5 po hartowaniu w wodzie

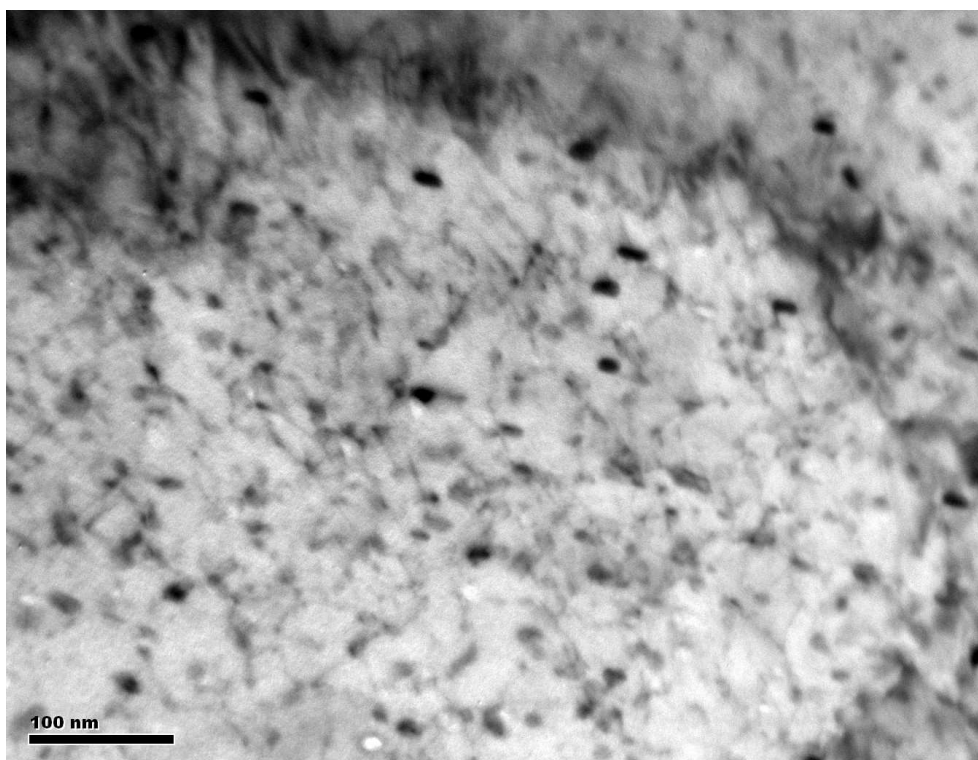


Rys. 55. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 450 °C, obraz TEM

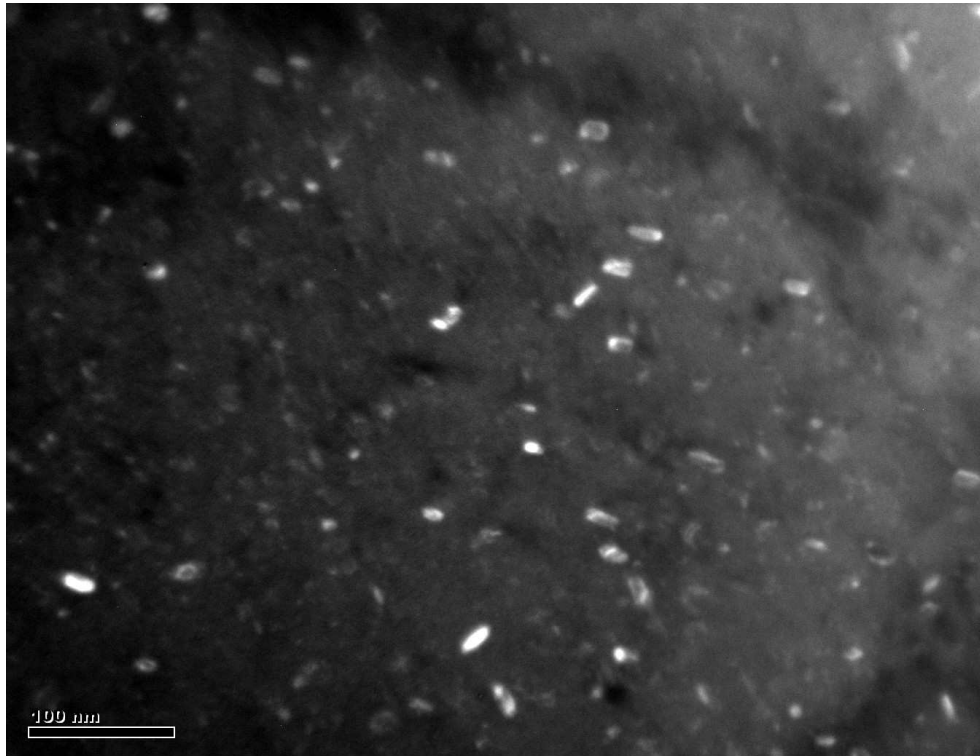




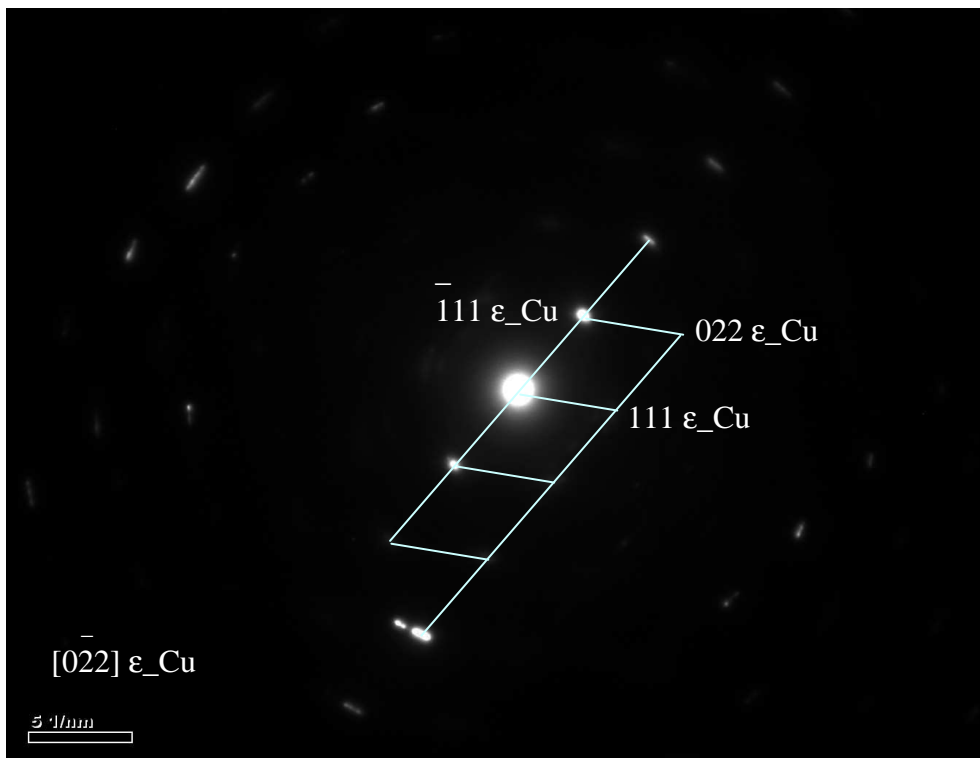
*Rys. 56. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, obraz TEM*



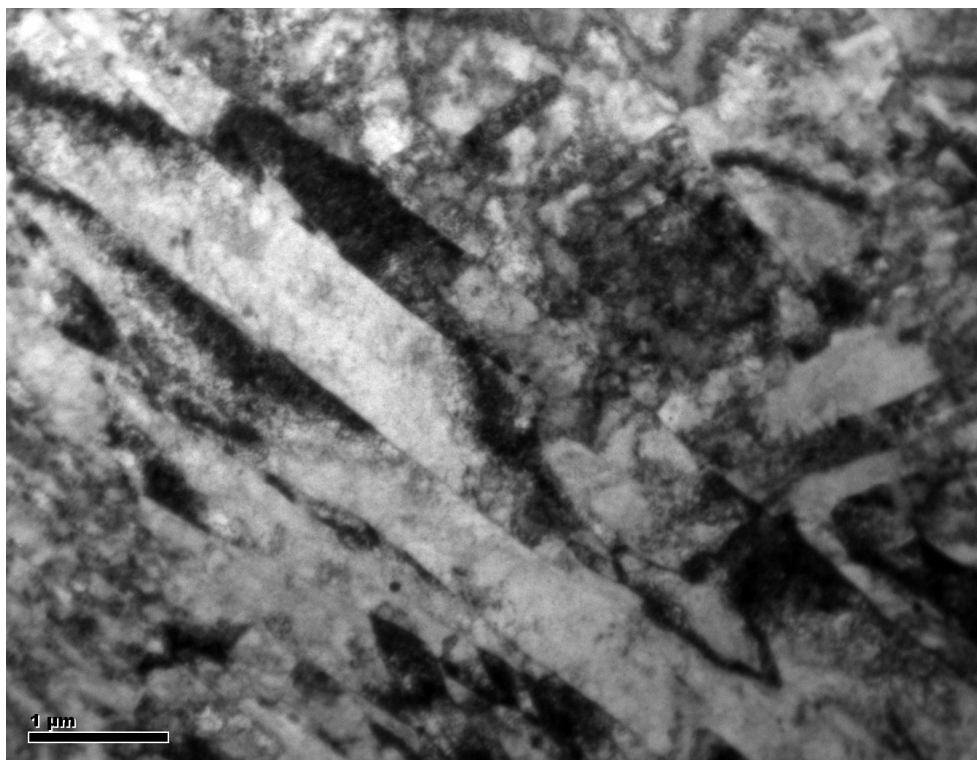
*Rys. 57. Wydzielenia fazy  $\epsilon$ -Cu w stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, obraz TEM jasne pole widzenia*



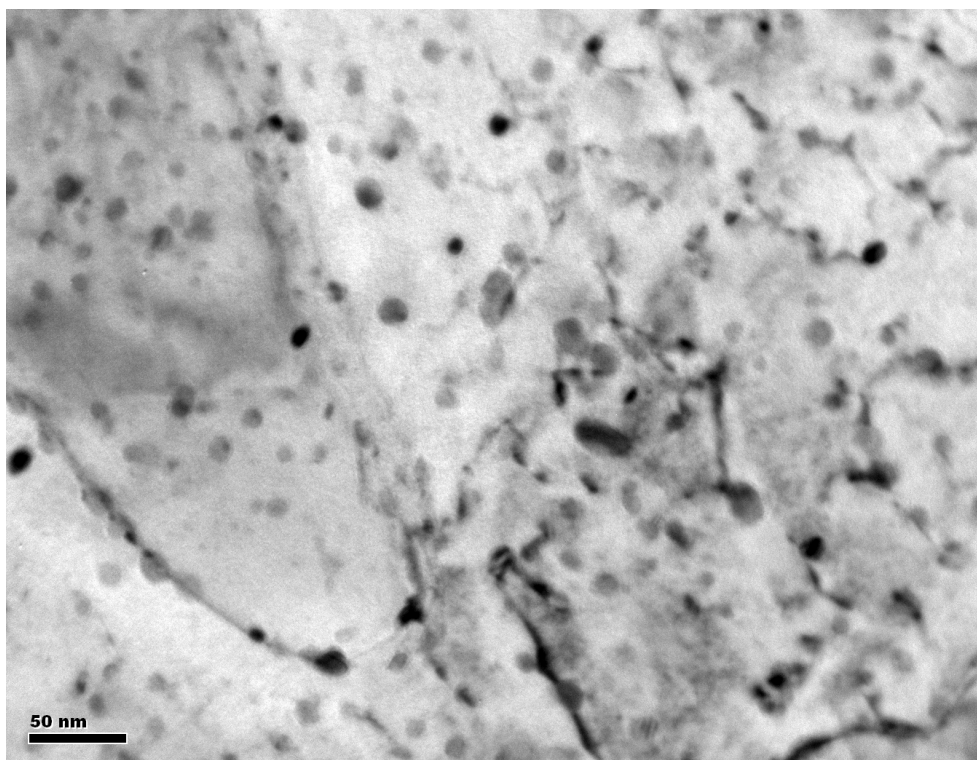
Rys. 58. Wydzielenia fazy  $\epsilon_{\text{Cu}}$  w stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, obraz TEM ciemne pole widzenia



Rys. 59. Dyfrakcja od wydzieleni miedzi  $\epsilon_{\text{Cu}}$  w wytopie W5 po odpuszczaniu w 575 °C

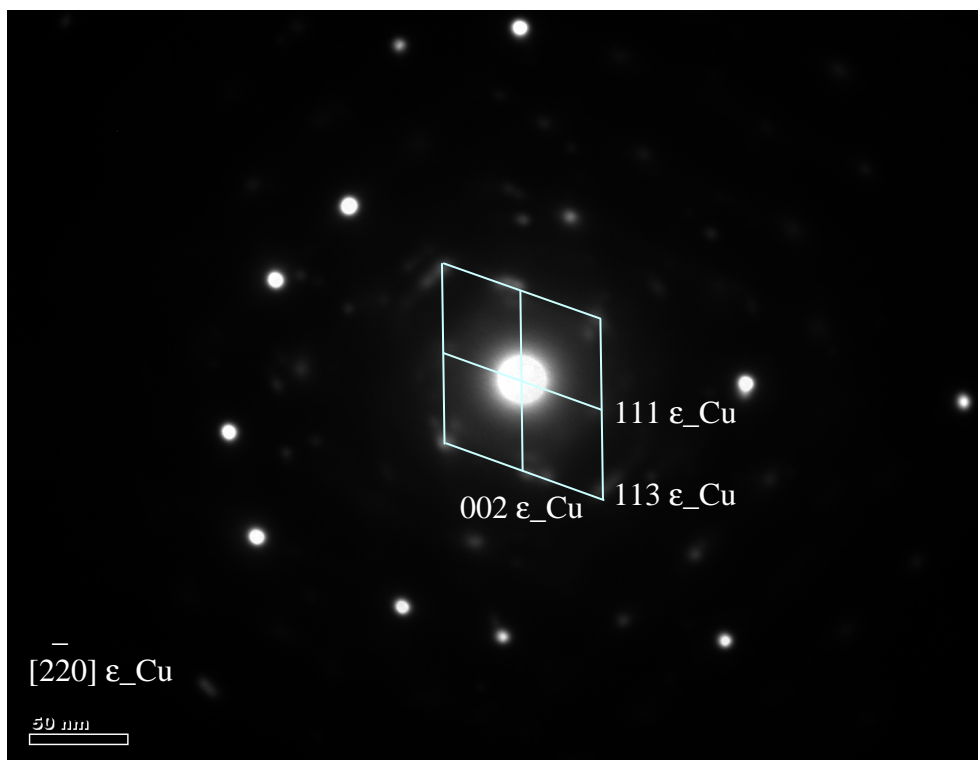


*Rys. 60. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W3 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, obraz TEM*

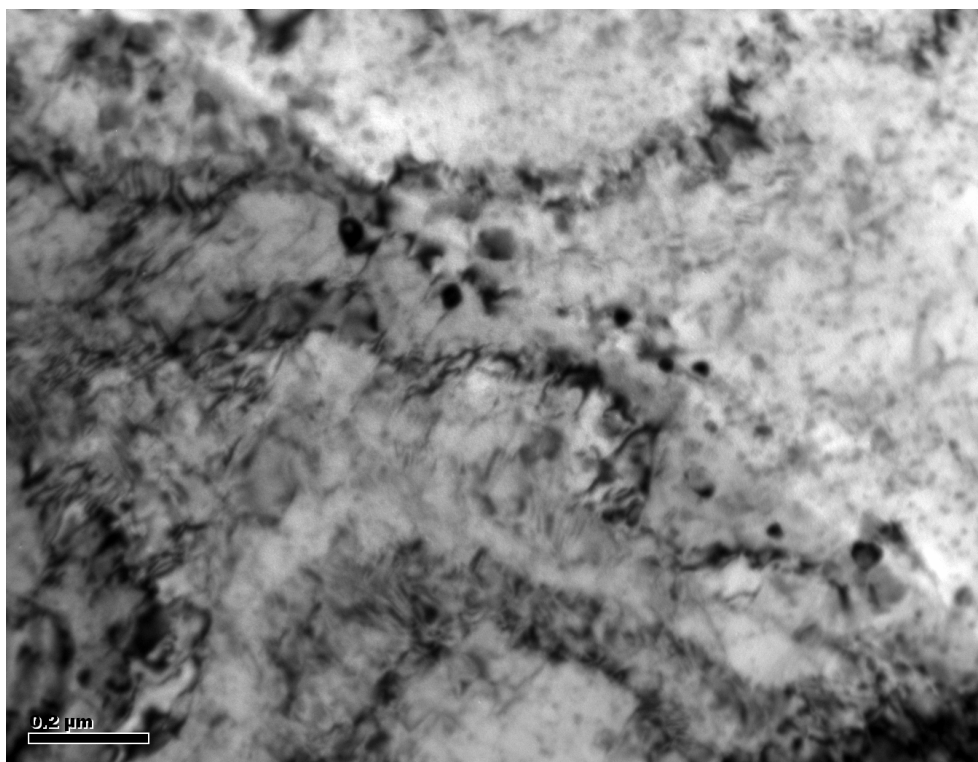


*Rys. 61. Wydzielenia fazy  $\epsilon$ -Cu w stali z wytopu W3 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, obraz TEM jasne pole widzenia*

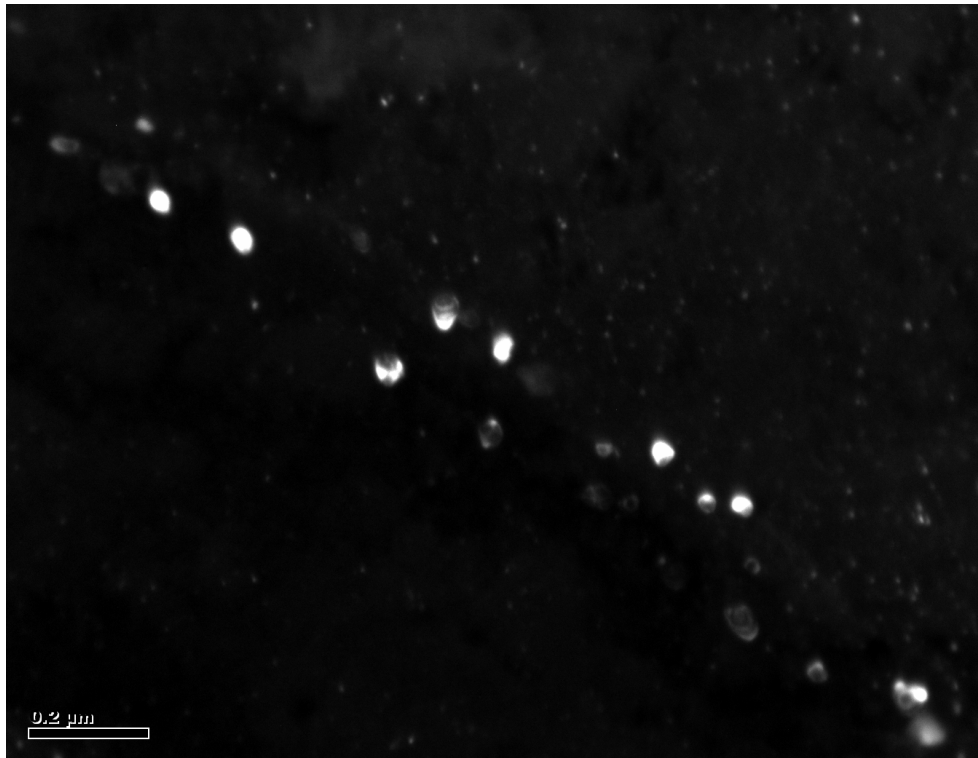




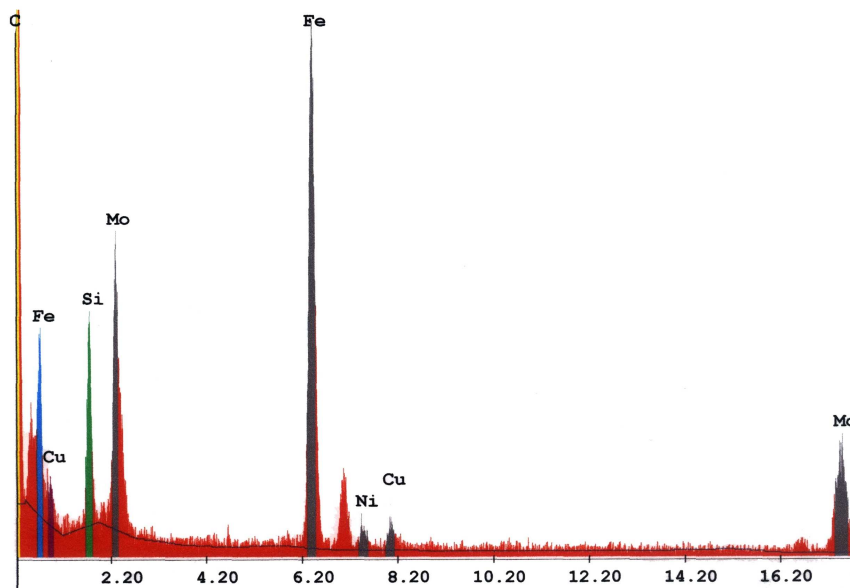
Rys. 62. Dyfrakcja od wydzieleni miedzi  $\epsilon_{Cu}$  w wytopie W3 po odpuszczaniu w  $575\text{ }^{\circ}\text{C}$



Rys. 63. Wydzielenia na granicy fazowej w stali z wytopu W3 po odpuszczaniu w temperaturze  $575\text{ }^{\circ}\text{C}$ , obraz TEM jasne pole widzenia



Rys. 64. Wydzielenia na granicy fazowej w stali z wytopu W3 po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C, obraz TEM ciemne pole widzenia

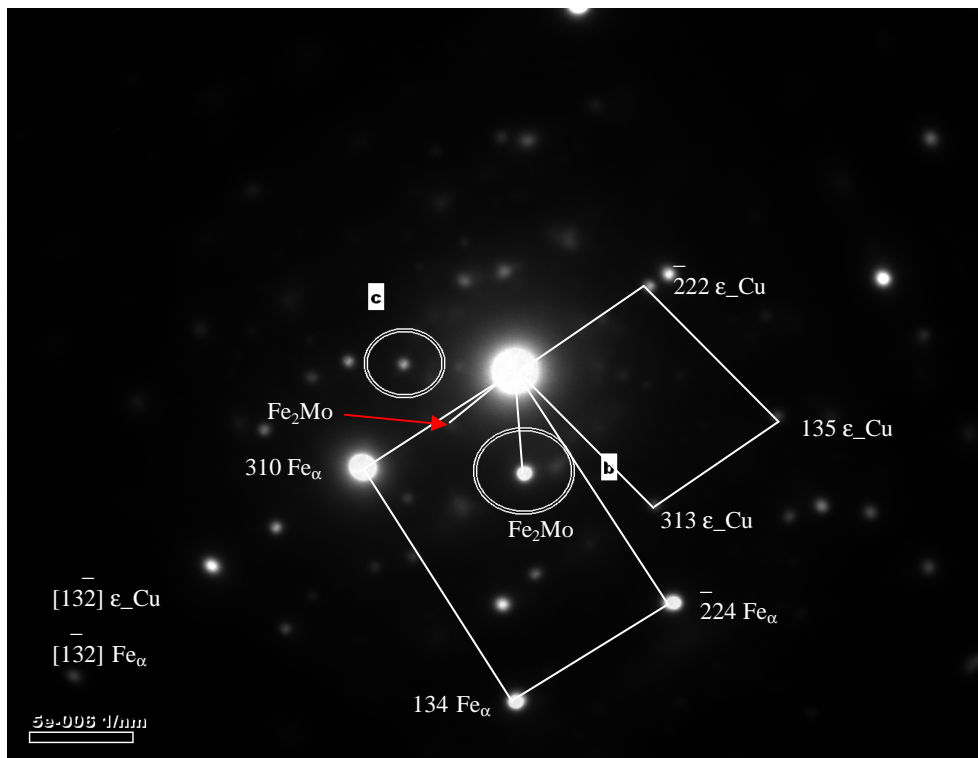


Thin Apx  
Theoretical KAB, Elements, Model : Mott/Massey

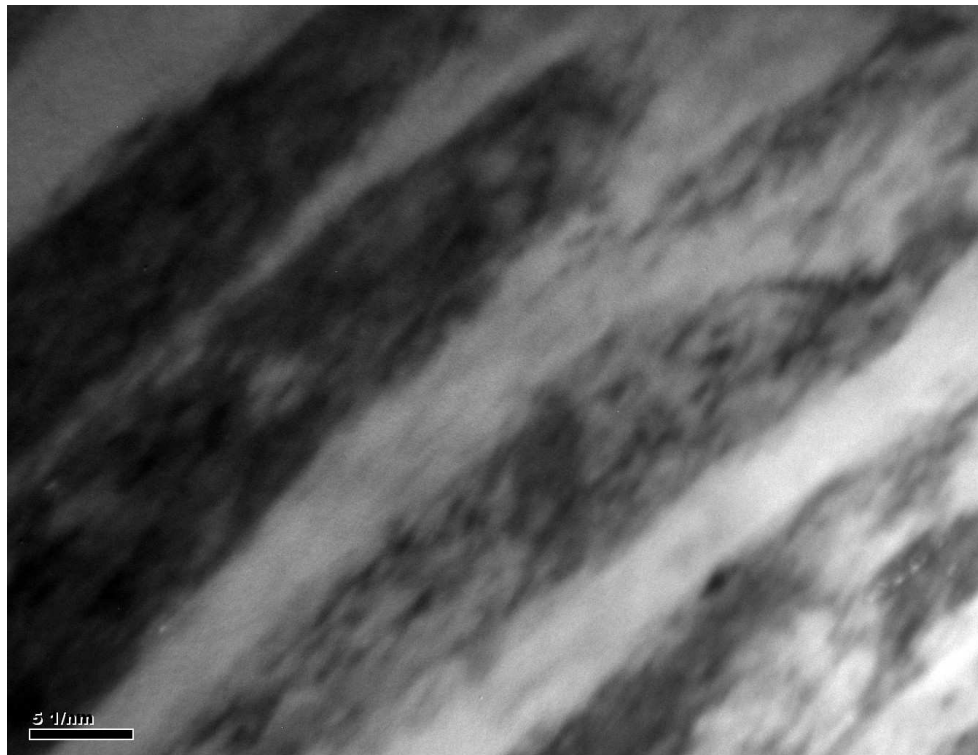
Element	Weight %	Atomic %
C K	72.7	92.9
SiK	2.9	1.6
FeK	12.6	3.5
NiK	0.6	0.2
CuK	0.9	0.2
MoK	10.3	1.6
Total	100.0	100.0

Rys. 65. Jakościowa i ilościowa analiza składu chemicznego wydzieleni obserwowanych na rys. 63 na podstawie widma charakterystycznego promieniowania X z przystawki EDX

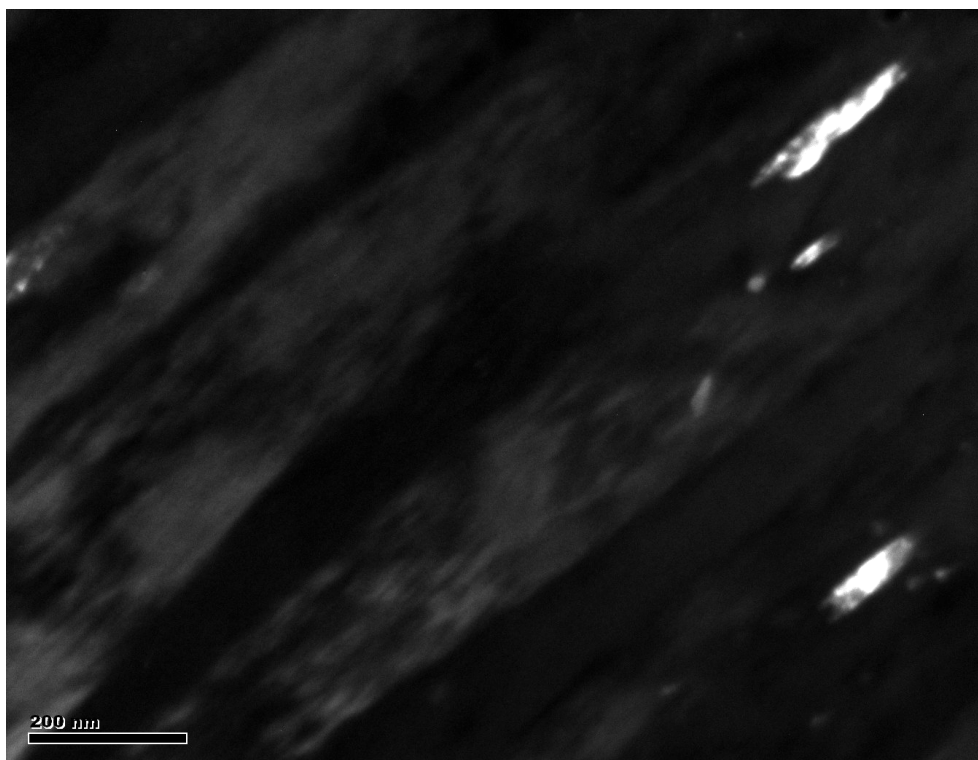




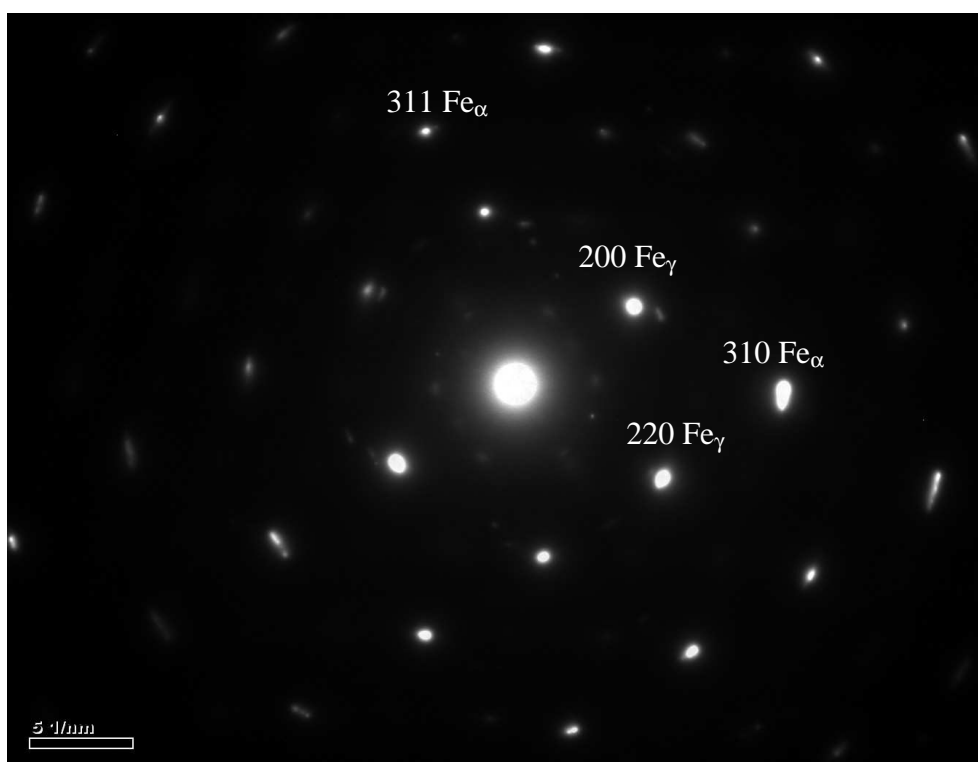
Rys. 66. Dyfrakcja od wydzielen z rys. 63 w wytopie W3 po odpuszczaniu w 575 °C



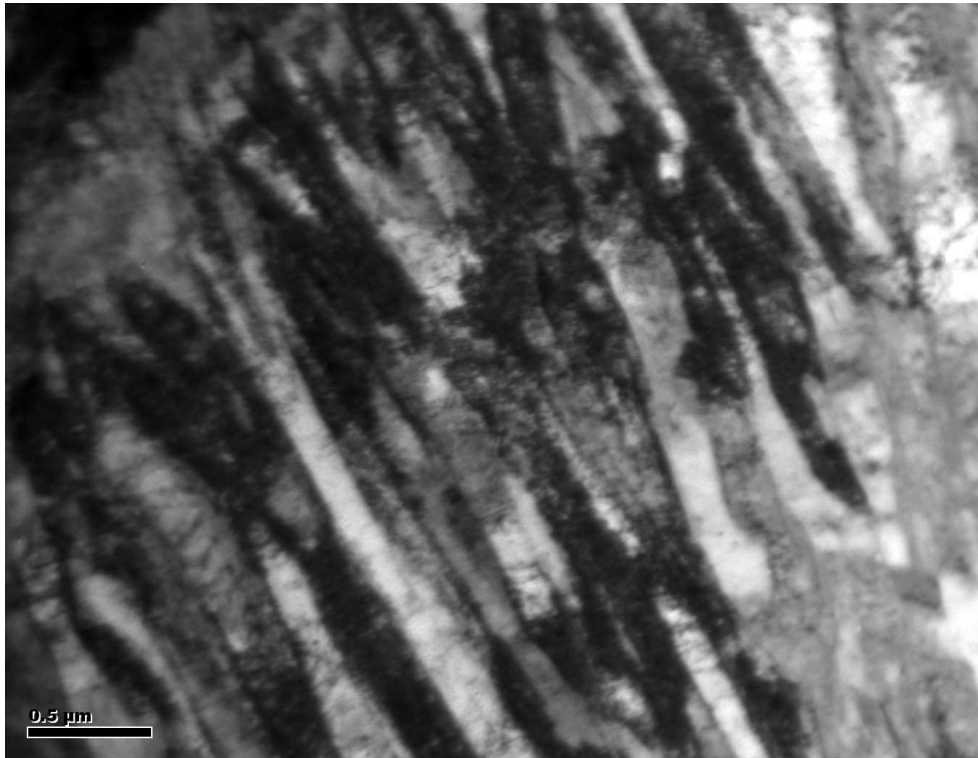
Rys. 67. Mikrostruktura o budowie listwowej w stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 625 °C, obraz TEM jasne pole widzenia



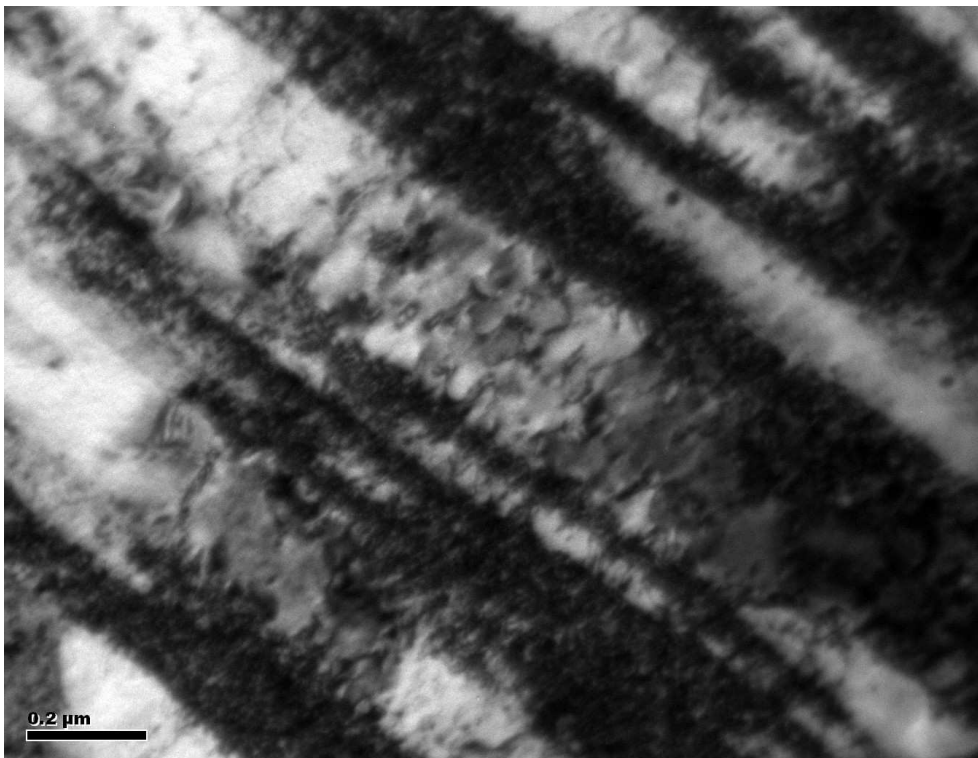
Rys. 68. Mikrostruktura o budowie listwowej z widocznymi jasnymi obszarami wyspowego austenitu nawrotu w stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 625 °C, obraz TEM ciemne pole widzenia



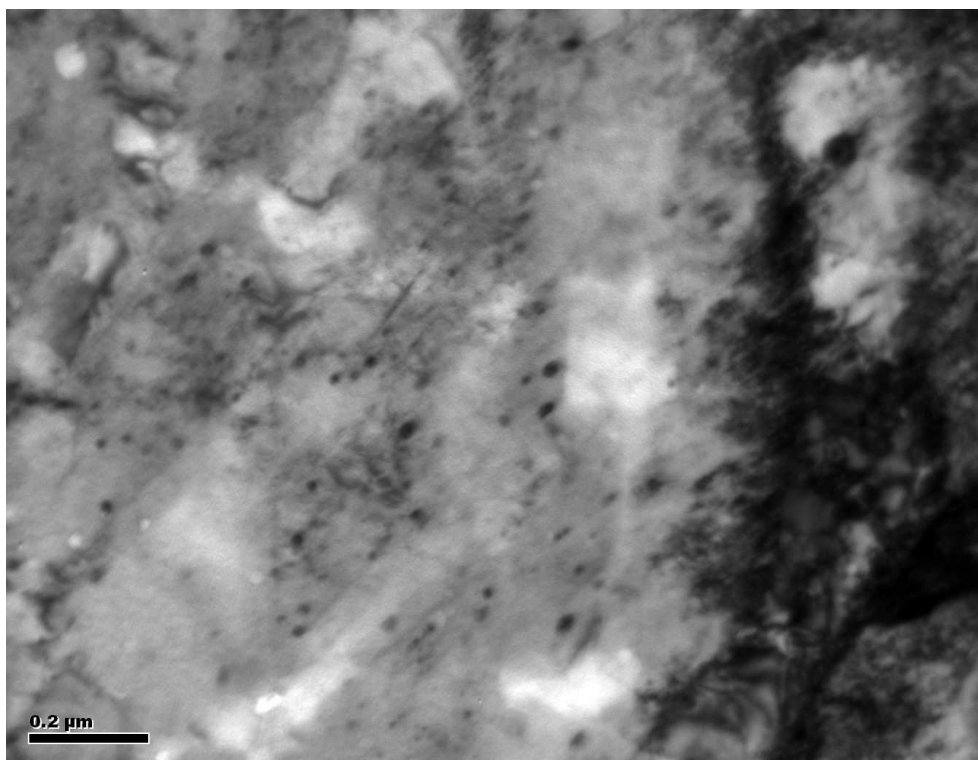
Rys. 69. Dyfrakcja stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w 625 °C potwierdzająca obecność wyspowego austenitu nawrotu na rys. 68



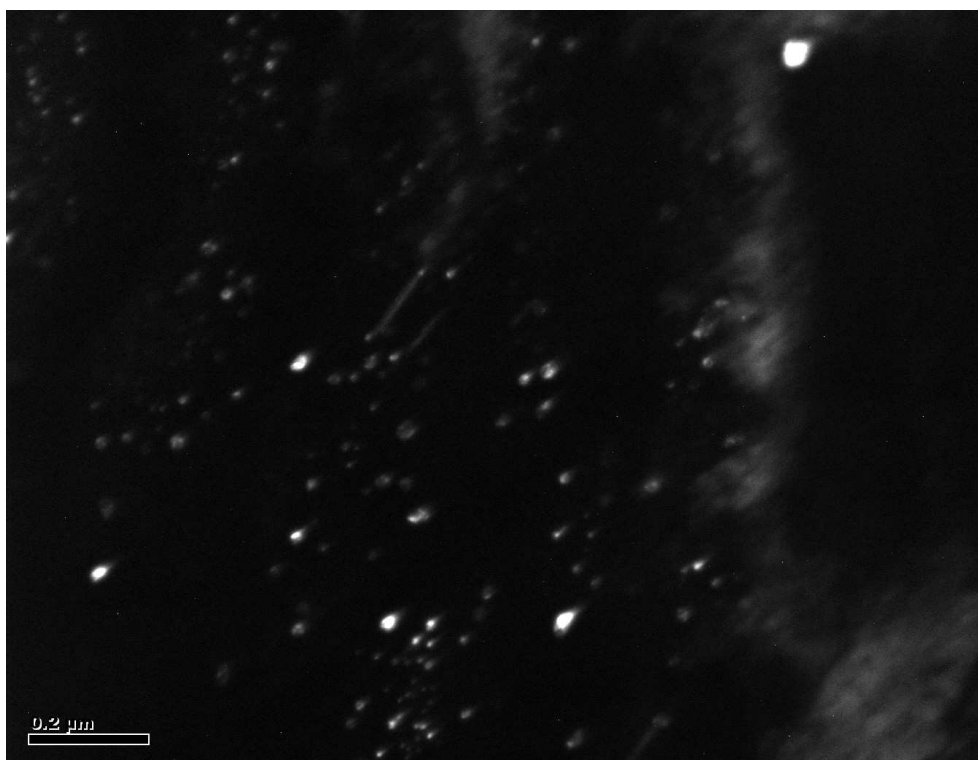
*Rys. 70. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 700 °C widoczna budowa listwowa o różnej gęstości dyslokacji, obraz TEM*



*Rys. 71. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 700 °C widoczna budowa listwowa z występującymi miejscowo wydzieleniami, obraz TEM*

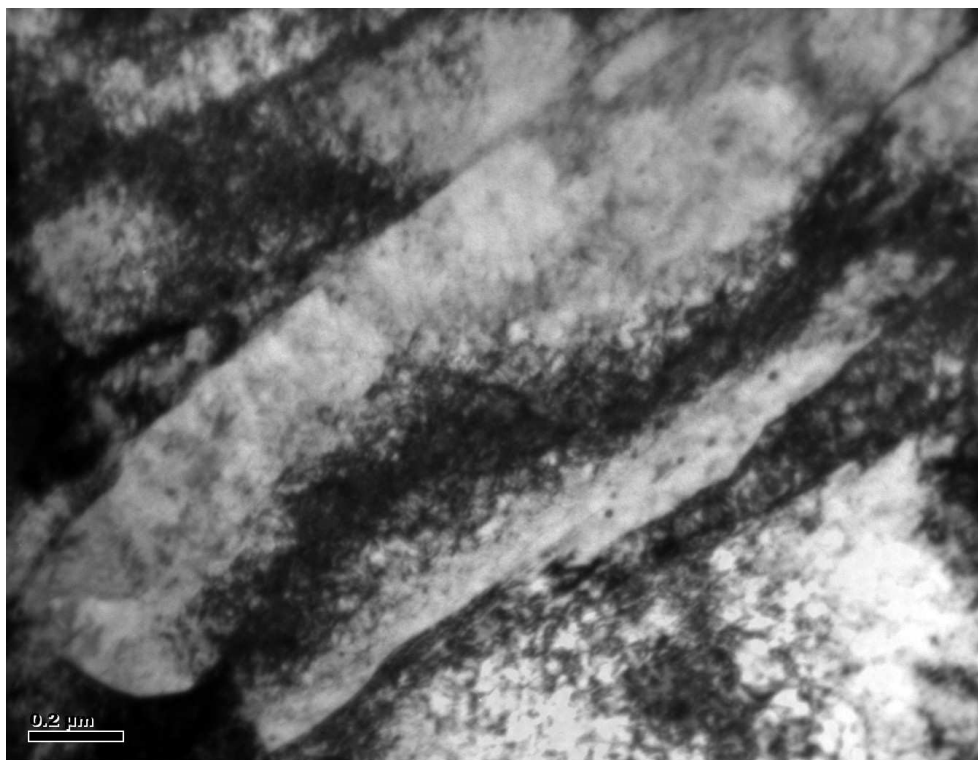


*Rys. 72. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 700 °C widoczny ferryt poligonalny z wydzieleniami cząstek  $\epsilon$ -Cu, obraz TEM jasne pole widzenia*

