4. Badania własne

4.1. Materiał do badań i operacje technologiczne

Badania przeprowadzono na stalach konstrukcyjnych mikrostopowych typu HSLA (High Strength Low Alloy) o strukturze ferrytyczno-perlitycznej, jak również stalach z mikrododatkami o strukturze perlitycznej. Stale pochodziły z wytopów przemysłowych byłej Huty Katowice i Huty Częstochowa. Skład chemiczny, oznaczenia stali oraz postać i stan dostarczenia wyrobów do badań zestawiono w tablicy 4.1 i 4.2. Wyroby dostarczono głównie w stanie surowym po walcowaniu na gorąco, jak również po procesie regulowanego walcowania według wariantu zaproponowanego w niniejszej pracy.

Operacje technologiczne obejmowały proces przemysłowy regulowanego walcowania ceowników oszczędnościowych typu 240E realizowany w Walcowni Dużej Huty Katowice. Procesowi regulowanego walcowania poddano stal gatunku 18G2ANb (wg. PN-86/H-84018), aktualnie S355NL (wg. PN-EN), którą oznaczono symbolem K1. Skład chemiczny badanej stali podano w tablicy 4.1. Technologia badanych ceowników obejmowała nagrzewanie wlewków do temperatury austenityzowania 1230°C w czasie 6- ciu godzin, następnie ich walcowanie w piętnastu przepustach na walcarce typu zgniatacz, na kęsy o wymiarach 350 x 385 mm stanowiące wsad do Walcowni Ciągłej Kęsisk. Po kolejnym walcowaniu na gorąco kęsiska o wymiarach 200 x 220 x 5300 mm stanowiły wsad do procesu regulowanego walcowania profilu typu [240E w Walcowni Dużej.

Proponowany w pracy program regulowanego walcowania badanych ceowników zakładał, zgodnie z kalibrowaniem przemysłowym (W.D. Huty Katowice), walcowanie na gorąco według pięciu wariantów różniących się temperaturą nagrzewania wsadu oraz czasem przetrzymywania pasma między poszczególnymi walcarkami. Warunkowało to temperaturę końca walcowania w zakresie 850÷950°C. Temperaturę nagrzewania wsadu zmieniano od 1180°C do 1220°C, natomiast czas wytrzymywania pasm na klatkach Z2 I D1 - w zakresie od 30s do 50s.

	Tabli	ca 4.1. 2	Skład chem	<i>viczny bada</i>	inych stali	konsi	trukcy	jnych	z mikro	oddati	kami o	struktı	urze fe	rrytyc:	d - ouz	erlitycz	nej	
1			Materiał do bac	dań						ò	tężenie pie	rwiastków,	% masow	~				
i.	Gatune	k stali	Destate	Stan	Oznaczenie	C	1	ö	¢	ŭ	ć	TIX.	,	Ë	¢	7	1	ć
	Wg. PN	Wg. PN-EN	rostac	dostarczenia	stali	ر	IIMI	6	<u>L</u>	a	5	QNI	>	=	٩	Z	R	Cu
-			blacha	walcowany na gorąco, HCz	Bl	0,15	1,03	0,25	0,018	0,009		0,017	0,05		<0,001	0,0070	0,040	
5			blacha	walcowany na goraco, HCz	B2	0,16	1,25	0,32	0,023	0,019		0,030	0,01		<0,001	0,0060	0,042	
3	18G2ANb	S355NL	kęsisko/ kształtownik	walc. na gorąco/ walc. regulow., HK	KI	0,19	1,35	0,35	0,035	0,018	1	0,040	-				0,060	i.
4			kęsisko	walcowany na gorąco, HCz, HK	K2	0,17	1,41	0,30	0,025	0,012		0,050		,			0,004	
5			ceownik	walcowany na gorąco, HK	61	0,16	1,48	0,29	0,030	0,017	0,020	0,037	0,002	0,004	<0,001	0,0098	0,010	0,049
9			szyna	walcowany na gorąco, HK	6S	0,38	1,52	0,63	0,027	0,012	0,56	0,030		0,11			i.	
7		wg PN	V-86/H-84018		18G2ANb	max 0,20	$^{1,10+}_{1,60}$	$^{0,20+}_{0,55}$	0,055+ 0,030	$^{0,035+}_{0,030}$	0,30	$_{0,050+}^{0,020+}$		ı			min 0,02	
~		w	g PN-EN		S355NL	max 0,20	max 1,65	max 0,50	0,035	0,030	0,30	0,05	0,12	0,03	ı	0,015	min 0,02	max 0,30
HCz	- Huta Cz	ęstochow:	a, HK - Huta	Katowice														

