

4. Materiał i metodyka badań

4.1. Materiał do badań

Materiał do badań stanowiły dwie nowo opracowane doświadczalne stale wysokomanganowe typu Mn-Si-Al o zróżnicowanym stężeniu węgla, dla których przyjęto oznaczenia X8MnSiAlNbTi25-1-3 dla stali A oraz X73MnSiAlNbTi25-1-3 dla stali B (tabl. 4.1). Skład

Tablica 4.1. Skład chemiczny badanych stali

Stężenie masowe pierwiastków [%]												
C	Mn	Si	Al	Nb	Ti	P	S	Ce	La	Nd	O	N
Oznaczenie stali A – X8MnSiAlNbTi25-1-3												
0,08	24,60	0,91	3,10	0,040	0,024	0,002	0,003	0,005	0,001	0,002	0,0004	0,0039
Oznaczenie stali B – X73MnSiAlNbTi25-1-3												
0,73	25,50	1,30	3,20	0,047	0,027	0,005	0,005	0,004	0,002	0,001	0,0006	0,0079

chemiczny badanych stali dobrano tak, aby uzyskać stale o strukturze austenitycznej typu TWIP, różnicując w nich przede wszystkim stężenie węgla. Pozwoli to oprócz analizy wpływu węgla na strukturę badanych stali, na analizę zagadnień związanych z odkształceniem plastycznym i własnościami mechanicznymi badanych stali na ich zastosowanie w elementach spawanych oraz wymagających innych technologii łączenia, np. w strukturze konstrukcji pojazdu. Wysokie stężenie ok. 25% Mn w składzie chemicznym badanych stali oraz ok. 1% Si i ok. 3% Al przy wprowadzeniu kontrolowanego stężenia mikrododatków Nb i Ti o silnym powinowactwie chemicznym do C i N powoduje, że podczas obróbki plastycznej na gorąco w odpowiednio dobranych warunkach, dyspersyjne azotki, węglikoazotki i węgliki, wydzielając się na dyslokacjach w austenicie odkształconym plastycznie na gorąco, hamują rozrost ziarn zrekrytalizowanego austenitu, co ułatwia wytworzenie struktury drobnoziarnistej i tym samym zwiększenie wytrzymałości stali. Wyraźnie większe stężenie Al niż Si w badanych stalach ma eliminować niekorzystne oddziaływanie tego pierwiastka na leżność stali i stan powierzchni blach w procesie walcowania, a także problemy ze zwilżalnością blach w procesach cynkowania galwanicznego [41, 165].

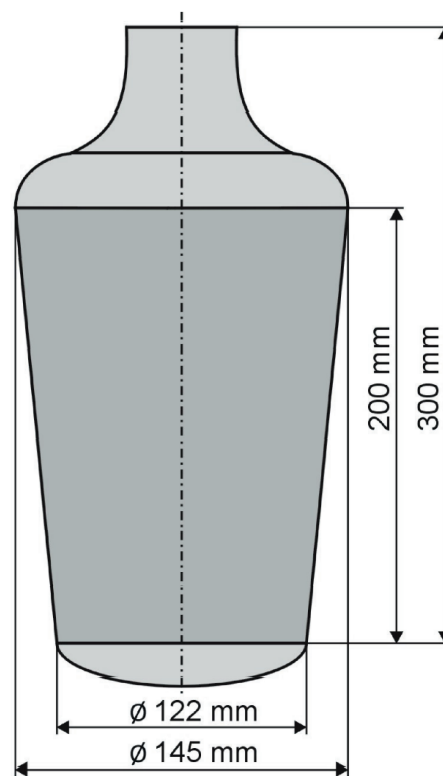
Wytopy badanych stali o masie 25 kg wykonano w piecu laboratoryjnym próżniowym indukcyjnym VSG-50 firmy Balzers. Piec ten składa się z wykonanej ze stali nierdzewnej,