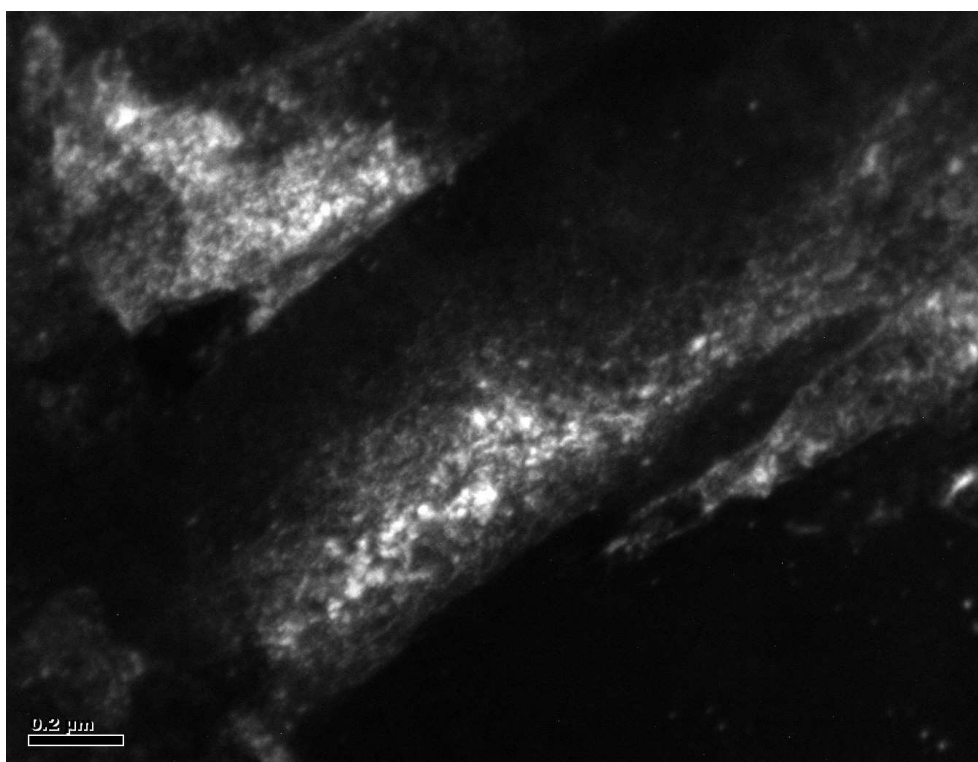


*Rys. 73. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 700 °C widoczny ferryt poligonalny z wydzieleniami cząstek  $\epsilon$ -Cu, obraz TEM ciemne pole widzenia*



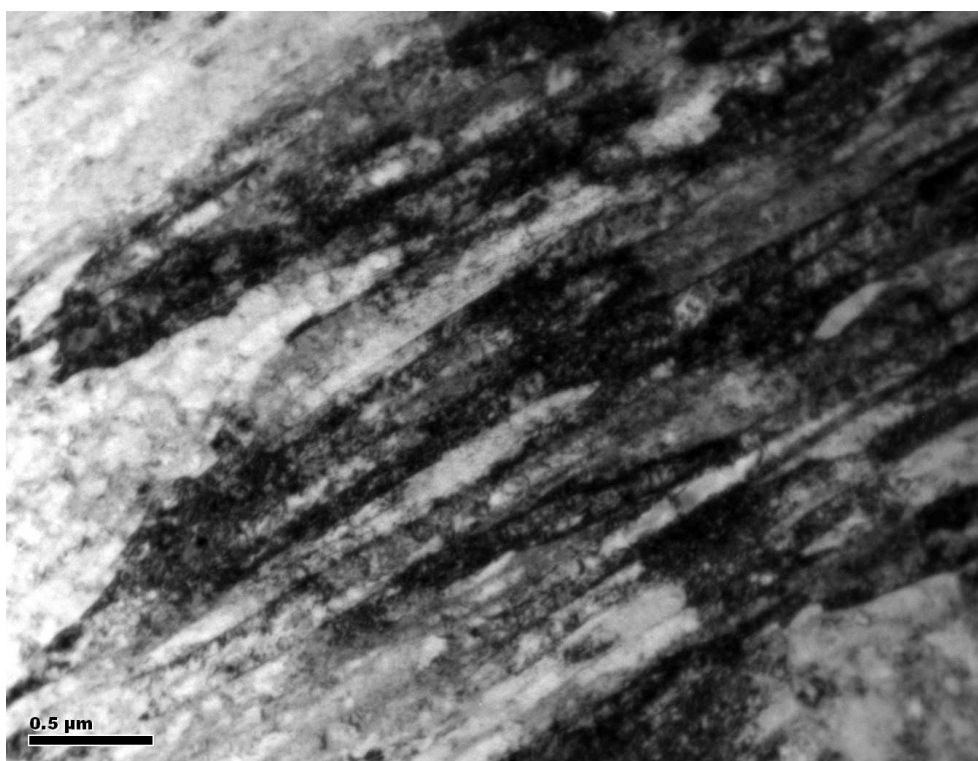


*Rys. 74. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 750 °C, pakiety listwowego bainitu z małą gęstością dyslokacji, obraz TEM jasne pole widzenia*



*Rys. 75. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 750 °C, pakiety listwowego bainitu z małą gęstością dyslokacji, obraz TEM ciemne pole widzenia*





*Rys. 76. Mikrostruktura stali z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 750 °C, widoczne pakiety listwowego martenzytu i bainitu powstałego z austenitu nawrotu, obraz TEM*

#### 7.4.5. Ilościowa ocena mikrostruktury

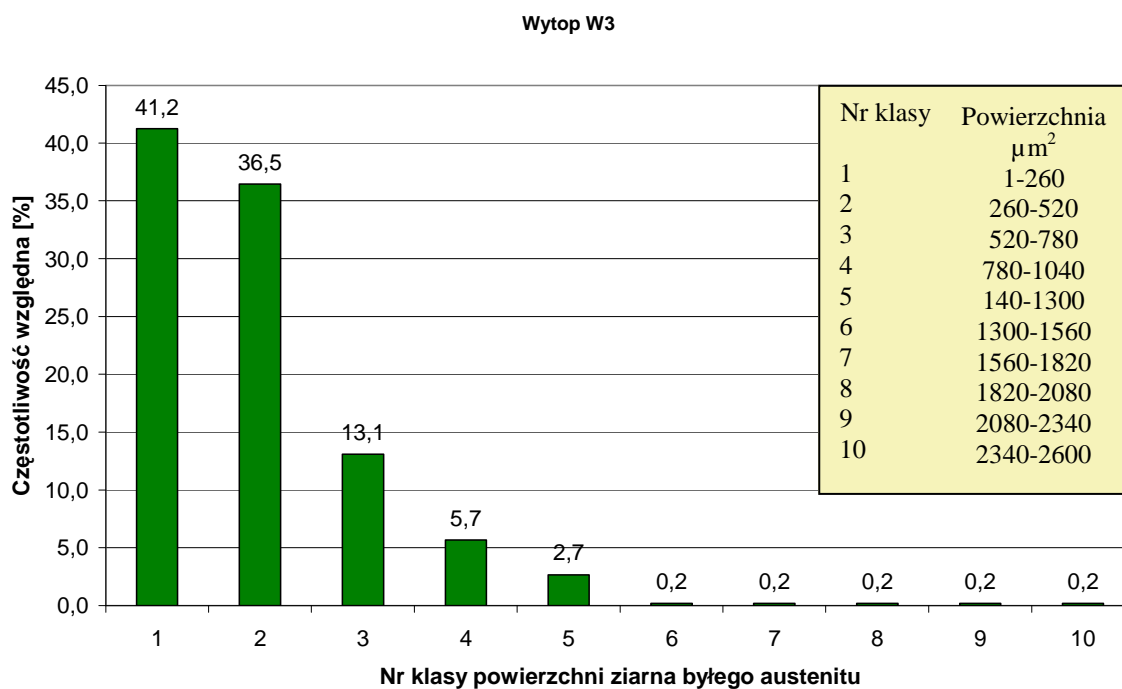
Analizę wielkości ziarna byłego austenitu przeprowadzono na zglądach wzdłużnych. W celu ujawnienia granic ziaren byłego austenitu próbki na przemian trawiono w temperaturze 90°C przesyconym wodnym roztworem kwasu pikrynowego z dodatkiem alkilosulfonianu sodowego i polerowano. Działanie odczynnika polega na silnym nadtrawianiu granic ziaren byłego austenitu przy niewielkim nadtrawianiu powierzchni ziarna. Zdjęcia struktur wykonano za pomocą mikroskopu metalograficznego *Nikon Eclipse ME 600*. W każdym wytopie analizowano po 20 pól widzenia stosując następujące warunki:

- powiększenie obiektywu: **x50**
- powierzchnia jednego analizowanego pola: **0,059 mm<sup>2</sup>**
- całkowite pole powierzchni pomiarowej: **≈1 mm<sup>2</sup>**
- minimalna powierzchnia ziarna: **1 μm<sup>2</sup>**

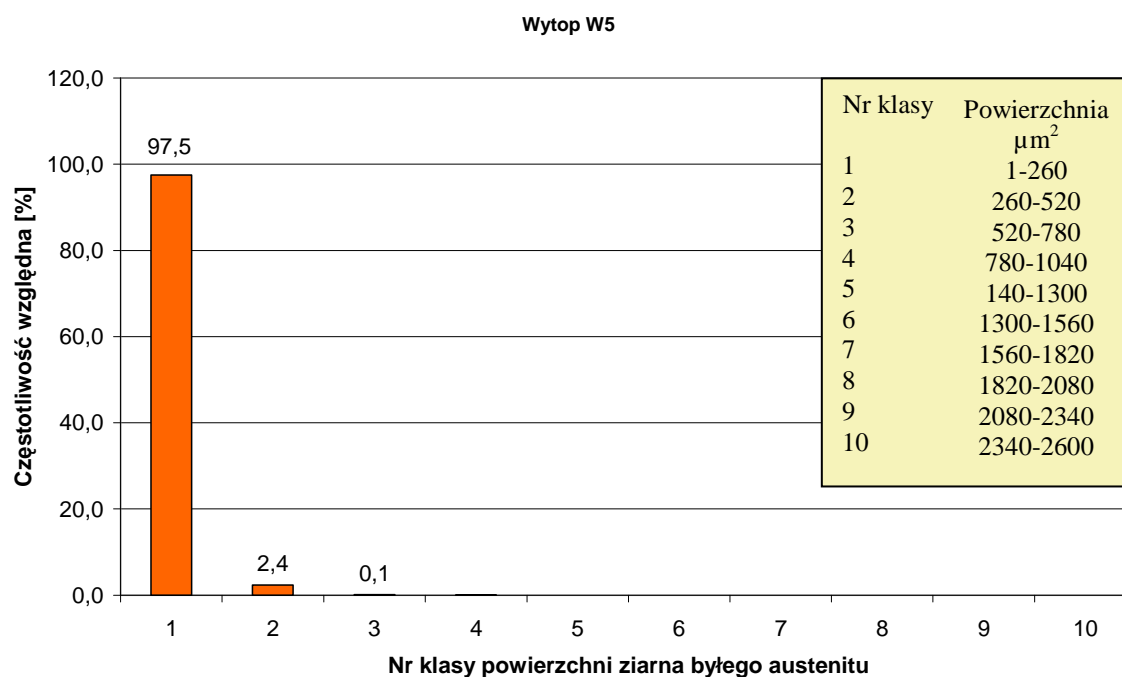
Pomiary stereologiczne wykonano za pomocą komputerowego analizatora obrazu wykorzystującego oprogramowanie Aphelion 3.2. Analiza obejmowała ocenę powierzchni oraz cięciw ziaren byłego austenitu na podstawie, których określano wielkość ziarna wg skali ASTM. Ocenę wielkości ziarna przeprowadzono z uwzględnieniem tzw. ramki bezpieczeństwa odrzucającej ziarna przecięte przez krawędź ramki zdjęcia. Wartości średnie powierzchni oraz cięciwy wraz z wielkością ziarna wg ASTM zestawiono w tabeli 6. Na rys. 77÷78 przedstawiono rozkłady powierzchni ziarna byłego austenitu dla wytopu W3, charakteryzującego się ziarnem o największej średniej powierzchni, oraz dla wytopu W5, charakteryzującego się ziarnem o najmniejszej średniej powierzchni.

Tabela 6. Wyniki pomiaru wielkości ziarna byłego austenitu

Wytop	Średnia powierzchnia ziarna [μm <sup>2</sup> ]	Średnia cięciwa ziarna [μm]	Wielkość ziarna wg skali ASTM
W1	236 ± 10	12,3	9
W2	352 ± 36	14,7	9
W3	388 ± 27	15,4	8
W4	86 ± 14	7,5	11
W5	74 ± 4	7	11



Rys.77. Rozkład powierzchni ziaren byłego austenitu dla wytopu W3



Rys. 78. Rozkład powierzchni ziaren byłego austenitu dla wytopu W5

## 7.5. Własności mechaniczne

Statyczną próbę rozciągania przeprowadzono zgodnie z normą EN 10002-5:1991 w temperaturze pokojowej na próbkach pobranych poprzecznie do kierunku walcowania. Dla każdej temperatury odpuszczania wykonano po dwie próbki walcowe z gwintem o średnicy  $\phi 5$  mm i długości bazy pomiarowej  $L_0 = 25$  mm. Badania wykonano na hydraulicznej maszynie wytrzymałościowej typu EU 20 z wykorzystaniem ekstensometrycznych czujników siły i przemieszczania, podłączonych do komputera poprzez kartę pozyskiwania danych DAS 800. Badanie udarności przeprowadzono na próbkach poprzecznych typu Charpy V przy użyciu młota udarnościowego Alpha o energii początkowej 300J. Wartość energii łamania, analogicznie jak w próbie statycznego rozciągania, określono na dwóch próbkach dla każdej temperatury odpuszczania. Badania przeprowadzono w temperaturze otoczenia  $+20$  °C oraz w temperaturze  $-84$  °C. Dodatkowo w obszarach o maksymalnej pracy łamania w temperaturze  $-84$  °C wyznaczono temperaturę  $T_{pk}$ . Dla wytopu W1 i W2 jako temperaturę odpuszczania przyjęto  $700$  °C, dla W3 –  $725$  °C, a dla W4 i W5 była to temperatura  $625$  °C. Wykonano pomiary energii łamania w zakresie temperatur od  $+20$  °C (293K) do  $-196$  °C (77K) w następujących temperaturach:  $+20$ ,  $-20$ ,  $-50$ ,  $-84$ ,  $-100$ ,  $-150$ , i  $-196$  °C.

Wartości średnie twardości oraz wyznaczonych parametrów ze statycznej próby rozciągania i pomiarów energii łamania w temperaturze  $+20$  °C i  $-84$  °C zestawiono w tabelach 7÷11. Przebiegi zmian własności mechanicznych, tj. umownej granicy plastyczności  $R_{p0,2}$  wytrzymałości na rozciąganie  $R_m$  oraz pracy łamania w temperaturze  $+20$  °C i  $-84$  °C dla poszczególnych wytopów, przedstawiono w postaci graficznej na rys. 79-83. Na wykresach naniesiono liniami przerywanymi temperaturę przemiany ferrytu w austenit gdzie:

$A_{cIN}$  – temperatura przemiany ferrytu w austenit określona na podstawie mikrostruktury

$A_{cID}$  – temperatura przemiany ferrytu w austenit określona na podstawie badań dylatometrycznych

W celach porównawczych zestawiono w formie wykresów wyniki poszczególnych własności mechanicznych dla badanych wytopów, które zamieszczono na rys. 84÷90.

Temperaturę przejścia plastyczno-kruchego dla poszczególnych wytopów wyznaczono na podstawie kryterium minimalnej udarności  $KCV=60$  J/cm<sup>2</sup> oraz  $KCV=100$  J/cm<sup>2</sup> [1, 22]. Wartości średnie dla poszczególnych wytopów i temperatur przedstawiono w tabeli 12 oraz w postaci graficznej, rys. 91.

Tabela 7. Zestawienie wyników pomiaru twardości, statycznej próby rozciągania oraz pracy łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W1 w stanie dostawy oraz po hartowaniu i odpuszczaniu w zakresie od 500 ÷ 800 °C

Stan materiału	HV 30	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub>	E [GPa]	A	Z	ε <sub>rz</sub> <sup>1</sup>	Praca łamania +20 °C	Praca łamania -84 °C	
		[N/mm <sup>2</sup> ]				[%]					[J]
Dostawa	268	737	865	0,85	206,6	13,6	81,5	1,687	127	12	
Hartowanie	283	773	898	0,86	202,1	18,5	69,4	1,184	132	44	
Temperatura odpuszczania [°C]	500	344	944	1008	0,94	200,1	15,9	70,2	1,211	88	19
	525	329	903	973	0,93	201,9	16,2	71,5	1,255	109	41
	550	320	870	935	0,93	203,4	16,5	74,9	1,383	117	49
	575	308	862	920	0,94	201,6	17,4	76,5	1,447	131	44
	600	293	835	883	0,95	208,0	17,6	77,0	1,470	137	44
	625	283	780	830	0,94	212,6	18,2	77,1	1,474	138	45
	650	265	711	775	0,92	205,9	18,4	77,3	1,484	153	68
	675	251	653	722	0,90	202,2	18,9	77,5	1,492	173	132
	700	237	609	719	0,85	209,2	19,8	78,0	1,514	175	146
	725	247	613	750	0,82	213,4	18,1	78,4	1,531	153	126
	750	260	656	780	0,84	206,6	17,4	78,2	1,523	144	105
800	269	759	867	0,88	210,9	16,9	75,3	1,398	148	50	

<sup>1</sup> - odkształcenie rzeczywiste w szyjce w momencie dekohezji: ε<sub>rz</sub>=ln(S<sub>0</sub>/S)



Tabela 8. Zestawienie wyników pomiaru twardości, statycznej próby rozciągania oraz pracy łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W2 w stanie dostawy oraz po hartowaniu i odpuszczaniu w zakresie od 500 ÷ 800 °C

Stan materiału	HV 30	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub>	E [GPa]	A	Z	ε <sub>rz</sub> <sup>1</sup>	Praca łamania +20 °C	Praca łamania -84 °C	
		[N/mm <sup>2</sup> ]				[%]			[J]		
Dostawa	283	776	912	0,85	202,2	12,3	78,1	1,519	71	8	
Hartowanie	293	829	957	0,87	201,5	16,5	64,4	1,034	105	36	
Temperatura odpuszczania [°C]	500	364	968	1066	0,91	213,2	14,0	65,3	1,058	50	9
	525	344	933	1031	0,90	201,9	14,2	67,8	1,133	75	13
	550	328	897	987	0,91	203,3	14,4	70,0	1,204	90	28
	575	305	888	959	0,93	204,5	14,9	73,2	1,317	72	21
	600	275	830	891	0,93	201,2	15,4	75,1	1,390	54	15
	625	256	719	792	0,91	215,6	18,1	75,5	1,406	77	20
	650	237	670	738	0,91	204,2	19,4	75,8	1,418	138	42
	675	226	615	700	0,88	218,9	20,2	77,2	1,478	148	103
	700	220	573	678	0,85	207,5	20,6	77,8	1,503	156	121
	725	223	545	677	0,81	208,2	21,7	78,8	1,551	159	93
	750	237	594	716	0,83	212,8	18,6	77,6	1,496	166	85
800	266	679	809	0,84	203,1	17,0	75,5	1,406	155	55	

<sup>1</sup> - odkształcenie rzeczywiste w szyjce w momencie dekohezji: ε<sub>rz</sub>=ln(S<sub>0</sub>/S)

Tabela 9. Zestawienie wyników pomiaru twardości, statycznej próby rozciągania oraz pracy łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W3 w stanie dostawy oraz po hartowaniu i odpuszczaniu w zakresie od 500 ÷ 800 °C

Stan materiału	HV 30	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub>	E [GPa]	A	Z	ε <sub>rz</sub> <sup>1</sup>	Praca łamania +20 °C	Praca łamania -84 °C	
		[N/mm <sup>2</sup> ]				[%]					[J]
Dostawa	307	857	1015	0,84	207,3	12,8	76,7	1,455	62	10	
Hartowanie	315	836	991	0,84	206,3	14,9	63,3	1,003	110	15	
Temperatura odpuszczania [°C]	500	366	977	1098	0,89	207,1	14,6	68,6	1,158	39	7
	525	353	958	1055	0,91	205,8	15,1	69,4	1,184	52	7
	550	331	925	1010	0,92	217,7	15,6	70,0	1,204	74	11
	575	312	885	950	0,93	200,6	16,0	72,0	1,273	37	8
	600	276	773	844	0,92	205,2	17,1	73,1	1,312	43	9
	625	261	703	777	0,90	208,8	19,9	73,4	1,323	117	11
	650	242	665	744	0,89	206,7	20,2	74,2	1,355	153	27
	675	236	625	723	0,86	205,6	20,9	76,0	1,427	160	38
	700	230	587	705	0,83	201,3	20,6	77,2	1,478	168	50
	725	225	566	698	0,81	202,1	18,6	77,7	1,501	174	56
	750	233	599	717	0,84	208,6	17,2	78,1	1,519	171	42
800	253	659	779	0,85	204,9	14,9	75,4	1,402	160	26	

<sup>1</sup> - odkształcenie rzeczywiste w szyjce w momencie dekohezji: ε<sub>rz</sub>=ln(S<sub>0</sub>/S)

Tabela 10. Zestawienie wyników pomiaru twardości, statycznej próby rozciągania oraz pracy łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W4 w stanie dostawy oraz po hartowaniu i odpuszczaniu w zakresie od 450 ÷ 800 °C

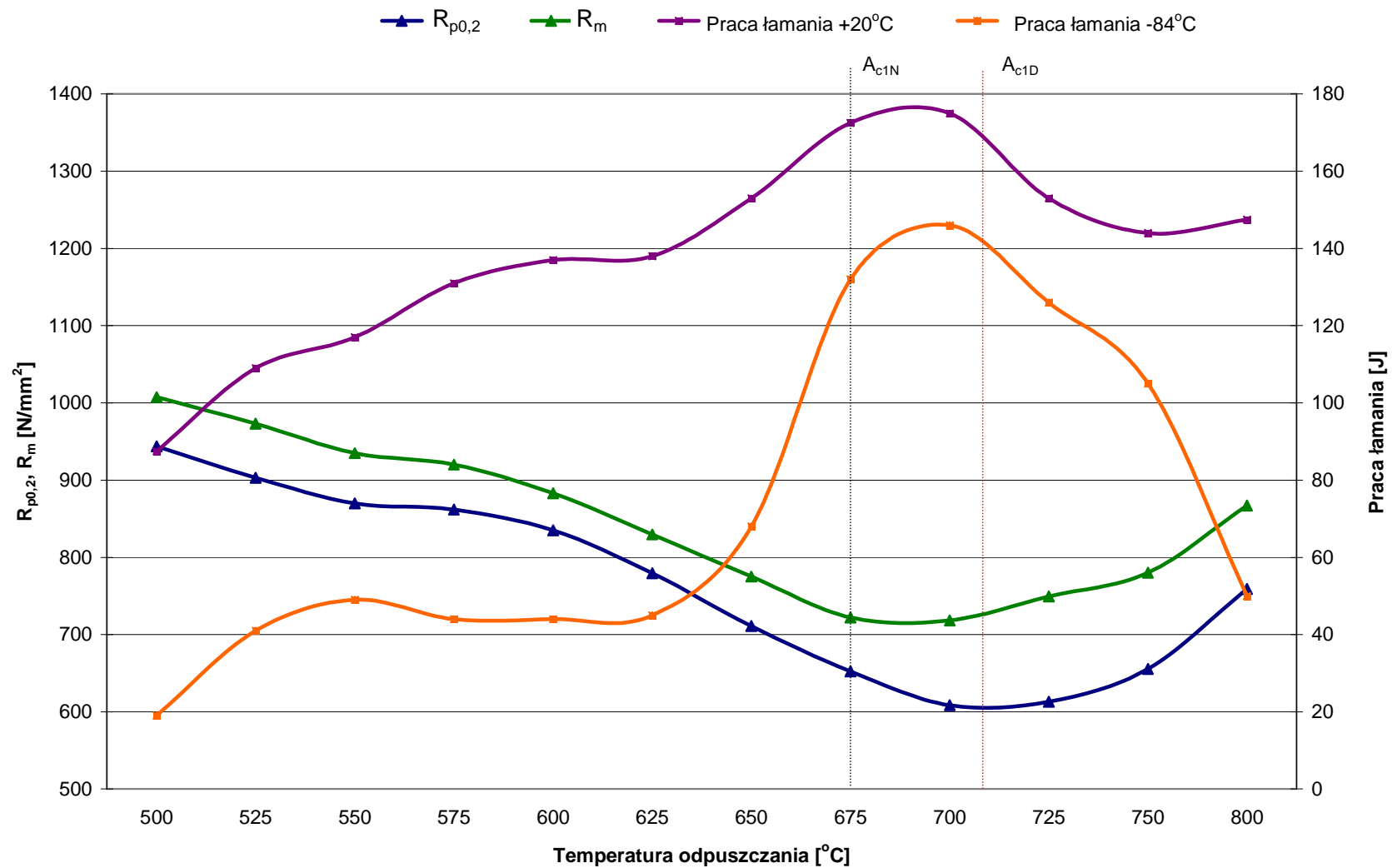
Stan materiału	HV 30	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub>	E [GPa]	A	Z	ε <sub>rz</sub> <sup>1</sup>	Praca łamania +20 °C	Praca łamania -84 °C	
		[N/mm <sup>2</sup> ]				[%]			[J]		
Dostawa	333	957	1097	0,87	206,8	9	68,2	1,146	118	58	
Hartowanie	330	918	1060	0,87	210,6	12,4	75,6	1,411	126	78	
Temperatura odpuszczania [°C]	450	378	1067	1141	0,94	204,1	14,4	57,5	0,855	45	13
	500	365	1051	1107	0,95	206,3	15,2	65,1	1,052	52	24
	525	350	1032	1076	0,96	200,5	16,8	67,0	1,107	89	31
	550	337	1003	1040	0,96	199,7	17,9	68,8	1,164	133	46
	575	324	978	996	0,98	203,9	18,2	69,7	1,192	158	62
	600	311	924	950	0,97	200,4	18,2	71,3	1,248	178	82
	625	295	844	923	0,91	209,7	19,1	71,2	1,244	189	168
	650	281	783	905	0,87	205,4	18,9	72,1	1,278	173	153
	675	300	800	966	0,83	202,8	18,3	71,2	1,245	147	138
	700	326	891	1021	0,87	203,5	17,6	66,8	1,101	131	118
	725	336	950	1058	0,90	209,8	17,2	65,3	1,059	135	96
	750	344	962	1066	0,90	206,4	17,5	66,0	1,080	129	76
800	344	937	1070	0,88	207,9	17,7	66,3	1,088	111	94	

<sup>1</sup> - odkształcenie rzeczywiste w szyjce w momencie dekohezji: ε<sub>rz</sub>=ln(S<sub>0</sub>/S)

Tabela 11. Zestawienie wyników pomiaru twardości, statycznej próby rozciągania oraz pracy łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W5 w stanie dostawy oraz po hartowaniu i odpuszczaniu w zakresie od 450 ÷ 800 °C

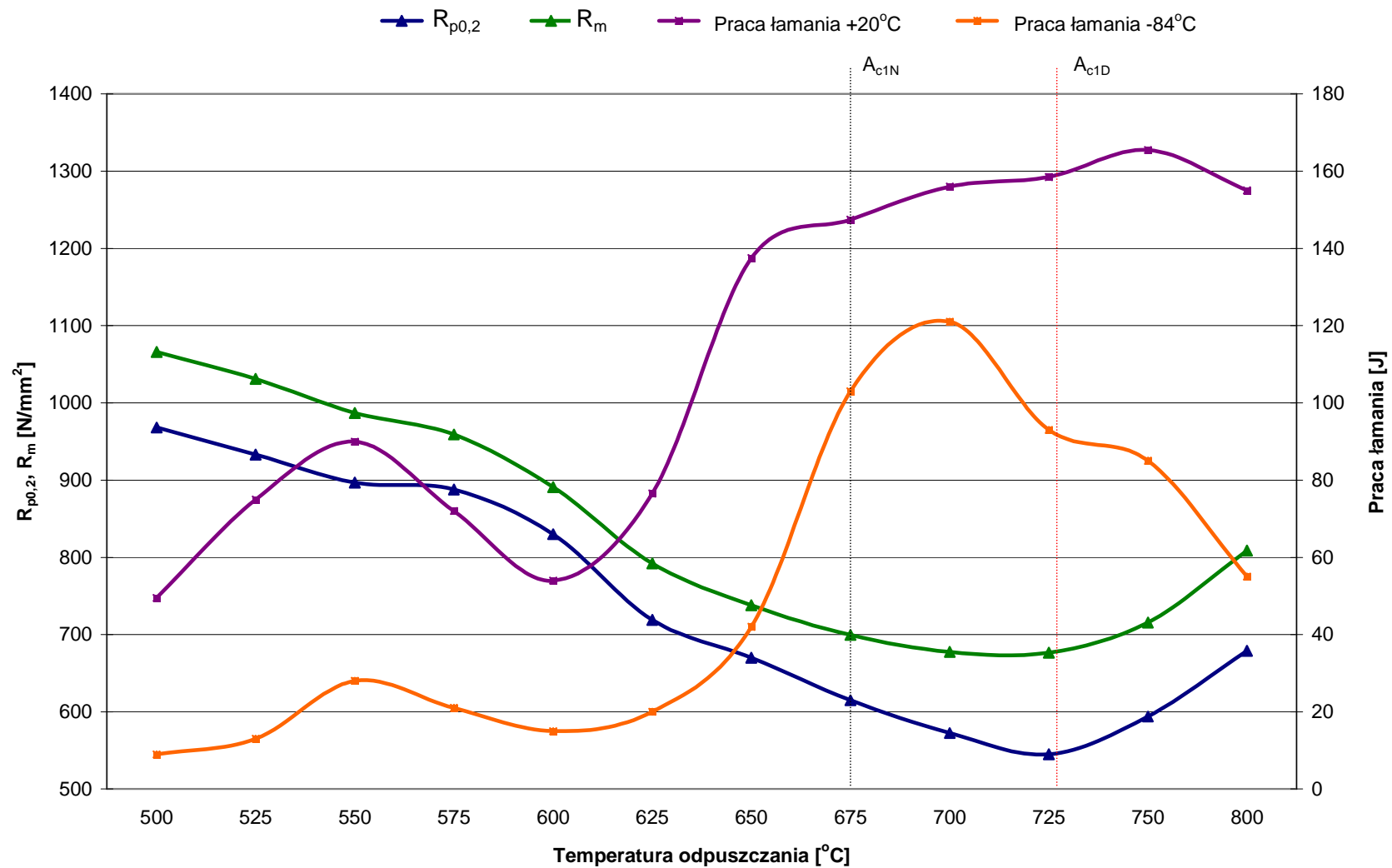
Stan materiału	HV 30	R <sub>p0,2</sub>	R <sub>m</sub>	R <sub>p0,2</sub> /R <sub>m</sub>	E [GPa]	A	Z	ε <sub>rz</sub> <sup>1</sup>	Praca łamania +20 °C	Praca łamania -84 °C	
		[N/mm <sup>2</sup> ]				[%]					[J]
Dostawa	333	934	1089	0,86	200,8	7,9	65,4	1,061	122	60	
Hartowanie	329	920	1033	0,87	201,5	12,5	75,0	1,386	124	74	
Temperatura odpuszczania [°C]	450	424	1237	1310	0,94	219,8	13,9	49,6	0,685	10	6
	500	379	1093	1148	0,95	205,9	14,6	63,4	1,006	32	11
	525	362	1055	1100	0,96	208,1	15,4	64,9	1,046	81	25
	550	347	1024	1060	0,94	206,8	15,9	65,3	1,059	122	34
	575	336	1007	1029	0,98	209,3	17,2	68,3	1,148	150	40
	600	323	958	980	0,98	202,4	18,0	70,2	1,211	164	68
	625	301	858	925	0,93	204,1	18,6	69,6	1,190	185	163
	650	294	785	928	0,85	208,2	18,2	68,7	1,163	172	149
	675	311	803	985	0,82	200,1	17,4	67,0	1,108	149	131
	700	339	915	1067	0,86	201,8	17,1	65,4	1,060	124	115
	725	349	957	1102	0,87	206,3	17,3	62,7	0,987	119	92
	750	345	956	1100	0,87	203,1	17,8	66,3	1,087	113	65
	775	339	948	1092	0,87	204,5	18,1	67,1	1,112	114	89
800	337	926	1066	0,87	208,2	18	68,3	1,149	135	108	

<sup>1</sup> - odkształcenie rzeczywiste w szyjce w momencie dekohezji: ε<sub>rz</sub>=ln(S<sub>0</sub>/S)

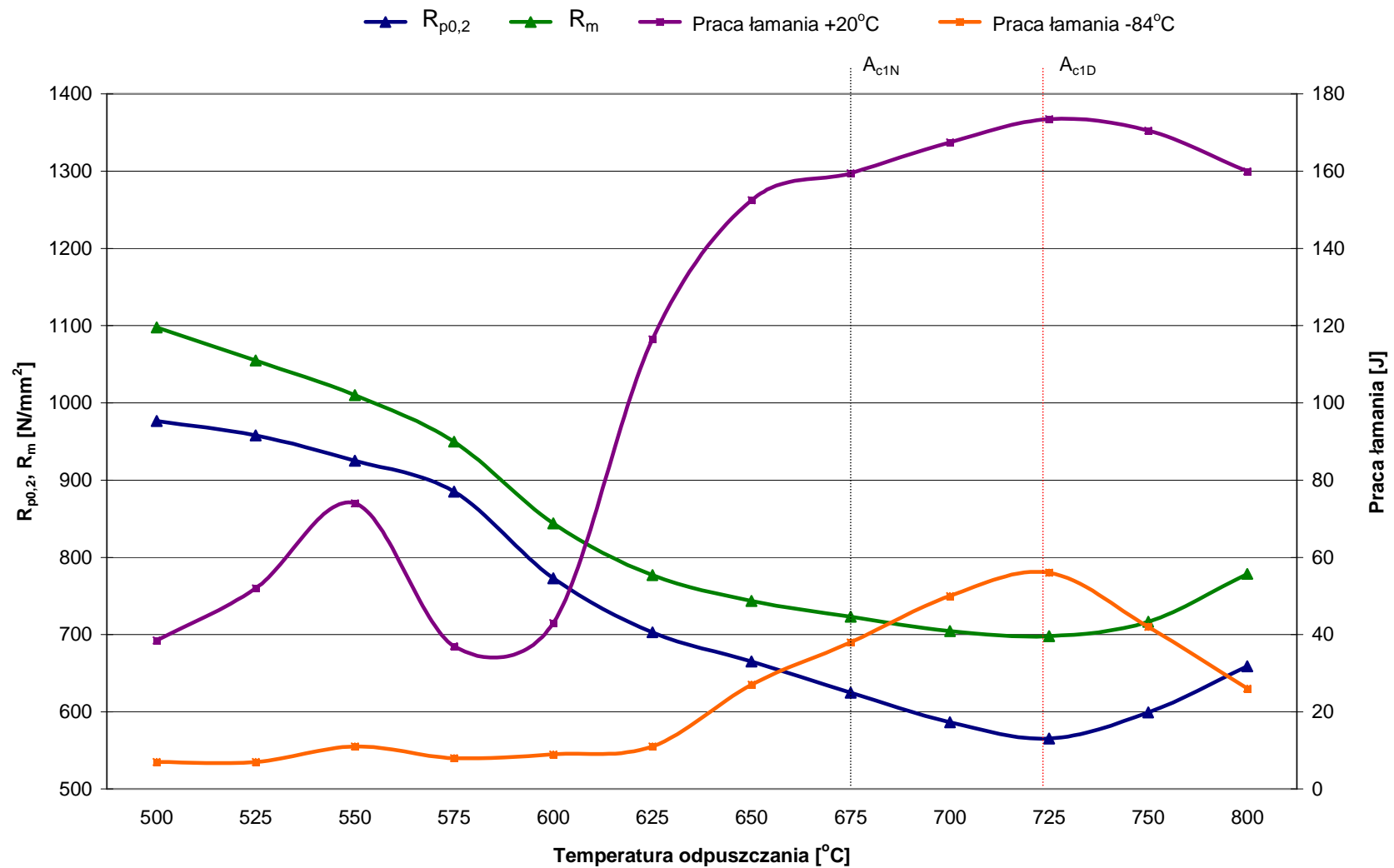


Rys. 79. Wpływ temperatury odpuszczania na własności wytrzymałościowe oraz pracę łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu WI

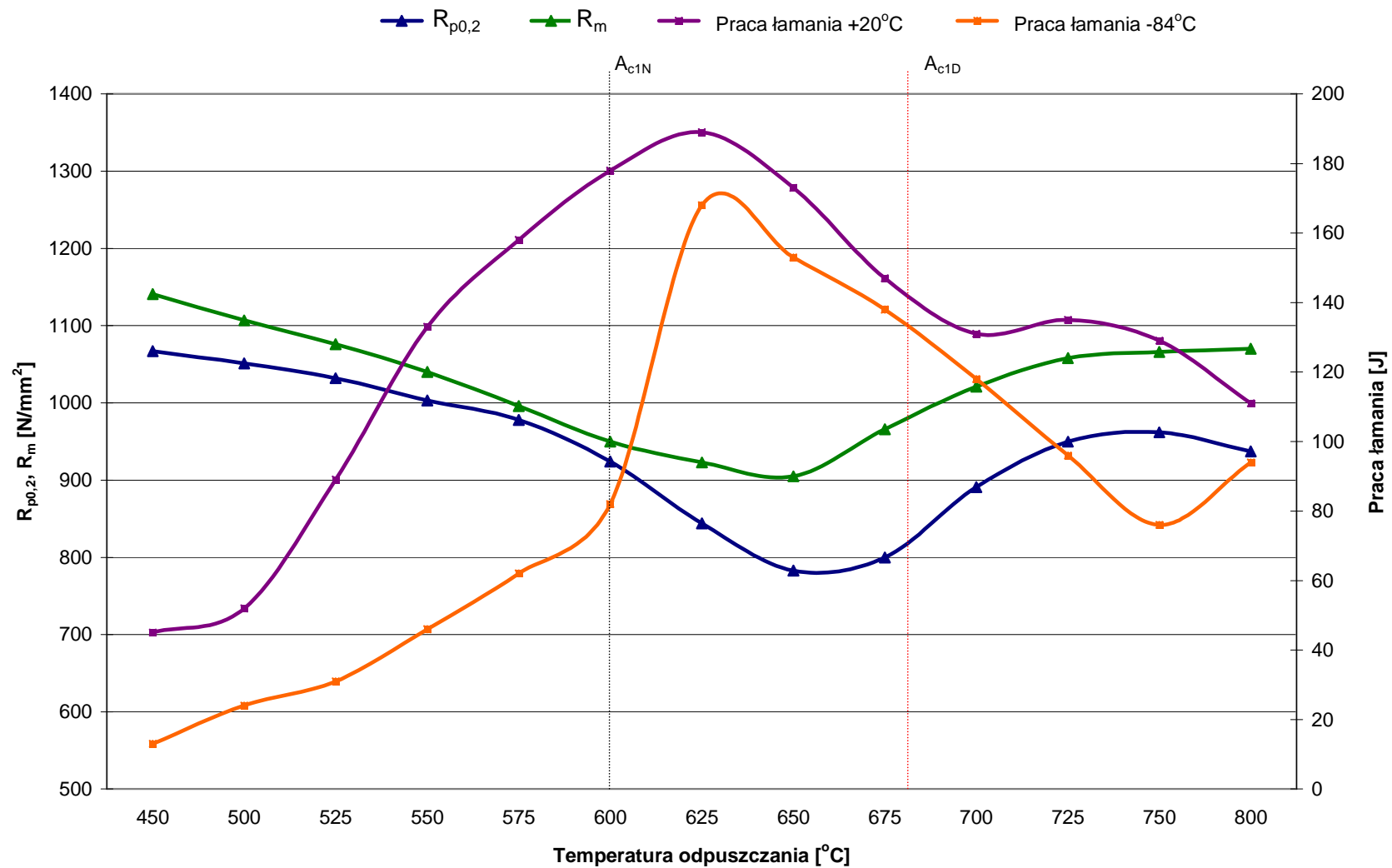




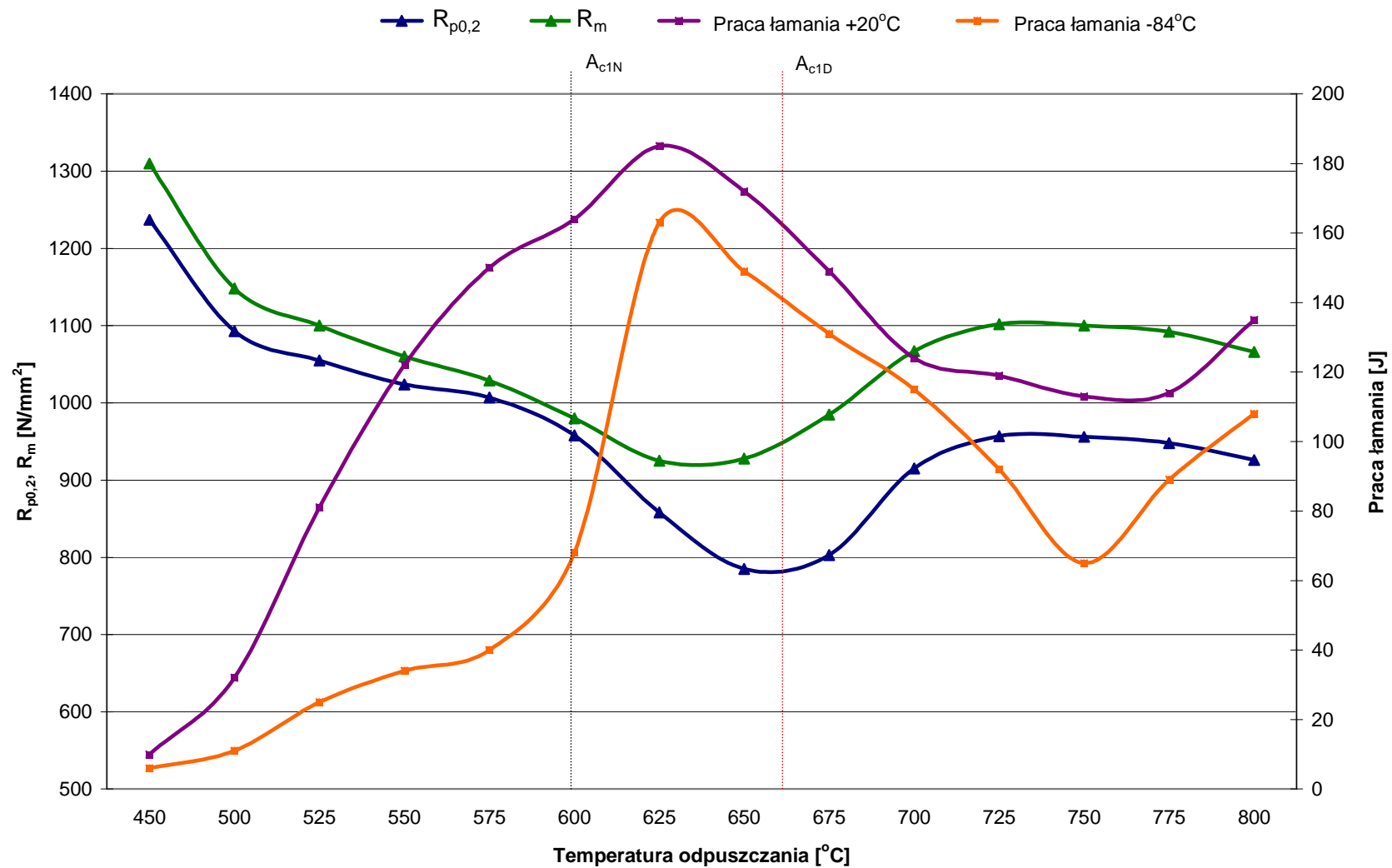
Rys. 80. Wpływ temperatury odpuszczania na własności wytrzymałościowe oraz pracę łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wyciupki W2