adanych stali konstrukcyjnych z mikrododatkami o strukturze perlitycznej	Stężenie pierwiastków, % masowy		stali C Mn Si P S Cr Nb V Ti B N		S0 0,70 1,18 0,35 0,024 0,013 0,30*	S2 0,68 1,14 0,33 0,021 0,020 0,30 - 0,09	S1 0,66 1,02 0,26 0,021 0,30 - 0,10 - 0,0080	S3 0,65 1,24 0,39 0,020 0,023 0,30 - 0,09 - 0,008 -*	S4 0,66 1,30 0,43 0,028 0,012 0,41 - 0,02 0,020 - 0,0015	S5 0,67 1,02 0,25 0,017 0,015 0,30 - 0,020 0,002 0,002	S6 0,68 1,12 0,85 0,035 0,016 0,86*	S7 0,79 1,19 0,53 0,026 0,012 0,91 - 0,09 *	S8 0,67 1,31 0,48 0,032 0,020 0,79 0,02*	· V, Ti, B < 0,001, Cu ≤ 0,02+0,05, Al ≤ 0,003
ami o st	Stężenie pierwi		<u> </u>		0)13 0,	0,00,0	0, 0,	0,3	0,12	0,15	0,10	0,12	0,00,0	
<u>dodatk</u>					4 0,0	1 0,0	0,0	0,0 0	3 0,0	7 0,0	5 0,0	5 0,0	2 0,0	≤ 0,00
mikro			Р		0,024	0,02]	0,029	0,02(0,028	0,013	0,035	0,026	0,032	,05, Al
jnych z		Si		0,35	0,33	0,26	0,39	0,43	0,25	0,85	0,53	0,48	$0,02 \div 0$	
strukcy			Mn		1,18	1,14	1,02	1,24	1,30	1,02	1,12	1,19	1,31	, Cu ≤
tali kon:			С		0,70	0,68	0,66	0,65	0,66	0,67	0,68	0,79	0,67	< 0,001
v badanych s	fateriał do badań	Oznaczenie	stali		S0	S2	S1	S3	S4	S5	S6	S7	S8	ów V, Ti, B
<u>kład chemiczn</u>		Stan	dostarczenia						walcowany na gorąco HK					nie pierwiastk
lica 4.2. SI			Postać				Szyny	UIC60				Szyny S49		y, .,-'' stężć
Tab	4	iek stali	wg ***	PN-EN					900A					iieoznaczon 3421
		Gatun	wg **	NA					St90PA					erwiastek n N-70/H-93
		Lp.			-	5	m	4	5	9	~	×	6	pić * - P

Open Access Library Volume 2 (20) 2013

4.2. Metodyka badawcza

W pracy zastosowano metody badawcze i modele reologiczne do opisu procesów i określenia mechanizmów umocnienia austenitu wysokotemperaturowego oraz kinetyki rekrystalizacji dynamicznej, statycznej i wydzielania w badanych stalach odkształcanych na gorąco. Komplementarnie stosowano typowe metody badań mikrostruktury oraz własności mechanicznych gotowych wyrobów otrzymanych w konwencjonalnych i modyfikowanych technologiach walcowania przemysłowego.

W szczególności, dla zrealizowania celu pracy wykorzystano następujące techniki badawcze:

- badania plastometryczne,
- modelowanie matematyczne i strukturalne procesu odkształcenia plastycznego na gorąco oraz procesów rekrystalizacji i wydzielania,
- symulację fizyczną procesów walcowania na gorąco kształtowników oszczędnościowych metodą plastometryczną skręcania na gorąco,
- badania dylatometryczne,
- badania metalograficzne,
- badania strukturalne metodą dyfrakcji rentgenowskiej i elektronowej oraz mikroanalizy rentgenowskiej i elektronowej mikroskopii skaningowej,
- badania własności mechanicznych.

4.2.1. Badania plastometryczne

Badania plastometryczne procesów wysokotemperaturowego odkształcenia plastycznego fazy γ stali konstrukcyjnych mikrostopowych przeprowadzono metodą skręcania oraz osiowosymetrycznego ściskania [25, 178, 229, 231]. Zastosowanie zróżnicowanych technik badawczych pozwoliło na komplementarną analizę procesów odkształcenia plastycznego i rekrystalizacji austenitu badanych stali. Metodę skręcania na gorąco zastosowano praktycznie dla wszystkich gatunków badanych stali, zarówno w zakresie analizy odkształceń ciągłych do zniszczenia próbek, jak i prób przerywanych - dwustopniowych w celu określenia kinetyki rekrystalizacji statycznej i wyznaczenia wykresów RTT (rekrystalizacja, temperatura, czas).

^{4.} Badania własne

Ponadto dla stali mikrostopowej o oznaczeniu B2 i G1 wykonano badania procesu odkształcenia na gorąco, kinetyki rekrystalizacji statycznej oraz kinetyki procesów wydzielania węglików i węglikoazotków w celu wyznaczenia wykresów PTT (wydzielanie, temperatura, czas), w różnych warunkach odkształcenia austenitu i czasach wytrzymania izotermicznego między kolejnymi sekwencjami odkształcenia.

4.2.1.1. Próby skręcania na gorąco

Badania wysokotemperaturowego skręcania realizowano na plastomerze skrętnym konstrukcji IMŻ - Gliwice. Do badań użyto próbek o średnicy 6 mm i długości pomiarowej 10 mm (rys.4.1).

Próby wysokotemperaturowego skręcania przeprowadzono:

- metodą ciągłego odkształcania dla wyznaczenia charakterystyk plastyczności badanych stali w układzie σ-ε, w zależności od temperatury austenityzacji i odkształcenia oraz prędkości i stopnia odkształcenia,
- metodą sekwencyjnego skręcania dla określenia kinetyki rekrystalizacji austenitu po odkształceniu plastycznym i kinetyki wydzielania weglików oraz węglikoazotków mikrododatków wprowadzonych do stali mikrostopowych,
- metodą sekwencyjnego skręcania symulującego fizycznie proces walcowania przemysłowego dla określenia wpływu wielokrotnego i najczęściej addytywnego odkształcania na zmiany struktury i kinetykę rekrystalizacji austenitu.

W celu wyznaczenia krzywych σ - ϵ austenitu badanych stali mikrostopowych wykonano próby ciągłego skręcania, które obejmowały:

- nagrzewanie do temperatury austenityzowania z szybkością 1,0°/s,
- austenityzowanie w zakresie temperatury 1150÷1200°C w czasie 360s,
- chłodzenie do temperatury odkształcania z szybkością $v_{ch} = 1,0^{\circ}/s$,
- skręcanie próbek do zniszczenia w zakresie temperatury (800÷1180°C) ze zróżnicowaniem co 50°C, stosując prędkość odkształcenia od 0,15s⁻¹ do 20s⁻¹.

Nagrzewanie próbek do temperatury austenityzowania, chłodzenie oraz wytrzymanie izotermiczne w temperaturze odkształcenia prowadzono w oporowym piecu grzewczym plastometru, w atmosferze argonu. Temperaturę austenityzowania i odkształcania mierzono pirometrem radiacyjnym z dokładnością $\pm 1^{\circ}$. Oziębianie próbek bezpośrednio po odkształceniu na gorąco do temperatury pokojowej realizowano strumieniem wody z układu hydraulicznego plastometru. Podczas prób skręcania rejestrowano: moment skręcający (M_S), siłę osiową (P_o), czas skręcania (τ_o) oraz liczbę obrotów (n). Zarejestrowane parametry próby pozwoliły na wyznaczenie krzywych płynięcia σ -ε. Obliczenia naprężenia (σ), jak również odkształcenia (ε) i odpowiadającego mu stopnia gniotu zrealizowano w oparciu o opracowania własne [87,115,116] i dane literaturowe [25,129÷130]. Parametry próby ciągłego skręcania na gorąco badanych stali zestawiono w tablicy 4.3.



Rysunek 4.1. Próbka do badań na plastometrze skrętnym

			Parametry odkształcenia							
Lp.	Oznaczenie stali	Temperatura austenityzacji [°C]	Temperatura odkształcenia [°C]	Prędkość odkształcenia Ė [s ⁻¹]						
1.	B1	1150	850÷1050 *	0,15; 0,8; 4,4; 8,8; 18,5						
2.	В2	1150	850÷1050 *	0,15; 0,8; 4,4; 8,8; 18,5						
3.	K1	1200	850÷1150 *, 1180, 1150, 1100, 1150	0,13; 0,81; 3,6; 9,55; 15,9 1,3; 14,0						
4.	К2	1250	850÷1150 *	0,068; 0,8; 4,6; 8,9; 13,6; 19,0						
5.	S0 ÷ S9	1200	800÷1000 *	1,0; 10,0						

Tablica 4.3. Parametry próby ciągłego skręcania na gorąco badanych stali

* temperatura stopniowana co 50°C

Próby sekwencyjnego skręcania przeprowadzono dla określenia kinetyki rekrystalizacji po odkształceniu na gorąco stali ferrytyczno-perlitycznych z mikrododatkami Nb, Ti i N, o oznaczeniu B1, B2, K1 i S9 oraz stali perlitycznych (S0÷S8) z mikrododatkami Nb, V, Ti, B i N oraz podwyższonym stężeniu Cr i Si (S6÷S8).

Próby skręcania sekwencyjnego (rys. 4.2) obejmowały:

- nagrzewanie do temperatury austenityzowania (t_A) z szybkością 1,0°/s,
- austenityzację w zakresie temperatury (1130÷1200°C) w czasie 360s,
- chłodzenie do temperatury odkształcania z szybkością 1,0°/s,
- odkształcenie do wartości ε₁ w zakresie (800÷1050°C), wytrzymanie izotermiczne w czasie od 0,7s do 2000s i kolejne odkształcenie do zniszczenia próbki.