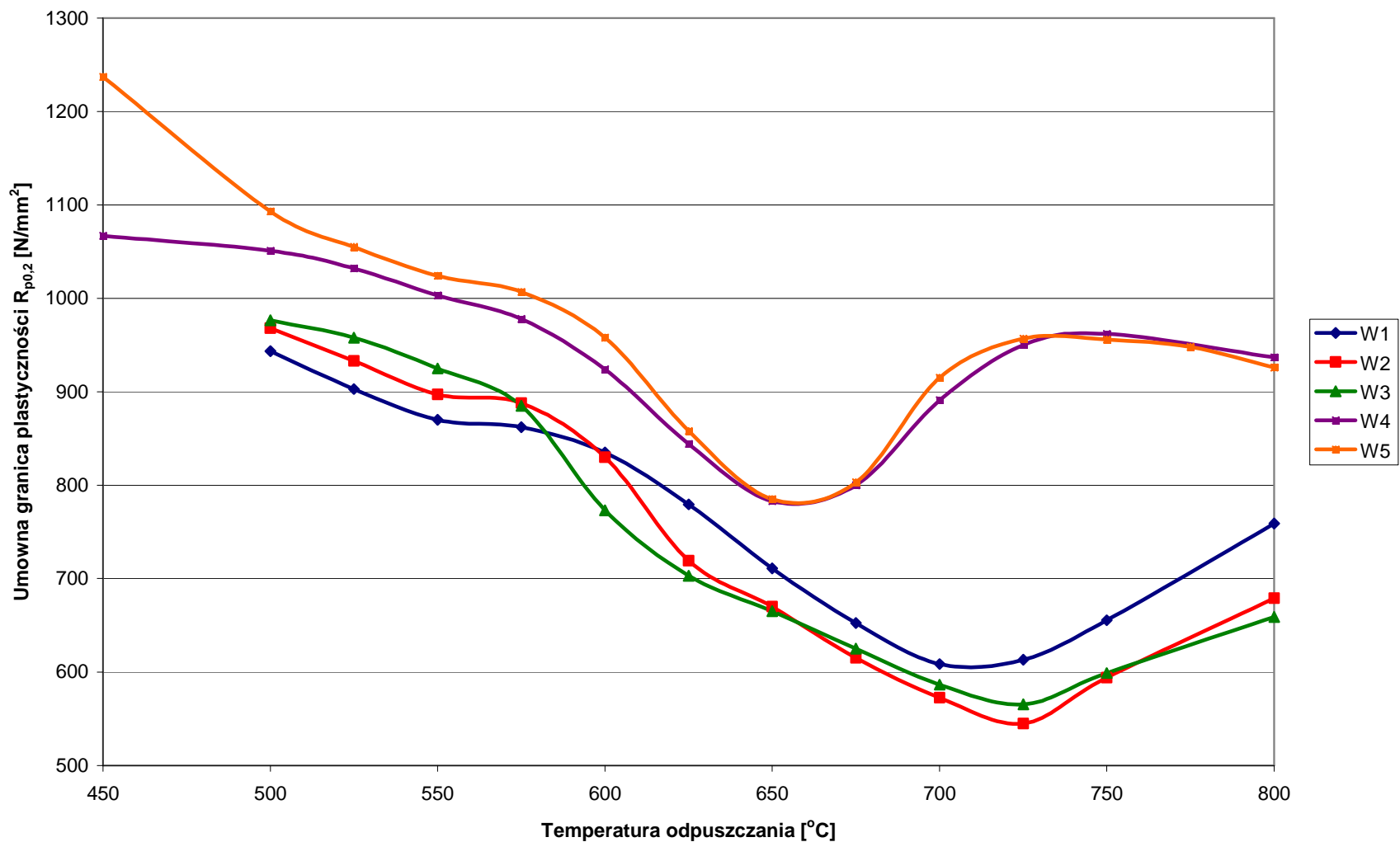
Rys. 81. Wpływ temperatury odpuszczania na własności wytrzymałościowe oraz pracę łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wyciupki W3



Rys. 82. Wpływ temperatury odpuszczania na własności wytrzymałościowe oraz pracę łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W4

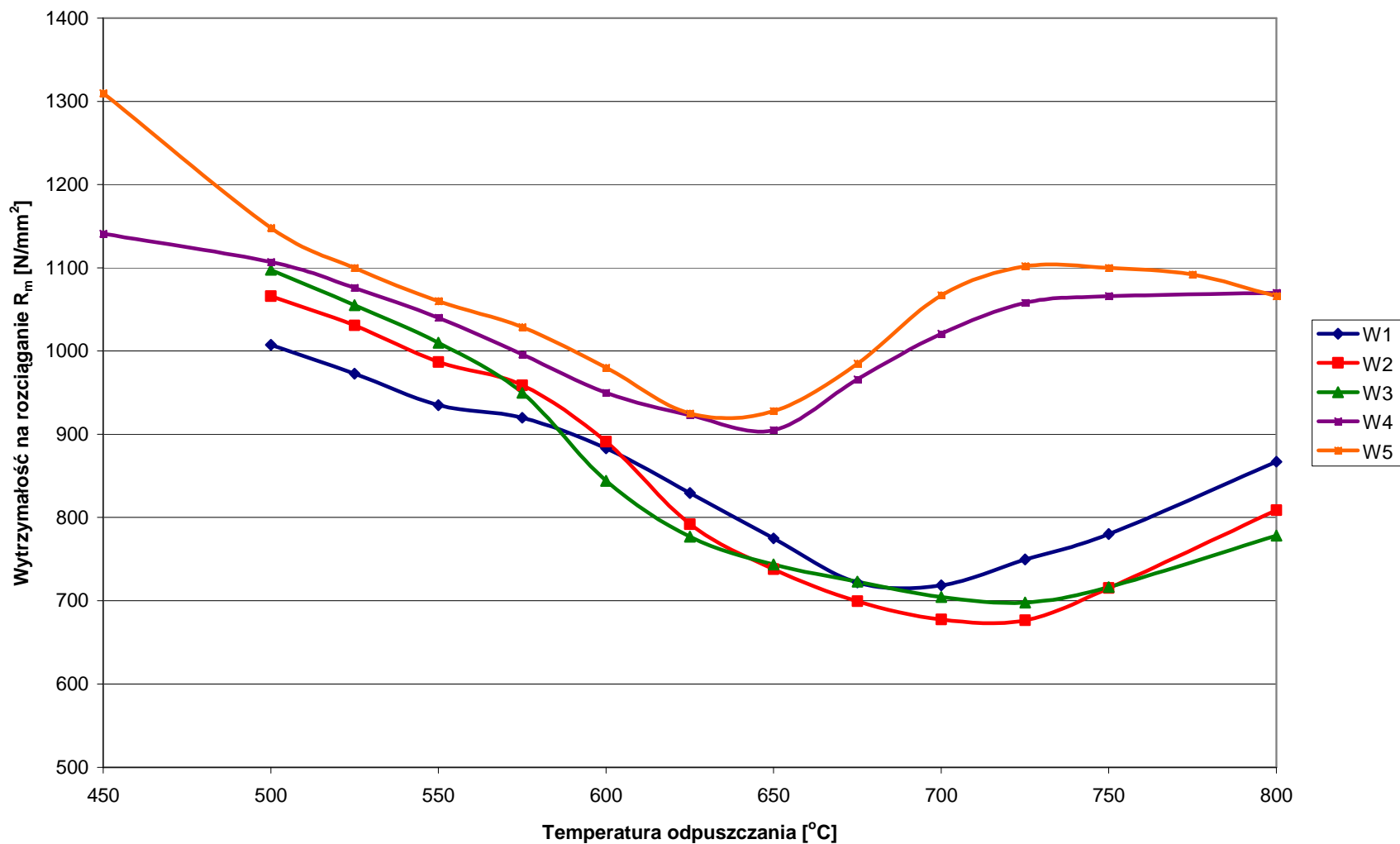


Rys. 83. Wpływ temperatury odpuszczania na własności wytrzymałościowe oraz pracę łamania w temperaturze +20 °C i -84 °C dla wytopu W5

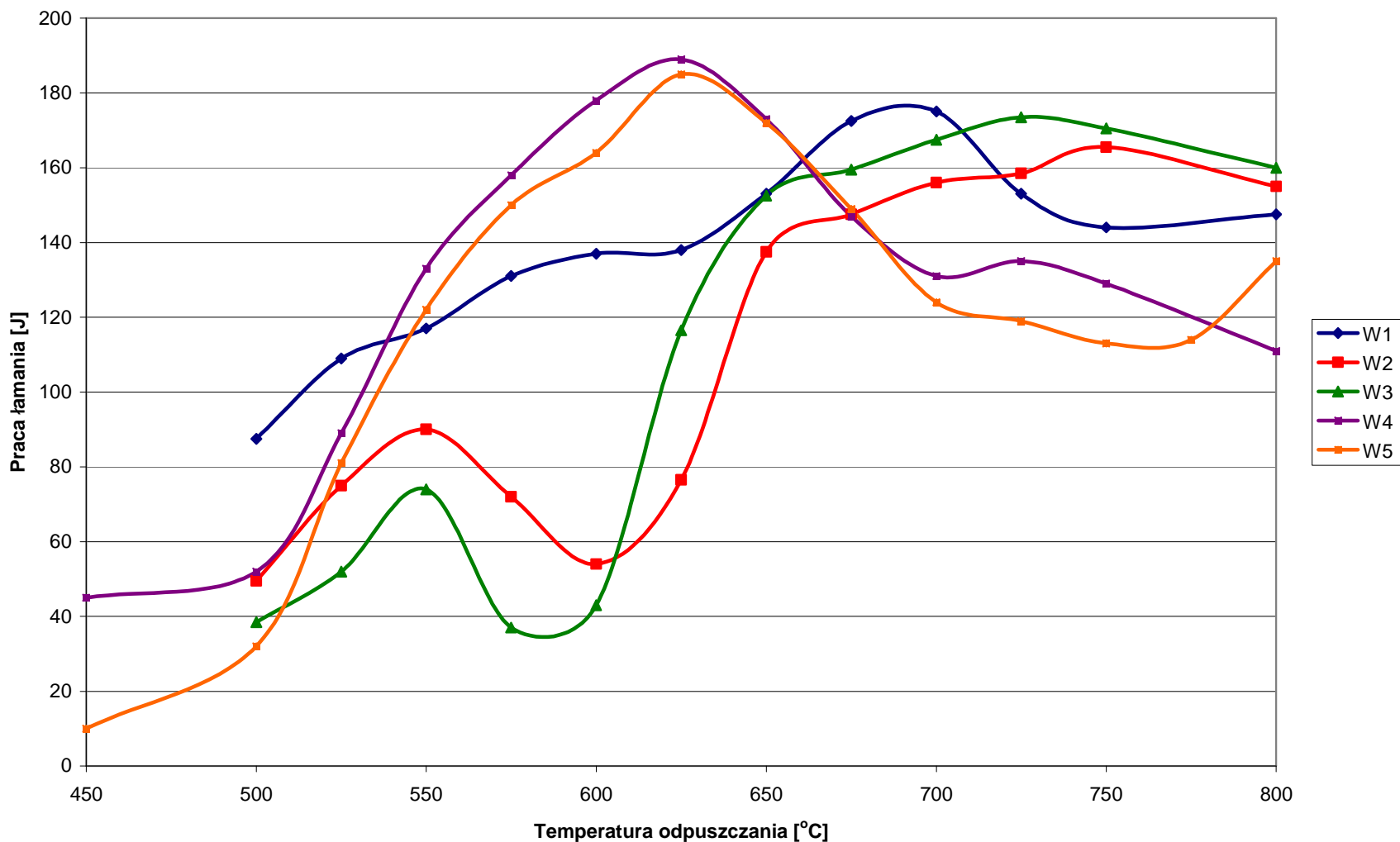


Rys. 84. Porównanie wpływu temperatury odpuszczania na zmianę umownej granicy plastyczności  $R_{p0,2}$  dla wytopów od W1 do W5

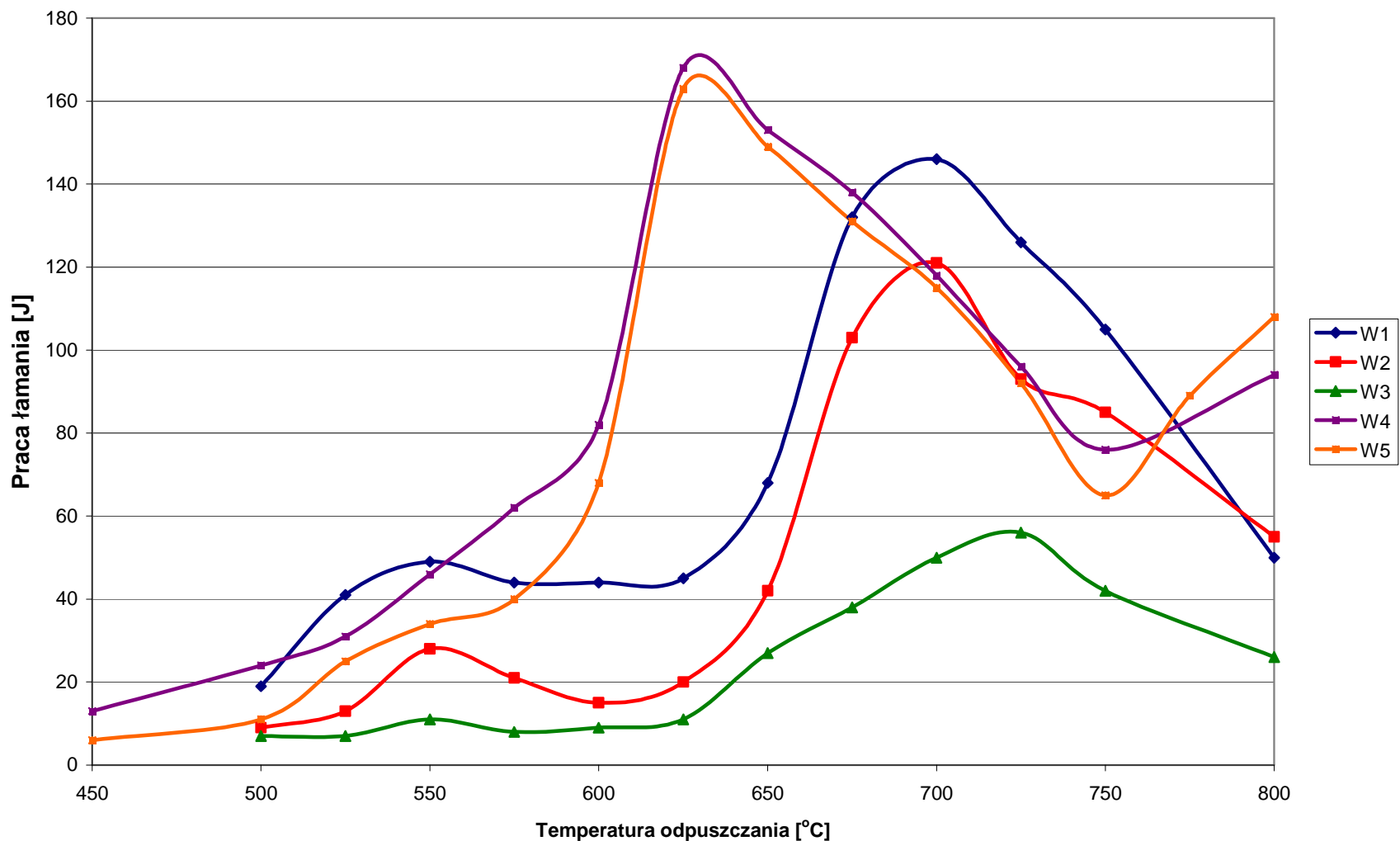




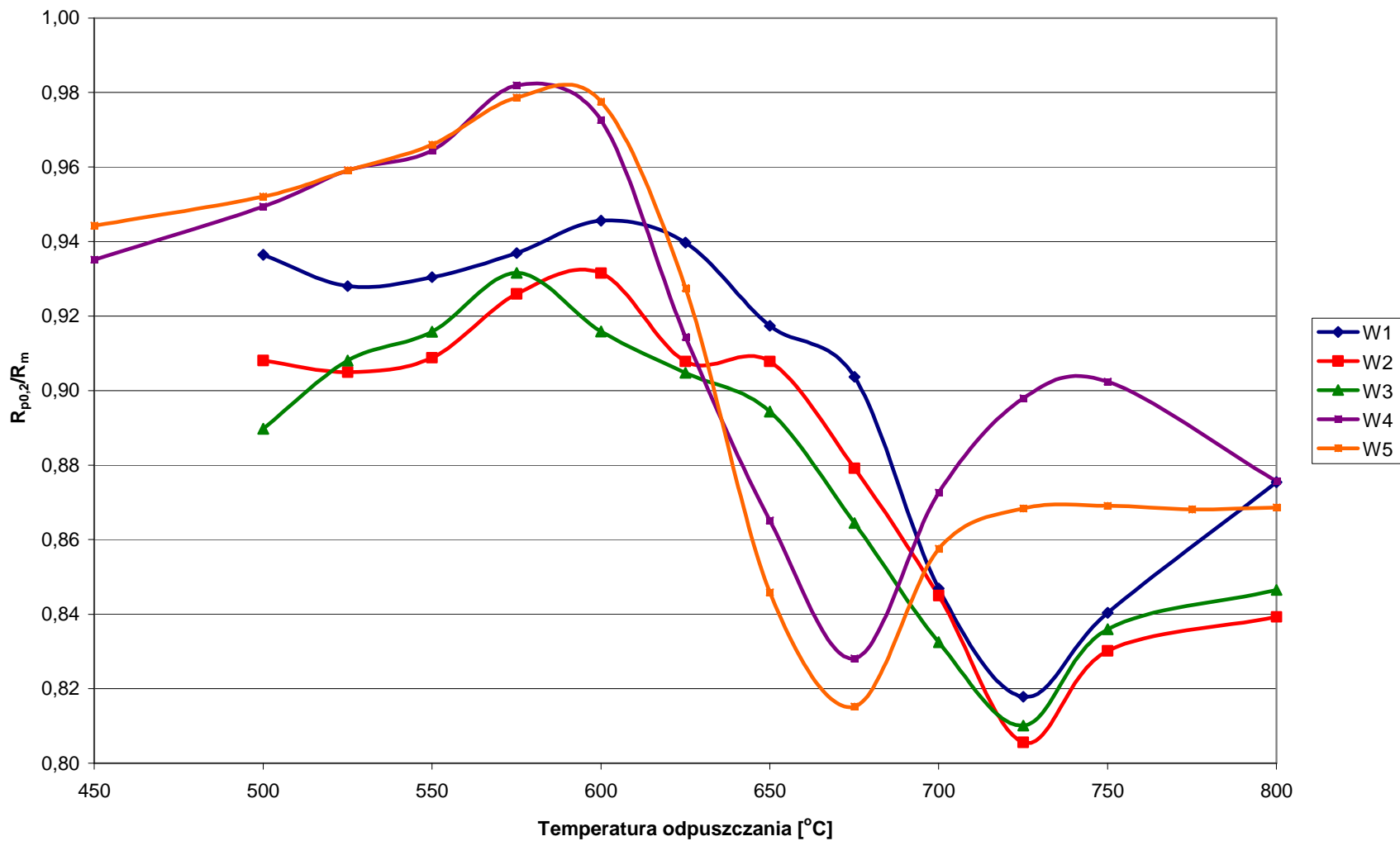
Rys. 85. Porównanie wpływu temperatury odpuszczania na zmianę wytrzymałości  $R_m$  dla wytopów od W1 do W5



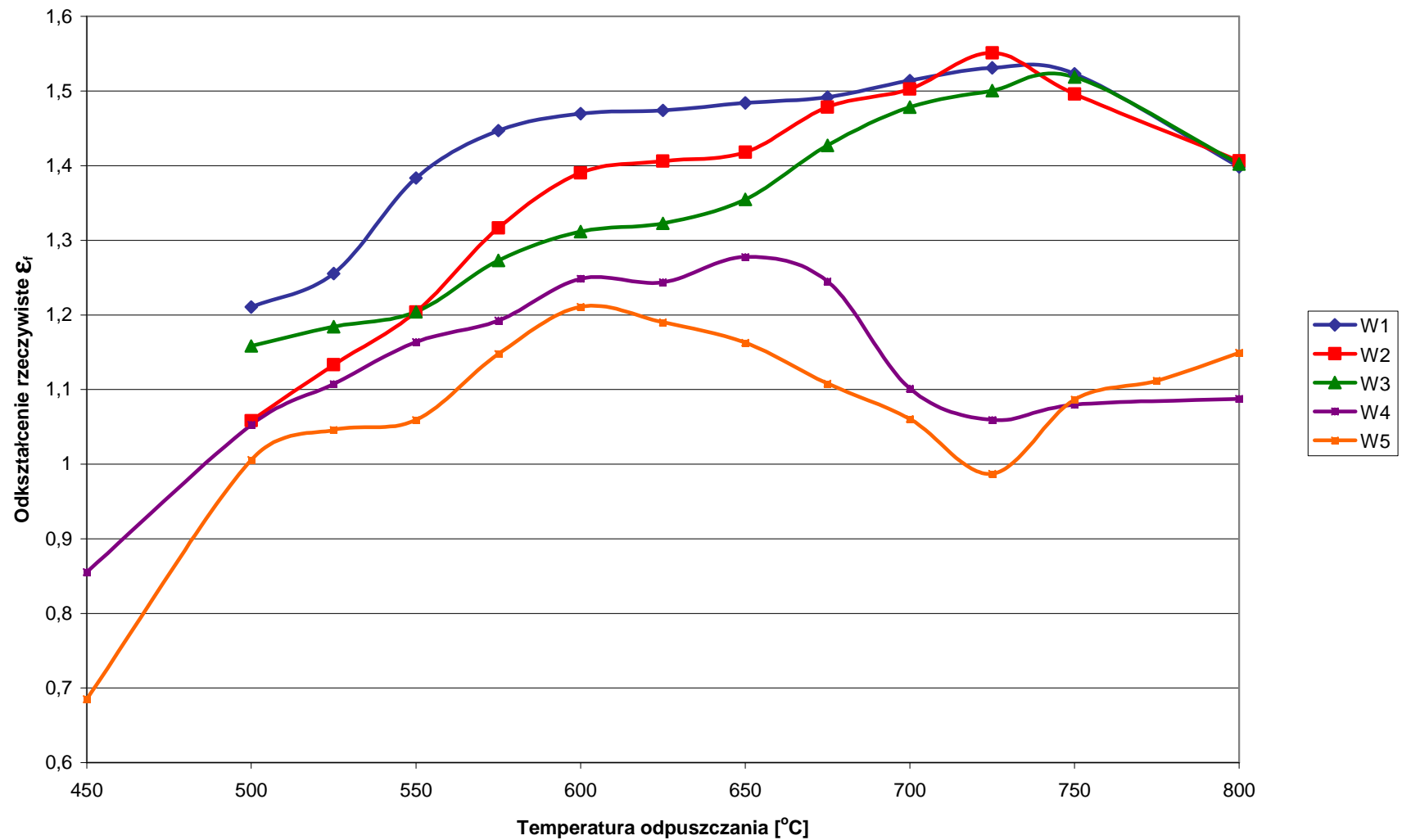
Rys 86. Porównanie wpływu temperatury odpuszczania na zmianę pracy łamania mierzonej w temperaturze +20 °C dla wytopów od W1 do W5



Rys. 87. Porównanie wpływu temperatury odpuszczania na zmianę pracy łamania mierzonej w temperaturze  $-84^{\circ}\text{C}$  dla wytopów od W1 do W5

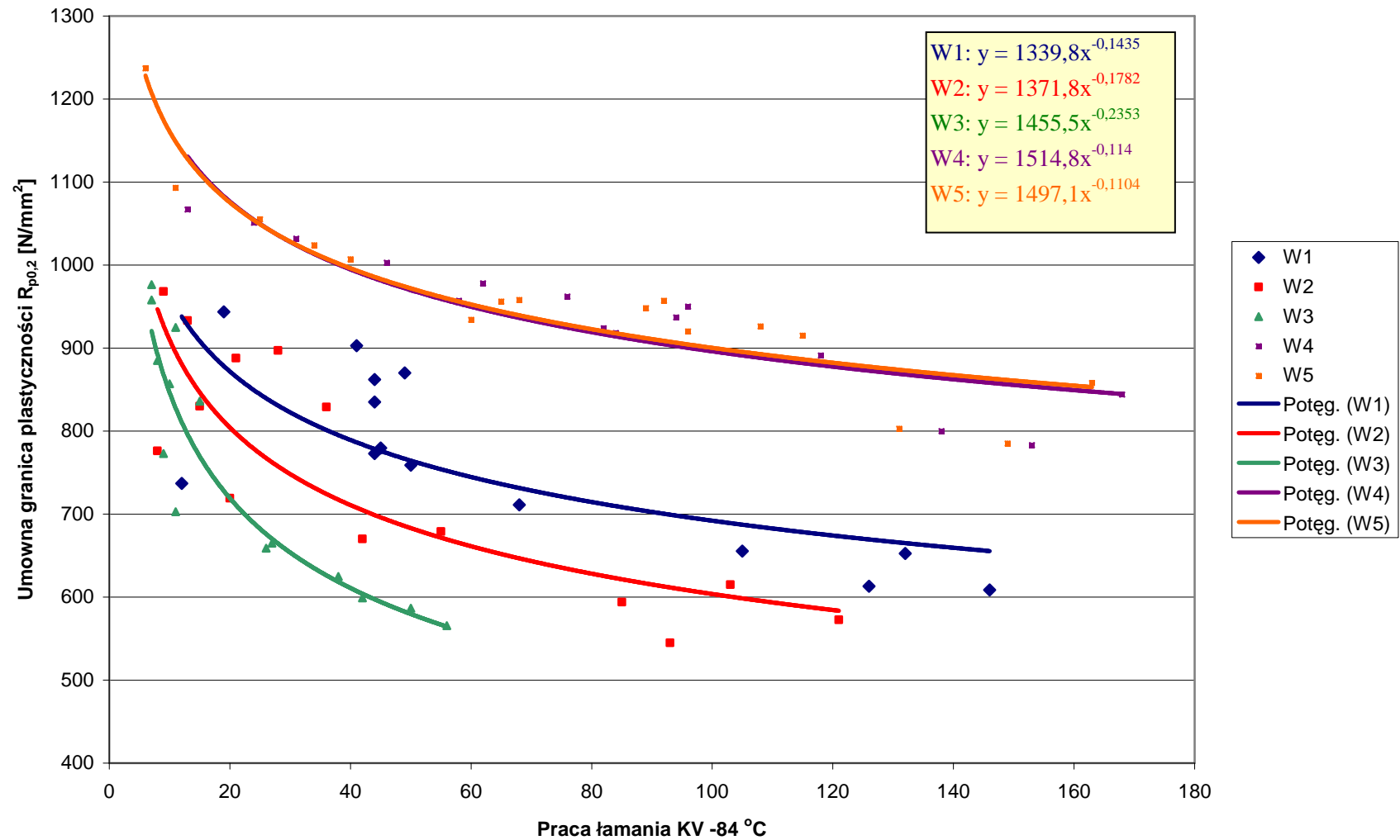


Rys. 88. Porównanie wpływu temperatury odpuszczania na zmianę stosunku umownej granicy plastyczności  $R_{p0,2}$  do wytrzymałości  $R_m$  dla wytopów od W1 do W5



Rys. 89. Porównanie wpływu temperatury odpuszczania na zmianę odkształcenia rzeczywistego  $\epsilon_r$  dla wytopów od W1 do W5

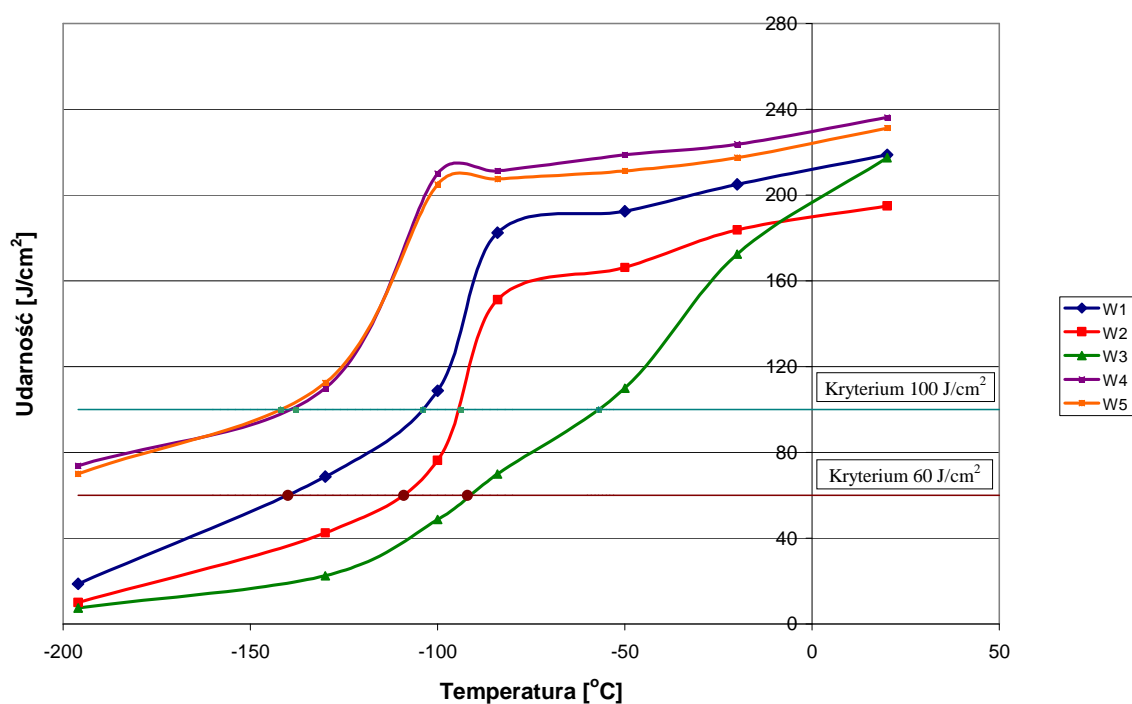




Rys. 90. Przebieg zmiany pracy łamania mierzonej w -84 °C w funkcji umownej granicy plastyczności  $R_{p0,2}$  dla wytopów od W1 do W5

Tabela 12. Wyniki pomiaru udarności KCV [ $\text{J}/\text{cm}^2$ ] w temperaturze od  $+20\text{ }^\circ\text{C}$  do  $-196\text{ }^\circ\text{C}$  na próbkach poprzecznych dla wytopów od W1÷W5 (wartości średnie z dwóch pomiarów)

Wytop	Temperatura odpuszczania	Temperatura próby [ $^\circ\text{C}$ ] (K)							T <sub>pk</sub> $^\circ\text{C}$ (K)	
		20 (293)	-20 (253)	-50 (223)	-84 (189)	-100 (173)	-130 (143)	-196 (77)	60 $\text{J}/\text{cm}^2$	100 $\text{J}/\text{cm}^2$
W1	700 $^\circ\text{C}$	219	205	193	183	109	69	19	-140 (133)	-104 (169)
W2	700 $^\circ\text{C}$	195	184	166	151	76	43	10	-109 (164)	-96 (177)
W3	725 $^\circ\text{C}$	218	173	110	70	49	23	8	-92 (181)	-58 (215)
W4	625 $^\circ\text{C}$	236	224	219	211	210	110	74	-	-138 (135)
W5	625 $^\circ\text{C}$	231	218	211	208	205	113	70	-	-142 (131)



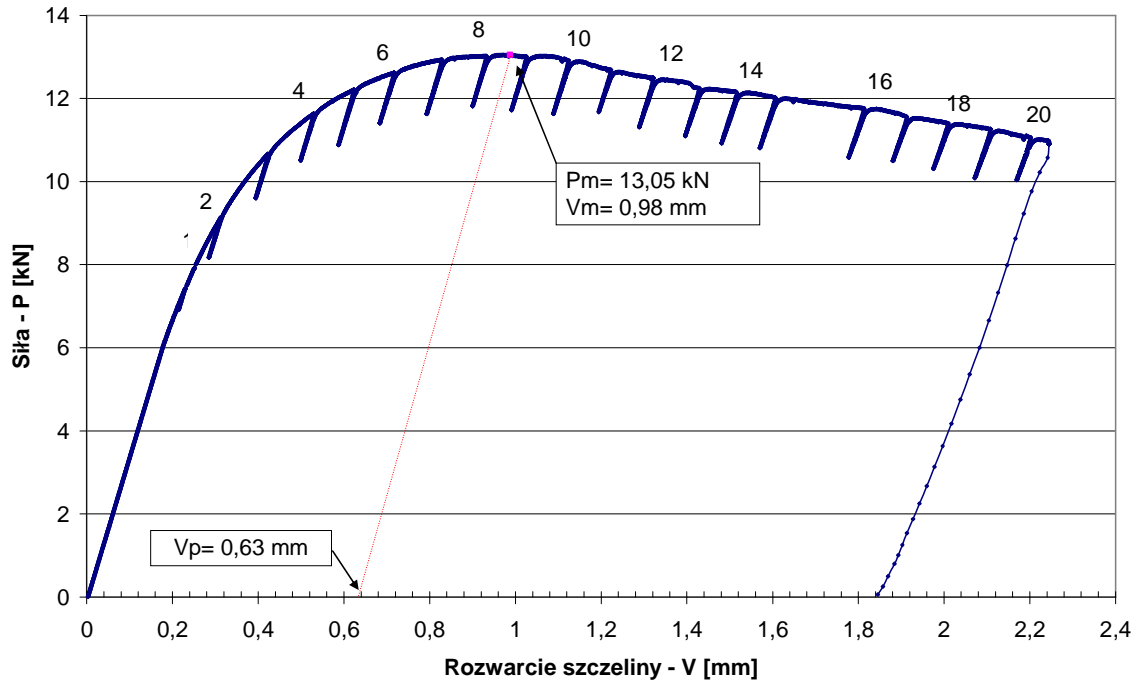
Rys. 91. Przebieg zmiany udarności stali w funkcji temperatury badania

## 7.6. Ocena odporności na pękanie

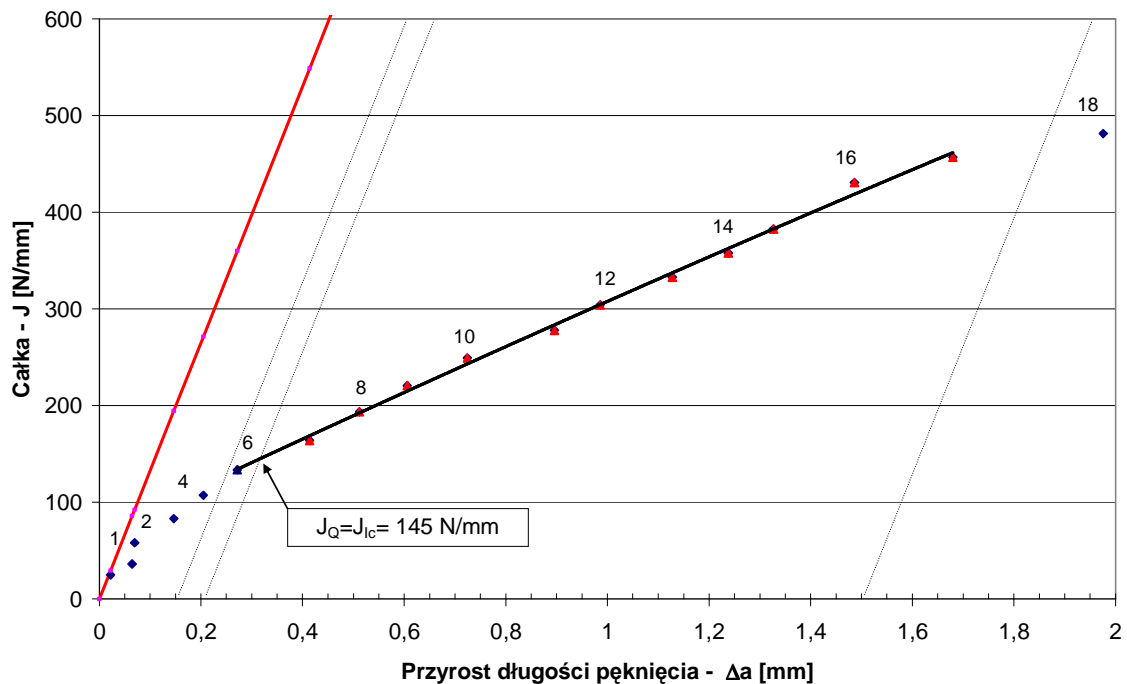
Ocenę odporności na pękanie przeprowadzono w zakresie najwyższej wytrzymałości, tj. dla wytopów W1÷W3 po odpuszczaniu w 500 °C, a dla wytopów W4 i W5 po odpuszczaniu w 450 °C. Dla tego zakresu temperatury jako metodę oceny odporności na pękanie wybrano procedurę wyznaczenia krytycznej wartości współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}$ . Próby przeprowadzono w oparciu o normę [170] oraz jej polski odpowiednik [171]. W zakresie zwiększonej udarności jako ocenę odporności na pękanie przyjęto całkę Rice'a  $J_{Ic}$ , której procedura wyznaczania jest opisana w normie [172] oraz [173]. W tym przypadku dla wytopów W1÷W3 badania przeprowadzono w obszarach największej udarności, a dla wytopu W4 i W5 dodatkowo wybrano obszar spełniający zarówno kryterium 130 ksi (890 N/mm<sup>2</sup>) jak i kryterium 81J w temperaturze -84 °C. W przypadku trudności z wyznaczeniem współczynnika  $K_{Ic}$  lub  $J_{Ic}$  jako miarę odporności na pękanie zastosowano podejście krytycznego rozwarcia wierzchołka szczeliny CTOD zgodnie z normą [174]. Do badań przygotowano próbki zwarte typu CT pobrane poprzecznie do kierunku walcowania. Wymiary i parametry geometryczne wszystkich badanych próbek zestawiono w tabeli 13.

W pierwszej fazie wprowadzono we wszystkich próbkach szczelinę zmęczeniową  $a_s$ , której długość dla próbek o grubości  $B = 12$  mm powinny mieścić się w zakresie 1,3÷2,4 mm. Badania wytopów W1÷W3 w zakresie największej udarności przeprowadzono na hydraulicznej maszynie wytrzymałościowej Instron 8511.20 z głowicą 20 kN. W pozostałych próbach zastosowano hydrauliczną maszynę wytrzymałościową typu EU 20 z ekstensometrycznymi czujnikami siły i przemieszczenia podłączonych do komputera poprzez kartę pozyskiwania danych DAS 800. Na podstawie uzyskanych przebiegów w układzie siła – rozwarcie szczeliny  $P=f(V)$  przyjęto odpowiednie procedury postępowania w celu określenia parametrów charakteryzujących odporność na pękanie. Dla wszystkich próbek wyznaczono współrzędne maksymalnej wartości siły  $P$  i odpowiadającej jej wartości rozwarcia szczeliny  $V$ . Na tej podstawie określano wartość składowej odkształcenia plastycznego  $V_p$  niezbędnej do określenia wartości parametru  $\delta$  w procedurze CTOD. Procedurę wyznaczenia całki Rice'a dla wytopów W1÷W3 w obszarach największej udarności pokazano na rys. 92÷97. Przedstawiono krzywe w układzie siła – rozwarcie szczeliny oraz odpowiadające im graficzne wyznaczenia krytycznej wartości całki Rice'a  $J_{Ic}$ . Przebiegi dla pozostałych próbek zostały

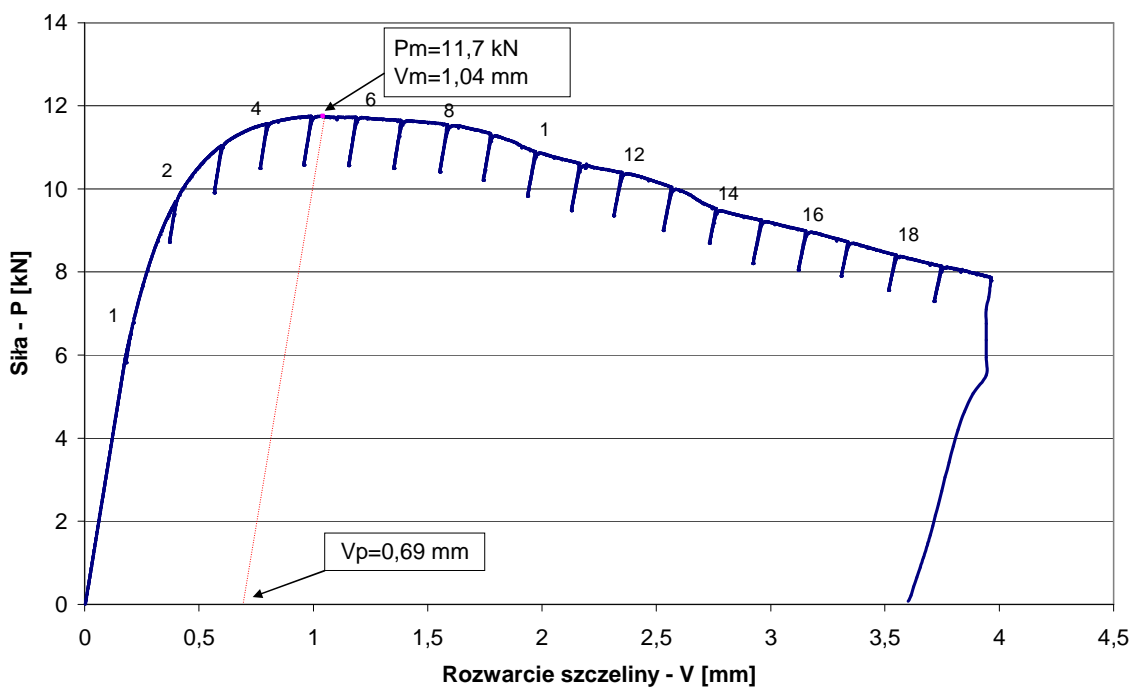
zamieszczone w **aneksie 1**, a wyniki obliczeń poszczególnych parametrów przedstawiono w tabeli 14.