Stopień rekrystalizacji statycznej określany również jako stopień mięknięcia, frakcja zrekrystalizowana lub stopień zaniku umocnienia odkształceniowego austenitu badanych stali wyznaczono z zależności [44, 87, 230]:

$$X(\tau) = \left(\frac{M_2 - M_3}{M_2 - M_1}\right) \cdot 100 \,[\%] \tag{4.1}$$

gdzie:

X(t) - stopień rekrystalizacji

M2 - maksymalny moment skręcający we wstępnym etapie odkształcenia

 M_1 , M_3 - moment skręcający odpowiadający umownie granicy plastyczności materiału we wstępnym i końcowym etapie skręcania.

Wyniki badań kinetyki rekrystalizacji statycznej wykorzystano do wyznaczenia zależności stopnia rekrystalizacji od temperatury i czasu wytrzymania izotermicznego. Zależności te przedstawiono na wykresach RTT (rys. 5.21, 5.23, 5.26, 5.28, 5.34) (rozdz. 5.2). Parametry próby sekwencyjnego - dwustopniowego skręcania na gorąco przedstawiono w tablicy 4.4.



Rysunek 4.2. Schemat dwustopniowego skręcania na gorąco i charakterystyczne wielkości do wyznaczenia stopnia rekrystalizacji statycznej

Próby sekwencyjnego skrecania wykorzystano również do zbadania wpływu izotermicznego wytrzymania na proces wydzielania statycznego w nieodkształconym austenicie stali B2. Próbki poddane tej próbie austenityzowano w 1150°C, w czasie 360s, schładzano do temperatury odkształcenia 900°C z szybkościa ok. 1.0°/s i wytrzymywano izotermicznie w czasie od 6s do 1800s, po czym odkształcano do $\varepsilon = \varepsilon_{gr}$. Analiza wartości odkształcenia (ε_m) odpowiadającego maksymalnemu naprężeniu na krzywych σ - ε w funkcji izotermicznego wytrzymania przed odkształceniem pozwoliła na ustalenie czasu początku charakterystycznych czasów (P_s) i końca (P_f) procesu wydzielania w nieodkształconym austenicie stali B2 [171].

Próby sekwencyjnego skręcania stali przeprowadzono również w celu symulacji fizycznej procesu walcowania kształtownika oszczędnościowego [240E ze stali K1 w zakresie temperatury (1130÷850°C), stosując stałą prędkość odkształcenia ($\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$). Próby obejmowały:

- austenityzowanie stali w temperaturze 1150°C w czasie 360s, z szybkością grzania v=1°/s,
- chłodzenie do temperatury odkształcenia 1130°C (v_{ch}= 1°/s),
- odkształcenie sekwencyjne symulujące przemysłowy proces walcowania ceownika oszczędnościowego typu 240E w zakresie temperatury (1130÷850°C) z optymalizacją temperatury odkształcania na przedostatniej klatce walcowniczej (D1) (1000°C, 950°C i 900°C) oraz ostatniej klatce (D2) (900°C i 850°C),
- oziębienie próbek w wodzie lub chłodzenie na powietrzu po określonych cyklach skręcania na gorąco.

W próbie symulacji przyjęto odkształcenie ε=0,81 odpowiadające wartości średniego gniotu w poszczególnych przepustach. Czasy izotermicznego wytrzymania pomiędzy kolejnymi odkształceniami odpowiadały czasom przebiegu pasma pomiędzy poszczególnymi klatkami walcowniczymi. Po 11-tym cyklu odkształcenia przeprowadzono badania kinetyki procesu rekrystalizacji statycznej badanej stali.

		Temneratura	Parametry dwustopniowej próby skręcania						
Lp.	Oznaczenie stali	austenityzacji T _A [°C]	Temperatura odkształcenia T _{def} [°C]	Stopień odkształcenia ε	Prędkość odkształcenia Ė [s ⁻¹]				
1.	B1	1150	900÷1050*	0,68	4,4				
2.	B2	1150	900÷1050*	0,68	4,4				
2	V 1	1150	850 950 1050	2,04 1,36 1,09	3,6				
3.	KI	1130	900÷1050*	3,83 po 10-tym odkształceniu	4,0				
4.	SO	1200	800÷1000*	1,22; 1,36; 1,63; 1,09	1,0				
5.	S1	1200	800÷1000*	0,81; 1,09; 1,36; 1,49	1,0				
6.	S7	1200	800÷1000*	1,09; 1,22; 1,36	1,0				

 Tablica 4.4. Parametry próby sekwencyjnego skręcania na gorąco badanych stali

 z mikrododatkami

* - temperatura stopniowana co 50°C

4.2.1.2. Próby ściskania na gorąco

Badania plastometryczne metodą osiowosymetrycznego ściskania na gorąco przeprowadzono dla stali G1 celem określenia:

- wpływu parametrów wysokotemperaturowego ściskania, takich jak: temperatury austenityzowania, temperatury, stopnia i prędkości odkształcania na przebieg krzywych płynięcia σ-ε,
- wpływu parametrów odkształcenia na gorąco na przebieg zdrowienia i rekrystalizacji statycznej metodą relaksacji naprężeń,
- wpływu izotermicznego wytrzymania po odkształceniu plastycznym na gorąco na proces wydzielania statycznego w austenicie.