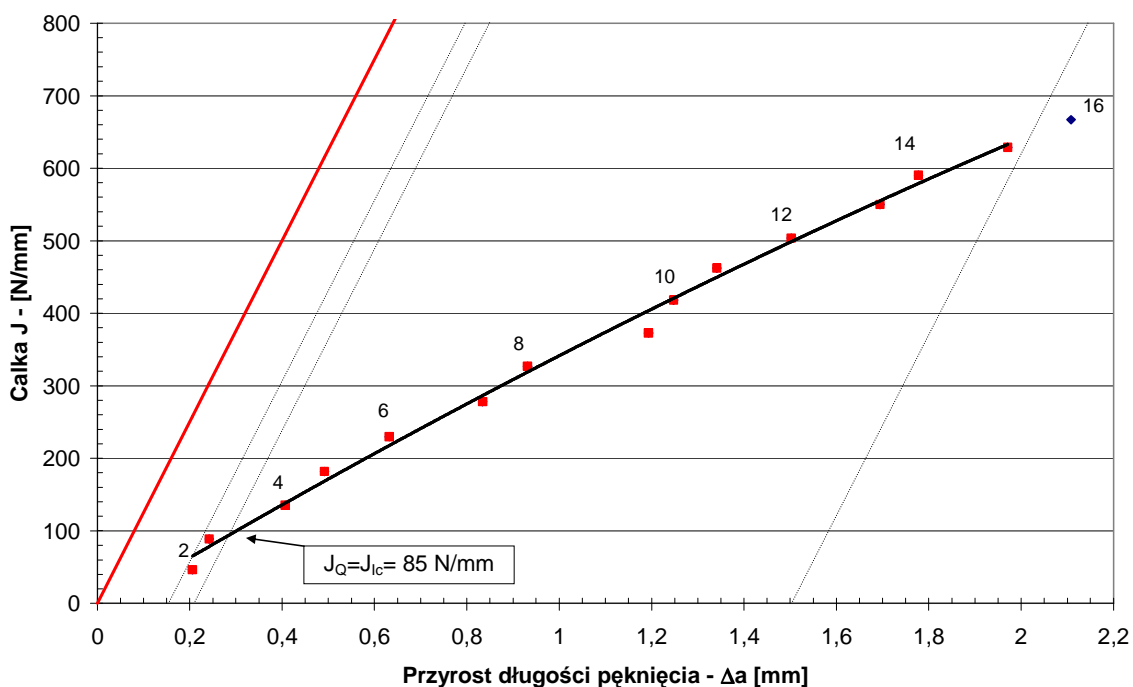
Rys 92. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W1 po odpuszczaniu w temperaturze 700 °C



Rys. 93. Wyznaczenie wartości krytycznej całki  $J_{Ic}$  dla próbki poprzecznej z wytopu W1 po odpuszczaniu w temperaturze 700 °C

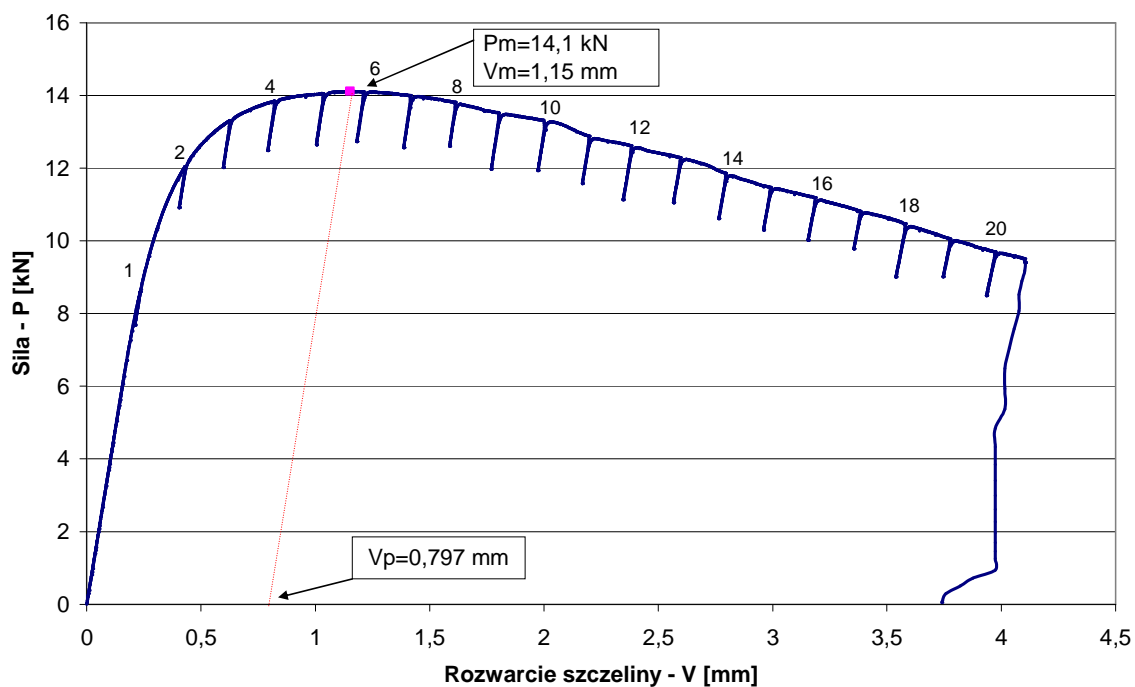


Rys. 94. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W2 po odpuszczeniu w temperaturze 750 °C

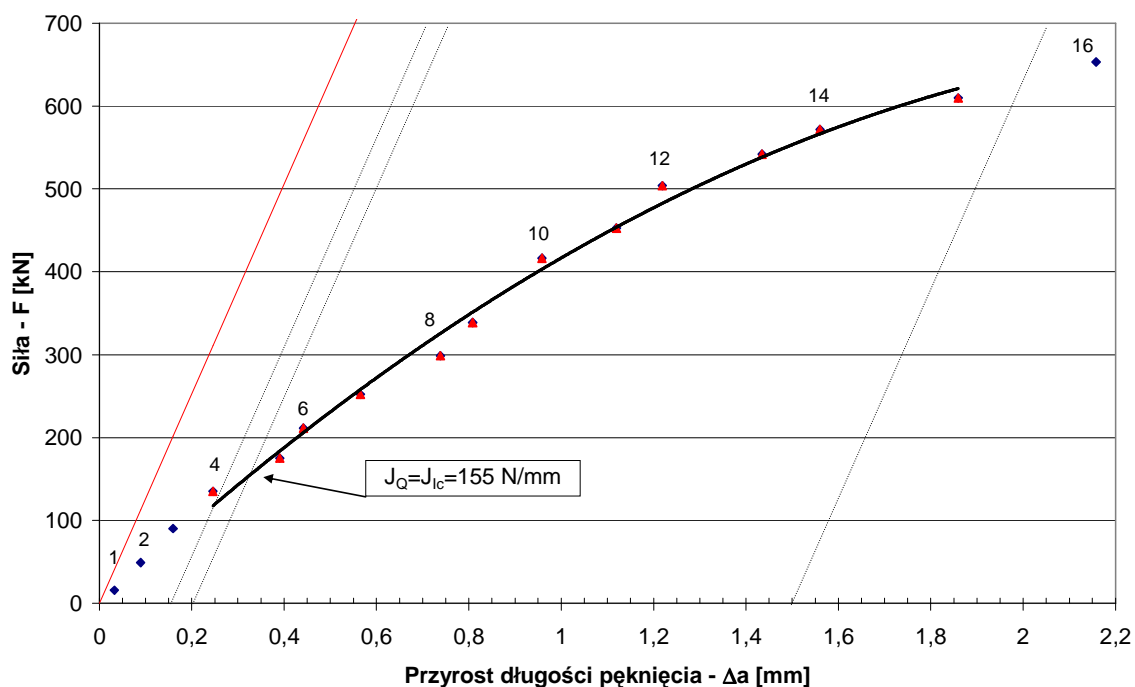


Rys. 95. Wyznaczenie wartości krytycznej całki  $J_{Ic}$  dla próbki poprzecznej z wytopu W2 po odpuszczeniu w temperaturze 750 °C





Rys. 96. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W3 po odpuszczeniu w temperaturze 725 °C



Rys. 97. Wyznaczenie wartości krytycznej całki  $J_{Ic}$  dla próbki poprzecznej z wytopu W3 po odpuszczeniu w temperaturze 725 °C

Tabela 13. Zestawienie parametrów geometrycznych potrzebnych do określenia wskaźników odporności na pękanie

Wytop	Temperatura odpuszczania	B	W	a <sub>o</sub>	a <sub>s</sub>	b	a <sub>o</sub> /W	f(a/W)		
		[mm]						J <sub>Ic</sub>	K <sub>Ic</sub>	δ
W1	500°C	11,98	24,1	12,7	1,92	11,4	0,526	-	10,45	10,45
W2	500°C	12,1	24,1	12,25	1,75	11,85	0,508	-	9,81	9,81
W3	500°C	12,1	24,1	13,02	1,95	11,08	0,54	-	10,98	10,98
W4	450°C	12,1	24,1	12,9	2,28	11,2	0,535	-	10,8	10,8
W5	450°C	12,1	24,1	12,62	1,52	11,48	0,523		10,45	10,45
W1	700°C	11,99	24,1	12,64	1,84	11,46	0,524	2,255	-	10,42
W2	750°C	11,97	24,1	13,82	1,82	10,25	0,574	2,228	-	12,37
W3	725°C	11,97	24,1	12,8	1,66	11,3	0,531	2,239	-	11,025
W4	725°C	11,93	24,1	12,06	1,46	12,04	0,5	-	-	9,66
W5	625°C	12,0	24,1	11,89	1,59	12,21	0,493	-	-	9,455
W5	725°C	11,95	24,1	11,85	1,45	12,25	0,491	-	-	9,426

Tabela 14. Zestawienie parametrów potrzebnych do obliczeń oraz wartości poszczególnych wskaźników odporności na pękanie

Wytop	Temperatura odpuszczania	R <sub>e</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	σ <sub>y</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]	E [GPa]	P <sub>Q</sub> [kN]	V <sub>m</sub> [mm]	P <sub>m</sub> [kN]	V <sub>p</sub> [mm]	J <sub>Ic</sub> [N/mm]	K <sub>Ic</sub> [MPa*m <sup>1/2</sup> ]		CTOD δ [μm]	R
										K <sub>Q</sub>	K <sub>Ic</sub>		
W1	500°C	944	1952	200,1	19,5	0,61	25,5	0,161	87 <sub>(obl)</sub>	109	138 <sub>(obl)</sub>	92	1,64
W2	500°C	968	2034	213,2	20,2	0,36	21,3	0,029	35 <sub>(obl)</sub>	105	99 <sub>(obl)</sub>	36	1,57
W3	500°C	977	2075	207,1	12,0	0,37	12,0	0,007	12 <sub>(obl)</sub>	70	70	12	1,09
W4	450°C	1064	2205	204,1	18,8	0,41	20,3	0,034	39 <sub>(obl)</sub>	116	94 <sub>(obl)</sub>	37	1,53
W5	450°C	1237	2547	219,8	6,5	0,11	6,7	0,006 8	5 <sub>(obl)</sub>	37	37	4	0,41
W1	700°C	609	1326	209,2	-	0,98	13,1	0,63	145	-	182 <sub>(obl)</sub>	188	-
W2	750°C	573	1251	212,8	-	1,04	11,7	0,69	85	-	140 <sub>(obl)</sub>	180	-
W3	725°C	566	1264	202,1	-	1,15	14,1	0,80	155	-	186 <sub>(obl)</sub>	235	-
W4	725°C	950	2008	209,8	-	0,59	23,6	0,20	86 <sub>(obl)</sub>	-	134 <sub>(obl)</sub>	90	-
W5	625°C	858	1783	204,1	-	0,85	22,5	0,45	141 <sub>(obl)</sub>	-	178 <sub>(obl)</sub>	167	-
W5	725°C	957	2059	206,3	-	0,55	23,5	0,17	79 <sub>(obl)</sub>	-	134 <sub>(obl)</sub>	83	-

(obl) – wartość określona na podstawie zależności (15) i (32)

## 7.7. Badania fraktograficzne

Analizie fraktograficznej poddano próbki udarnościami łamane w temperaturze +20 °C i w -84 °C po odpuszczaniu w zakresie temperatury od 500 °C do 800 °C dla wytopów W1÷W3 oraz od 450 °C do 800 °C dla wytopów W4 i W5. Dodatkowo przeprowadzono obserwacje topografii złomów próbek rozciąganych, które zostały przedstawione w *aneksie 2* oraz analizę fraktograficzną miejsc zarodkowania pęknięcia w próbkach z mechaniki pękania. Badania przeprowadzono za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego JOEL JSM5510LV.

Zmiana pracy łamania w funkcji temperatury odpuszczania dla wszystkich wytopów ma podobny przebieg z tego względu analiza topografii przełomów zostanie przeprowadzona na jednym wytopie W5. Przełomy w zakresie temperatur odpuszczania od 450 do 550 °C wykazują cechy pęknięcia transkrystalicznego kruchego z obszarami przełomu międzykrystalicznego kruchego, zarówno w temperaturze otoczenia jak i w -84 °C, rys. 98 a, b. Ze wzrostem temperatury odpuszczania zmienia się charakter pęknięcia. Po odpuszczaniu w temperaturze 575 °C przełom uzyskany w temperaturze otoczenia jest transkrystaliczny ciągliwy, natomiast w temperaturze -84 °C nadal obserwuje się obszary pęknięcia łupliwego, rys. 98 c, d. W temperaturze odpuszczania 625 °C zaobserwowano typowe cechy przełomu dla materiału o dużej plastyczności, w którym występują duże pojedyncze kraterki zarodkujące na pojedynczych wtrąceniach, rys. 98 e, f. Po odpuszczaniu w 700 °C przełom nadal jest ciągliwy jednak zwiększa się ilość drobnych mikropustek, które zarodkują prawdopodobnie na wydzieleniach fazy  $\epsilon$ -Cu, rys. 99 a, b. Przełom próbki po odpuszczaniu w temperaturze 750 °C łamanej w -84 °C wykazuje mieszany charakter pęknięcia. Obserwuje się obszary pęknięcia quasi łupliwego z niewielką ilością pęknięcia ciągliwego, rys. 99 c, natomiast w temperaturze otoczenia przełom ma cechy pęknięcia ciągliwego, rys. 99 d. W 800 °C przełom wykazuje cechy pęknięcia ciągliwego zarówno w temperaturze otoczenia jak i w -84 °C, rys. 99 e i f.

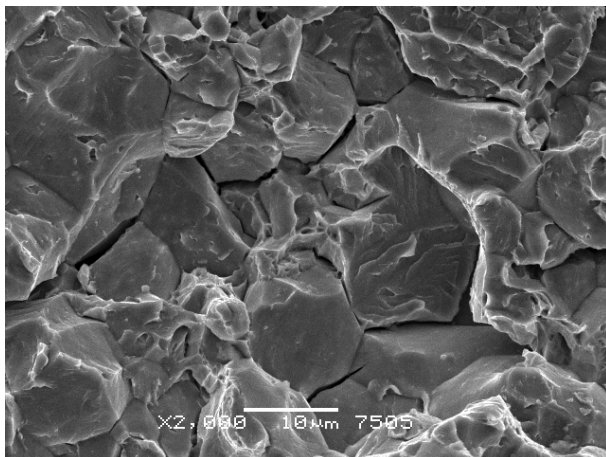
Analiza przełomów próbek udarnościami z wytopu W3 w obszarze nagłego spadku pracy łamania, tj. po odpuszczaniu w 575 i 600 °C ujawniła nagłą zmianę mechanizmu pęknięcia. Po odpuszczaniu w zakresie 500÷550 °C przełom ma charakter pęknięcia transkrystalicznego łupliwego w kształcie *rzeźby rzek* z rosnącym udziałem pęknięcia transkrystalicznego ciągliwego, zarówno w temperaturze otoczenia jak i w -84 °C, rys. 100 a i b. W temperaturze 575 °C obserwuje się zmianę typu pęknięcia

z transkrystalicznego kruchego na międzykrystaliczny kruchy z niewielkim udziałem pęknięcia ciągliwego, rys. 100c i d. Sposób pęknięcia ulega ponownie zmianie po odpuszczeniu w 625 °C. W temperaturze otoczenia przełom ma charakter mieszany, obserwuje się zarówno obszary pęknięcia łupliwego z widocznymi płaszczyznami łupliwości oraz mikropustki z widocznymi wtrąceniami, co jest typowe dla pęknięcia ciągliwego, rys. 100e. W temperaturze -84 °C dominuje przełom łupliwy i quasi-łupliwy z niewielką ilością przełomu ciągliwego, rys. 100f. Zarówno w temperaturze otoczenia jak i w temperaturze obniżonej po odpuszczeniu w 625 °C, przełom nie wykazywał cech pęknięcia międzykrystalicznego.

Badania fraktograficzne przełomów próbek z mechaniki pęknięcia wykazały, że przy odpuszczeniu w zakresie szczytu wytrzymałości rozwój pęknięcia był krytyczny. Na rys. 101 przedstawiono topografię próbki W5 po odpuszczeniu w temperaturze 450 °C. W miejscu zarodkowania pęknięcia w pobliżu szczeliny zmęczeniowej przełom ma charakter pęknięcia transkrystalicznego kruchego z obszarami pęknięcia międzykrystalicznego kruchego z minimalną ilością przełomu ciągliwego, rys. 101 a i b. Analizowany przełom w odległości 0,5 mm i 1 mm od czoła szczeliny zmęczeniowej nadal wykazywał cechy przełomu kruchego transkrystalicznego i międzykrystalicznego tym razem bez obszarów pęknięcia ciągliwego, rys. 101 c i d. W przypadku przełomu próbki z wytopu W5 po odpuszczeniu w temperaturze 625 °C, zarówno miejsce zarodkowania pęknięcia jak i w odległości 0,5 mm i 1 mm od czoła szczeliny zmęczeniowej, charakter pęknięcia wykazywał cechy przełomu transkrystalicznego ciągliwego, rys. 102.

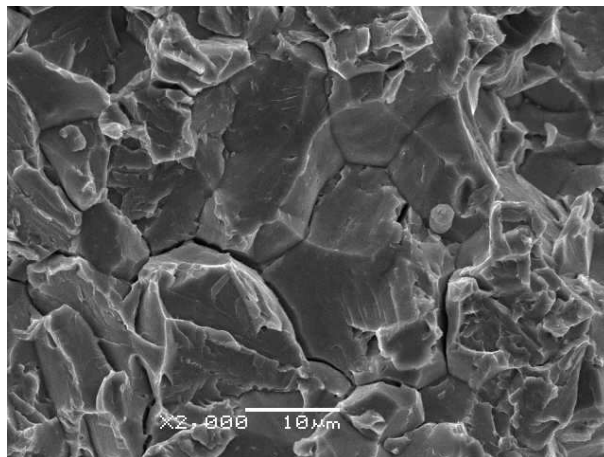


+20 °C

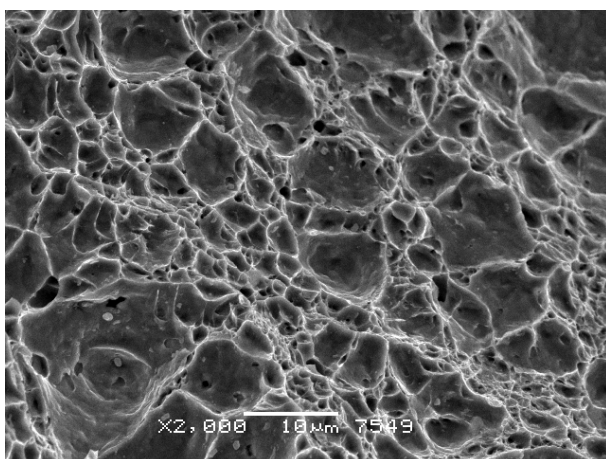


a)

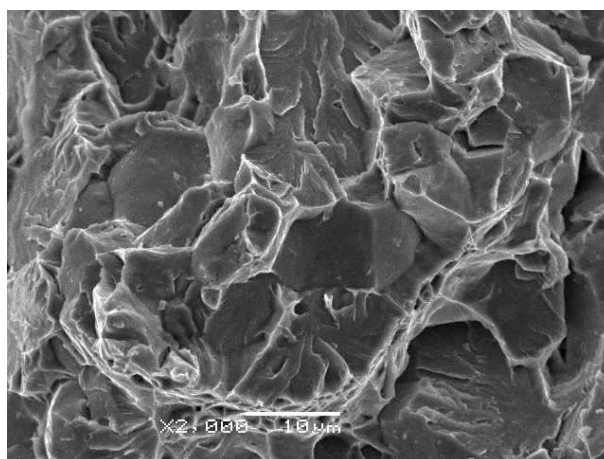
-84 °C



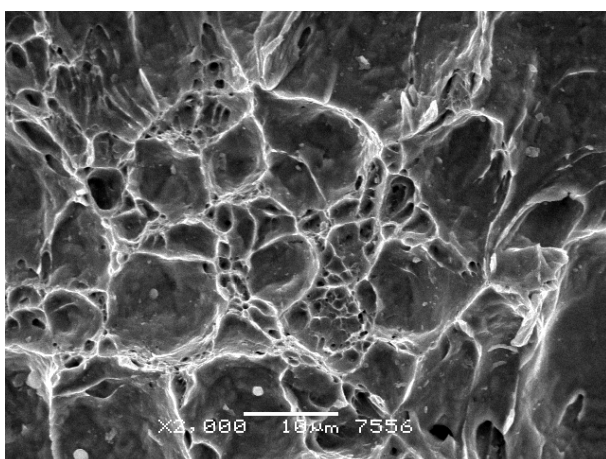
b)



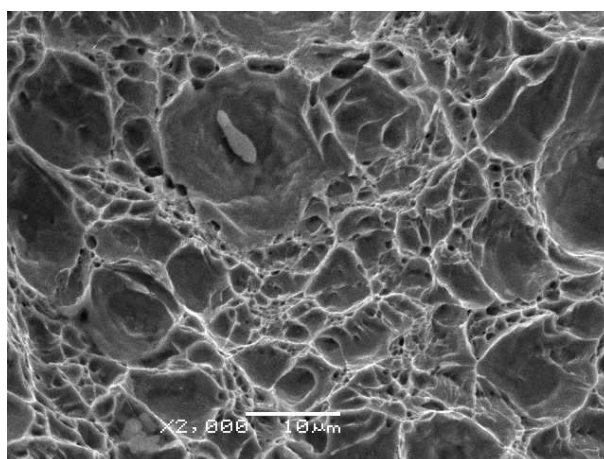
c)



d)



e)



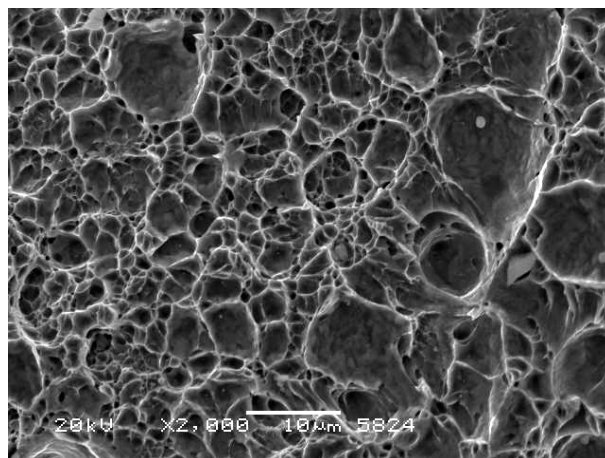
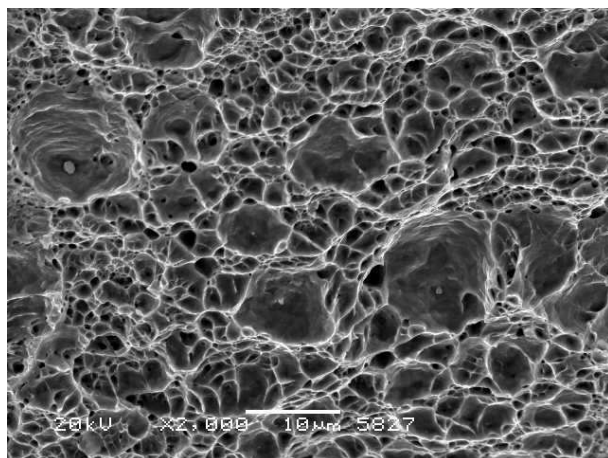
f)

Rys. 98. Topografia przekłomów próbek KV dla wytopu W5 po odpuszczeniu:  
a, b) w 450 °; c, d) w 575 °C; e, f) w 625 °C



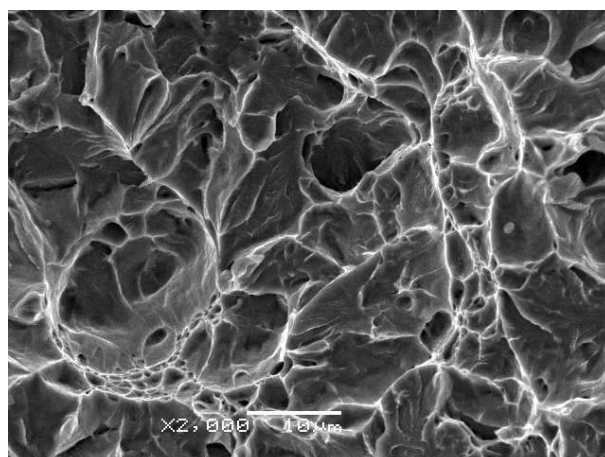
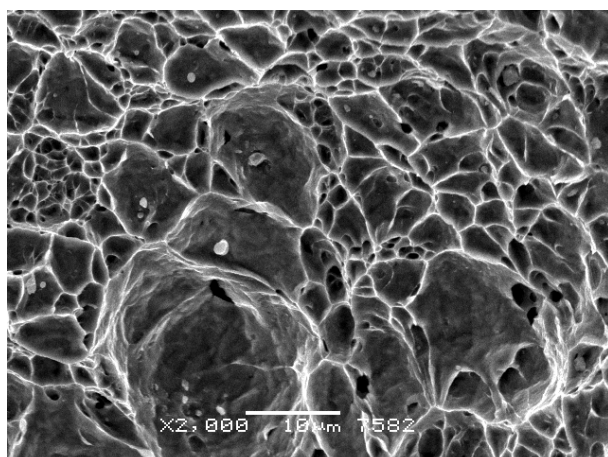
+20 °C

-84 °C



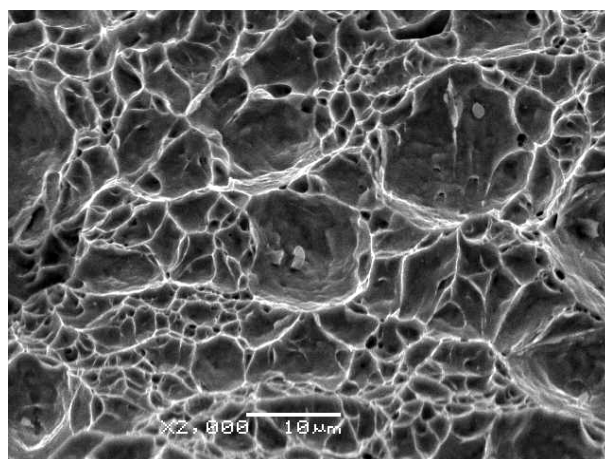
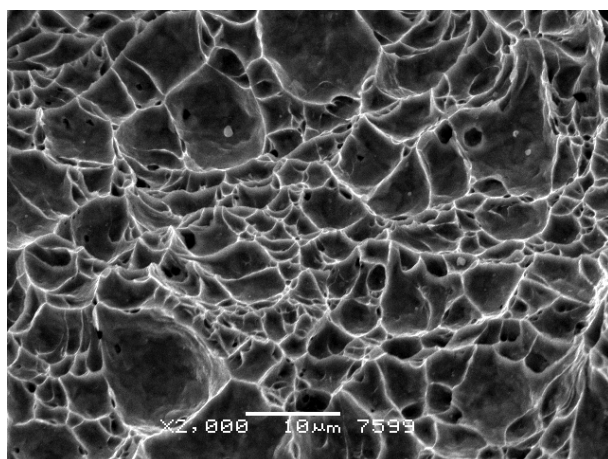
a)

b)



c)

d)



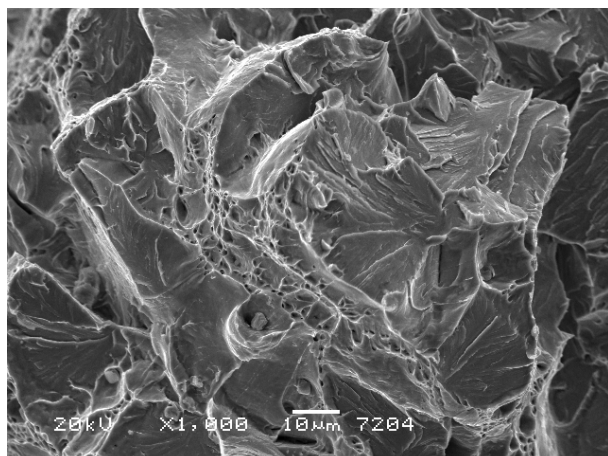
e)

f)

Rys. 99. Topografia przelomów próbek KV dla wytopu W5 po odpuszczeniu:  
a, b) w 700 °C; c, d) w 750 °C; e, f) w 800 °C

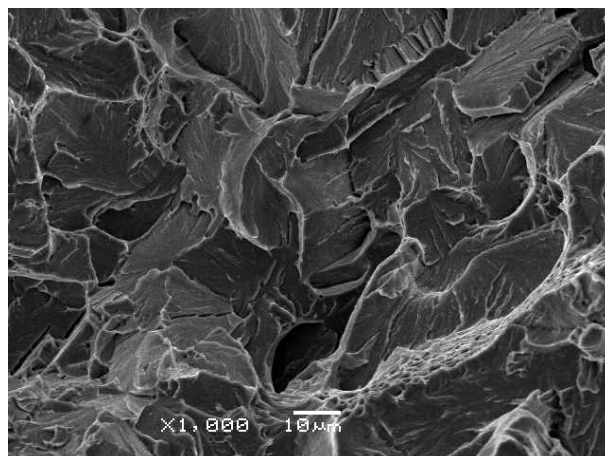


+20 °C

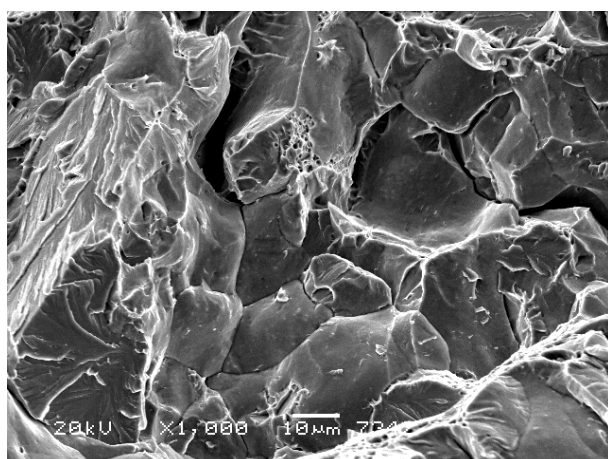


a)

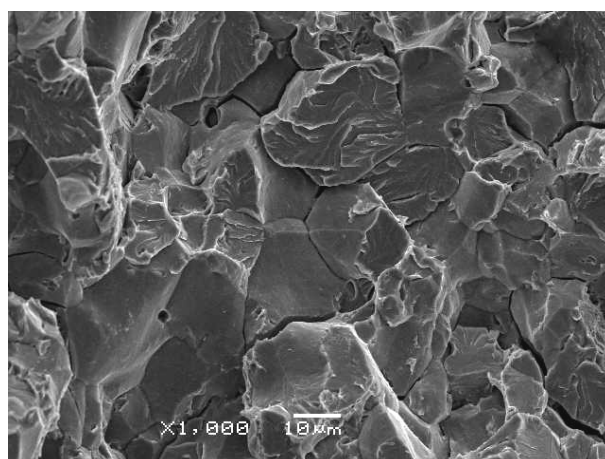
-84 °C



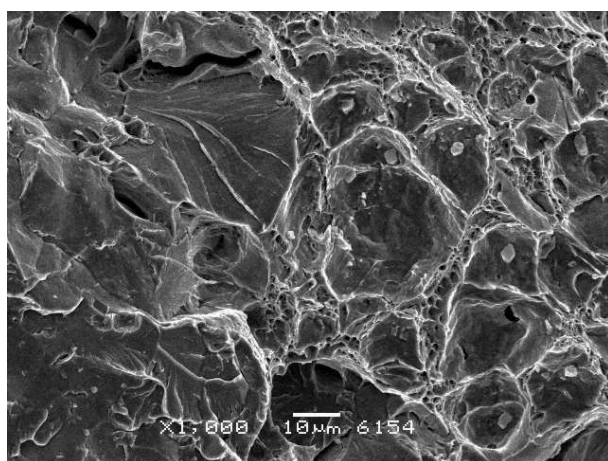
b)



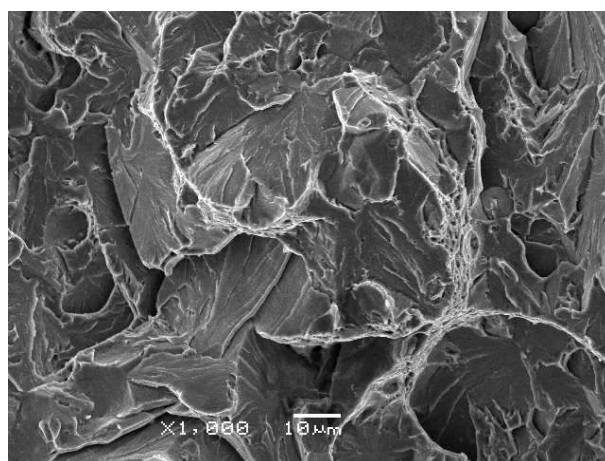
c)



d)



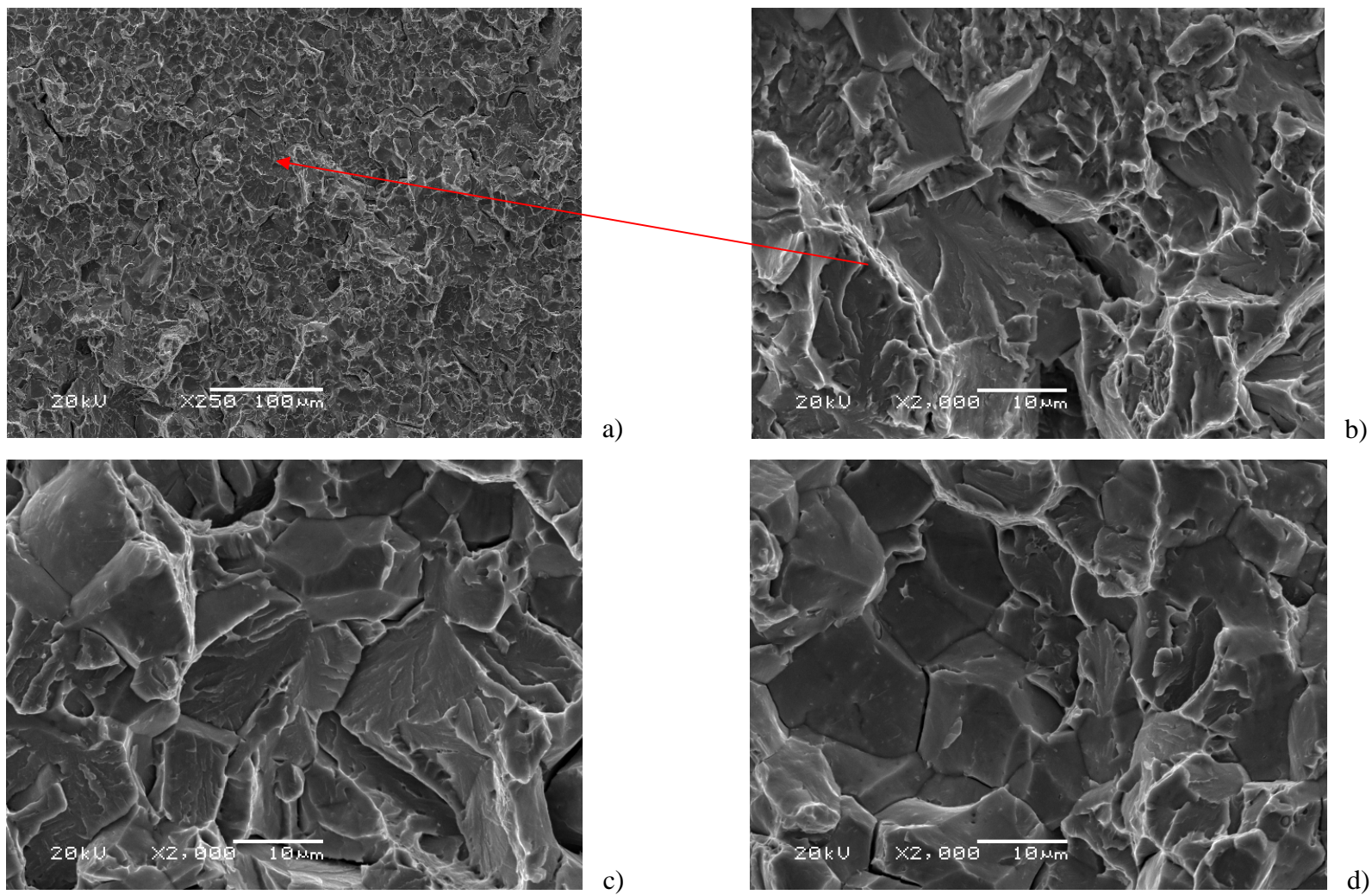
e)



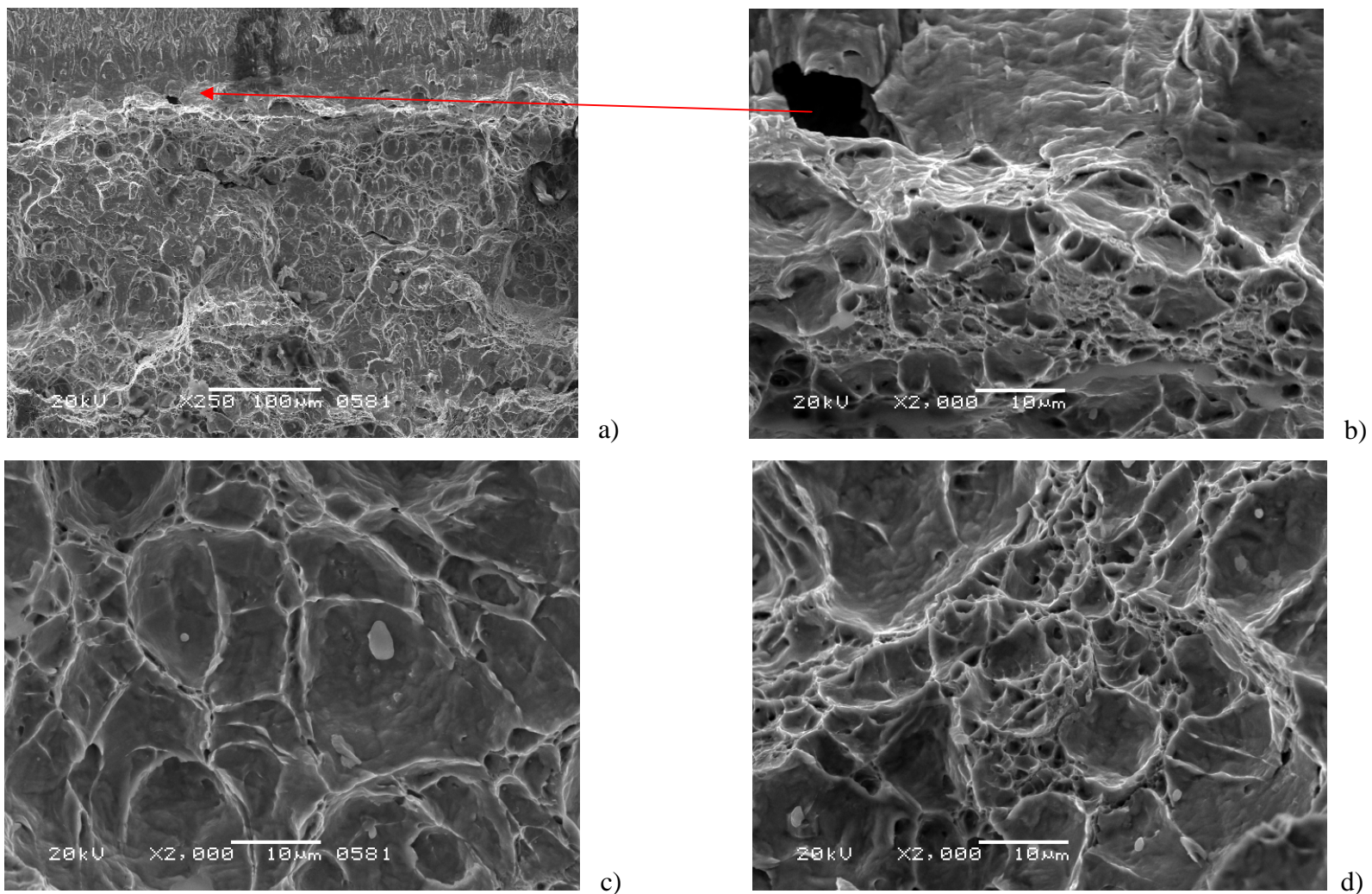
f)

*Rys. 100. Topografia przelomów próbek KV dla wytopu W3 po odpuszczeniu:  
a, b) w 550 °C; c, d) w 575 °C; e, f) w 625 °C*





Rys. 101. Fraktografia przełomu próbki  $K_{Ic}$  dla wytopu W5 po odpuszczeniu w temperaturze 450 °C: a) widok ogólny przełomu w pobliżu pęknięcia zmęczeniowego, b) miejsce zarodkowania pęknięcia przy wierzchołku szczeliny zmęczeniowej, c) topografia przełomu 0,5 mm od czoła szczeliny zmęczeniowej, d) topografia przełomu 1mm od czoła szczeliny zmęczeniowej



Rys. 102. Fraktografia przetłomu próbki  $J_{1c}$  dla wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze 625 °C: a) widok ogólny przetłomu w pobliżu pęknięcia zmęczeniowego, b) miejsce zarodkowania pęknięcia przy wierzchołku szczeliny zmęczeniowej, c) topografia przetłomu 0,5 mm od czola szczeliny zmęczeniowej, d) topografia przetłomu 1mm od czola szczeliny zmęczeniowej



## 8. DYSKUSJA I PODSUMOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Do podstawowych celów rozprawy doktorskiej należało:

1. Zmodyfikowanie składu chemicznego niskowęglowych stali konstrukcyjnych z dodatkiem miedzi umożliwiające uzyskanie na próbkach poprzecznych do kierunku walcowania:  $R_{p0,2} > 890 \text{ N/mm}^2$ , przy jednoczesnym zachowaniu  $KV > 81 \text{ J}$  mierzonej w temperaturze  $-84 \text{ }^\circ\text{C}$ .
2. Zbadanie przebiegu zmiany własności mechanicznych w funkcji temperatury odpuszczania oraz określenie parametrów obróbki cieplnej spełniających założone kryteria.

W tym celu przygotowano pięć wytopów laboratoryjnych charakteryzujących się bardzo niską zawartością węgla w zakresie  $0,015 \div 0,03\%$ . Zaproponowano dwa kierunki modyfikacji składu chemicznego. W wytopach W1÷W3 zastosowano dodatek molibdenu od około 1% do 3% przy zawartości węgla  $C < 0,02\%$ . Pozostałe pierwiastki, utrzymano na stałym poziomie.

W kolejnych dwóch wytopach W4 i W5 zastosowano wyższą zawartość węgla około 0,03% oraz podwyższono zawartość manganu i niklu odpowiednio do około 2% i 6%. W wytopie W5 dodatkowo zwiększono zawartość miedzi do około 2%. We wszystkich badanych wytopach ograniczono zawartości szkodliwych pierwiastków:  $S \leq 0,003\%$  i  $P \leq 0,005\%$ . Pozostałe pierwiastki takie jak Si, Ti, Al, i Nb były na zbliżonym poziomie.

W celu otrzymania drobnej i silnie odkształconej mikrostruktury ziarna byłego austenitu przeprowadzono obróbkę cieplno-mechaniczną (techniką KOCP). Potwierdziły to badania metalograficzne, po trawieniu próbek zaobserwowano wydłużone w kierunku walcowania granice ziarna byłego austenitu wraz z występującą w ich wnętrzu mieszaniną bainitu i martenzytu listwowego, rys. 43÷44.

Jak wynika z przeprowadzonych badań po obróbce cieplno-plastycznej żaden z wytopów nie spełnił jednocześnie zakładanych w tezie pracy kryteriów. W wytopach W1÷W3 umowna granica plastyczności wyniosła odpowiednio  $R_{p0,2} = 737 \text{ N/mm}^2$  dla W1,  $R_{p0,2} = 776 \text{ N/mm}^2$  dla W2 i  $R_{p0,2} = 857 \text{ N/mm}^2$  dla W3. Systematyczny wzrost wytrzymałości należy wiązać z rosnącą zawartością molibdenu, co jest zgodne z danymi literaturowymi [1, 95]. Wzrostowi wytrzymałości towarzyszy spadek ciągliwości wyrażony rzeczywistym odkształceniem w momencie dekohezji, tabela 7÷11. Równocześnie

obserwuje się tendencję spadkową pracy łamania, która w temperaturze otoczenia wyniosła w wytopie W1:  $KV=127J$ , w wytopie W2:  $KV=71 J$  i w W3:  $KV=62J$ . Pomimo stosunkowo wysokiego poziomu udarności w temperaturze otoczenia obserwuje się jej drastyczny spadek w temperaturach obniżonych, tabela 7÷9.

Wymagany poziom umownej granicy plastyczności uzyskano w wytopach W4 oraz W5 i wyniósł on odpowiednio  $957 N/mm^2$  i  $934 N/mm^2$ , natomiast wartości pracy łamania mierzone w temperaturze  $-84\text{ }^{\circ}C$  były niższe od zakładanego minimum i wyniosły w wytopie W4:  $KV=58J$ , a w W5:  $KV=60J$ . Przyczyną niskiego poziomu udarności w obniżonych temperaturach jest przypuszczalnie silnie odkształcona struktura w procesie OCP, która powoduje wzrost gęstości dyslokacji oraz wprowadza teksturę, co w połączeniu z obniżoną temperaturą ogranicza ruch dyslokacji, prowadząc do koncentracji naprężeń i spadku odporności na pękanie. Kolejnym czynnikiem silnie wpływającym na odporność na pękanie jest jakość metalurgiczna. Wytopy W1÷W3 otrzymane technologią wytapiania konwencjonalnego charakteryzowały się trzykrotnie wyższym ułamkiem objętościowym wtrąceń niemetalicznych  $V_V = 0,061\div 0,067\%$  w porównaniu z wytopem W5, w którym  $V_V = 0,018\%$ . Najniższą jakość metalurgiczną odnotowano w wytopie W2, gdzie  $N_A = 275\text{ mm}^{-2}$ ,  $\Sigma b = 534\text{ }\mu m/mm^2$ , natomiast w przypadku wytopu W5 o najwyższej jakości otrzymano kolejno wartości  $N_A = 93\text{ mm}^{-2}$ ,  $\Sigma b = 186\text{ }\mu m/mm^2$ .