Badania osiowo - symetrycznego ściskania na gorąco zrealizowano na symulatorze Gleeble 3800 stosując próbki walcowe o średnicy 7 mm i długości 8,4 mm. Nagrzewanie próbek w symulatorze realizowano metodą oporową, w atmosferze argonu. Dla zmniejszenia współczynnika tarcia powierzchnie czołowe próbek pokrywano grafitem i folią tantalową. Próby ściskania ciągłego do wartości $\varepsilon = 1,2$ przeprowadzono na próbkach austenityzowanych w zakresie temperatury (1100÷1250°C) i odkształcanych w zakresie temperatury (800÷1250°C) z prędkością odkształcania ($\dot{\varepsilon}$) ok. 1,0s⁻¹, 3,6s⁻¹, 9,55s⁻¹ i 18,55s⁻¹. Bezpośrednio po próbie ściskania próbki oziębiano w wodzie, w celu zamrożenia efektów odkształcenia plastycznego na gorąco. Procesy zdrowienia i rekrystalizacji statycznej zachodzące w stali G1 badano metodą relaksacji naprężeń po odkształceniu do wartości ε wynoszącej: 0,2; 0,3; 0,4 i 0,6 z prędkością $\dot{\varepsilon}$ =1,0 s⁻¹ w zakresie temperatury (800÷1100°C) - tablica 4.5. Temperatura austenityzowania wynosiła 1200°C. Szybkości nagrzewania i chłodzenia oraz czasy wygrzewania w temperaturze austenityzowania i odkształcania przyjęto jak w próbach ciągłego odkształcenia.

Proces statycznego wydzielania zbadano w temperaturze 1100°C wykorzystując:

- wygrzewanie izotermiczne w czasie od 1÷1800s z końcowym odkształceniem ε=1,0 i prędkością ἐ=1,0 s⁻¹,
- wygrzewanie izotermiczne w czasie od 1÷10800s po wstępnym odkształceniu ε=0,2 przy *ϵ* =1,0 s⁻¹.

Symulator Gleeble wyposażony jest w zespół pomiarowy instalowany w systemie Hydrawedge, który pozwala na dokładną realizację zaprogramowanych badań. Podczas próby ściskania rejestrowana jest temperatura próbki, wartość siły działającej na próbkę oraz przemieszczenie narzędzia z częstotliwością 50 Hz. Wartość siły i przemieszczenia narzędzia jest podstawą obliczeń chwilowego naprężenia uplastyczniającego i odkształcenia.

	Temperatura	Parametry próby ściskania					
Lp.	austenityzacji T _A [°C]	Temperatura odkształcenia T _{def} [°C]	Stopień odkształcenia ε				
1.		800	0,2; 0,3				
2.	1200	900	0,2, 0,4, 0,6				
3.	1200	1000	0,2, 0,3, 0,4				
4.		1100	0,2, 0,3, 0,4, 0,7				

Tablica 4.5. Parametry próby ściskania stali G1 z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon}=1,0s^{-1}$ na symulatorze Gleeble

Naprężenie uplastyczniające w próbie osiowosymetrycznego ściskania obliczane jest z równania [9, 230]:

$$P = \sigma_p \left(1 + \frac{md}{3\sqrt{3H}} \right) \tag{4.2}$$

gdzie:

P - ciśnienie działające na powierzchnię podstawy próbki, obliczane ze wzoru P = $\frac{F}{\pi}$,

- F siła działająca na próbkę,
- Ā średnia powierzchnia próbki (iloraz objętości do chwilowej wys. próbki),

 σ_p - naprężenie uplastyczniające,

m - czynnik tarcia,

d - chwilowa średnica próbki,

H - chwilowa wysokość próbki,

Odkształcenie próbki (ɛ) wyznaczane jest natomiast z zależności logarytmicznej:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{H}{H_0}\right) \tag{4.3}$$

gdzie:

Ho - wysokość początkowa próbki,

H - wysokość końcowa próbki.

Prędkość odkształcenia ($\dot{\epsilon}$) określa zależność przyrostu odkształcenia ($d\epsilon$) w czasie ($d\tau$):

 $\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{d\tau} \tag{4.4}$

Dla dużych prędkości odkształcania ($\dot{\epsilon} > 5$) wartość naprężenia uplastyczniającego jest korygowana ze względu na wzrost temperatury próbki [9].