Wyniki badań dylatometrycznych analizowanych wytopów ujawniły różnicę w temperaturze poszczególnych przemian. Dodatek molibdenu nieznacznie wpływał na temperaturę przemiany  $A_{c1}$  i  $A_{c3}$ , natomiast obserwuje się jego silny wpływ na temperaturę przemian  $B_s$  i  $B_f$ , która uległa obniżeniu wraz ze wzrostem zawartości tego pierwiastka, tabela 3. W przypadku wytopów W4 i W5 odnotowano najniższe temperatury analizowanych przemian, co należy wiązać ze znacznie wyższą zawartością dodatków stopowych takich jak Mn, Ni, Cu. Najwyższą temperaturę  $A_{c3}$  zarejestrowano dla wytopu W3 i wyniosła ona  $878\text{ }^{\circ}C$  i na tej podstawie jako temperaturę austenitizowania dla wszystkich badanych wytopów przyjęto temperaturę o  $40\text{ }^{\circ}C$  wyższą, tj.  $920\text{ }^{\circ}C$ .

Ponowne nagrzanie stali do  $920\text{ }^{\circ}C$  powodowało dalsze zmniejszenie rozmiaru ziarna byłego austenitu, co jest korzystne, zarówno ze względu na własności wytrzymałościowe, jak i odporność na pękanie. W wytopach W1 i W2 po hartowaniu zaobserwowano wyraźny wzrost wytrzymałości jak i pracy łamania w porównaniu z próbkami po OCP. W wytopie W1 umowna granica plastyczności  $R_{p0,2}$  wzrosła do  $773\text{ N/mm}^2$ , natomiast praca łamania w temperaturze otoczenia podniosła się do  $132J$ , a w -

84 °C do 44J. Znacznie większe różnice wystąpiły w wytopie W2, gdzie  $R_{p0,2}$  osiągnęła wartość 829 N/mm<sup>2</sup>, a praca łamania odpowiednio 105J i 36J w temperaturze otoczenia i w -84 °C. W pozostałych wytopach zaobserwowano nieznaczny spadek wytrzymałości w porównaniu z próbkami po OCP. Praca łamania w temperaturze otoczenia dla wytopu W3 wzrosła z 62J do 110J, natomiast w obniżonej temperaturze odnotowano wzrost tylko o 5J. W wytopach W4 i W5 zaobserwowano niewielką tendencję wzrostową nieprzekraczającą 20J. Podstawowym czynnikiem decydującym o poprawie własności jest mechanizm rozdrobnienia ziarna austenitu, co prowadzi do rozdrobnienia mikrostruktury martenzytycznej. W przypadku wytopów W4 i W5 po hartowaniu średnia wielkość ziarna byłego austenitu w skali ASTM wyniosła 11, w wytopach W1 i W2 była na poziomie 9, a w przypadku wytopu W3 numer ziarna wyniósł 8. Założona końcowa grubość blach 25 mm po OCP, przy różnicach w masie wlewków, spowodowała użycie różnych stopni przerobu, co w efekcie wpłynęło na wielkość ziarna austenitu w poszczególnych wytopach. Mikrostruktura po hartowaniu była mieszaniną niskowęglowego martenzytu listwowego, rys. 50÷52, z niewielką ilością austenitu szczątkowego obserwowanego na granicach listew, rys. 53, co potwierdziła analiza dyfrakcyjna, rys. 54.

Zmiany własności mechanicznych w funkcji temperatury odpuszczania, rys. 84÷90, wykazują zbliżony przebieg dla wszystkich analizowanych wytopów, co sugeruje, że procesy zachodzące podczas odpuszczania we wszystkich wytopach mają podobny charakter. Analizując wykresy zmiany wytrzymałości i pracy łamania w funkcji temperatury odpuszczania, można wyróżnić charakterystyczne etapy w ich przebiegu.

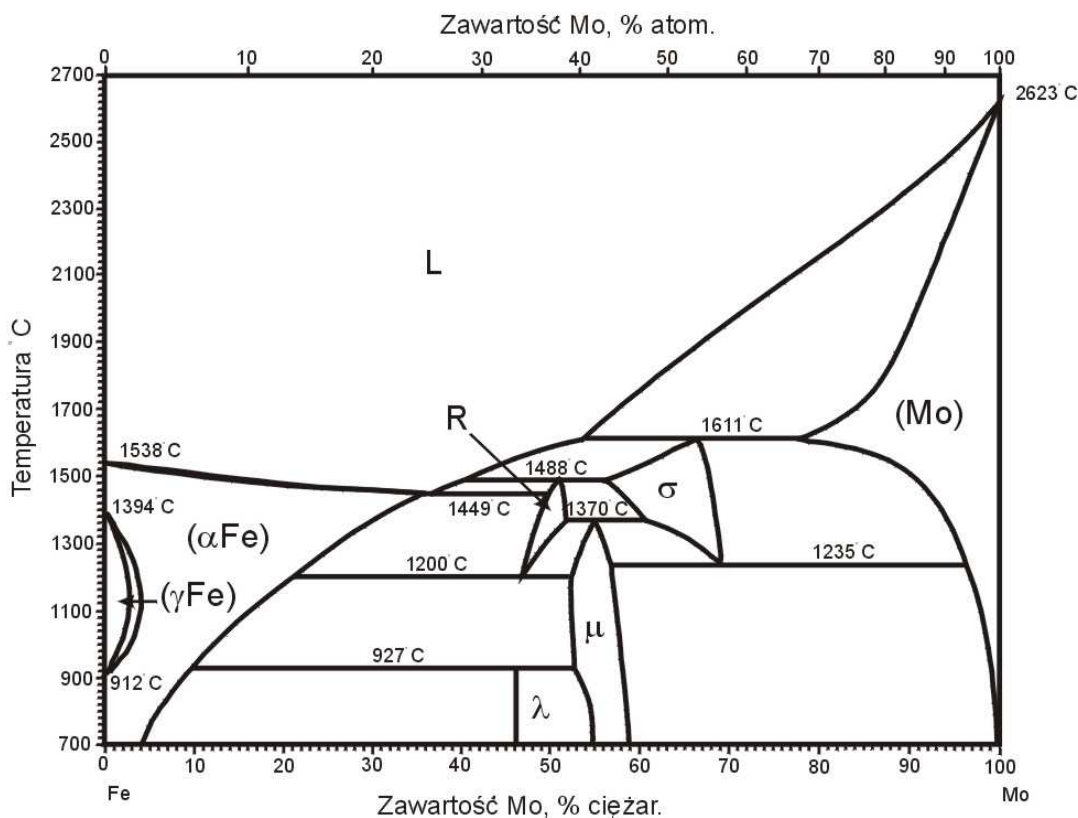
W I etapie odpuszczania, tj. 450÷500 °C, obserwuje się maksimum wytrzymałości odpowiednio dla wytopów W1÷W3 w 500 °C, a w wytopach W4 i W5 w 450 °C, co jednocześnie odpowiada minimalnej pracy łamania. Przyrost umownej granicy plastyczności w stosunku do próbek po hartowaniu wahał się w granicach od 139 N/mm<sup>2</sup> w wytopie W2 do 317 N/mm<sup>2</sup> w wytopie W5. Zaobserwowany wzrost wytrzymałości, jak podaje literatura [1, 2, 11, 31], należy wiązać z początkiem procesu wydzieleniowej fazy bogatej w miedź, która w etapie zarodkowania tworzy koherentne *klastery* będące strefami *Guiniera-Prestona (GP)* o identycznej sieci przestrzennej jak osnowa. Oddziaływanie dyslokacji z powstającymi strefami *GP* polega na ich ścinaniu przez linię dyslokacyjną zgodnie z mechanizmem Friedela [155, 156]. W skutek tego powstaje uskok w strefie *GP*, co wiąże się ze wzrostem energii powierzchni granicy międzyfazowej i prowadzi do umocnienia stopu z równoczesnym spadkiem odporności na pękanie. Większe przesycenie

roztworu stałego miedzią w wytopie W5 doprowadziło do zwiększenia ilości tworzących się stref *GP* skutkiem, czego nastąpił największy wzrost wytrzymałości. Bezpośrednia obserwacja stref *GP* jest utrudniona ze względu na dużą gęstość dyslokacji i niewielki kontrast naprężeniowy wokół tych obszarów [11, 12, 31, 146].

Znaczna różnica w poziomie wytrzymałości pomiędzy wytopami W4 i W5 po odpuszczaniu w 450 °C wynika z różnej zawartości miedzi. W wytopie W5 wyższa koncentracja miedzi prowadzi do zwiększenia intensywności procesu wydzieleniowego stref *GP* powodując przyrost wytrzymałości  $R_{p0,2}$  do 1237 N/mm<sup>2</sup>. Praca łamania w wytopie W5 zmniejszyła się do poziomu 10J i 6J w temperaturze otoczenia i w -84 °C. Niewielką oporność na pękanie w tym zakresie temperatury odpuszczania potwierdzają również badania metodami mechaniki pękania. Dla wytopu W5 krytyczny współczynnik intensywności naprężeń  $K_{Ic}$  wyniósł 37 MPa\*m<sup>1/2</sup>. Mikrostruktura po odpuszczaniu w tym zakresie temperatur nadal posiadała strukturę listwową o nieznacznie mniejszej gęstości dyslokacji, rys. 55.

Wzrost temperatury odpuszczania w zakresie II etapu powoduje spadek wytrzymałości z jednoczesnym wzrostem pracy łamania. W wytopach W4 i W5 obserwuje się stopniowy wzrost udarności w temperaturze otoczenia, natomiast w przypadku wytopów W2 i W3 występuje lokalne minimum w zakresie 575÷600 °C. Mikrostruktura po odpuszczaniu w 575 °C w wytopie W5 jest mieszaniną listwowego martenzytu odpuszczonego, rys. 56, oraz poligonalnego ferrytu, wewnątrz którego widoczne są skoagulowane wydzielania, rys. 57÷58. Na podstawie dyfrakcji cząstki zidentyfikowano jako fazę  $\epsilon$ -Cu, rys. 59. Struktura w wytopie W3 po odpuszczaniu w 575 °C, charakteryzowała się zbliżoną budową jak w wytopie W5. Dodatkowo oprócz fazy  $\epsilon$ -Cu, rys. 61÷62, zaobserwowano znacznie większe sferoidalne wydzielania bogate w żelazo i molibden występujące na granicach fazowych, rys 63÷65. Analiza dyfrakcyjna nie dała jednoznacznej odpowiedzi, co do rodzaju tych wydzieleni. Z pracy [95, 168] wynika, że stabilnymi węglnikami molibdenu występującymi na granicy ziaren w niskowęglowych stalach z dodatkiem Nb i Mo są izomorficzne (sześciokątne) węgliki Mo<sub>2</sub>C. Jednak obserwowane w wytopie W3 wydzielania mają kształt sferoidalny, co skłania do sugestii, że są to cząstki fazy Lavesa Fe<sub>2</sub>Mo. Analiza układu równowagi fazowej Fe-Mo przeprowadzona w pracy [166], wykazała możliwość wydzielania się fazy Lavesa typu Fe<sub>2</sub>Mo, rys. 103. Prowadzona w pracy [167] identyfikacja wydzieleni w stali 13Cr6Ni2,5MoTi o zbliżonej zawartości węgla i molibdenu z wytopem W3 ujawniła występowanie intensywnych procesów wydzieleniowych fazy Lavesa typu Fe<sub>2</sub>Mo podczas

odpuszczania w temperaturze 590 °C. Występowanie tego typu fazy w stalach z dodatkiem Mo potwierdzają również inne opracowania naukowe [169]. Analiza topografii przełomów próbek udarnościovych łamanych zarówno w temperaturze otoczenia jak i w -84 °C ujawniła, że pęknięcie ma charakter międzykrystaliczny kruchy, rys. 100. Taki sposób pęknięcia jest charakterystyczny dla stopów, w których pojawia się obca faza na granicach ziaren obniżając ich spójność.



Rys. 103. Układ równowagi fazowej Fe-Mo, fazę Lavesa  $Fe_2Mo$  zaznaczono symbolem  $\lambda$  [120]

Wzrost pracy łamania w obniżonych temperaturach zaobserwowano w chwili pojawienia się w badanych stalach przemiany  $\alpha \rightarrow \gamma$ , rys. 48, co schematycznie zaznaczono na wykresach linią przerywaną  $A_{c1N}$ , rys. 79÷83. Przyczyną tego był powstający na granicach listew martenzytu odpuszczonego, stabilny w temperaturze otoczenia austenit, rys. 67÷68, stanowiący silną barierę dla rozprzestrzeniania się pęknięcia łupliwego. Potwierdziły to badania udarności w obniżonej temperaturze, gdzie w wytopach W4 i W5 temperatura przejścia plastyczno – kruchego  $T_{pk}$ , wg kryterium  $100 J/cm^2$ , wyniosła -140 °C. Maksymalną pracę łamania dla wytopów W1÷W3 w temperaturze -84 °C odnotowano po odpuszczeniu w zakresie 700-725 °C, a w wytopach W4 i W5



w temperaturze 625 °C. Należy zauważyć, że temperatury te były o 25÷50 °C wyższe od temperatur, w których zaobserwowano w mikrostrukturze pojawienie się przemiany  $\alpha \rightarrow \gamma$ , rys. 48. Obserwowany systematyczny spadek własności wytrzymałościowych jest spowodowany dekompozycją osnowy martenzytycznej oraz mniejszym umocnieniem wynikającym ze wzrostu wydzieleni i odległości pomiędzy cząstkami fazy  $\epsilon_{\text{Cu}}$ .

Dalsze podnoszenie temperatury odpuszczania spowodowało spadek udarności w temperaturze -84 °C, z jednoczesnym wzrostem własności wytrzymałościowych, co odpowiada etapowi III. Wraz ze wzrostem temperatury odpuszczania wzrasta udział objętościowy austenitu *nawrotu* [1, 146] z równoczesnym zmniejszeniem jego stabilności termicznej spowodowanej zubożeniem w pierwiastki stopowe. Wygrzewanie w zakresie międzykrytycznym  $\alpha + \gamma$  z następnym przyspieszonym chłodzeniem spowodowało powstawanie mieszaniny ferrytu poligonalnego z wydzieleniami  $\epsilon_{\text{Cu}}$  i nowo utworzonego martenzytu listwowego, rys. 49. Efektem tego był nagły spadek pracy łamania w temperaturze -84 °C połączony ze wzrostem wytrzymałości.

W wytopach W4 i W5 podczas odpuszczania w temperaturze 750 °C wystąpiło kolejne minimum udarności w -84 °C. Obserwacje mikroskopowe prowadzone w tej temperaturze ujawniły strukturę listwową o różnej gęstości dyslokacji. Rozpuszczające się w austenicie cząstki fazy  $\epsilon_{\text{Cu}}$  oraz takie pierwiastki jak Ni, Mo zwiększają lokalnie jego niejednorodność, prowadząc do powstawania mieszanej struktury bainitu i martenzytu listwowego, rys. 74÷76. Wzrost temperatury odpuszczania powyżej 750 °C prowadzi do ujednorodnienia austenitu w efekcie, czego nastąpił wzrost pracy łamania z nieznacznym obniżeniem własności wytrzymałościowych, co odpowiada etapowi IV. Dodatkowo wzrost własności mechanicznych w tym zakresie temperatur w stosunku do własności po hartowaniu należy wiązać z dodatkowym rozdrobnieniem mikrostruktury, rys. 118 i rys. 132. W celach porównawczych w aneksie 2 przedstawiono dla wytopu W5, w każdym badanym stanie, zmiany mikrostruktury, fraktografii przełomów próbek udarnościowych i ze statycznej próby rozciągania oraz własności mechanicznych.

Założone w tezie pracy warunki zostały spełnione jedynie w przypadku wytopów W4 i W5. Niewielka różnica w składzie chemicznym obu wytopów spowodowała nieznaczące różnice w ich własnościach mechanicznych. W całym zakresie temperatury odpuszczania wytop W5 charakteryzował się wyższą wytrzymałością przy nieznacznie niższej pracy łamania. Wyrażna różnica widoczna była jedynie po odpuszczaniu w 450 °C, co wydaje się być spowodowane większą ilością tworzących się stref *GP* wynikających

z podwyższonej zawartości Cu. Wymagany poziom własności mechanicznych został spełniony w kilku zakresach temperatury odpuszczania. Analizując przebieg własności mechanicznych, rys. 82 i 83, można wyróżnić wąski zakres temperaturowy powyżej 600 °C, w którym warunki zostały spełnione. Jednak z technologicznego punktu widzenia przeprowadzanie obróbki cieplnej w tak wąskim zakresie temperaturowym, zwłaszcza w przypadku blach grubych, byłoby mocno utrudnione, wręcz niemożliwe do zrealizowania.

Kolejny obszar spełniający założenia tezy pracy wystąpił w zakresie temperatury odpuszczania 700÷725 °C. Obserwowana mikrostruktura była mieszaniną nowo utworzonego niskowęglowego martenzytu listwowego i obszarów spoligonizowanego ferrytu z wydzieleniami fazy  $\epsilon$ -Cu, rys. 70÷73. Powstały z austenitu *nawrotu* martenzyt listwowy charakteryzował się mniejszą szerokością listew wynoszącą 100÷200 nm.

Analizując przebieg poszczególnych własności w funkcji temperatury odpuszczania na kolejnych rysunkach 84-90, widać jednoznacznie, że wytopy W1-W3 charakteryzują się niższymi własnościami mechanicznymi. Wyższe własności wytrzymałościowe i twardość w wytopach W4 i W5 wynikają zapewne z wyższej koncentracji węgla oraz dodatków stopowych, jak również ze znacznie drobniejszego ziarna byłego austenitu. Znacznie większe różnice w wartościach udarności pomiędzy temperaturą +20 °C a -84 °C, obserwowane zwłaszcza w wyższych temperaturach odpuszczania w wytopach W1÷W3, mogą wynikać z ich niższej jakości metalurgicznej.

Granice lastyczności powyżej 890 N/mm<sup>2</sup> uzyskano we wszystkich analizowanych wytopach. Jednak w przypadku stali W1÷W3 przy takim poziomie granicy plastyczności praca łamania w -84 °C była na niskim poziomie, rys. 90. W wytopach W4 i W5, przy wytrzymałości na poziomie 890 N/mm<sup>2</sup>, praca łamania w obniżonej temperaturze oscyluje w granicach 90÷100J, rys. 90.

Podsumowując przebieg własności mechanicznych w funkcji temperatury odpuszczania we wszystkich analizowanych wytopach o podwyższonej zawartości miedzi jest zbliżony i można wyróżnić na nim kilka charakterystycznych etapów:

**ETAP I:** Występuje w zakresie temperatury 450÷500 °C, co odpowiada maksymalnemu przyrostowi własności wytrzymałościowych i minimalnej pracy łamania. Mikrostruktura jest mieszaniną niskowęglowego martenzytu listwowego o dużej gęstości dyslokacji i stref GP będących zarodkami fazy  $\epsilon$ -Cu.

**ETAP II:** Występuje w zależności od składu chemicznego w zakresie od 450÷500 °C do 625÷725 °C, w którym obserwuje się maksymalny wzrost pracy łamania w temperaturze -84 °C. Wzrost oporności na pękanie połączony ze spadkiem wytrzymałości związany jest z procesami formowania się obszarów złożonych z ferrytu poligonalnego z wydzieleniami fazy  $\epsilon$ -Cu. Maksymalny poziom udarności związany jest z pojawieniem się stabilnego w temperaturze otoczenia austenitu *nawrotu*.

**ETAP III:** Występuje w zakresie maksymalnej wartości pracy łamania do chwili wystąpienia lokalnego minimum. Obserwowany wzrost wytrzymałości połączony ze spadkiem udarności jest wynikiem zmniejszenia stabilności austenitu *nawrotu* i pojawieniem się po ochłodzeniu mieszaniny listwowego bainitu i martenzytu.

**ETAP IV:** Obserwuje się ponowny wzrost pracy łamania w temperaturze -84 °C z nieznacznym spadkiem wytrzymałości, wynikającym z ujednorodnienia składu chemicznego austenitu i tworzeniu się listwowego martenzytu po ochłodzeniu.

## WNIOSKI

1. Dodatek molibdenu w zakresie 1÷3% poprawia wytrzymałość niskowęglowych stali stopowych po obróbce cieplno-plastycznej oraz po hartowaniu. W procesie odpuszczania powyżej temperatury 550 °C jego wpływ jest niekorzystny, zarówno na własności wytrzymałościowe, jak też na odporność na pękanie.
2. Nagły spadek udarnośći w stalach o zawartości molibdenu w zakresie 2÷3% po odpuszczaniu w zakresie temperatury 575÷600 °C jest spowodowany wydzieleniem się skoagulowanych cząstek fazy wtórnej bogatej w molibden o składzie zbliżonym do fazy Lavesa typu  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ .
3. Dodatek miedzi w zakresie 1,5÷2% wpływa korzystnie na własności mechaniczne stali. W połączeniu z podwyższoną zawartością niklu do około 6% i manganu do 2% umożliwia uzyskanie umownej granicy plastyczności powyżej 890 N/mm<sup>2</sup> po obróbce cieplno-plastycznej.
4. Wzrost odporności na pękanie w temperaturze -84 °C jest związany z pojawieniem się na granicach listew martenzytu odpuszczonego, stabilnego austenitu *nawrotu*, który stanowi barierę dla rozprzestrzeniania się pęknięcia kruchego. W początkowym zakresie przemiany  $\alpha \rightarrow \gamma$ , wysoka koncentracja pierwiastków stopowych w nowo utworzonym austenicie powoduje jego wysoką stabilność termiczną.
5. Zastosowanie odpowiedniej obróbki cieplnej (hartowania w 920 °C i odpuszczania w zakresie 700÷725 °C) po obróbce cieplno-plastycznej stali pochodzących z wytopów W4 i W5 jest warunkiem wystarczającym do uzyskania umownej granicy plastyczności powyżej 890 N/mm<sup>2</sup> z równoczesnym zapewnieniem minimalnej pracy łamania KV=81J w temperaturze -84 °C.

### **Propozycje dalszych badań:**

*Na podstawie otrzymanych wyników badań wytopów laboratoryjnych stali z dodatkiem miedzi jako tematy do podjęcia dalszych eksperymentów można zaproponować:*

- *Analiza procesów wydzieleniowych faz międzymetalicznych, węglików i węglikoazotków podczas odpuszczania.*
- *Analiza wczesnego stadium wydzielenia się fazy bogatej w miedź.*
- *Ocena odporności na pękanie metodami mechaniki pękania w całym zakresie temperatury odpuszczania.*
- *Badanie strefy wpływu ciepła z uwzględnieniem analizy własności mechanicznych i mikrostruktury strefy złącza spawanego.*



## LITERATURA

1. A. K. Lis: *Podstawy kształtowania wysokiej odporności na pękanie ultraniskowęglowych stali bainitycznych – monografia 53*, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 1998
2. S. J. Mikalac and M. G. Vassilaros: *Strength and toughness response to aging in a high copper HSLA-100 steel – Proceeding of the International Conference on Processing, Microstructure and Properties of Microalloyed and other Modern High Strength Low Alloy Steels, June 3-6 1991, Pittsburgh, Pa, USA, p. 331-343*
3. W. Tomaszewska-Górecka: *Odporność na pękanie niskowęglowych stali bainitycznych o wysokich własnościach mechanicznych – rozprawa doktorska, Politechnika Krakowska, Wydział Mechaniczny, Kraków, Grudzień 2001*
4. S. M. Pytel et al. 1991: *Fracture toughness of ultra-low carbon bainitic steels for heavy plate applications. Proc. Of the International Conference on Processing, Microstructure and Properties of Microalloyed and other Modern HSLA Steels, June 3-6, Pittsburgh, PA, USA*
5. M. Blicharski, C. I. Garcia, S. M. Pytel: *Structure and Properties of ULCB Steels for Heavy Section Applications, Proceedings of International Symposium on Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels, October 1987, Pittsburgh, PA, USA*
6. R. Bogucki, S. M. Pytel: *Mikrostruktura i właściwości mechaniczne niskowęglowych stali konstrukcyjnych modyfikowanych miedzią, mat. konf. :XXX Szkoła Inżynierii Materiałowej, Kraków-Ustroń Jaszowiec 1-4.10.2002*
7. R. Bogucki, S. M. Pytel: *Wpływ obróbki cieplnej na właściwości mechaniczne i mikrostrukturę stali HSLA 100 z dodatkiem molibdenu” Lublin 2004*
8. R. P. Foley, M. E. Fine: *Microstructure and property investigation of quenched and tempering HSLA-100 steel, Processing, Microstructure and Properties of Microalloyed and Other Modern High Strength Low Alloy Steels, Pittsburgh, PA, June 3-6, 1991 Pittsburgh, PA, p. 315-330*
9. S. M. Pytel et al.: *Fracture Modes of Ultra-Low Carbon Bainitic Steels-IX Conference on Electron Microscopy of Solids, Kraków-Zakopane 6-9 May 1996, p. 497*
10. S. M. Pytel, R. Bogucki: *Wpływ jakości metalurgicznej na mechaniczne właściwości stali konstrukcyjnej HSLA 100 z dodatkiem miedzi, mat. konf.: III Konferencja Naukowa "Współczesne zagadnienia w materiałoznawstwie i technologii bezwiorowej" Bydgoszcz 2001*
11. S. Panwar, D. B. Goel, O. P. Pandey, K. S. Prasad: *Aging of copper Bering HSLA-100 steel, Bull. Mater. Sci., vol. 26, no. 4, June 2003, p.441-447*
12. S.K. Dhua, A. Ray, D.S. Sarma: *Effect of tempering temperatures on the mechanical properties and microstructures of HSLA-100 type copper-bearing steels - Materials Science and Engineering A318 (2001) 197–210*
13. R. Bogucki, K. Miernik, S. M. Pytel: *“Influence of molybdenum addition on microstructure-property relationship of copper Bering high strength low alloy steel”, mat. konf. New trends in technology system operation, Presov Slovak Republic 20-21 October 2005*

14. MIL-S-24645A(SH), *Military Specification, Steel Plate, Sheet, or Coil, Age-Hardening Alloy, Structural, High Yield Strength (HSLA-80 and HSLA 100)*, January 1991
15. J. Adamczyk: *Development of the microalloyed constructional steels – Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, January-February vol. 14 issue 1-2 p.9-20*
16. H. E. McGannon,: *The making, shaping and treating of steel 10th ed. Pitsburg (PA), Association of Iron and Steel Enginneers (AISE), 1985*
17. E. J. Fruehan: *The making, shaping and treating of steel: steelmaking anf rafining volume, 11<sup>th</sup> ed. Pittsburg (PA), The AISE Steel Foundation 1998*
18. P. J. Dowling, J. E. Harding, R. Bjorhovde: *Costructional steel design – an internationl guide, London, Elsevier Applied Science, 1992 p. 1-16*
19. R. Bjorhovde: *Development and use of high performance steel, Elsevier, Journal of Constructional Steel Research 60 (2004) p. 393-400*
20. J. von Scheele: *Short-term opportunities for decreasing CO<sub>2</sub> emissions from the steel industry, LindenAG, Gas Division SE-18181 Lidingo, Sweden, 2004*
21. B. A. Graville: *Proceedings-Welding of HSLA (Microalloyed Structural Steels), (Rome), ASM, Metals Park, OH, 1978, pp. 85-101*
22. C.I. Garcia et al.: *Ultra-low carbon bainitic plate steels – Processing, Microstructure and Properties, Transactions of the ISS, October 1991, p.97-106*
23. H. Bugłacki: *Analiza właściwości mechanicznych i spawalności stali wysokiej wytrzymałości na konstrukcje oceanotechniczne i okrętowe, monografia 23, Politechnika Gdańska, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańska 2001*
24. I.L. Committee of JWES: *International Institute for Welding, IIW Doc. IX-1152-80, 1980*
25. J. L. Lee, Y. T. Pan: *Effect of residual elements on the microstructure an toughness of HAZ in Ti-killed steels – Proceedings of International Symposium on Low-Carbon Steels for 90's, Materials Week, October 18-21 1993, Pittsburgh, PA, USA, p. 521-528*
26. F. B. Pickering: *High-strength steels- A decade of progress, Proccedings of an International Symposium on High Strength Low Alloy Steels – Microalloying '75, October 1-3, 1975 Washington DC USA p. 9-31*
27. American Society of Steel Construction (AISC). *Rehabilitation and retrofit of steel structures, AISC design guide 15, an update of iron and steel beams: 1873-1952. Chicago (IL): American Institute os Steel Construction (AISC): 2002*
28. P. J. Dowling, J. E. Harding, R. Bjorhovde: *Costructional steel design – an internationl guide, London, Elsevier Applied Science, 1992 p.17-32*
29. K. J. Irvine: *Strong, Tough Structural Steels, The Iron and Steel Institute, publication 104, 1967, p. 1.*
30. L. D. G. Sumptem, J. S. Kent: *Prediction of ship brittle fracture casualty rates by a probabilistic method, Elsevier, Marine Structures 17 (2004) p. 575-589*

31. M. Mujahid, A. K. Lis, C. I. Garcia, A. J. DeArdo: *Structure – properties studies of Cu-containing HSLA 100 steel, Processing, Microstructure and Properties of Microalloyed and Other Modern High Strength Low Alloy Steels, Pittsburgh, PA, June 3-6, 1991, Pittsburgh, PA, p. 345-357*
32. A. Maciejny: *Kruchość metali, Wydawnictwo Śląsk, Katowice, 1973*
33. S. Butnicki: *Spawalność i kruchość stali, WNT, Warszawa 1979*
34. E. O. Hall: *Proceedings, Physics Society, series B, 1951, vol. 64, p. 747*
35. N. J Petch: *Journal of Iron and Steel Institute, 1953, vol. 174, p. 25*
36. N. J Petch: *Proceedings, Swampscott Conference, 1955, MIT Press, p. 54*
37. M. Blicharski: *Inżynieria materiałowa stal, WNT, Warszawa 2004*
38. T. Gladman, D. Dulieu, I. D. McIvor: *Structure-property relationship in high-strength microalloyed steels, Proceedings of an International Symposium on High Strength Low Alloy Steels – Microalloying '75, October 1-3, 1975 Washington DC USA p. 32-54*
39. M. F. Asby: *Ibid.,p. 146*
40. G. S. Ansell: *Oxide dispersion strengthening, AIME Conference, New York 1966, p. 61*
41. Geate Lakes Steel Corporation: *Mechanical Engineering, 1956, vol. 81, p. 53*
42. W. C. Leslie: *The relationship between structure and mechanical properties of metals, NPL Conference Proceedings, 1963, p. 334*
43. W. B. Morrison, J. H. Woodhead: *Journal of Iron and Steel Institute, 1963, vol. 201, p. 43*
44. W. B. Morrison, J. A. Chapman: *The Rosenhaim Centenary Conference, p. 289, 1975, London, Royal Society*
45. L. Meyer, H. de. Boer: *Welding of HSLA structural steel, ASM, Metals Park, Ohio, 1978, p. 42-62*
46. R. Phillips, J. A. Chapman: *Journal of Iron and Steel Institute, 1966, vol. 204, p. 615*
47. H. D. Bartholot, H. K. Engell: *Stahl and Eisen, 1971, vol. 91, p. 204*
48. W. E. Bardgett, L. Reeve: *Journal of Iron and Steel Institute, 1949, vol. 163, p. 277*
49. F. B. Pickering: *Transformation and hardenability in steels, Climax Molybdenum Company Symposium, Ann Arbor, 1967, p. 109*
50. W. Steven, A. G. Hayne: *The temperature of formation of martensite on bainite in low alloy steels – some effects of chemical composition, J. Iron & Steel Institute 1956, vol. 183, p. 349*
51. K. J. Irvine: *Low-alloy high-strength steels, London-Scandinavian Conference, Nuremberg, 1970, p.1*
52. F. B. Picckering: *Metallurgical Achievements Pergamon Prezes, 1965, p. 109*
53. D. V. Edmonds, R. C. Cochrane: *Conf. of Bainite, Metallurgical Transactions, vol. 21A, 1990, p. 1527*
54. R. W. K. Honeycombe, F. B. Pickering: *Metallurgical Transactions, 1972, vol. 3, p. 1099*

55. D. W. Shmit, R. F. Hehemann: *Journal of Iron and Steel Institute*, 1971, vol. 209, p. 476
56. R. L. Plant: *PhD thesis, Sheffield University*, 1974
57. R. H. Goodenow et al.: *Transactions, AIME*, 1963, vol. 227, p. 651
58. T. Ko, S. A. Cottrell: *Journal of Iron and Steel Institute*, 1952, vol. 172, p. 307
59. K. J. Irvine, F. B. Pickering: *Journal of Iron and Steel Institute*, 1958, vol. 188, p. 101
60. B. Mintz, R. C. Czochrane, J. D. Baird: *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 1972, vol. 1, p. 279
61. J. D. Baird, R. R. Preston: *Processing and properties of low carbon steels, AIME*, 1973, p.1
62. H. Ohtani, F. Terasaki, T. Kunitake: *Transactions of Iron and steel Institute of Japan*, 1972, vol. 12, p. 118
63. P. J. Naylor: *The influence of bainite packet size on the yield stress and transition temperature of martensitic – bainitic steels, Metallurgical Trans.* 1989, vol. 10A, p. 861
64. K. J. Irvin, F. B. Pickering: *The physical properties of martensite and bainite, Iron and Steel Institute, London, England, Special Report, no. 93*, 1965, p. 110
65. P. M. Palermo: *An overview of structural integrity techology, SNAME Ship Structure Symposium, October, 1975*
66. P. M. Palermo: *A designer's view of welding requirements of advanced ship structures, Welding Journal, December, 1976*, p. 1039-1050
67. P. M. Palermo: *Structural integrity criteria for navy hull materials, Naval Engineers Journal, October, 1976*, p. 73-86
68. S. R. Hellen, I. Fioriti, J. Vasta: *An evaluation of HY-80 steel as a structural material for submarines, Naval Engineers Journal, Februar, 1965*, p. 29-44
69. T. W. Montemarano, B. P. Sack, J. P. Gudas, M. G. Vassilaros, H. H. Vanderveldt: *High strength low alloy steels in naval construction, Journal of Ship Production, August 1986, vol. 2, no. 3*, p. 145-162
70. E. C. Bain, H. W. Paxton: *Alloying element in steel, American Society for Metals*, 1939
71. S. R. Hellen, I. Fioriti, J. Vasta: *An evaluation of HY-80 steel as a structural material for submarines, Naval Engineers Journal, April, 1965*, p. 193-200
72. N. Yurioka: *Impact of welding research on steel composition development, Materials and Design, vol. 6, no. 4*, 1985
73. Rynka. Ikeda: *Steel plate used for offshore structures In the north sea, Nippon Steel Technical Report, no 24, December 1984*
74. H. Tamehiro. et al.,1990: *High-toughness age-hardenable copper-bearing steel form large-diameter line pipe. Proc. 9<sup>th</sup> Int. Conference and Exhibition Offshore Mechanics and Arctic Engineering, Feb. 18-23, Houston, USA*
75. T.W. Montemarano et al.: *Journal of Ship Production, Vol.2, No.3, August 1986*

76. P. P. Hydrean, et al.: IN-787: An age hardenable steel for line pipe and general structural use, *International Nickel Company Technical Report 775-T-OP*, 5 April, 1972
77. R. E. Kelly: Optimization of mechanical properties of IN-787 nickel-copper-columbium age hardenable alloy, *MSc. Theses, University of Texas at El Paso*, 28 August, 1974
78. A. P. Coldren, T. B. Cox: Development of 100 ksi yield steel, *Technical Report, David Taylor Research Laboratory*, 1985. DTNSRDCN00167-85-C-006
79. D. J. Colvin: The physical metallurgy of some low-carbon, Cu-bearing HSLA plate steel, *Master's thesis, The Colorado School of Mine, Bolder, CO*, 1988
80. A. D. Wilson, E. G. Hamburg, D. J. Colvin, S. W Thompson, G. Krauss: Properties and microstructures of copper precipitation aged plate steel, *In microalloying '88, Chicago, ASM, September, 1988*
81. M. H. Heine: The effect of aging treatment on the microstructure and properties of copper-precipitation strengthened HSLA steel, *Master's thesis, The Naval Postgraduate School, Monterey, CA, December, 1988*
82. L. G. Kvidahl: An improved high yield strength steel for shipbuilding, *Welding Journal*, vol. 3, July 1985, p. 42-48
83. A. A. Gorni, P. R. Mei: Austenite transformation and age hardening of HSLA-80 and ULCB steels, *Proceedings of AMPT2003, 8-11 July 2003, Dublin Ireland*
84. J. Lis, P. Wieczorek: Umocnienie wydzieleniowe i własności mechaniczne ultraniskowęglowej stali bainitycznej z dodatkiem miedzi, *Inżynieria Materiałowa nr.2(121) XXII Marzec-Kwiecień 2001*
85. A. K. Lis, J. Lis, C. Kolan, L. Jeziorski: Ulepszane cieplnie ultraniskowęglowe stale bainityczne, *Inżynieria Materiałowa nr.6(107) XIX Listopad-Grudzień 1998*
86. A. Ghosh, B. Mishra, S. Das, S. Chatterjee: Structure and properties of a low carbon Cu bearing high strength steel, *Materials Science and Engineering*, A396, 2005, p. 320-332
87. R. Bogucki, S. M. Pytel: Struktura i właściwości mechaniczne stali stopowych modyfikowanych miedzią, *Nowe Materiały Nowe technologie w Przemysle Okrętowym i Maszynowym, Międzyzdroje 2006, Inżynieria Materiałowa nr.3(151) XXVII Maj-Czerwiec 2006*
88. J. Lis, P. Wieczorek, A. K. Lis: Wysoko wytrzymała ulepszana cieplnie stal bainityczną do zastosowań w niskiej temperaturze, *Nowe Materiały Nowe technologie w Przemysle Okrętowym i Maszynowym, Międzyzdroje 2006, Inżynieria Materiałowa nr.3(151) XXVII Maj-Czerwiec 2006*
89. S. Panwar, D. B. Goel, O. P. Pandey: Effect of cold work and aging on mechanical properties of a copper bearing HSLA-100 steel, *Bull. Mater. Sci.*, vol. 28, no. 3, June 2005, p. 441-447
90. R. W. K. Honeycombe: *Steels: microstructure and properties*, Metals Park, Ohio: ASM International, 1982, p. 76-90
91. A. K. Lis, J. Lis: High strength hot rolled and aged microalloyed 5% Ni steel, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, September-October 2006, vol. 18 issue 1-2, p. 37-42



92. A. Ghosh, S. Das, S. Chatterjee, B. Mishra, P. Ramachandra Rao: *Influence of thermomechanical processing and different post-cooling techniques on structure and properties of an ultra low carbon Cu bearing HSLA forging*, *Material Science and Engineering*, A348, 2003 p. 299-308
93. A. Ghosh, B. Mishra, S. Das, S. Chatterjee: *An ultra low carbon Cu bearing steel: influence of thermomechanical processing and aging heat treatment on structure and properties*, *Material Science and Engineering*, A374, 2004 p. 43-55
94. P. C. M. Rodrigues, E. V. Pereloma, D. B. Santos: *Mechanical properties of an HSLA bainitic steel subjected to controlled rolling with accelerated cooling*, *Material Science and Engineering*, A283, 2000 p. 136-143
95. W.B. Lee, S.G. Honh, C.G. Park, K.H.Kim, S.H. Park: *Influence of Mo on precipitation hardening in hot rolled HSLA steels containing Nb*; *Scripta mater.* 43 (2000) p. 319-324
96. J. Lis: *Processing of HSLA-Ni steel by intercritical annealing after water quenching or thermomechanical rolling*, *Inżynieria Materiałowa*, nr. 3(140) XXIV, 2004, p.159-162
97. Weihua Sun et al.: *Influence of Nb, V and Ti on peak strain of deformed austenite in Mo-based micro-alloyed steels*, *Journal of Materials Processing Technology* 125-126 (2002) p. 72-76
98. K. Junhua, Z. Lin, G. Bin, L. Pinghe, W. Aihua, X. Changsheng: *Influence of Mo on microstructure and mechanical properties of high strength pipeline steel*; *Materials and Design* 25 (2004) p. 723-728
99. A. Ghost, B. Mishra, S. Das S. Chatterjee: *Structure and properties od a low carbon Cu bearing high strength steel*; *Material science and Engineering A* 396 (2005) p. 320-332
100. Z. Jeffries: *Effect of temperature, deformation and grain size on the mechanical properties of metals*, PhD thesis – Part 2, Harvart University, May 1, 1918; Part 1 – *Juornal Institute of Metals* 1918, no. 2
101. N. Yurioka: *TMCP steels and their welding*, *Welding in the World/ Le Soudage dans le Monde*. Vol. 35, no. 6, p. 375-390, 1995
102. A. J. DeArdo: *Proc. Int. Symp. On Accelerated Cooling of Rolled Steel*, CIM, Winnipeg, Canada, 1988
103. R.L. Cryderman, et al.: *Controlled-Cooled Structural Steels Modified with Columbium, Molybdenum and Boron*, *Transactions of American Society for Metals*, Vol.62, No.3, September 1969, p.561-574
104. Jams Marrow: *Industrial Alloys (Ferrous Alloys)*, Manchester Materials Science Centre
105. F.B. Pickering: I. Gladman, *Metallurgical developments in carbon steels*, *Iron & Steel Inst. Spec. Rcp. No. 81*, London 1963, p. 10
106. M. Economopoulos: *Bainitic microstructures in low carbon alloy steels and their mechanical properties*, *Sym. on Transformation and Hardenability in Steels*, Climax Molybdenum Company, Michigan, Ann Arbor 1967. p. 179-191
107. T. Ierazawa, H. Higashiyama, S. Sekine: *Low-carbon bainitie steel with high strength and toughness*. *Kyoto Conf. Toward Improved Ductility and Toughness*, Tokyo 1972, p. 101-118

108. L.J. Cuddy: *The effect of microalloy concentration on the recrystallization of austenite during hot deformation*, *Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*, TMS of ASME, Warrendale, PA, USA, 1982, p.129-140
109. J. DeArdo: *Modern thermomechanical processing of microalloyed steels: A physical metallurgy perspective*, *Proceedings of Microalloying'95*, June 11-14 1995 Pittsburgh, PA, USA
110. I. Kozasu et al: *Hot rolling as high – temperature thermo – mechanical process*, *Proceedings of an International Symposium on High Strength Low Alloy Steels – Microalloying '75*, October 1-3, 1975 Washington DC USA p. 120-136
111. A. J. DeArdo, G. A. Ratz, P. J. Wray: *The effect of microalloy concentration on the recrystallization of austenite during hot deformation*, *Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite* Pittsburgh, August 17-19, 1981
112. A. R. Marder, J. I. Goldstein, eds.: *Formation of ferrite from controlled rolled austenite*, *Phase Transformations in Ferrous Alloys*, Philadelphia, October 4-6, 1983
113. A. Ghosh, S. Das, S. Chatterjee, P. R. Rao: *Effect of cooling rate on structure and properties of an ultra-low carbon HSLA-100 grade steel*, *Materials Characterization* vol. 56, 2006, p. 59-65
114. G. C. Hwang, S. Lee, J. Y. Yoo, W. Y. Choo: *Effect of direct quenching on microstructure and mechanical properties of copper-bearing high-strength alloy steel*, *Material Science and Engineering*, A252, 1998, p. 256-268
115. J. L. Mihelich, R. L. Cryderman: *Petroleum mechanical engineering and pressure vessels and piping*, *American Society of Mechanical Engineers Conference*, New Orleans, September 1972
116. G. E. Melloy, J. D. Dennison: *Proceedings, 3<sup>rd</sup> International Conference on the strength of metals and alloys*, *The Iron and Steel Institute and the Institute of Metals*, Cambridge, 1973, vol. 1, p. 60
117. Xu Pinguang et al: *Microstructure control and wear resistance of grain boundary allotriomorphic ferrite/granular bainite duplex steel*, *Materials Science and Engineering*, A 385 (2004), p. 65-73
118. J. H. Woodhead, D. Webster: *Ibid.*, 1969, vol. 207, p. 51
119. H. Tamehiro et al. *High-toughness age-hardenable copper-bearing steel for large-diameter line pipe* *Proc. 9<sup>th</sup> Int. Conference and Exhibition Offshore Mechanics and Arctic Engineering*, USA, Houston, 18-23 Feb., 1990
120. T. B. Massalski: *Binary Alloy Phase Diagrams*, *American Society for Metals*, Metals Park, Ohio 44073, 1986
121. T. Malkiewicz: *“Metaloznawstwo stopów żelaza”*, *Państwowe Wydawnictwo Naukowe oddział w Łodzi* 1976
122. O. Kubaschewski, J. F. Smith, D. M. Bailey: *A thermodynamic analysis of phase relationships in the iron – copper system*, *Z. Metallkunde* 1977, vol. 68, p. 495-512
123. J. Zrník, T. Kvackaj, D. Sripinproach, P. Sricharoenchai: *Influence of plastic deformation conditions on structure evolution in Nb-Ti microalloyed steel*, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 133, 2003, p.236-242

124. S. N. Prasa, S. R. Mediratta, D. S. Sarma: *Influence of austenitisation temperature on the structure and properties of weather resistant steels*, *Materials Science and Engineering*, A358, 2003, p. 288-297
125. K. He, T. N. Baker: *Effect of zirconium additions on austenite grain coarsening of C-Mn and microalloy steels*, *Materials Science and Engineering*, A256, 1998, p. 111-119
126. Q. Yu, Y. Sun: *Abnormal growth of austenite of low-carbon steel*, *Materials Science and Engineering*, A420, 2006, p. 34-38
127. J. Fernández, S. Illescas, J. M. Guilemany: *Effect of microalloying elements on the austenitic grain growth in a low carbon HSLA steel*, *Materials Letters*, vol. 61, 2007, p. 2389-2392
128. R. Staško, H. Adrian, A. Adrian: *Effect of nitrogen and vanadium on austenite grain growth kinetics of a low alloy steel*, *Materials Characterization*, vol. 56, 2006, p. 340-347
129. P. K. Ray, R. I. Ganguly, A. K. Panda: *Optimization of mechanical properties of a fan. HSLA-100 steel through control of heat treatment variables*, *Materials Science and Engineering*, A346, 2003, p. 122-131
130. S. R. Goodman, S. S. Brenner, S. S. Low, Jr.: *An FIM-Atom Probe Study of the precipitation of copper from iron-1,4 at. Pct copper, part I: Field-Ion Microscopy*, *Metallurgical Transactions*, vol. 4 October 1973, p. 2363-2369
131. N. Nakada, J. Syarif, T. Tsuchiyama, S. Takaki: *Improvement of strength-ductility balance by copper addition in 9% Ni steels*, *Material Science and Engineering*, A 374, 2004, p.137-144
132. M. E. Fine, J. Z. Liu, M. D. Asta: *An unsolved mystery: The composition of bcc Cu alloy precipitates in bcc Fe and steels*: *Material Science and Engineering* A463, 2007, p. 271-274
133. U. Dahmen, P. Ferguson, K. H. Westmacott: *Invariant line strain and needle-precipitate growth directions in Fe-Cu*, *Acta Metall.*, vol. 32, no. 5, 1984, p. 803-810
134. M. S. Gagliano, M. E. Fine: *Characterization of the nucleation and growth behavior of copper precipitates in low-carbon steels*, *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 35A, August 2004, p.2323-2329
135. M. R. Krishnadev, L. Delage, A. Galibois, I. Le May: *The use of the isothermal internal friction technique to study precipitation in a copper-bearing steel*: *Metallography*, vol. 6, 1973, p. 425-438
136. G. Fournalis, A. J. Baker, G. D. Papadimitriou: *Microscopic characterisation of  $\epsilon$ -Cu interphase precipitation in hypereutectoid Fe-C-Cu alloys*, *Acta metall. Mater.*, vol. 43, no. 7, 1995, p. 2589-2604
137. S. K. Ghosh, S. Ganguly, P. P. Chattopadhyay, S. Datta: *Modeling the effect of copper on hardness of microalloyed dual phase steel through neural network and neuro-fuzzy systems*, *ISIJ International*, vol. 45, no. 9, 2005, p. 1345-1351
138. G. Fournalis, A. J. Baker, G. D. Papadimitriou: *Effect of copper additions on the isothermal bainitic transformation in hypereutectoid copper and copper-nickel steels*, *Acta Mater.* Vol. 44, no. 12, 1996, p. 4791-4805
139. M. S. Gagliano, M. E. Fine: *Precipitation kinetics of niobium carbide and copper in a low carbon, chromium-free steel*, *Calphad*, vol. 25, no. 2, 2001, p. 207-216

140. C. S. Smith i E. W. Palmer: *The precipitation hardening of Copper Steels*, American Crass Co, Februar 1933
141. C. A. English: *Radiation embrittlement of nuclear reactor pressure vessel steel*, STP 909, Philadelphia, American Society for Testing and Materials, 1986, p. 187-201
142. M. K. Miller, M. G. Burke: *Investigation on pressure vessel steel*, Proc. 3<sup>rd</sup> Inter. Symp. on Environmental degradation of materials in nuclear power systems water reactors, Traverse City, The Metallurgical Society, 1987, p. 141-146
143. F. Szkoda, Z. Nitkiewicz: *Einfluss des Kupfers auf die Rotbrüchigkeit von Kohlenstoffstahl beim Rohrwalzen*, *Practische Metallographie* 1984, T. 21, p. 615
144. Proc. Intern. Conf. On Copper In Steel, Luxemburg, May 25-27, 1983, ATB Metalurgie, Benelux Metalurgie, 1983, XXIII, no. 3&4
145. J. T. Buszel, C. A. English, M. G. Hetherington, W. J. Phythian, G. D. W. Smith, G. M. Worrall: *An analysis of small clusters formed in themally aged irradiated FeCu and FeCuNi model alloys*, Proc. 14<sup>th</sup> Inter. Symp. on Effects of radiation on materials, eds N H. Packan, R. Etoller, A. S. Kumar, vol. II, ASTM STP 1046 Philadelphia, 1990, p. 127-153
146. A. K. Lis, M. Mujahid, C. I. Garcia, A. J. DeArdo: *The role of copper In the aging behavior of HSLA-100 plate steel*, *Iron and Steel Society Proceedings*
147. E. Hornbogen, R. C. Glenn: *A metallographic study of precipitation of copper from alpha iron*, *Trans. Met. Soc. AIME*, vol. 218, December 1960, p. 1064-1070
148. W. C. Leslie: *The physical metallurgy of steel*, NY: McGraw Hill Book Co, 1981, p. 133
149. J. Kaczyński, S. Prowans: *Podstawy teoretyczne metaloznawstwa*, Wydawnictwo "Śląsk" Katowice, 1972
150. K. Przybyłowicz: *Strukturalne aspekty odkształcenia metali*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa 2002
151. J. Adamczyk: *Struktura metali i stopów, część 1*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 1999
152. E. Hornbogen: *The role of strai energy during precipitation of copper and gold drom alpha iron*, *Acta Metalurgica*, vol. 10, May 1962, p. 525-533
153. E. Hornbogen: *Aging and plastic deformation of an Fe-0,9% Cu alloy*, *Trans. ASM*, vol. 57, 1964, p. 120-132
154. I. LeMay, M. R. Krishnadev: *Copper in iron and steel*, p. 5
155. B. Reppich; *Particle strebngthening*, (w:) *Materials science and technology, A comprehensive treatment*, vol. 6, *Plastic deformation and fracture of materials*, Weinheim, VCH, 1993, p. 311-367
156. B. D. Wirth ed al: *Multiscale modeling of radiation damage accumulation in bcc and fcc metals in the fusion environment*, ICFRM-11, Kyoto Japan
157. L. A. Dobrzański: *Materiały inżynierskie i projektowanie materiałów. Podstawy nauki o materiałach i metaloznawstwo*, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne 2006 wydanie II
158. M. Mujahid, A K. Lis, C. I. Garcia, A. J. DeArdo, *Mater. Eng. Perf.*, 1998, vol. 7, p. 247

159. S. K. Dhua, D. Mukerjee, D. Sarma: *Metall. Mater. Trans.*, 2001, A.32, p 2259
160. R. Hamano: *Metall. Trans. A24*, p. 127
161. L. Skoufari-Themistou, D. N. Crowther, B. Mintz: *Mater. Sci. Technol.*, 1999, vol. 15, p. 1069
162. R. Wagner, R. Kampmann: *Homogeneous second phase precipitation*, (w:) *Phase Transformation in Materials*, ed. P. Haasen, *Materials Science and Technology* vol. 5, Weinheim, VCH Verlagsgesellschaft, 1991, p. 215-303
163. J. Kim, J. W. Morris: *On the scavenging effect of precipitated austenite in a low carbon Fe-5,5 Ni alloy*, *Met. Trans.*, vol. 11A, August 1980, p. 1401
164. J. I. Kim, J. J. Kim, J. W. Morris: *The role of constituent phases in determining the low temperature toughness of 5,5 Ni cryogenic steel*: *Met. Trans.*, vol. 15A, December 1984, p. 2213-2219
165. J. I. Kim, C. K. Syn, J. W. Morris: *Microstructural sources of toughness in QLT-treated 5,5 Ni cryogenic steel*, *Met. Trans.*, vol. 14A, January 1983, p. 93-103.
166. M. Zinkevich, N. Mattern: *Thermodynamic modeling of the Fe-Mo-Zr system*, *Acta Materialia* vol. 50, 2002, p. 3373-3383
167. R. Rožnovská, V. Vodárek, A. Korčák, M. Tvrđý: *The effect of heat treatment on microstructure and properties of a 13Cr6Ni2,5Mo supermartensitic steel*, *Rada Hutníka* vol. 1, 2005, p. 1241
168. A. K. Lis, P. Wiczorek: *TEM study of the precipitation process in HSLA-100 copper bearing steel*, *Inżynieria Materiałowa nr.3(140) XXIV 2005*
169. E. H. Lee, L. K Mansur: *Fe-15Ni-13Cr austenitic stainless steels for fission and fusion reactor applications. II. Effects of minor elements on precipitate phase stability during thermal aging*, *Journal of Nuclear materials* 278 (2000) 11-19
170. ASTM E-399 – 89: *Test Method of Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials*
171. PN-87/H-04335: *Metoda badania odporności na pękanie w płaskim stanie odkształcenia*
172. ASTM E-813 – 89: *Standard Test Method for  $J_{Ic}$ , A Measure of Metallic Materials*
173. PN-88/H-04336: *Metoda badania odporności na pękanie przez wyznaczenie krytycznej wartości całki J*
174. ASTM E-1290 – 93: *Standard Test Method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement*
175. J. W. Wyrzykowski, E. Pleszakow, J. Sieniawski: *Odkształcenie i pękanie metali*, Wydawnictwo Naukowo – Techniczne, Warszawa 1999



## Aneks 1

### METODY OCENY ODPORNOŚCI NA PĘKANIE

Ważnym aspektem przy projektowaniu wszelkiego rodzaju konstrukcji jest wyznaczenie parametrów wytrzymałościowych, określających wrażliwość konstrukcji na zniszczenie. Wśród wszystkich rodzajów dekohezji najbardziej niebezpieczne jest niestabilne pękanie materiału, mające niejednokrotnie katastrofalne skutki. Z tego względu, oprócz wyznaczania tradycyjnych parametrów wytrzymałościowych, konieczne stało się opracowanie metod badawczych pozwalających oszacować wskaźniki opisujące to niebezpieczne zjawisko. Najstarszą i najprostszą metodą oceny odporności na pękanie jest próba udarności, polegająca na złamaniu próbki z karbem za pomocą młota udarowego i określeniu energii pochłoniętej przez badany materiał. Badanie to daje ogólny pogląd o charakterze pęknięcia, jednak nie odzwierciedla zachowania się materiału w rzeczywistych warunkach pracy. Dlatego opracowano inne metody umożliwiające opisanie w sposób ilościowy odporność materiału na pękanie. Zasadniczo rozróżnia się dwa rodzaje mechaniki pęknięcia w zależności od udziału odkształceń sprężystych i plastycznych w procesie pęknięcia: liniowo-sprężystą i nieliniową mechanikę pęknięcia.

Liniowo-sprężysta mechanika pęknięcia opisuje w sposób ilościowy pękanie materiału, poprzez wyznaczenie krytycznego współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}$ , stanowiącego kryterium niestabilnego rozwoju szczeliny. Na jego podstawie możemy, dla danego materiału, określić wartość naprężenia powodującego niestabilne pękanie, bądź dopuszczalny rozmiar pęknięcia dla danego naprężenia. Wartość  $K_{Ic}$  zależy od kształtu i wymiarów próbki. Ograniczeniem w zastosowaniu współczynnika  $K_{Ic}$  jest konieczność zachowania się materiału liniowo – sprężyste aż do momentu zniszczenia, co jest możliwe tylko w przypadku materiałów o dużej kruchości lub przy zastosowaniu próbek o dostatecznie dużej grubości. Większość materiałów konstrukcyjnych nie spełnia tego warunku, dlatego stworzono nieliniową mechanikę pęknięcia.

Dla materiałów o dużej wytrzymałości, gdzie zakres odkształceń plastycznych jest większy, do określenia odporności na pękanie stosuje się metodę całki Rice'a. W metodzie tej ocenia się wartość całki  $J$ , która charakteryzuje zmianę energii potencjalnej w zakresie sprężysto-plastycznym w trakcie rozprzestrzeniania się pęknięcia. W momencie, gdy pęknięciu towarzyszy znaczne odkształcenie plastyczne, niemożliwe jest wyznaczenie energii w pobliżu wierzchołka szczeliny metodą całki  $J$ . Konieczne wtedy jest zastosowanie kryterium CTOD (z ang. Crack Tip Opening Displacement). Metodą tą

wyznacza się wartość krytycznego rozwarcia szczeliny  $\delta_c$ , przy której rozpoczyna się niestabilny rozwój pęknięcia.

Procedury wyznaczania poszczególnych wielkości charakteryzujących początek niestabilnego pęknięcia są znormalizowane i przedstawione w następujących normach:

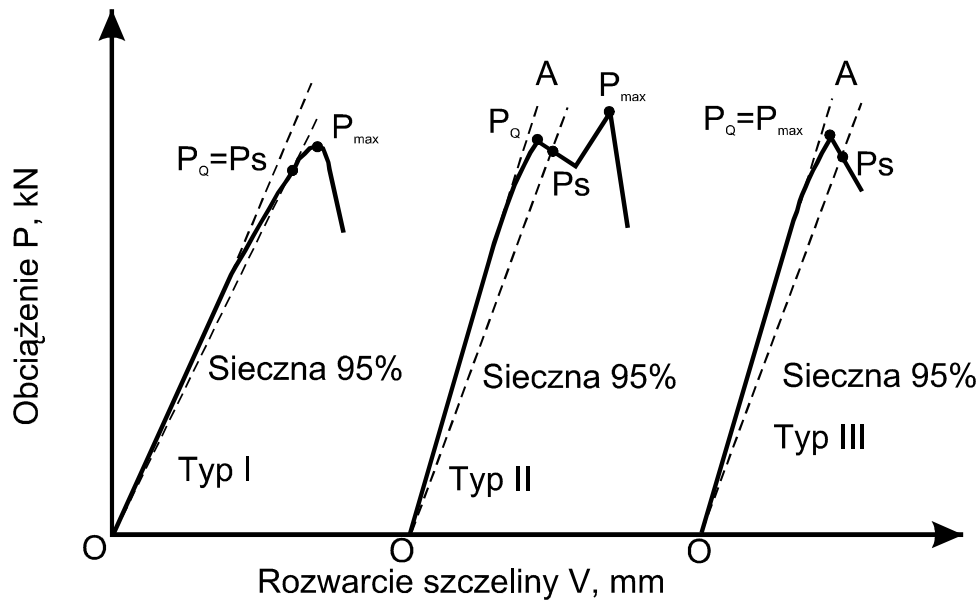
1.  $K_{Ic}$  – krytyczny współczynnik intensywności naprężeń: ASTM E-399 – 89 [170], PN-87/H-04335 [171]
2.  $J_{Ic}$  – krytyczna wartość całki Rice’a: ASTM E-813 – 89 [172], PN-87/H-04336 [173]
3.  $\delta_c$  – wartość krytycznego rozwarcia szczeliny: ASTM E-1290 – 93 [174]

### **Próba $K_{Ic}$**

W celu wyznaczenia krytycznego współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}$  należy znormalizowaną próbkę z ostrym pęknięciem zmęczeniowym o długości  $a_0$ , obciążać monotonicznie aż do zniszczenia, rejestrując siłę  $P$  i odpowiadające jej rozwarcie szczeliny  $V$ . Na tej podstawie wykreśla się krzywą  $P=f(V)$ , której podstawowe przebiegi przedstawiono na rys. 104.

Z wykresu należy wyznaczyć wartość siły  $P_Q$ , którą określa się rysując styczną  $OA$  do początkowego prostoliniowego odcinka wykresu. Następnie kreśli się sieczną  $OP_s$ , której tangens kąta nachylenia jest mniejszy o 5% od stycznej  $OA$  i punkt jej przecięcia z krzywą  $P=f(V)$  określa wartość obciążenia  $P_s$ . Wartość siły  $P_Q$  zależy od przebiegu krzywej  $P=f(V)$  i zgodnie z normami [170] i [171] można wyróżnić dwa przypadki:

1. Wartość siły  $P_Q$  równa się wartości  $P_s$ , gdy siła  $P$  w każdym punkcie wykresu jest mniejsza od wartości  $P_s$ , co odpowiada wykresowi I, rys. 104.
2. Wartość siły  $P_Q$  jest równa wartości  $P_{max}$ , gdy na wykresie  $P=f(V)$  występuje maksimum do punktu przecięcia z sieczną  $OP_s$ , co odpowiada wykresowi II i III, rys. 104.



Rys. 104. Podstawowe rodzaje wykresów obciążania próbki  $P=f(V)$  służące do wyznaczenia wartości obliczeniowej wskaźnika  $K_Q$

Obliczeniową wartość odporności na pęknięcie  $K_Q$  dla próbek zwartych typu CT określa się na podstawie zależności:

$$K_Q = \frac{P_Q}{B * W^{1/2}} * f\left(\frac{a_o}{W}\right) \quad (15)$$

$$f\left(\frac{a_o}{W}\right) = \frac{(2 + (\frac{a_o}{W})) * (0,886 + 4,64(\frac{a_o}{W}) - 13,32(\frac{a_o}{W})^2 + 14,72(\frac{a_o}{W})^3 - 5,6(\frac{a_o}{W})^4)}{(1 - (\frac{a_o}{W}))^{3/2}} \quad (16)$$

gdzie:

$f(a_o/W)$  – funkcja podatności

$P_Q$  – wartość obciążenia wyznaczonego z wykresu  $P=f(V)$ , N

$B$  – grubość próbki, mm

$W$  – szerokość próbki, mm

$a_o$  – początkowa długość ostrego pęknięcia, mm

Jeśli po podstawieniu obliczeniowej wartości  $K_Q$  zostaną spełnione warunki:

$$a_o \geq (2,5 \frac{K_Q}{R_e})^2 \quad B \geq (2,5 \frac{K_Q}{R_e})^2 \quad (17)$$

to przyjmuje się że  $K_Q = K_{Ic}$ .

W przypadku, gdy warunki (17) nie zostały spełnione, wynik z próby uznaje się za nieważny. Należy wtedy zwiększyć grubość próbki B lub zastosować metody pośrednie, takie jak CTOD i całka Rice'a. Polska norma [171] przewiduje dla celów porównawczych wyznaczenia współczynnika wytrzymałości próbki R, gdy nie ma możliwości powtórzenia próby, na podstawie zależności:

$$R = \frac{\sigma_N}{R_e} \quad (18)$$

gdzie  $\sigma_N$  dla próbek zwartych CT:

$$\sigma_N = \frac{2P_{\max}(2W + a_o)}{B(W - a_o)^2} \quad (19)$$

### Próba całki Rice'a

W przypadku materiałów charakteryzujących się dużym zapasem plastyczności wyznaczenie wartości  $K_{Ic}$  może być problematyczne ze względu na wymaganą grubość próbki. W takim przypadku stosuje się metodę całki Rice'a, w której oblicza się krytyczną wartość  $J_{Ic}$  określającą początek niestabilnego rozwoju szczeliny. Ponieważ istnieje zależność pomiędzy krytycznym współczynnikiem intensywności naprężeń  $K_{Ic}$  a krytyczną wartością całki Rice'a  $J_{Ic}$ , określona równaniem (20 a i b), dlatego można tą metodę stosować do określania odporności na pękanie:

- dla płaskiego stanu naprężenia:

$$J_{Ic} = \frac{K_{Ic}^2}{E} \quad (20a)$$

- dla płaskiego stanu odkształcenia:

$$J_{Ic} = \frac{(1 - \nu^2)K_{Ic}^2}{E} \quad (20b)$$

Obecnie stosowaną powszechnie metodą określania krytycznej wartości  $J_{Ic}$  jest metoda podatności. Pozwala ona wyznaczyć wartość  $J_{Ic}$  przy pomocy jednej próbki. Polega na kilkukrotnym odciażaniu w trakcie odkształcania znormalizowanej próbki z ostrym

nacięciem o długości  $a_o$ , w celu wyznaczenia zmiany kąta pochylenia kolejnych odciążeń. Odciążenia nie powinny być większe niż 10% aktualnej wartości obciążenia, aby nie doprowadzić do efektu domyknięcia się szczeliny i zmian w wiązarach niepękniętej jeszcze próbki. W trakcie próby rejestruje się wartość aktualnej siły  $P$  i odpowiadające jej rozwarcie szczeliny  $V$ , w rezultacie uzyskując krzywą jak przedstawiono na rys. 105. Kąt pochylenia kolejnych odciążeń jest miarą podatności i zależy od aktualnej długości szczeliny. Na podstawie zmiany kąta oblicza się podatność w kolejnych krokach  $n$  odciążenia z zależności:

$$C_n = \frac{\Delta V_n}{\Delta P_n} \quad (21)$$

Na tej podstawie określa się długość przyrostu pęknięcia  $\Delta a_n$  w  $n$ -tym odciążeniu z następującej zależności:

$$\Delta a_n = \frac{b(C_n - C_o)}{2C_n} \quad (22)$$

gdzie:

$C_o$  – początkowa sprężysta podatność próbki, mm/N

W celu doświadczalnego wyznaczenia krytycznej wartości  $J_{Ic}$  należy wykreślić kolejny wykres  $J=f(\Delta a)$ . Na podstawie punktów pomiarowych  $\{p_1, p_2, \dots, p_n\}$  dla kolejnych odciążeń wyznacza się współrzędne ( $J_n$  oraz  $\Delta a_n$ ), rys. 106. Stała odkształcenia plastycznego całki  $J$  w  $n$ -tym punkcie  $J_n$  jest wyznaczana z zależności:

$$J_n = \frac{A_n}{bB} f\left(\frac{a_o}{W}\right) \quad (23)$$

gdzie:

$A_n$  – energia odkształcenia plastycznego zgromadzona w próbce przy  $n$ -tym punkcie pomiarowym,  $J$

$B$  – grubość próbki, mm

$b$  – szerokość próbki netto,  $b=W-a$ , mm

$f(a_o/W)$  – funkcja podatności określana na podstawie zależności (16)



Nanosząc punkty pomiarowe ( $J_n$  i  $\Delta a_n$ ) w układzie  $J=f(\Delta a)$  dopasowuje się funkcję matematyczną o równaniu:

$$J = k_1 \Delta a^{k_2} \quad (24)$$

gdzie:

$k_1, k_2$  – stałe materiałowe

Kolejnym krokiem jest naniesienie na wykres tzw. linii tępienia danej równaniem:

$$J = 2\sigma_y \Delta a \quad (25)$$

Dodatkowo na wykresie nanosi się linie pomocnicze w punktach 0,15 mm i 1,5 mm równoległe do funkcji (25), rys. 106. Punkty leżące poza obszarem wyznaczonym przez linie pomocnicze nie uwzględnia się podczas dopasowywania funkcji (24).

Krytyczną wartość całki Rice'a  $J_{Ic}$  wyznacza się rozwiązując układ równań:

$$\begin{cases} J = 2\sigma_y \Delta a \\ J = k_1 \Delta a^{k_2} \end{cases} \quad (26)$$

gdzie:

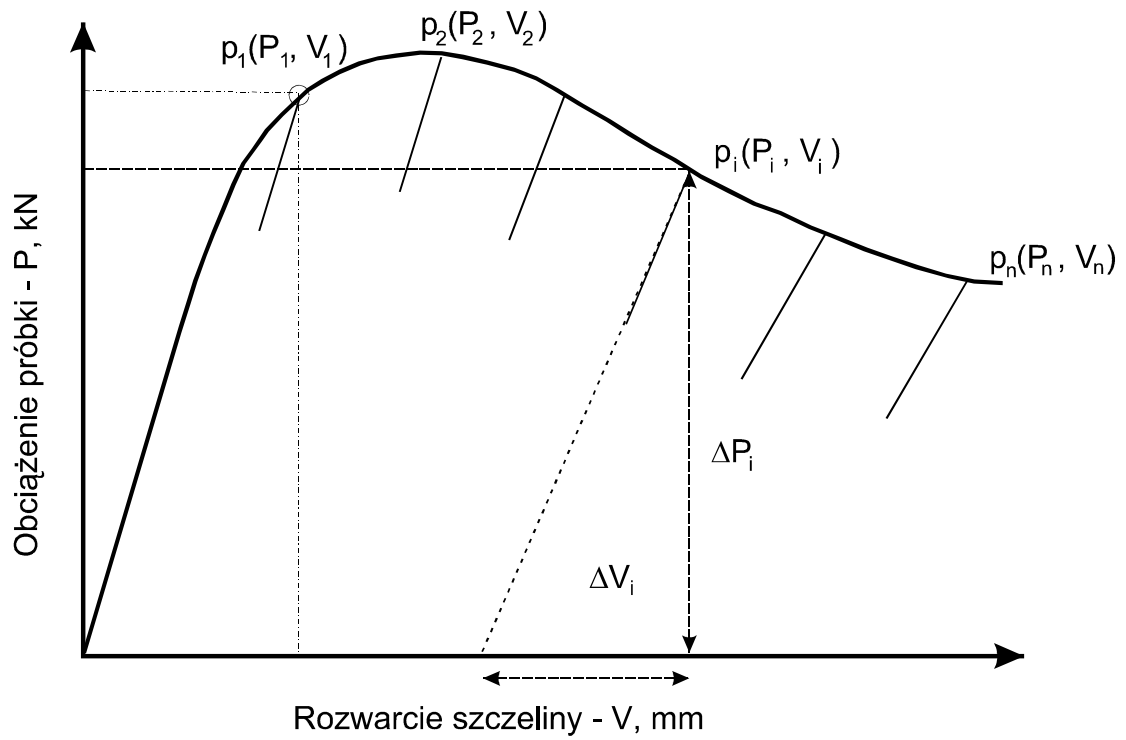
$\sigma_y$  – efektywna granica plastyczności,  $N/mm^2$  określana na podstawie zależności:

$$\sigma_y = \frac{R_e + R_m}{2} \quad (27)$$

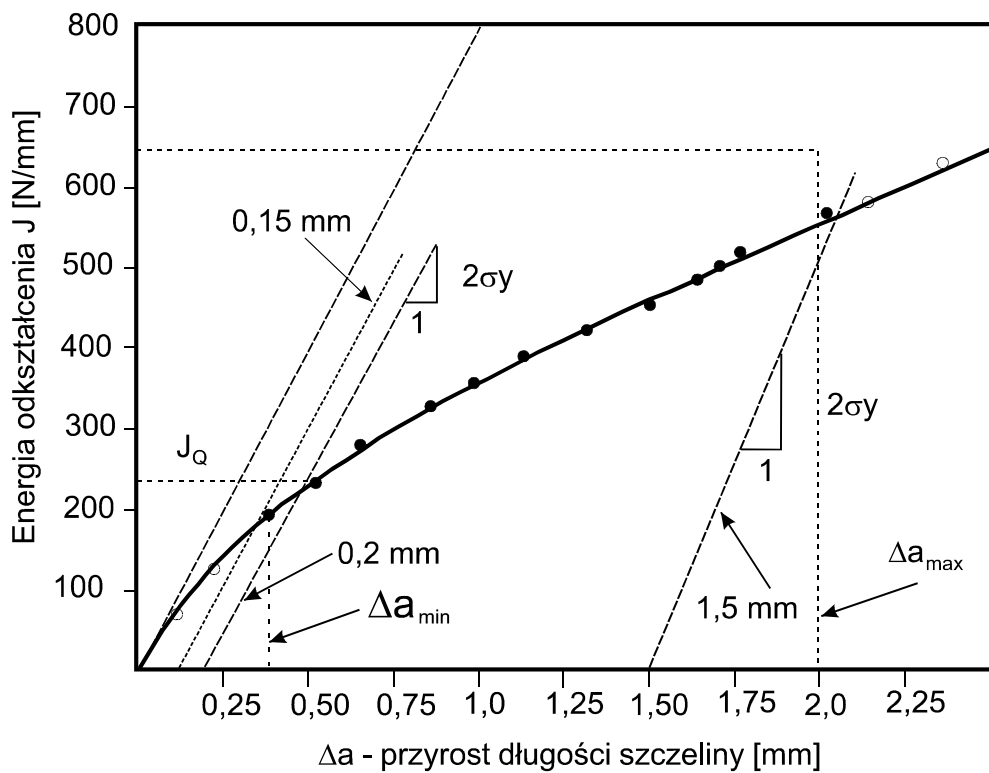
Rozwiązaniem układu jest punkt o współrzędnych ( $J_Q$  i  $\Delta a_Q$ ) określający początek niestabilnego pęknięcia. Po spełnieniu warunków:

$$B \geq 25 \frac{J_Q}{R_e} \quad \text{i} \quad b = W - a_o \geq 25 \frac{J_Q}{R_e} \quad (28)$$

przyjmuje się, że wartość  $J_Q = J_{Ic}$ .



Rys. 105. Schemat przebiegu wykresu  $P=f(V)$  do wyznaczenia krytycznej wartości całki Rice'a metodą podatności



Rys. 106. Graficzna interpretacja wyznaczenia krytycznej wartości całki  $J_Q$

## Próba CTOD

Określenie odporności na pękanie materiałów charakteryzujących się dużą plastycznością jest często problematyczne z uwagi na znaczne odkształcenia plastyczne występujące w wierzchołku szczeliny. W takim przypadku jako miarę odporności na pękanie można zastosować próbę Crack-Tip Opening Displacement CTOD (krytyczne rozwarcie wierzchołka szczeliny). W modelu tym zakłada się występowanie w wierzchołku szczeliny strefy odkształcenia plastycznego, w której tworzy się mikropęknięcie o długości  $\lambda_o$ , rys.107. Gdy rozwarcie pomiędzy przeciwległymi krawędziami nie przekroczy krytycznej wartości  $\delta_c$  to strefa odkształcenia plastycznego działa na nie naprężeniem  $\sigma_o$  hamując jej rozwój. Niestabilny rozwój pęknięcia rozpoczyna się z chwilą, gdy pod wpływem naprężenia  $\sigma$  rozwarcie osiągnie wartość krytyczną  $\delta_c$ .

Procedura wyznaczenia odporności na pękanie w próbie CTOD, zgodnie z normą [174], polega na określeniu krytycznej wartości rozwarcia szczeliny  $\delta$  na podstawie zależności:

$$\delta = \frac{K_c^2 (1 - \nu^2)}{2R_e E} + \frac{r_p (W - a_o) V_p}{r_p (W - a_o) + a_o} \quad (29)$$

gdzie:

$K_c = K_Q$  – jest to obliczeniowa wartość odporności na pękanie

$V_p$  – składowa rozwarcia próbki w zakresie plastycznym, mm

$r_p$  – wskaźnik obrotu próbki

Dla próbek zwartych typu CT wartość  $K_c$  oblicza się wg zależności (15).

Wartość wskaźnika obrotu próbki  $r_p$  określa zależność:

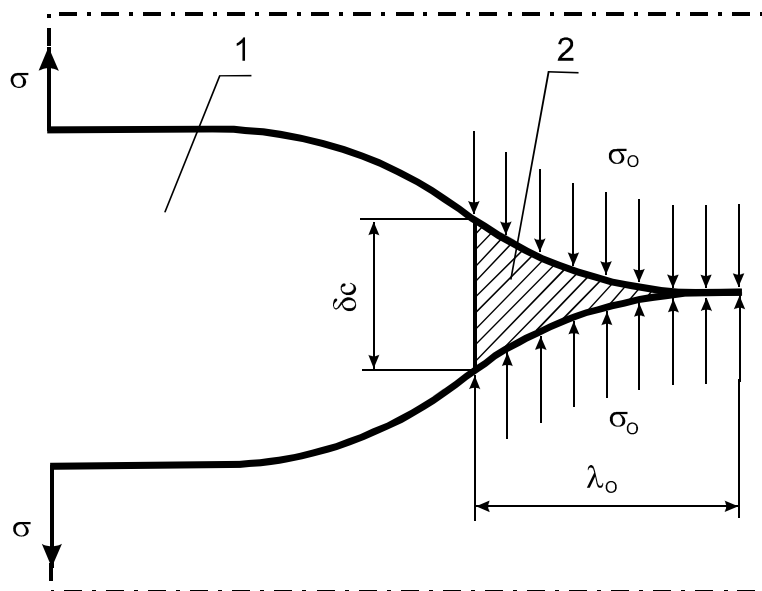
$$r_p = 0,4(1 + \beta) \quad (30)$$

Dla próbek zwartych typu CT wartość  $\beta$  określana jest na podstawie zależności:

$$\beta = 2 \sqrt{\left[ \left( \frac{a_o}{b} \right)^2 + \frac{a_o}{b} + \frac{1}{2} \right] - 2 \left( \frac{a_o}{b} \right) + \frac{1}{2}} \quad (31)$$

Krytyczną wartość rozwarcia pęknięcia  $\delta_c$  można przeliczyć na wartość  $J_{Ic}$  wg zależności:

$$J_{Ic} = R_{p0,2} * \delta_c \quad (32)$$



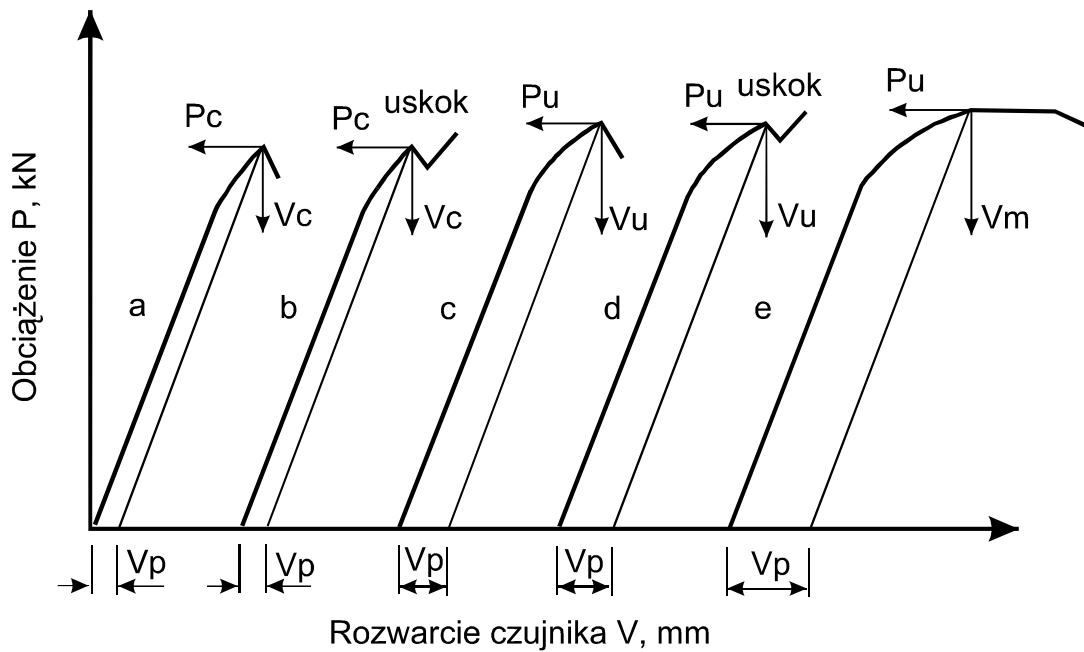
Rys. 107. Schemat rozwoju pęknięcia ze strefą odkształcenia plastycznego: 1 – pęknięcie, 2 – strefa odkształcenia plastycznego [175]

Zgodnie z procedurą określoną w normie [174] w próbie CTOD w zależności od typu wykresu uzyskanego podczas próby, do obliczeń parametru  $\delta$  wg zależności (29) przyjmuje się różne składowe P i V, mianowicie:

1. Dla wykresów przedstawionych na rys. 109a i 109b jako składowe do obliczenia wartości parametru  $\delta$  na podstawie zależności (29) przyjmuje się siłę  $P_c$  oraz odpowiadającą jej wartość rozwarcia  $V_c$ . Określony w ten sposób parametr oznacza się jako  $\delta_c$ . Dodatkowo zakłada się, że długość przyrostu szczeliny  $\Delta a$  w badanej próbce nie może przekroczyć 0,2 mm.
2. Dla wykresów przedstawionych na rys. 109c i 109d jako składowe do obliczenia wartości parametru  $\delta$  na podstawie zależności (29) przyjmuje się siłę  $P_u$  oraz odpowiadającą jej wartość rozwarcia  $V_u$ . Określony w ten sposób parametr oznacza

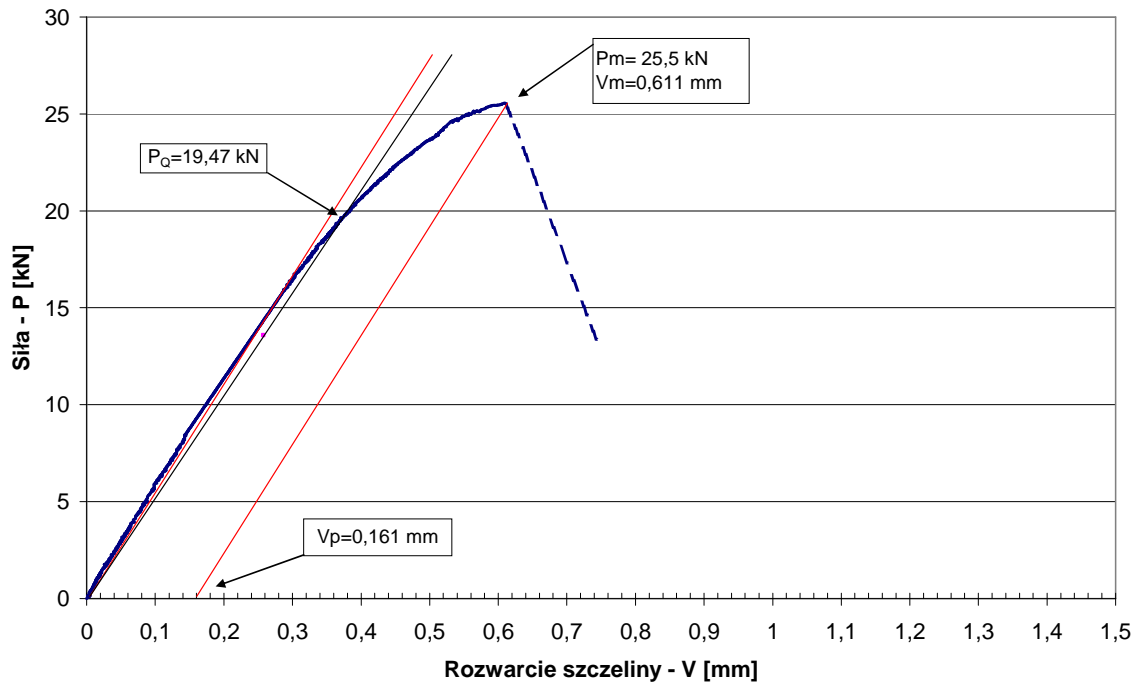
się jako  $\delta_u$ . Dodatkowo zakłada się, że długość przyrostu szczeliny  $\Delta a$  w badanej próbce jest większy od 0,2 mm.

3. Dla wykresu przedstawionego na rys. 109e, charakteryzującym się stabilnym przyrostem długości pęknięcia  $\Delta a$ , jako składowe do obliczenia wartości parametru  $\delta$  na podstawie zależności (29) przyjmuje się siłę  $P_m$  oraz odpowiadającą jej wartość rozwarcia  $V_m$ . Określony w ten sposób parametr oznacza się jako  $\delta_m$ .