4.2.1.3. Analityczny opis krzywych płynięcia i rekrystalizacji w procesie odkształcenia na gorąco

Do analitycznego opisu krzywych naprężenie-odkształcenie badanych stali odkształconych na gorąco przez skręcanie i ściskanie wykorzystano model reologiczny Sellarsa [181÷183]. Model ten uwzględnia wpływ procesu rekrystalizacji dynamicznej na wartość naprężenie płynięcia materiału odkształcanego. Zapis matematyczny modelu przedstawiono w postaci zależności (3.17, rozdz. 2.3). Zastosowany model reologiczny opisany równaniem (3.17), w którym występuje 16 współczynników α_0 , $\alpha_{ss(e)}$, α_{ss} , n_0 , n_{sse} , n_{ss} , A_0 , A_{sse} , A_{ss} , q_1 , q_2 , C_c , N_c , C_x , N_x i energia aktywacji (Q_{def}) jest aktualnie najbardziej uniwersalny i najczęściej stosowany modelowaniu procesów wysokotemperaturowego odkształcenia plastvcznego w i rekrystalizacji w materiałach metalicznych o małej EBU, ponieważ pozwala trafnie odzwierciedlić zachowanie sie materiału podczas rekrystalizacji dynamicznej. Jednak trudności z wyznaczaniem tych współczynników są jednym z głównych czynników ograniczających powszechne stosowanie tego modelu do symulacji procesów przeróbki plastycznej. Identyfikacje współczynników modelu przeprowadzono na podstawie metody analizy odwrotnej, która wykorzystuje techniki optymalizacji w celu wyznaczenia parametrów modelu. Optymalizację tych parametrów krzywej płyniecia Tegarto-Sellarsa przeprowadzono numerycznie przy pomocy projektu obliczeniowego Scilab. Natomiast do poszukiwania minimum funkcji celu wykorzystano algorytm Simplexu Neldera i Meada, stosowany w obliczeniach modelowych przez autorów pracy [184]. Do wyznaczenia współczynników tego modelu wykorzystano wyniki badania odkształcenia stali skręcanych na gorąco w ustalonych warunkach eksperymentu (tablica 4.3 i 4.4). W opisie analitycznym krzywych σ - ε dla stali G1, uzyskanych w wyniku próby jednoosiowego ściskania oprócz wpływu temperatury, prędkości i stopnia odkształcenia analizowano stan strukturalny materiału, a mianowicie: wielkość pierwotnego ziarna austenitu (d_0), ujętą w czynniku R równania (3.17).

W modelu reologicznym zastosowano następujące równania konstytutywne opisujące:

• odkształcenie krytyczne ε_c dla zapoczątkowania rekrystalizacji dynamicznej:

$$\varepsilon_{\rm c} = 0,88 \ \varepsilon_{\rm m} \tag{4.5}$$

• odkształcenie $\varepsilon_{\rm m}$ dla wartości $\sigma_{\rm max}$:

$$\varepsilon_{\rm m} = 4,3784 \cdot 10^{-4} d_{\rm o}^{0.23909} Z^{0.1694} \tag{4.6}$$

• objętość zrekrystalizowaną:

$$X_{dyn} = 1 - \exp\left[-1,70295(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_s - \varepsilon_c})^{1,52}\right]$$
(4.7)

4.2.2. Badania dylatometryczne

Badania dylatometryczne przeprowadzono w celu wyznaczenia krzywych ciągłych przemiany austenitu przechłodzonego (OCTP_c) oraz temperatury krytycznej A₁ i M_s stali G1. Do wyznaczenia tych krzywych zastosowano dylatometr bezpośredni DIL 805 A/D firmy Bähr Thermoanalyse GmbH z głowicą pomiarową LVDT, zapewniający realizację szybkości

chłodzenia w zakresie od 80°/s do 0,5°/s. Badania realizowano na próbkach walcowych o długości 7 mm i średnicy 4 mm. Próbki austenityzowano w temperaturze 1200°C przez 30s, w próżni o podciśnieniu <10 mbar, a następnie chłodzono z szybkością 3°/s do temperatury 900°C i odkształcano z prędkością $\dot{\epsilon}$ =1,0 s⁻¹ oraz stopniem odkształcenia ϵ =1,2. Końcowe oziębianie próbek do temperatury pokojowej z szybkością powyżej 0,53°/s realizowano w strumieniu argonu. Przyjęte parametry badań dylatometrycznych odpowiadały parametrom prób osiowo - symetrycznego ściskania na symulatorze Gleeble 3800.