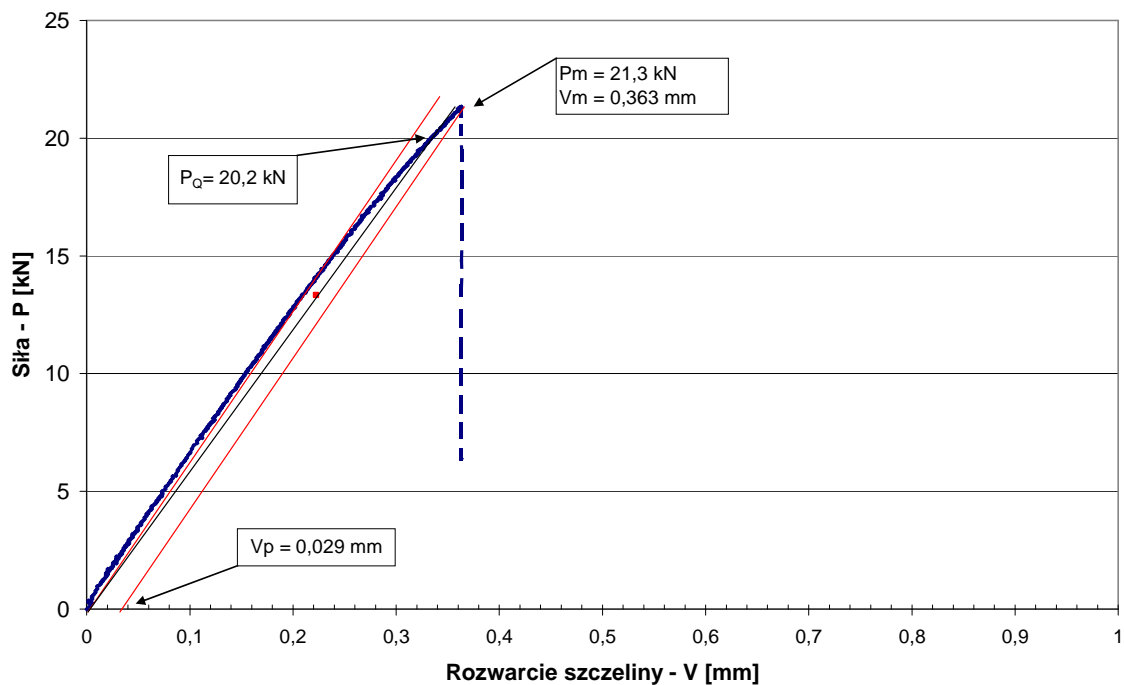


Rys. 108. Podstawowe rodzaje wykresów obciążania próbki  $P=f(V)$  do wyznaczenia parametru  $\delta$

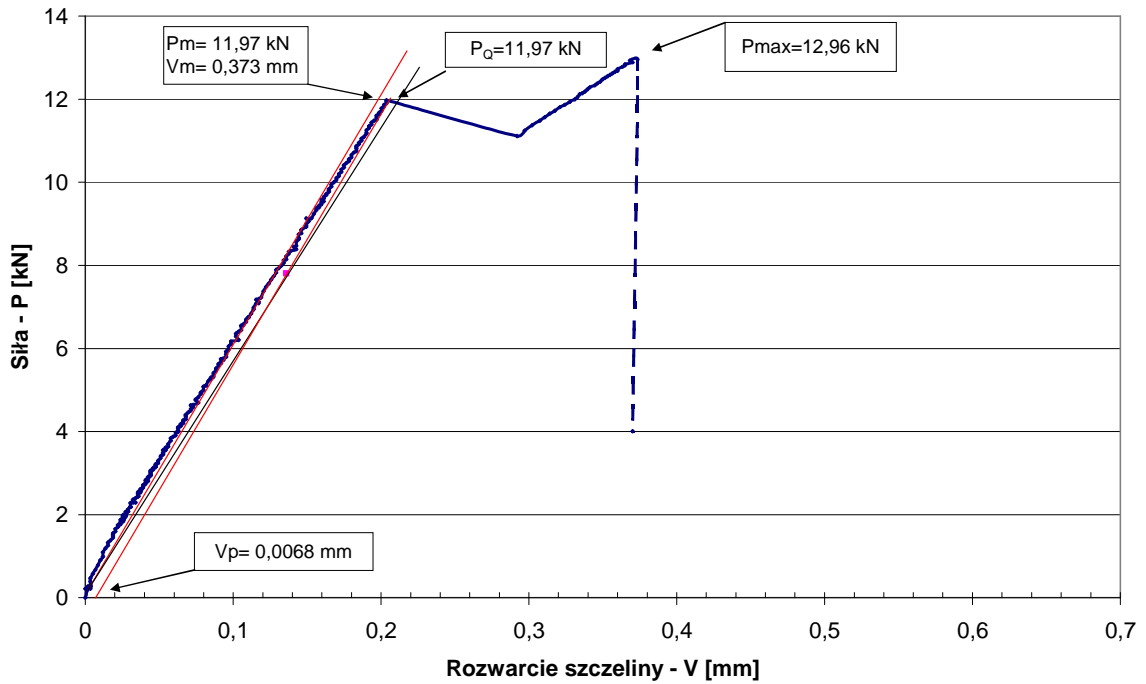




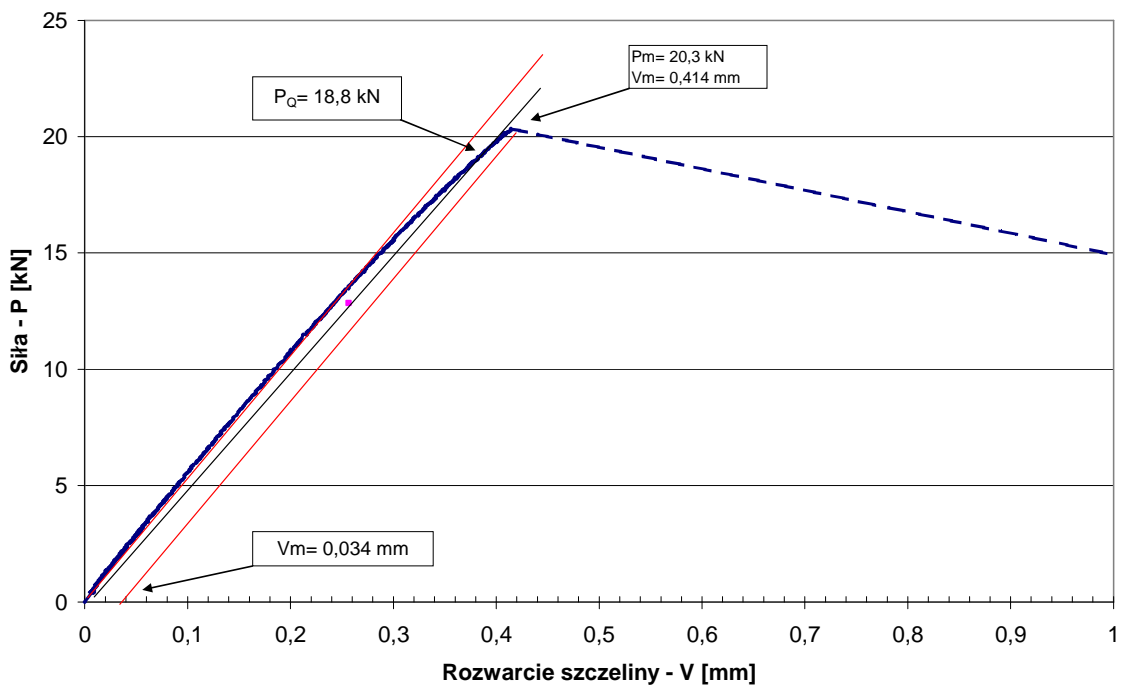
Rys. 109. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W1 po odpuszczaniu w temperaturze 500 °C



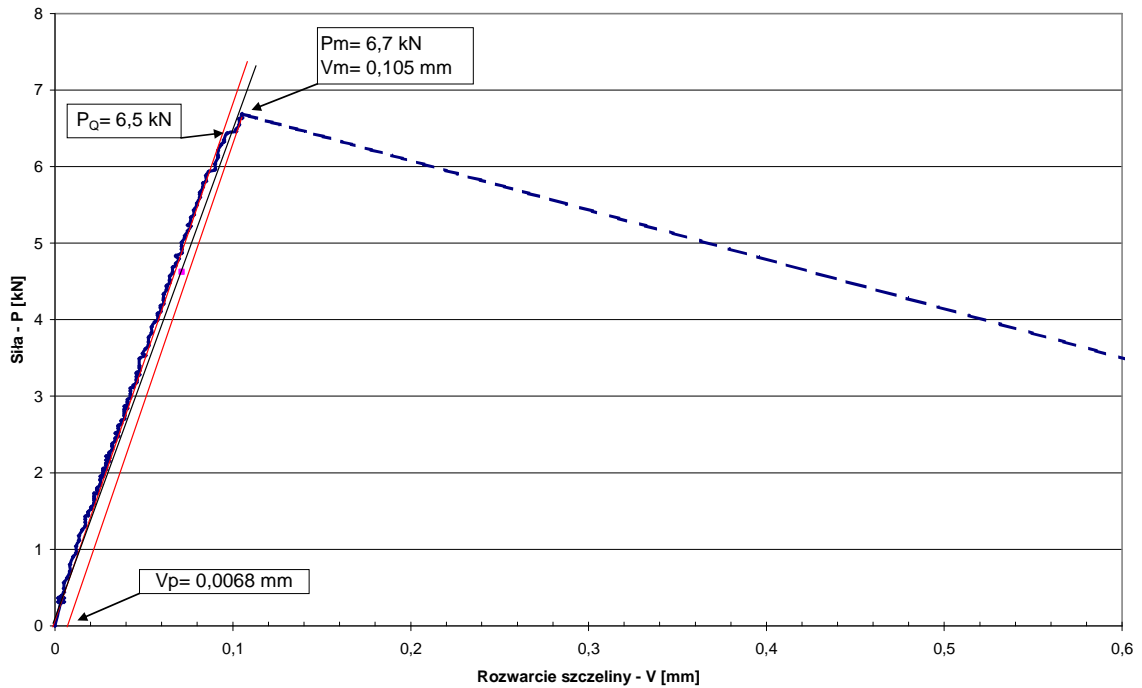
Rys. 110. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W2 po odpuszczaniu w temperaturze 500 °C



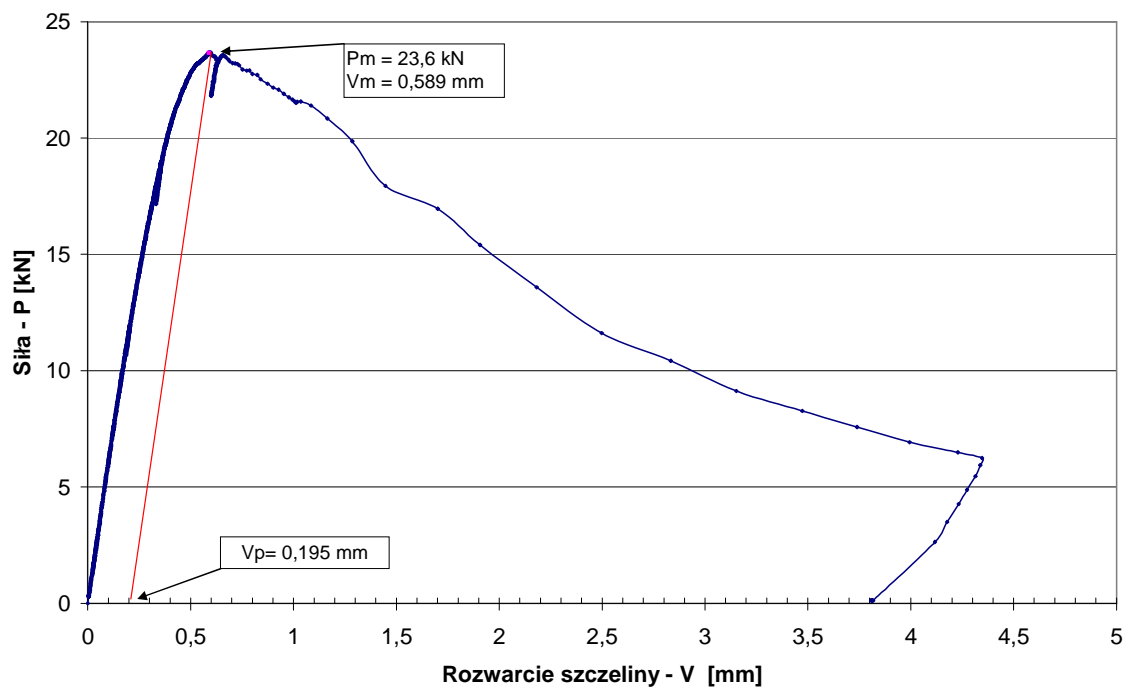
Rys. 111. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W3 po odpuszczaniu w temperaturze  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$



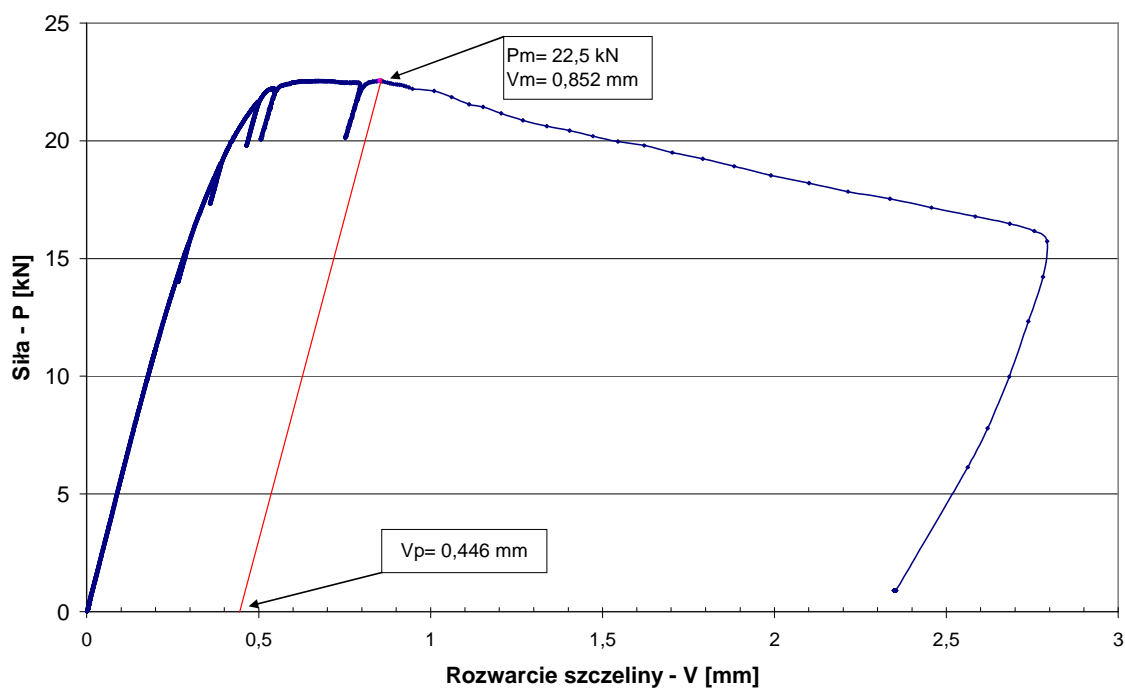
Rys. 112. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W4 po odpuszczaniu w temperaturze  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$



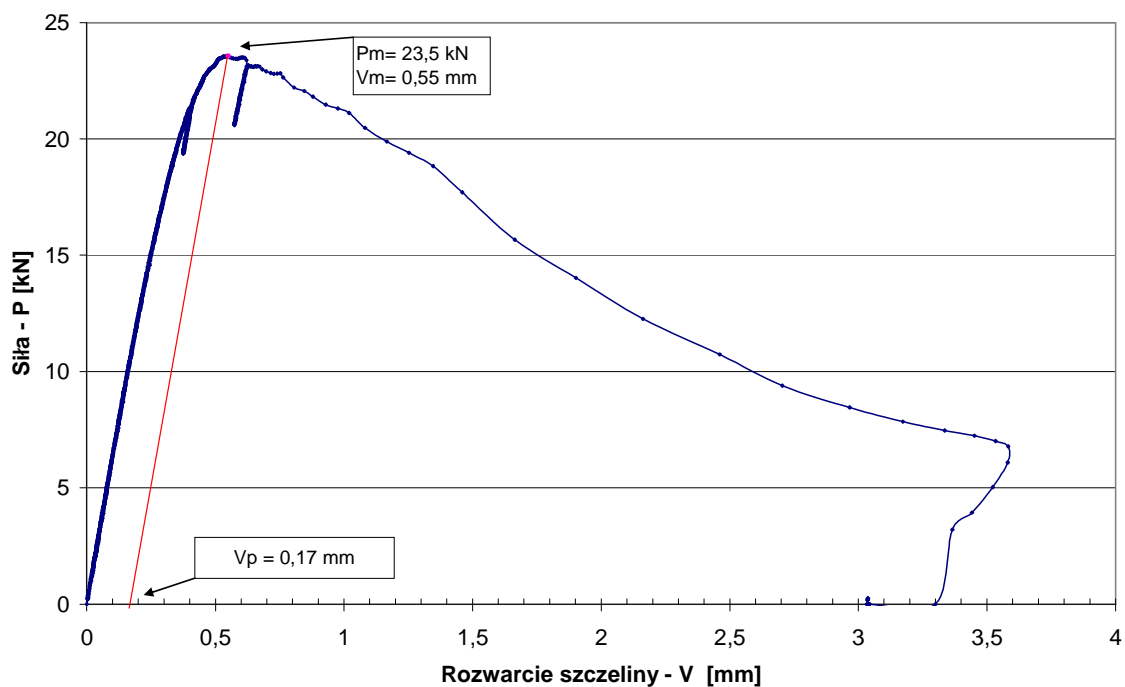
Rys. 113. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$



Rys. 114. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W4 po odpuszczaniu w temperaturze  $725\text{ }^{\circ}\text{C}$

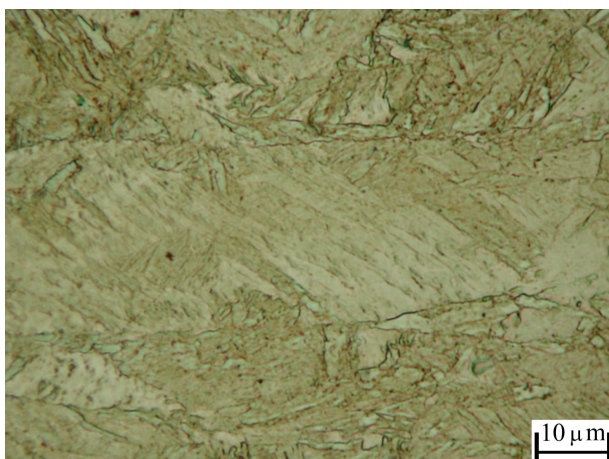


Rys. 115. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze  $625\text{ }^{\circ}\text{C}$

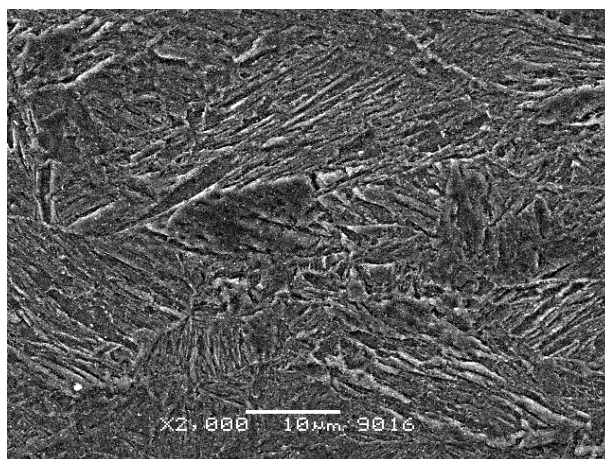


Rys. 116. Wykres zależności siły w funkcji rozwarcia szczeliny dla próbki poprzecznej z wytopu W5 po odpuszczaniu w temperaturze  $725\text{ }^{\circ}\text{C}$

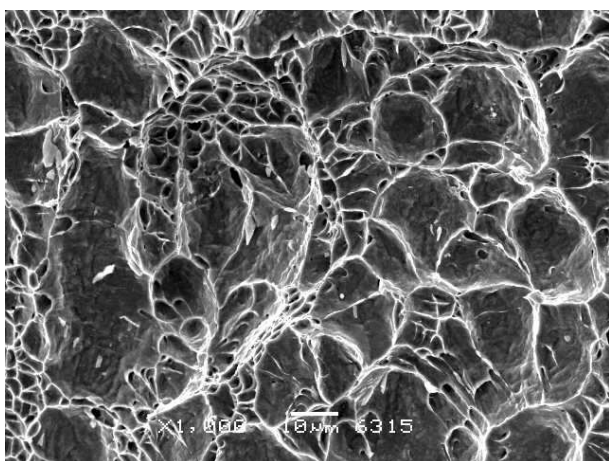
## Aneks 2



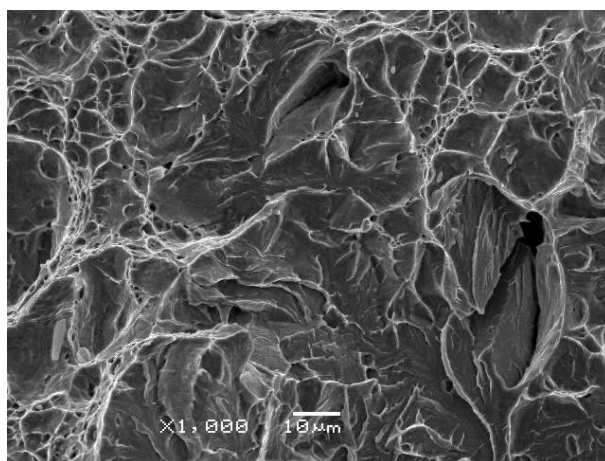
a)



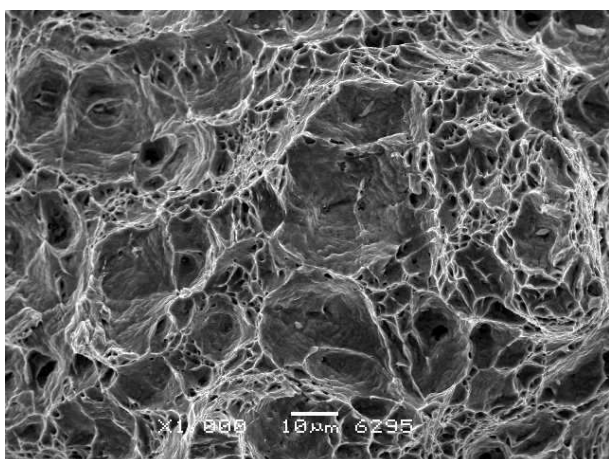
b)



c)



d)



e)

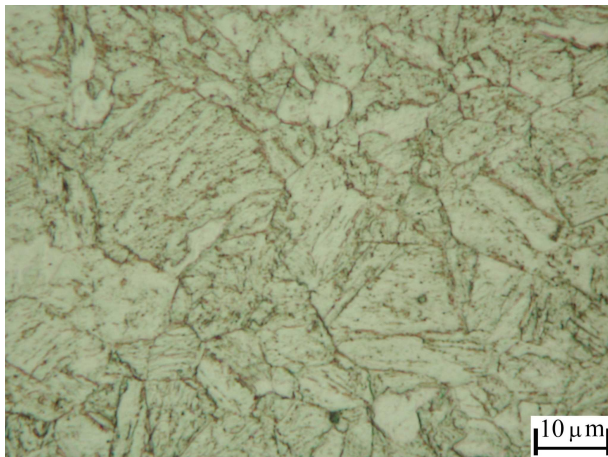
### Własności mechaniczne

HV 30	333
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	934
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1089
Praca łamania +20 °C [J]	122
Praca łamania -84 °C [J]	60
A [%]	7,9
Z [%]	65,4

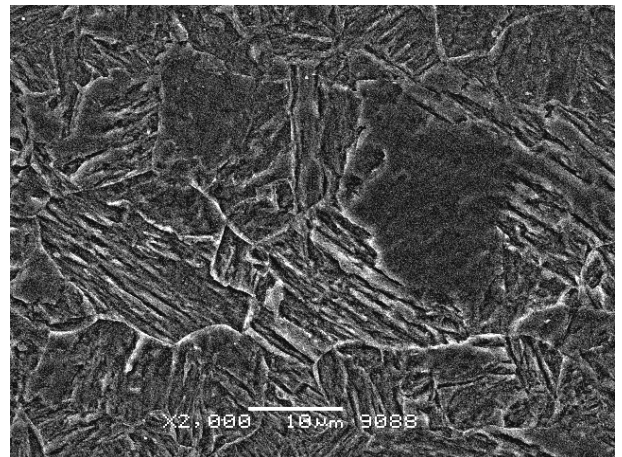
f)

Rys. 117. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek w stanie dostawy – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

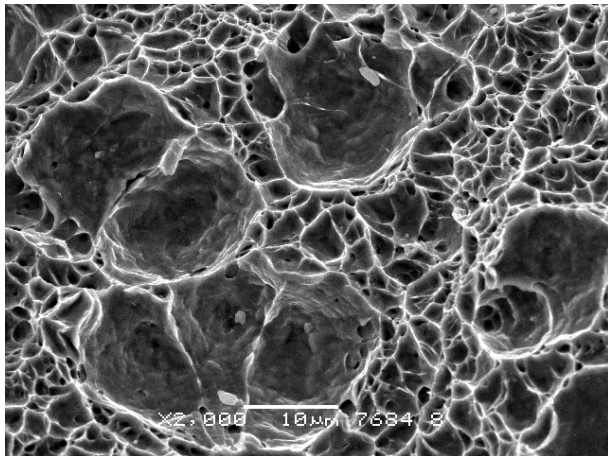




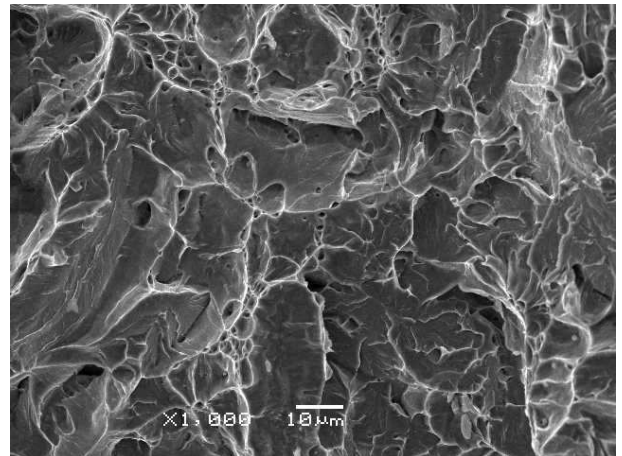
a)



b)



c)



d)



e)

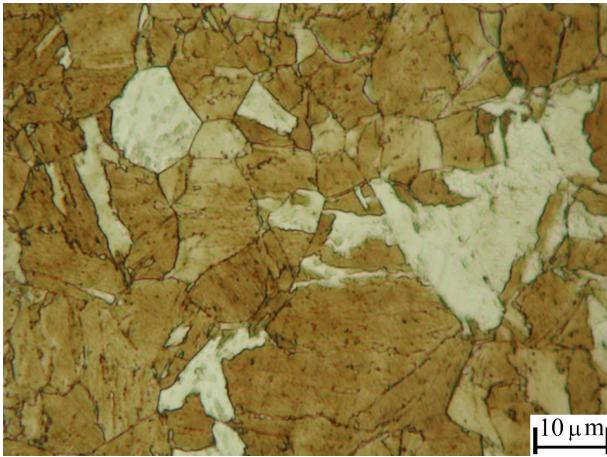
Własności mechaniczne

HV 30	329
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	920
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1033
Praca łamania +20 °C [J]	124
Praca łamania -84 °C [J]	96
A [%]	12,5
Z [%]	75,0

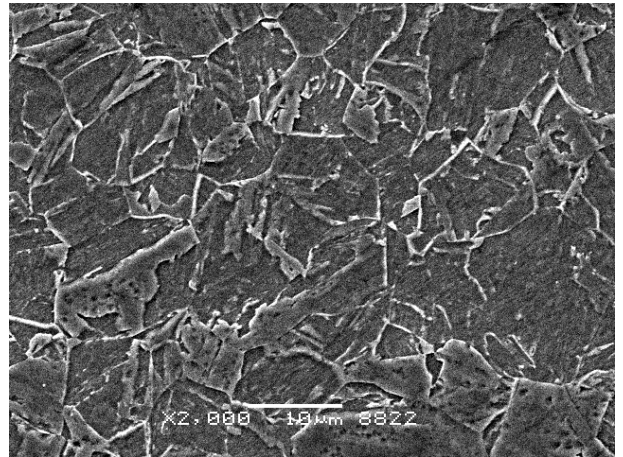
f)

Rys. 118. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po hartowaniu – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

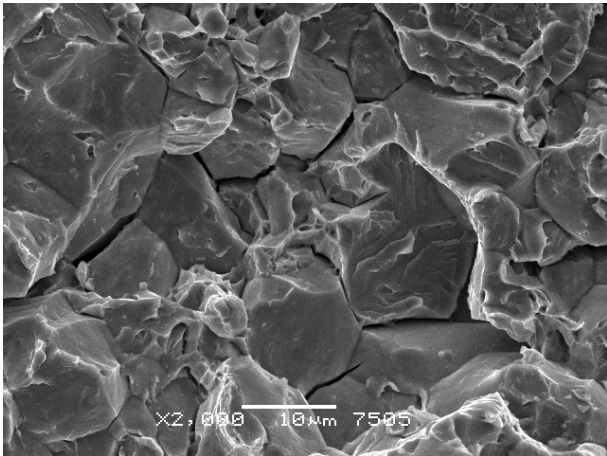




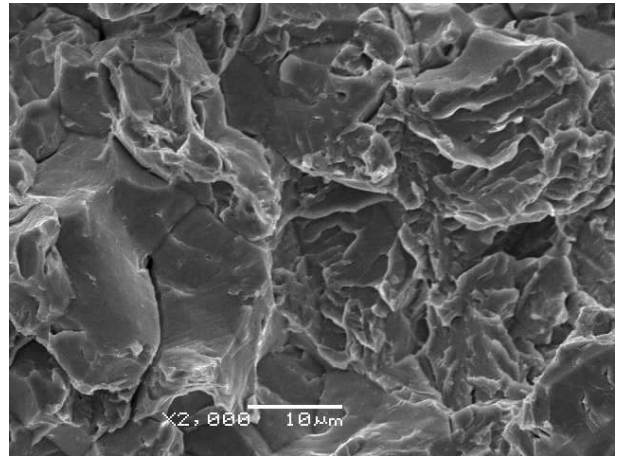
a)



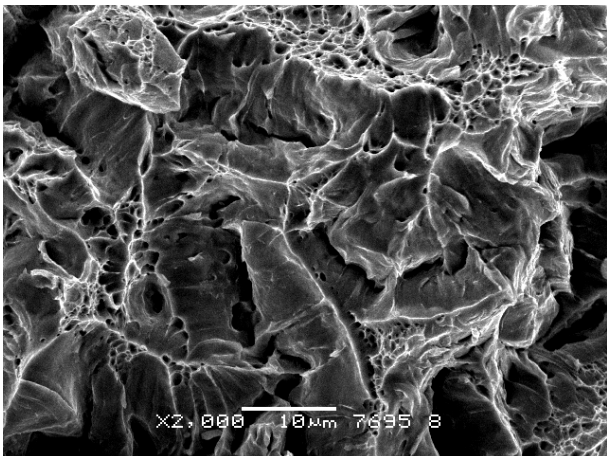
b)



c)



d)



e)

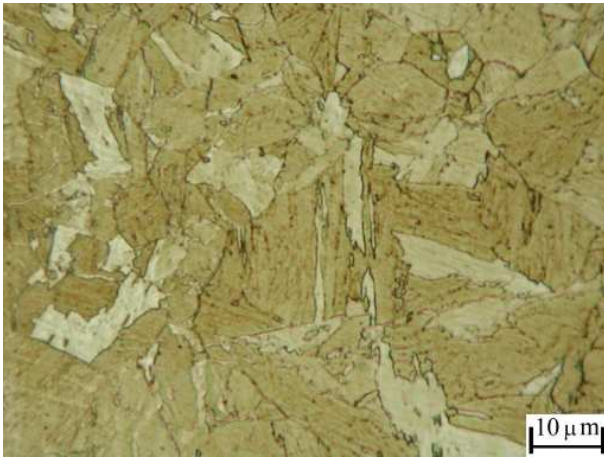
Własności mechaniczne

HV 30	424
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1237
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1310
Praca łamania +20 °C [J]	10
Praca łamania -84 °C [J]	6
A [%]	13,9
Z [%]	49,6

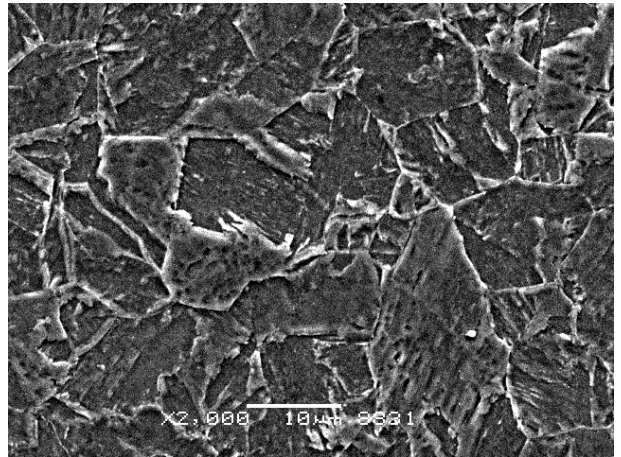
f)

Rys. 119. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 450 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

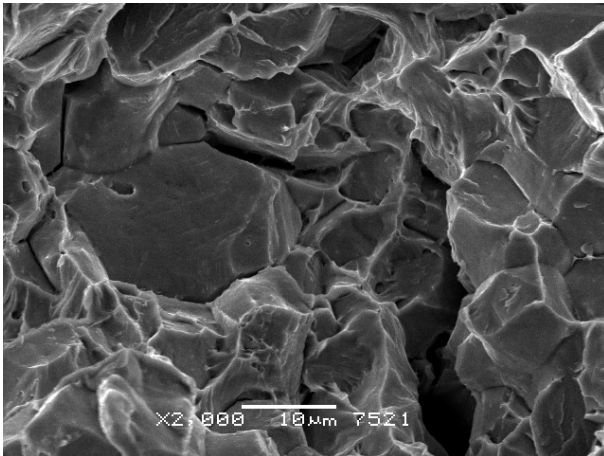




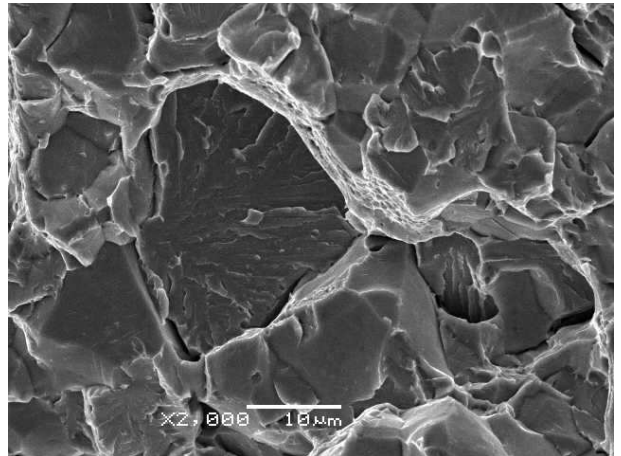
a)



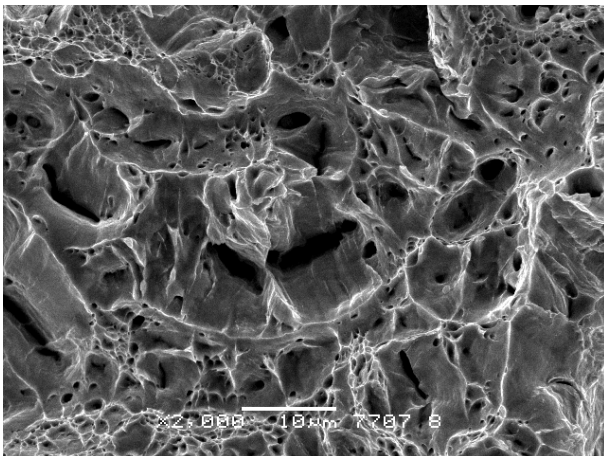
b)



c)



d)



e)

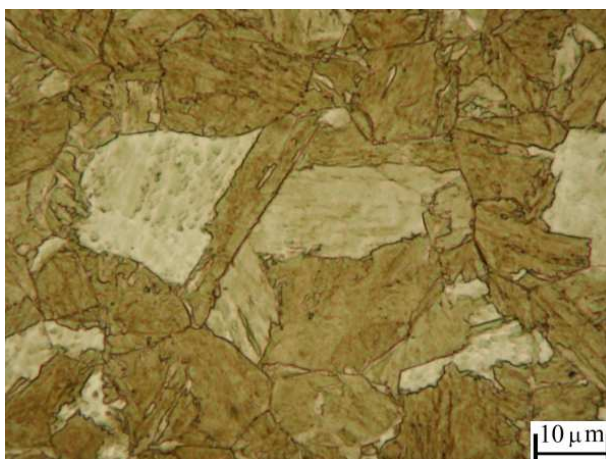
Własności mechaniczne

HV 30	379
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1093
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1148
Praca łamania +20 °C [J]	32
Praca łamania -84 °C [J]	11
A [%]	14,6
Z [%]	63,4

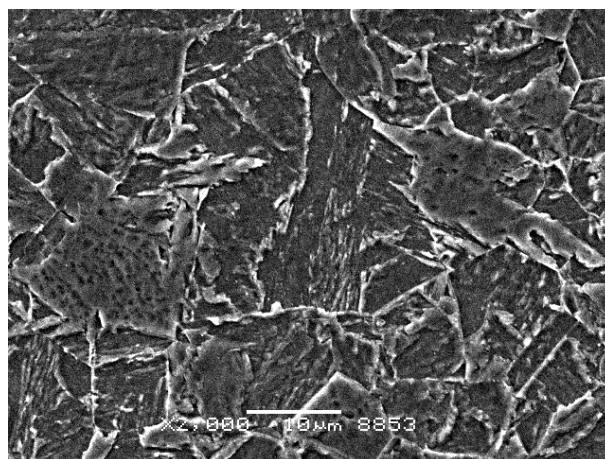
f)

Rys. 120. Mikrostruktura, topografia przetłomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 500 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przetłomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przetłomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przetłomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

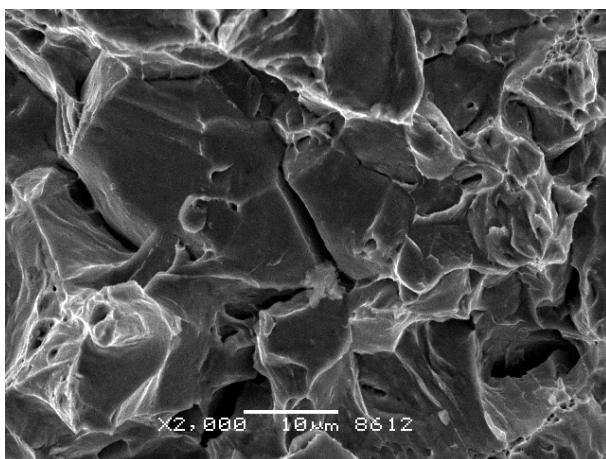




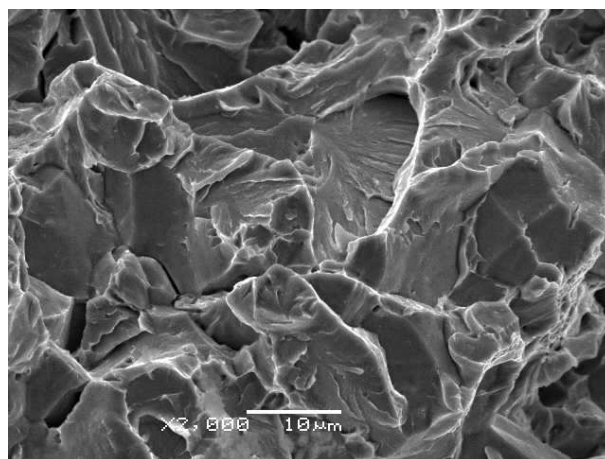
a)



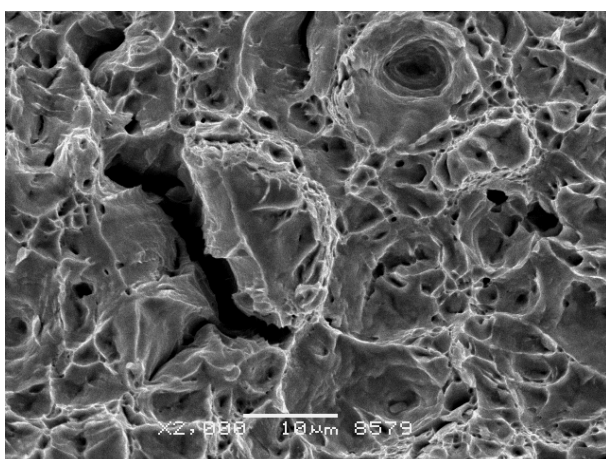
b)



c)



d)



e)

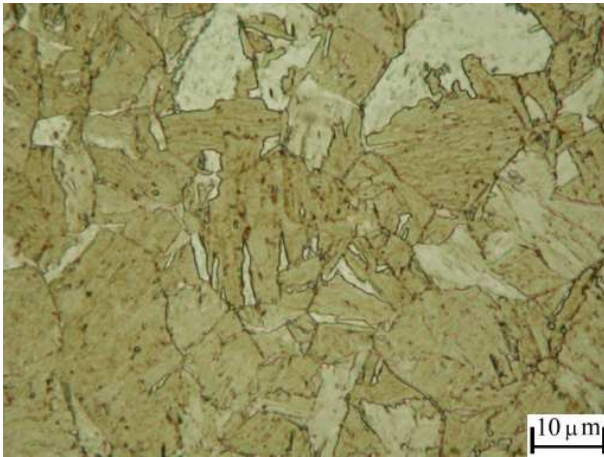
Własności mechaniczne

HV 30	362
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1055
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1100
Praca łamania +20 °C [J]	81
Praca łamania -84 °C [J]	25
A [%]	15,4
Z [%]	64,9

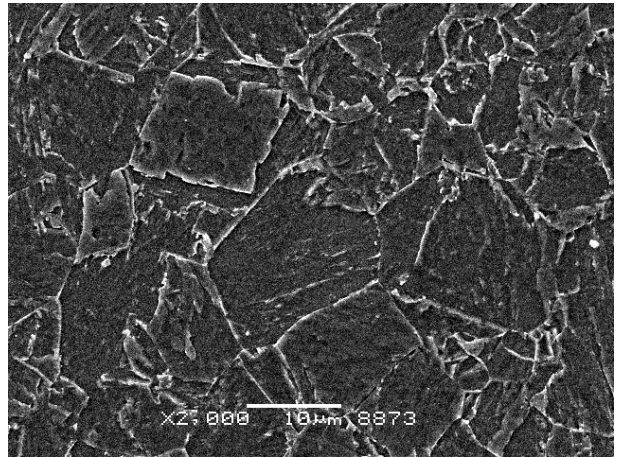
f)

Rys. 121. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 525 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

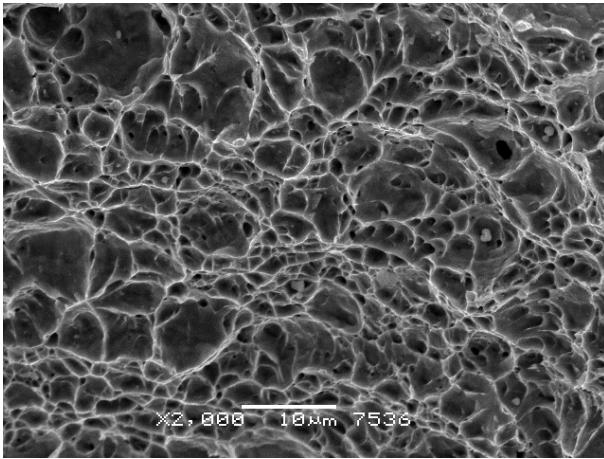




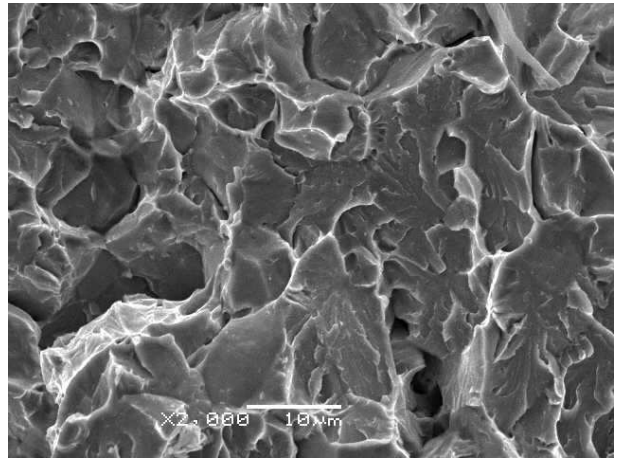
a)



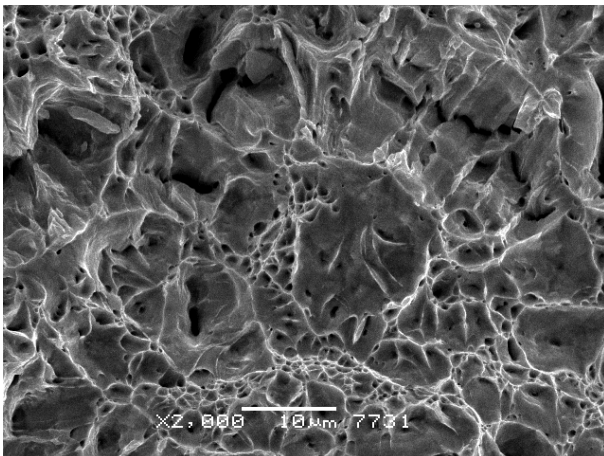
b)



c)



d)



e)

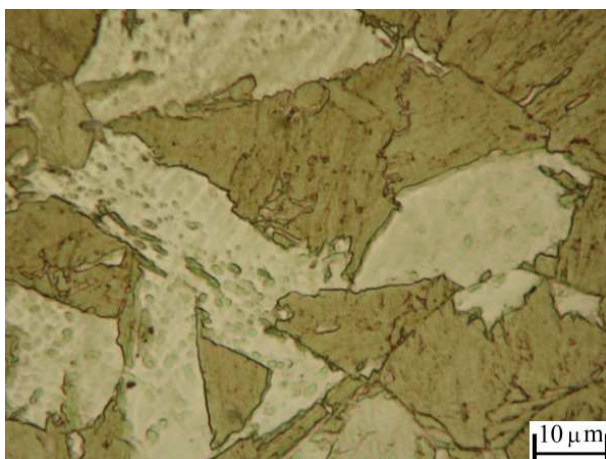
Własności mechaniczne

HV 30	347
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1024
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1060
Praca łamania +20 °C [J]	122
Praca łamania -84 °C [J]	34
A [%]	15,9
Z [%]	65,3

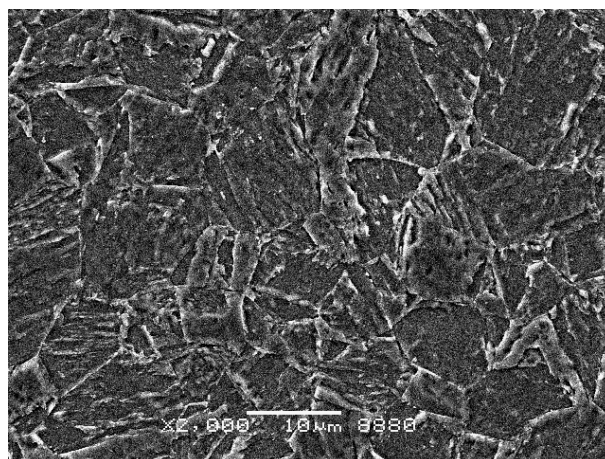
f)

Rys. 122. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 550 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

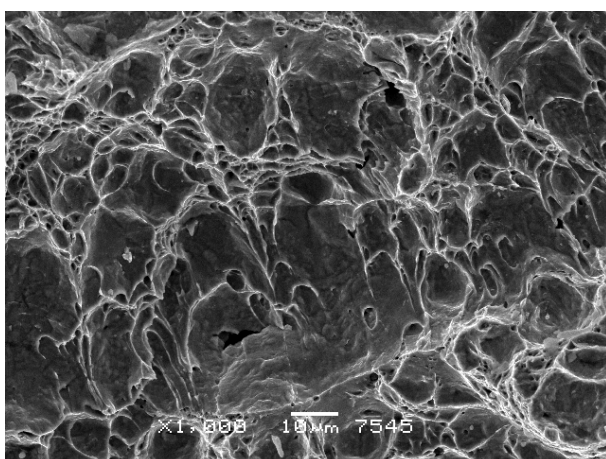




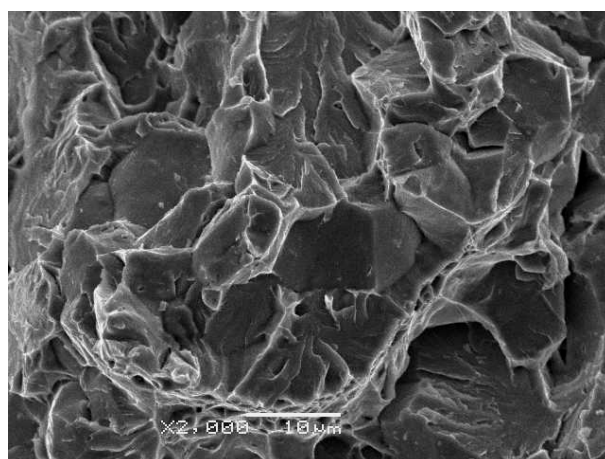
a)



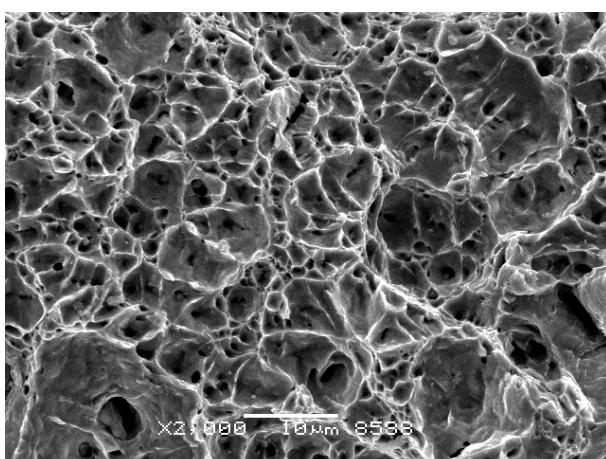
b)



c)



d)



e)

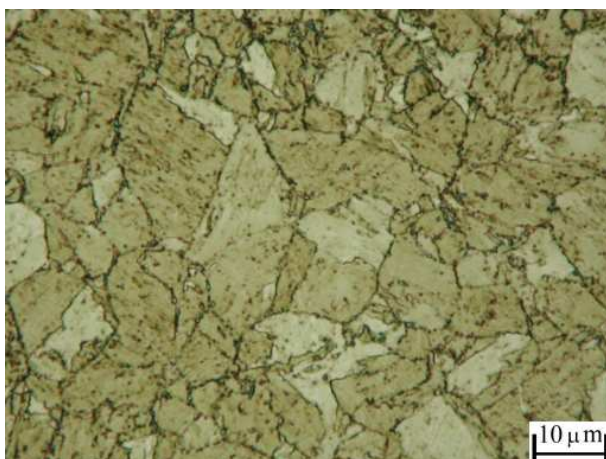
Własności mechaniczne

HV 30	336
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1007
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1029
Praca łamania +20 °C [J]	150
Praca łamania -84 °C [J]	40
A [%]	17,2
Z [%]	68,3

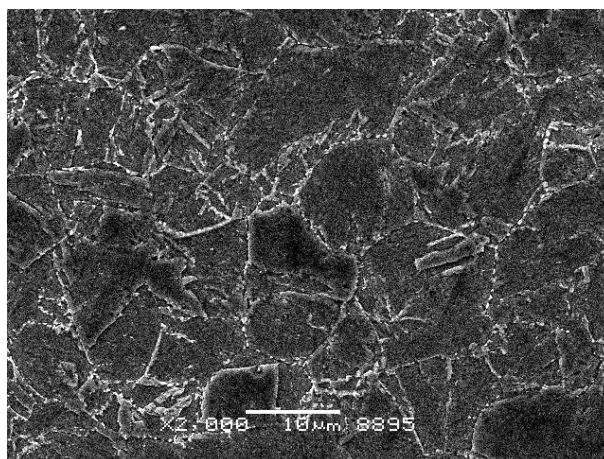
f)

Rys. 123. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 575 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

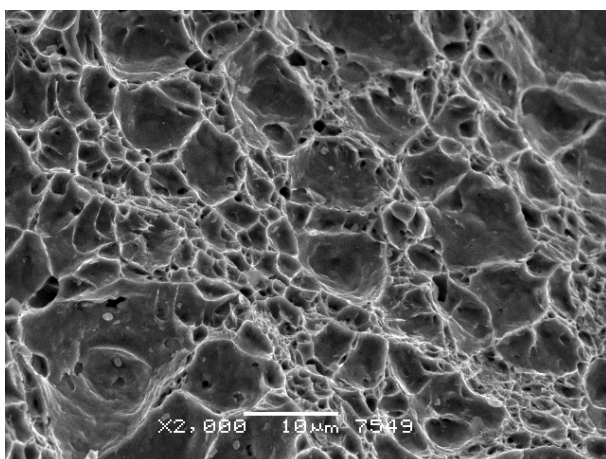




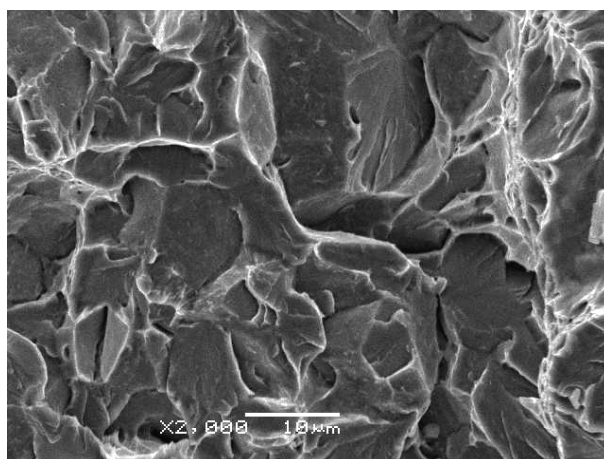
a)



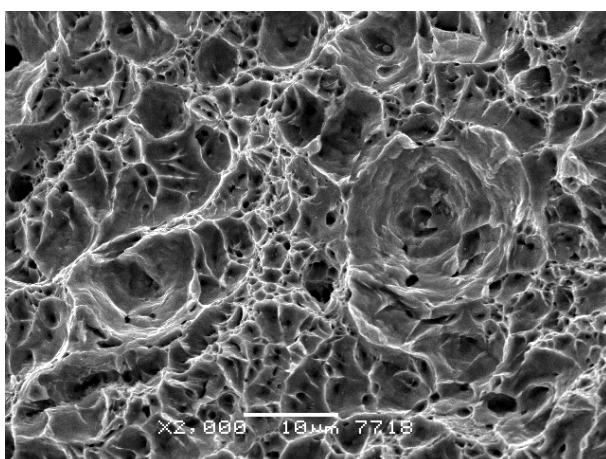
b)



c)



d)



e)

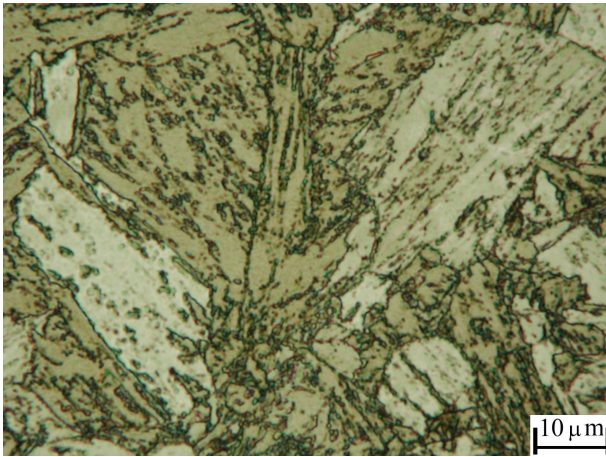
Własności mechaniczne

HV 30	323
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	958
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	980
Praca łamania +20 °C [J]	164
Praca łamania -84 °C [J]	68
A [%]	18,0
Z [%]	70,2

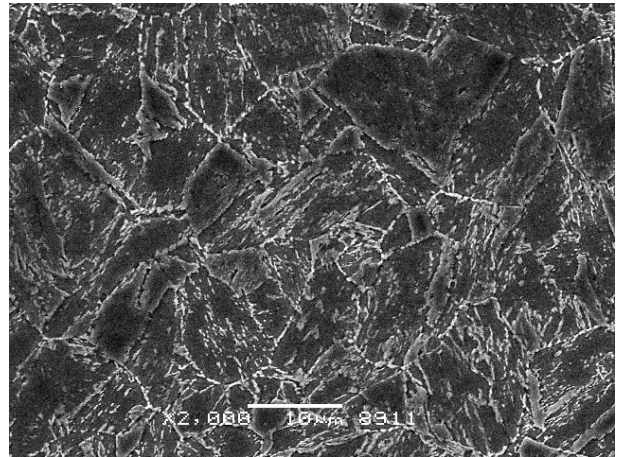
f)

Rys. 124. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 600 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

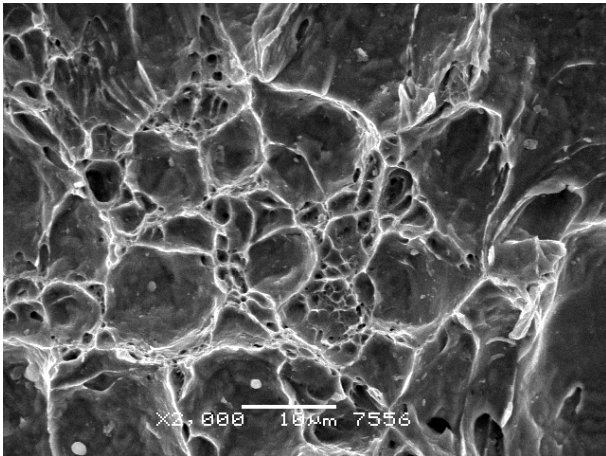




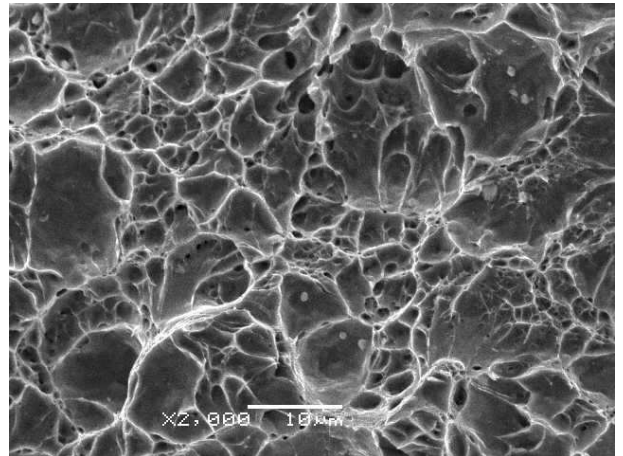
a)



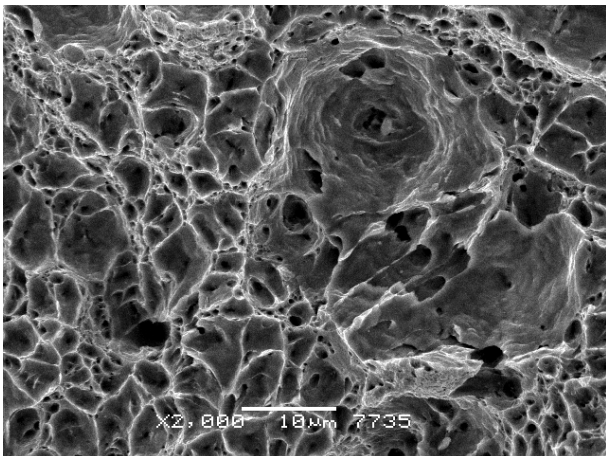
b)



c)



d)



e)

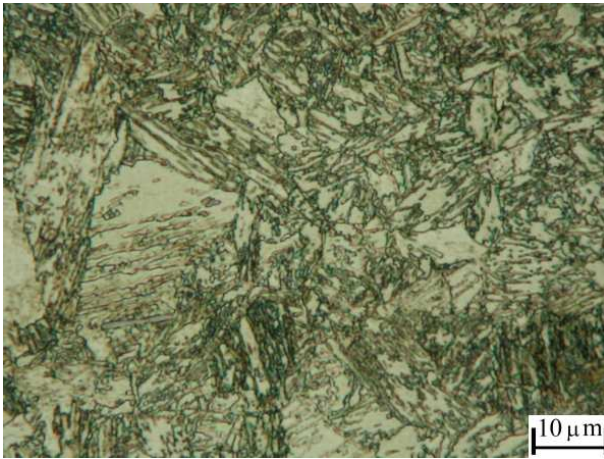
Własności mechaniczne

HV 30	301
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	858
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	925
Praca łamania +20 °C [J]	185
Praca łamania -84 °C [J]	163
A [%]	18,6
Z [%]	69,6

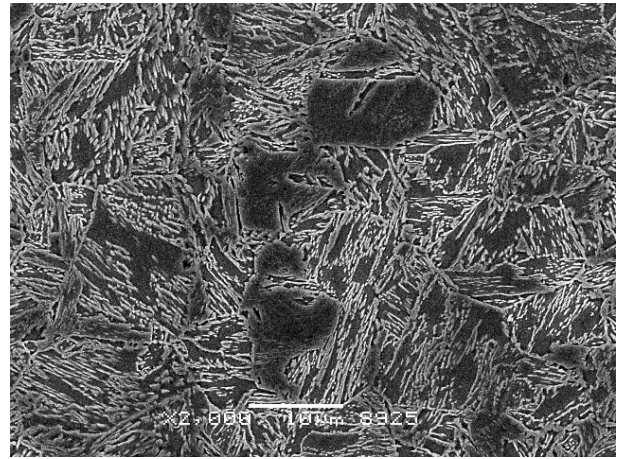
f)

Rys. 125. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 625 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

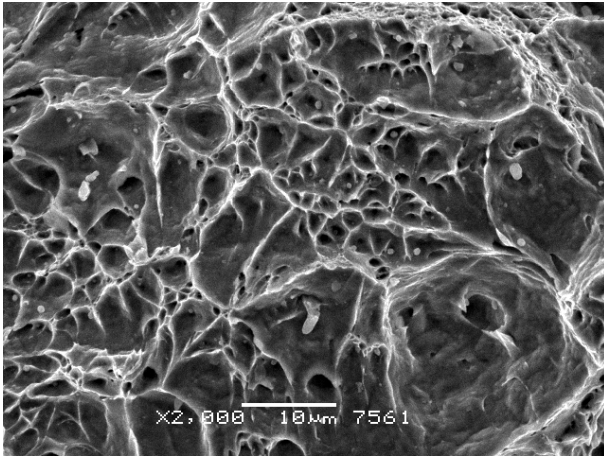




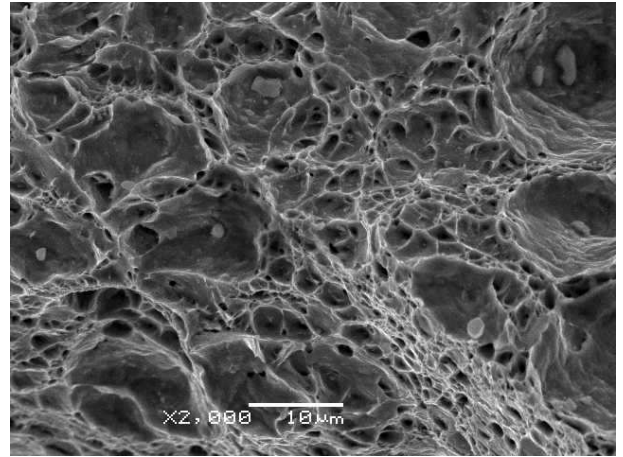
a)



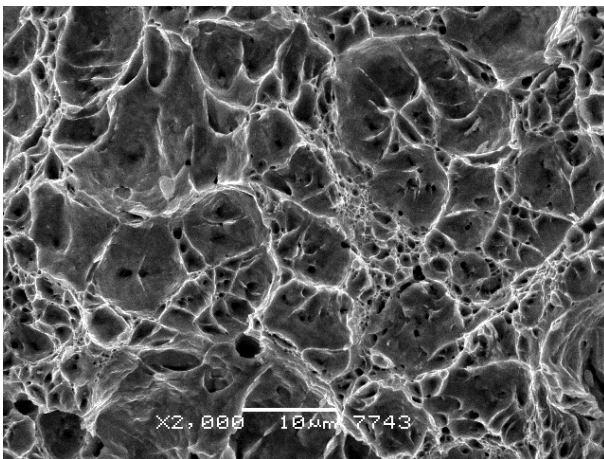
b)



c)



d)



e)

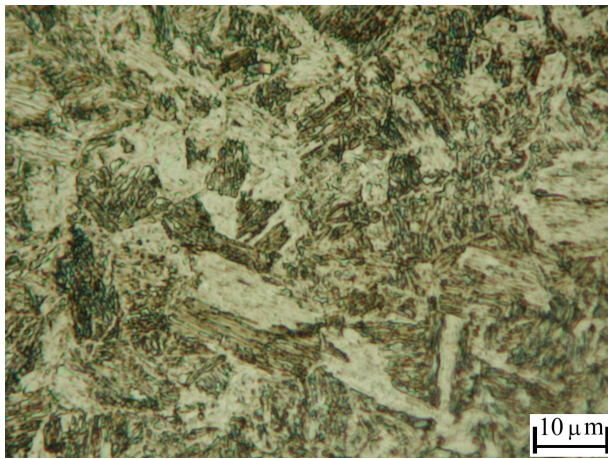
Własności mechaniczne

HV 30	294
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	785
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	928
Praca łamania +20 °C [J]	172
Praca łamania -84 °C [J]	149
A [%]	18,2
Z [%]	68,7

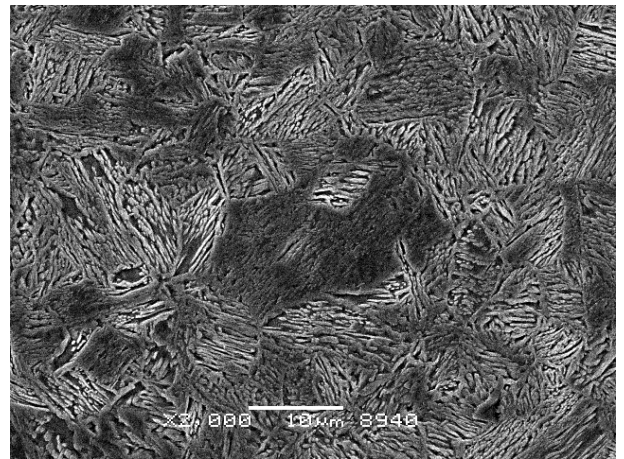
f)

Rys. 126. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 650 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

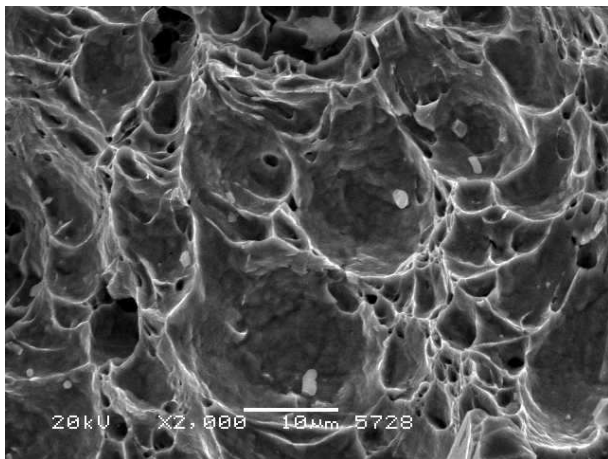




a)



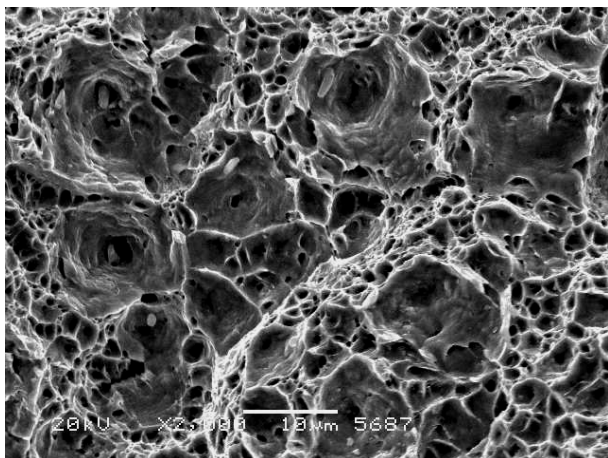
b)



c)



d)



e)

#### Własności mechaniczne

HV 30	311
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	803
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	985
Praca łamania +20 °C [J]	149
Praca łamania -84 °C [J]	131
A [%]	17,4
Z [%]	67,0

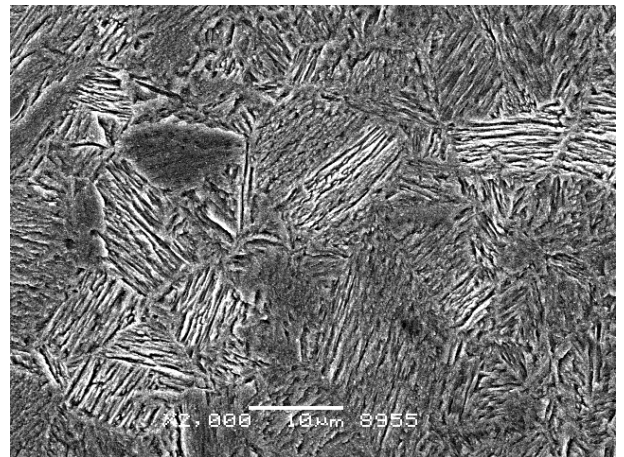
f)

Rys. 127. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 675 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

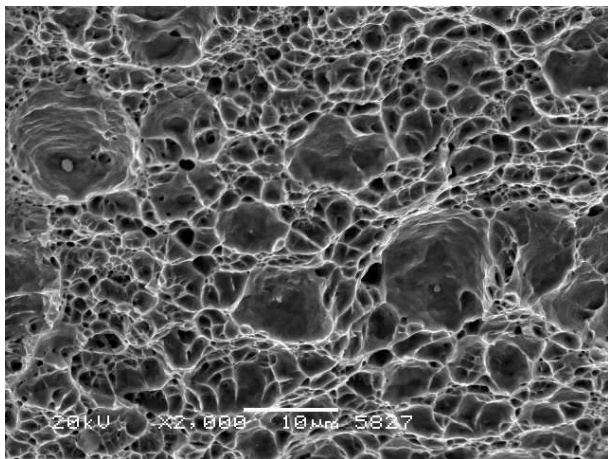




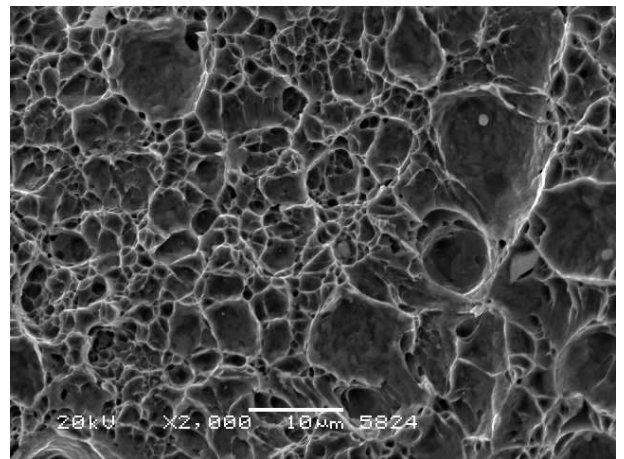
a)



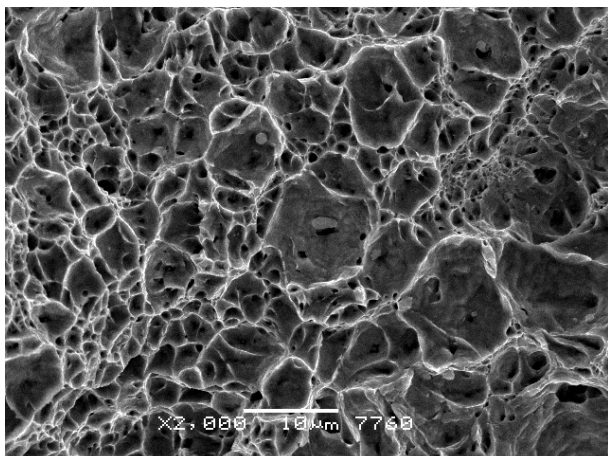
b)



c)



d)



e)

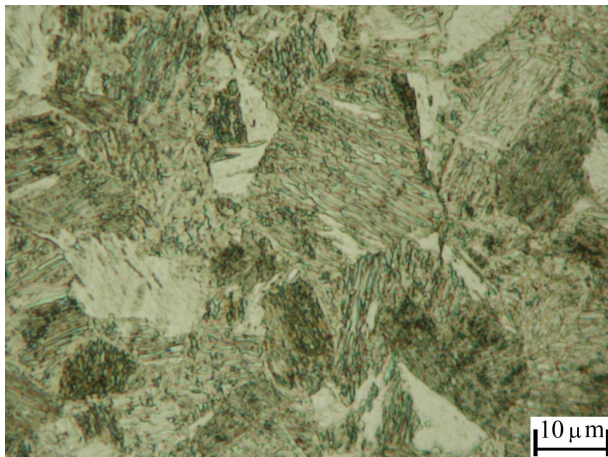
Własności mechaniczne

HV 30	339
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	915
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1067
Praca łamania +20 °C [J]	124
Praca łamania -84 °C [J]	115
A [%]	17,1
Z [%]	65,4

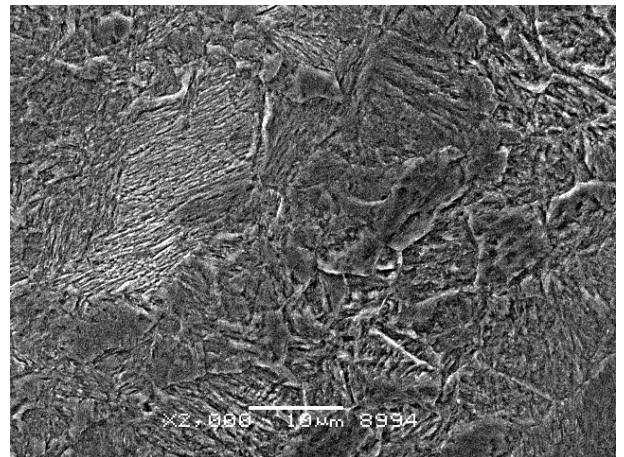
f)

Rys. 128. Mikrostruktura, topografia przetłomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 700 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przetłomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przetłomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przetłomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

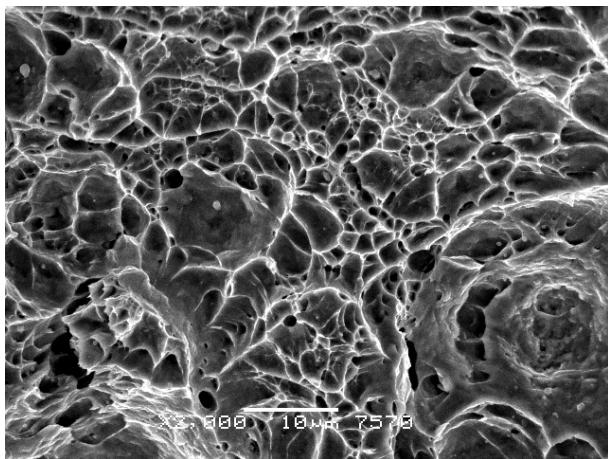




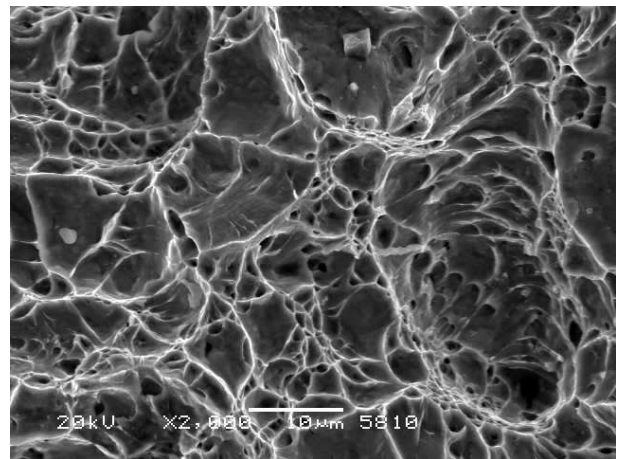
a)



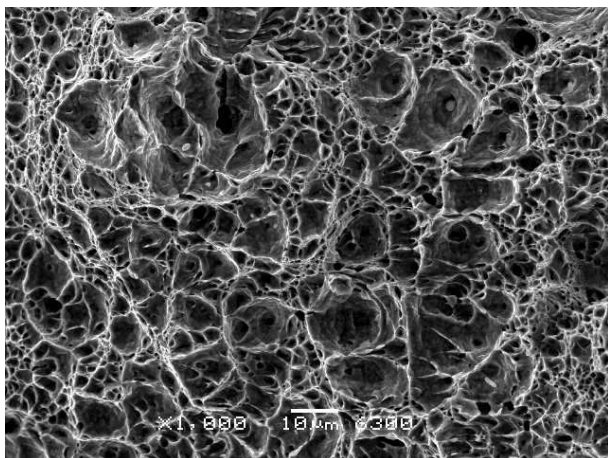
b)



c)



d)



e)

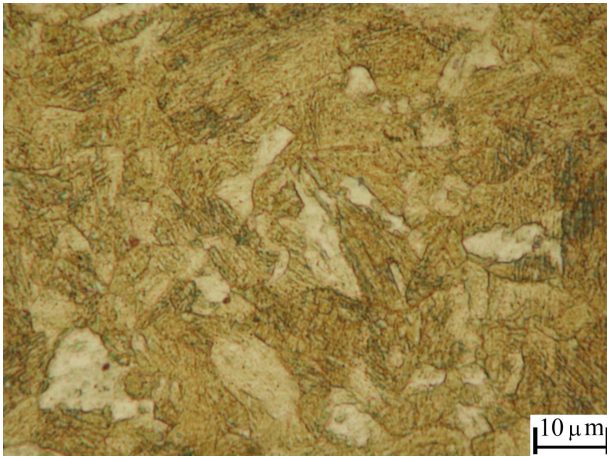
Własności mechaniczne

HV 30	349
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	957
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1102
Praca łamania +20 °C [J]	119
Praca łamania -84 °C [J]	92
A [%]	17,3
Z [%]	62,7

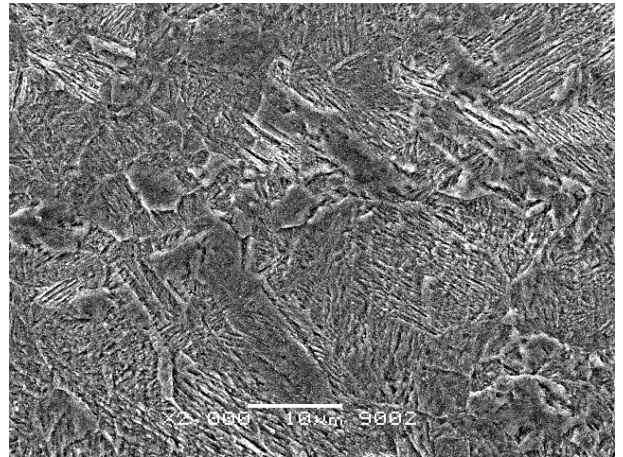
f)

Rys. 129. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 725 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

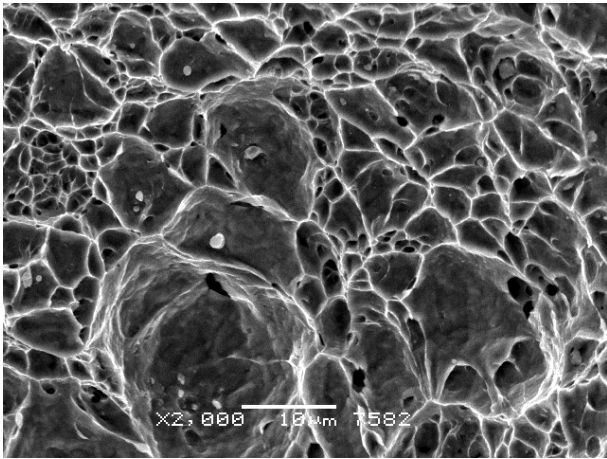




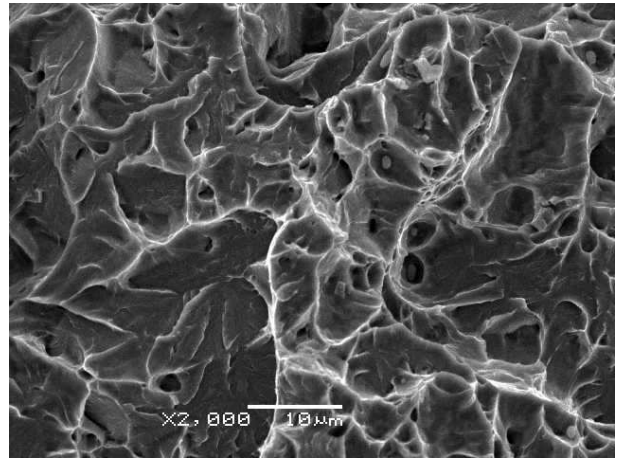
a)



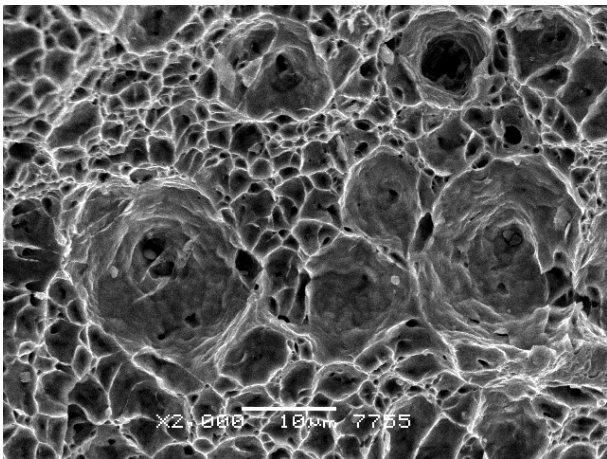
b)



c)



d)



e)

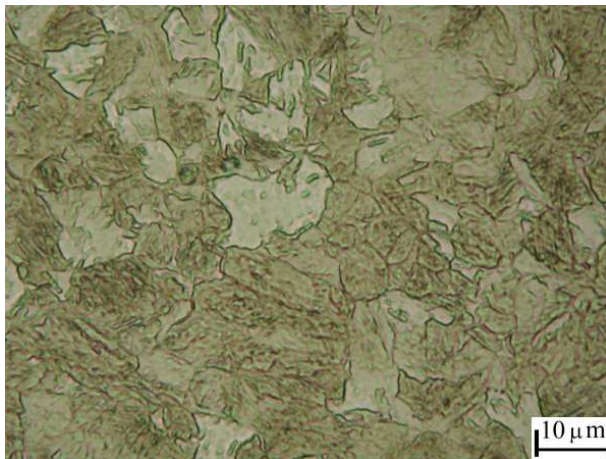
Własności mechaniczne

HV 30	345
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	956
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1100
Praca łamania +20 °C [J]	114
Praca łamania -84 °C [J]	65
A [%]	17,8
Z [%]	66,3

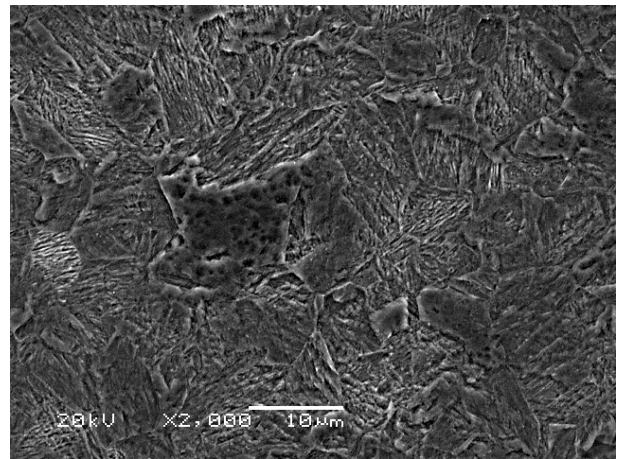
f)

Rys. 130. Mikrostruktura, topografia przetłomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 750 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przetłomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przetłomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przetłomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

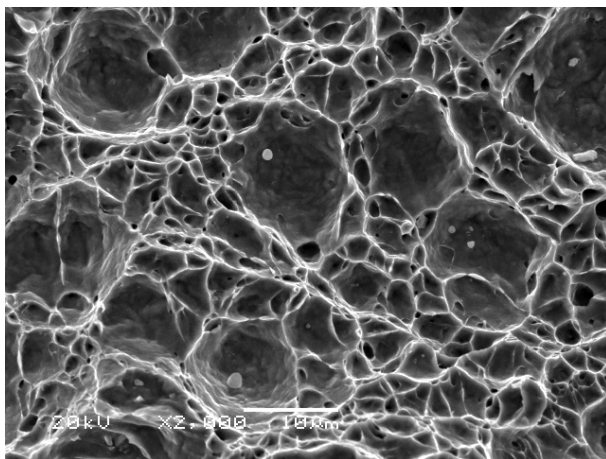




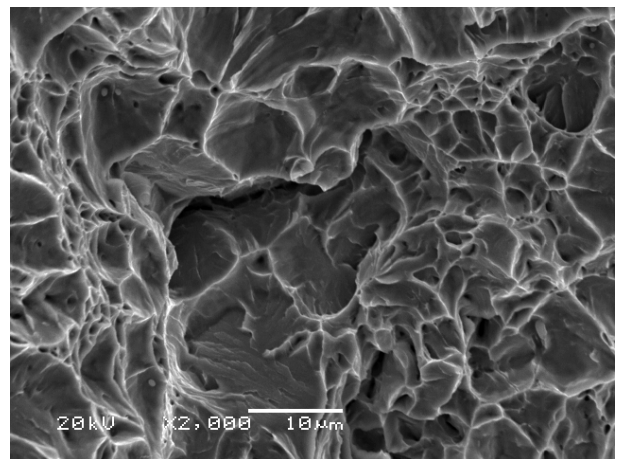
a)



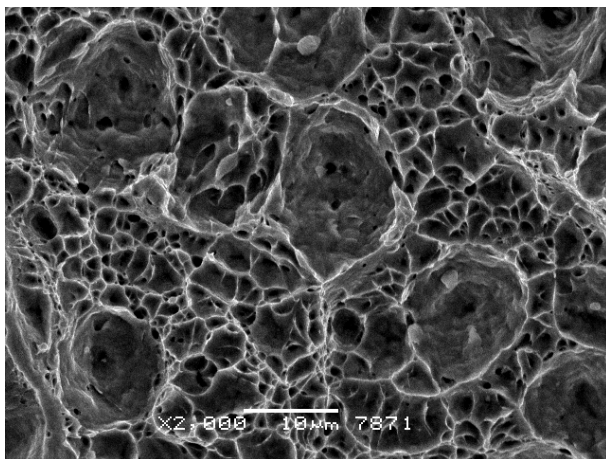
b)



c)



d)



e)

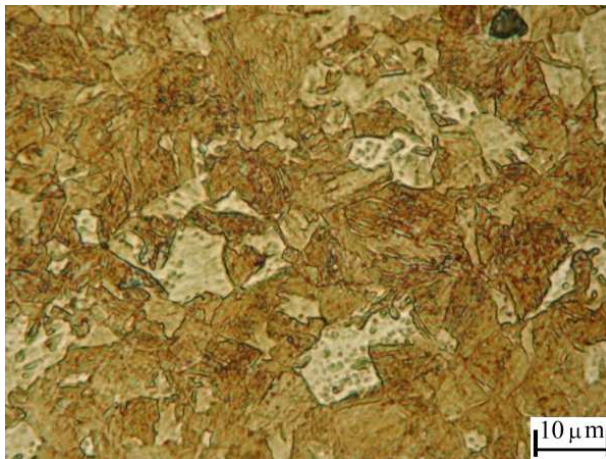
Własności mechaniczne

HV 30	339
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	948
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1092
Praca łamania +20 °C [J]	114
Praca łamania -84 °C [J]	89
A [%]	18,1
Z [%]	67,1

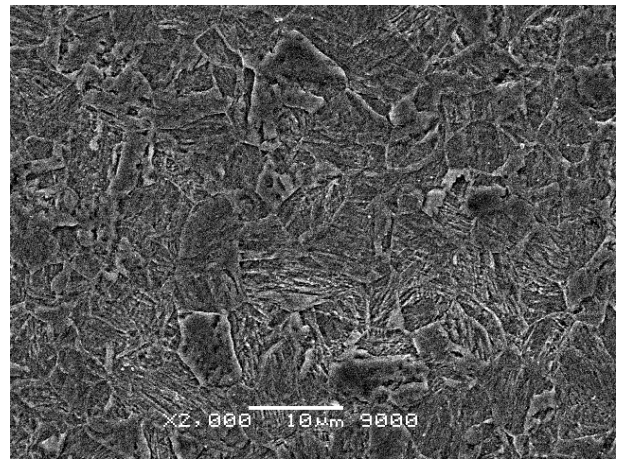
f)

Rys. 131. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 775 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne

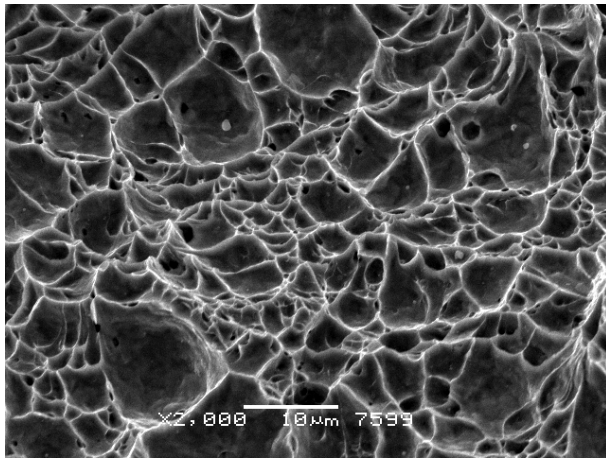




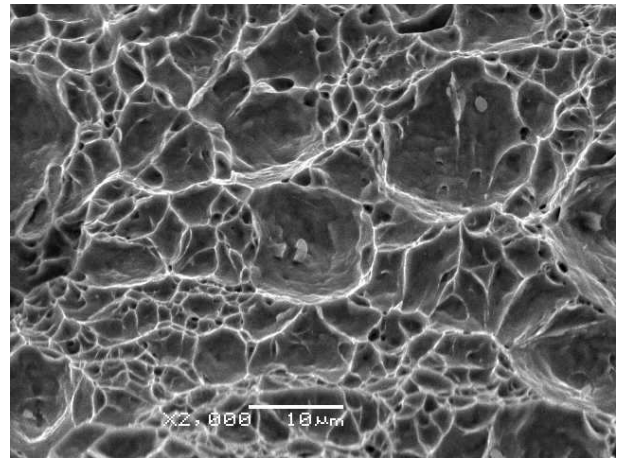
a)



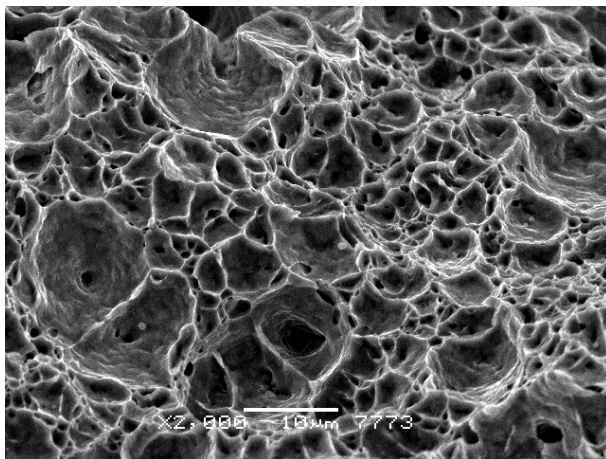
b)



c)



d)



e)

Własności mechaniczne

HV 30	337
$R_{p0,2}$ [N/mm <sup>2</sup> ]	926
$R_m$ [N/mm <sup>2</sup> ]	1066
Praca łamania +20 °C [J]	135
Praca łamania -84 °C [J]	108
A [%]	18,0
Z [%]	68,3

f)

Rys. 132. Mikrostruktura, topografia przelomów oraz własności mechaniczne próbek po odpuszczaniu w 800 °C – wytop W5: a) mikrostruktura z mikroskopu metalograficznego, b) mikrostruktura obraz SEM, c) topografia przelomu próbki KV<sub>+20°C</sub>, d) topografia przelomu próbki KV<sub>-84°C</sub>, e) topografia przelomu próbki rozciąganej, f) własności mechaniczne