4.2.3. Badania strukturalne

Badania strukturalne stali konstrukcyjnych mikrododatkami prowadzono metodami komplementarnej obserwacji metalograficznej przy użyciu mikroskopii świetlnej, jak również mikroanalizy rentgenowskiej oraz analizy fazowej wykorzystując transmisyjna i skaningowa mikroskopię elektronowa. Przedmiotem badań metalograficznych była najczęściej ocena pierwotnej wielkości ziarna austenitu w stanie odkształconym plastycznie lub zrekrystalizowanym statycznie po odkształceniu wysokotemperaturowym, jak również opis stanu wydzieleń węglików i węglikoazotków wprowadzonych do stali mikrododatków stopowych. Określenie składu fazowego stali, jak również morfologii osnowy martenzytycznej po przemianie $\gamma \rightarrow \alpha'$ i stanu wydzieleń po różnych etapach odkształcenia wysokotemperaturowego austenitu wymagało użycia metod dyfrakcji elektronowej i rentgenowskiej oraz metody MAR o dużej zdolności rozdzielczej, jak również stosowania metod analitycznych z zakresu generowania dyfrakcji teoretycznych wymagających wspomagania komputerowego.

4.2.3.1. Obserwacje metalograficzne w mikroskopie świetlnym

Badania metalograficzne mikroskopowe przeprowadzono na zgładach wzdłużnych próbek odkształcanych na gorąco metodą skręcania i ściskania oraz oziębianych w wodzie lub na powietrzu. Obserwacje struktury wykonano przy użyciu mikroskopu Leica MEF4A, VACUTHERM-Reichert (Austria) oraz OLYMPUS GX71 (Japonia), przy powiększeniach do ok. 2000x oraz opcjonalnie w świetle spolaryzowanym. Do ujawnienia ziarn pierwotnego

austenitu stosowano trawienie nasyconym roztworem wodnym kwasu pikrynowego Mi7Fe w temperaturze 70°C. W pozostałych przypadkach zgłady trawiono w odczynniku Mi7Fe (Nital).

Bezpośrednie obserwacje pierwotnych ziarna austenitu stali perlitycznej podczas nagrzewania do temperatury austenityzowania i wygrzewania w tej temperaturze przeprowadzono w mikroskopie typu Vacutherm wyposażonym w komorę próżniową, oporowy układ grzejny i układ optyczny zabezpieczony płytkami ze szkła kwarcowego.

Pomiar średniej średnicy ziarna pierwotnego austenitu wykonano normatywnie metodą zliczania przecięć granic ziarn na minimum siedmiu reprezentatywnych polach obserwacji. Wyniki pomiarów opracowywano statystycznie dla przedziału ufności P=0,95.

4.2.3.2. Obserwacje w transmisyjnym i skaningowym mikroskopie elektronowym

W celu określenia mikrostruktury i stanu fazowego oraz dokonania identyfikacji faz międzywęzłowych w badanej stali (G1) po wybranych etapach odkształcenia na gorąco, rekrystalizacji i wydzielania przeprowadzono obserwacje metalograficzne technika transmisyjnej mikroskopij elektronowej (TEM) z zastosowaniem selektywnej dyfrakcji elektronów i spektroskopii energii rozproszonej. Do badań użyto skaningowo-transmisyjnego mikroskopu elektronowego S/TEM Titan 80-300 firmy FEI, wyposażonego w polowe działo elektronowe XFEG z emiterem Schottky'ego, spektrometr dyspersji energii EDS, zewnętrzny filtr energii do obrazowania EFTEM i do spektroskopii EELS oraz układ trzech detektorów BF/ADF/HAADF do pracy w systemie skaningowym. Obserwacje prowadzono w zakresie energii 245÷300 kV, w klasycznym systemie pracy TEM o rozdzielczości obrazu sieci przestrzennej poniżej 0,10µm oraz w systemie skanowania wiązki po powierzchni (STEM) z rozdzielczością do 0,14 nm. Działo polowe mikroskopu pozwalał na ogniskowanie wiązki elektronów do 0,3 nm podczas obserwacji obrazów z wysoką rozdzielczością (HRTEM) co umożliwiło wykonanie mikro i nanodyfrakcji. Zastosowanie filtrowania energii elektronów pozwoliło też na uzyskanie obrazów mikrostruktury (EFTEM) o wyraźnym kontraście, zależnym od masy atomowej składników mikrostruktury oraz wykonanie mikro i nanoanalizy chemicznej metoda spektroskopii strat energii elektronów (EELS).

Obserwacje mikrostruktury przeprowadzono na preparatach wykonanych w postaci folii i lamelek. Folie otrzymywano w procesie ścieniania mechanicznego i polerowania jonowego wykorzystując polerkę typu PIPS firmy Gatan. Natomiast preparaty w postaci lamelek o wymiarach 20 x 8µm wycinano zbieżną wiązką jonów galu z określonego obszaru przekroju poprzecznego próbki, a następnie pocieniano wiązką tych jonów do grubości ok. 50÷70 nm w urządzeniu FIB Quanta 3D200 firmy FEI. Proces przygotowania preparatu - lamelki obserwowano in-situ przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego.

Procedurę identyfikacji faz na podstawie dyfrakcji elektronowej wspomagano programem komputerowym ELDYF [232] umożliwiającym wskaźnikowanie i symulację elektronogramów oraz tworzenie tablic z wartościami d(hkl) i I(α), własnej bazy użytkownika, jak również korzystanie z baz danych strukturalnych typu: parametry sieci (ASTM), pozycje atomów (Pearson, Wyckoff) i tablic krystalograficznych [233÷235].

Badania fraktograficzne próbek ze stali K1 po próbie udarności w zakresie temperatury od 20°C do -40°C, jak również badania metalograficzne stali G1 po ściskaniu na gorąco i chłodzeniu w wodzie oraz na powietrzu przeprowadzono przy wykorzystaniu elektronowego mikroskopu skaningowego SUPRA 35, firmy ZEISS z systemem mikroanalizy składu chemicznego EDS. W badaniach stosowano detektor boczny oraz wewnątrzsoczewkowy, wykorzystując detekcję elektronów wtórnych. Obserwację przeprowadzono przy napięciu przyspieszającym 20 kV i powiększeniu do 300 tys. razy.

4.2.3.3. Badania rentgenograficzne

Badania rentgenograficzne przeprowadzone metodą dyfraktometryczną obejmowały rentgenowską analizę fazową jakościową (RAFJ) izolatów otrzymanych z roztwarzania elektrochemicznego stali G1 w stanie równowagi termodynamicznej - po rozpuszczeniu mikrododatków w roztworze γ , w temperaturze austenityzacji 1200°C oraz po ich wydzielaniu w temperaturze odkształcenia 900°C i 1000°C. Procesy roztwarzania anodowego próbek masywnych wykonano w 5% - owym wodnym roztworze kwasu HCl przy napięciu 0,25 V i gęstości prądu 10 mA/cm² w czasie 48 godzin. Produkt roztwarzania płukano i wirowano, a w końcowym etapie suszono w temperaturze 65°C przez 24 godziny.

Próbki do roztwarzania poddano obróbce cieplnej polegającej na wyżarzaniu w temperaturze 1200°C przez 1 godzinę z następnym równowagowym przesycaniem roztworu

 γ podczas chłodzenia w zakresie temperatury (1100÷900°C) i oziebieniem w wodzie do temperatury pokojowej, wzglednie długotrwałemu (24 godz.) wyżarzaniu w temperaturze 900°C lub 1100°C z bezpośrednim oziębieniem w wodzie. Zastosowane parametry obróbki cieplnej miałv celu zapewnienie tworzenia sie faz miedzywezłowych na w termodynamicznych warunkach równowagi fazowej. Identyfikacja wydzieleń utworzonych w warunkach równowagi fazowej może stanowić bazę porównawcza dla oceny wpływu parametrów procesowych na efekt wydzielania i mechanizmy umocnienia w badanym materiale i stosowanych warunkach przeróbki cieplno-plastycznej.

Badania rentgenograficzne izolatów prowadzono na dyfraktometrze XRD7 firmy Seifert -FPM . Do badań wykorzystano promieniowanie charakterystyczne anody $Co\lambda K_a$ filtrowane Fe, przy napięciu 35 kV i natężeniu prądu anodowego 25 mA. RAFJ przeprowadzono w zakresie kątów 20 od 10° do 100°, odpowiadających odległościom międzypłaszczyznowym d_{hkl} od 1,027 nm do 0,1168 nm. W badaniach izolatów wykorzystano uchwyty z monokryształu Si, tzw. background-zero holders, które nie generują własnego obrazu dyfrakcyjnego w badanym zakresie kątowym stosowanym zwykle w dyfrakcji proszkowej. Tym sposobem zapewniono warunki eksperymentu, w których otrzymane dyfraktogramy reprezentują tylko i wyłącznie materiał badanej próbki.

Obliczenia udziałów składników fazowych izolatów wykonano metodą Rietvelda. W obliczeniach nie uwzględniono azotków wanadu (VN) ze względu na silny efekt mikroabsorpcyjny występujący przy promieniowaniu λ_{Co} .

Identyfikację faz węglików i azotków badanych izolatów dokonano na podstawie danych katalogowych PDF-2 stosując oprogramowanie firmy Seifert.

4.2.4. Badania własności mechanicznych kształtowników po regulowanym walcowaniu

Badania własności mechanicznych ceowników oszczędnościowych typu 240E po różnych wariantach procesu regulowanego walcowania w warunkach przemysłowych przeprowadzono zgodnie z normą PN-EN 10002-1:2004 przy wykorzystaniu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej typu Instron 1115 w zakresie obciążenia do 10 MN, stosując szybkość rozciągania 20 mm/min i normatywne próbki płaskie i walcowe.

4. Badania własne

Próby udarności (KCV) kształtowników ceowych [240E wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 148-1:2010 stosując młot udarnościowy Charpy'ego firmy Alpha. Badania udarności przeprowadzono w zakresie temperatury od 20°C do -50°C na próbkach normatywnych pobranych z ceowników wzdłuż kierunku walcowania.