chłodzonej wodą komory próżniowej, w której umieszczona jest cewka indukcyjna wraz z monolitycznym tygłem ceramicznym, wykonanym z masy magnezjowo-spinelowej Al_2O_3 - MgO , osadzonym w cewce z masy ubijanej na sucho i wypalany wg zadanego programu temperaturowo-czasowego, oraz stanowiska do odlewania (rys. 4.1). Wsad, którego podstawę stanowiło żelazo ARMCO gatunku 04JA o składzie chemicznym: 0,02% C, 0,23% Mn, 0,02% Si, 0,036% Al, 0,009% P, 0,006% S, 0,02% Ni, 0,02% Cr i 0,02% Cu w postaci prętów, ściśle ułożono we wlewnicy. Wymagany skład chemiczny uzyskano uzupełniając wsad w postaci żelaza ARMCO o dodatki w postaci węgla (grafit), elektrolitycznego manganu, aluminium, czystego krzemu i tytanu, żelazo-niobu. Dodatki stopowe oraz miszmetal umieszczono w przegrodach zasobnika pieca w kolejności ich wprowadzania do kąpieli. Po załadunku wsadu, w piecu wytworzono podciśnienie 10-20 Pa i uruchomiono jego nagrzewanie. W momencie rozpoczęcia się topienia wsadu wprowadzono dodatkowo do pieca argon utrzymując ciśnienie na poziomie 20-35 kPa przy wyłączonym układzie próżniowym pieca. Po osiągnięciu całkowitego roztopienia wsadu wykonano odgazowanie kąpieli, stosując wstępnie pulsacyjne wytwarzanie próżni, a następnie ciągle przy ciśnieniu końcowym poniżej 20 Pa przez 30 minut. Odtlenianie kąpieli metalowej wykonano w atmosferze argonu przy ciśnieniu



Rysunek 4.1. Schemat pieca laboratoryjnego próżniowego indukcyjnego VSG-50 firmy Balzers (na podstawie materiałów IMŻ Gliwice)

około 30 kPa za pomocą aluminium, którego masę dozowano z uwzględnieniem uzyskania odpowiedniego stężenia aluminium jako dodatku stopowego w badanych stalach. Po odtlenieniu wprowadzono stopniowo pozostałe dodatki stopowe krzem i mangan oraz następnie żelazo-niob, węgiel i tytan, mieszając intensywnie kapiel metalową dla ujednoludnienia i całkowitego rozpuszczenia się poszczególnych składników. Po wprowadzeniu dodatków stopowych obie stale poddano modyfikacji wtrąceń niemetalicznych za pomocą pierwiastków ziem rzadkich z wykorzystaniem tzw. miszmetalów (~50% Ce, ~20% La, ~20% Nd) w proporcji 1 g na 1 kg wsadu. Przed odlaniem kapieli w atmosferze argonu do żeliwnej wlewnicy z nadstawką (rys. 4.2) pobierano próbkę do analizy składu chemicznego. Temperaturę kapieli metalowej utrzymywano w zakresie 30-50°C powyżej temperatury likwidus dla danego gatunku stali. Po odlaniu wytopu przez ok. 60 min oczekiwano aż zakrzepnie głowa wlewka, a następnie otwarto komorę pieca. Dalsze stygnięcie wlewka we wlewnicy wykonano w powietrzu. Wlewki wyjmowano z wlewnicy na zimno po upływie 20 godzin od odlewania.



Rysunek 4.2. Zwymiarowany szkic uzyskanego wlewka z badanych stali

Następnie odcięto głowę wlewka na wysokości 5-10 mm poniżej dna jamy skurczowej oraz stopę na wysokości 30 mm od dna wlewka. Tak przygotowane wlewki kuto swobodnie na szybkoobrotowej prasie hydraulicznej firmy Kawazoe o maksymalnym nacisku do 300 MN na płaskowniki o przekroju prostokątnym 20x210 mm po nagraniu ich w piecu kuźniczym gazowym w zakresie temperatury od 1200°C do 900°C. W czasie kucia stosowano dogrzewanie międzyoperacyjne, aby nie następowało schłodzenie kutej części poniżej 900°C.

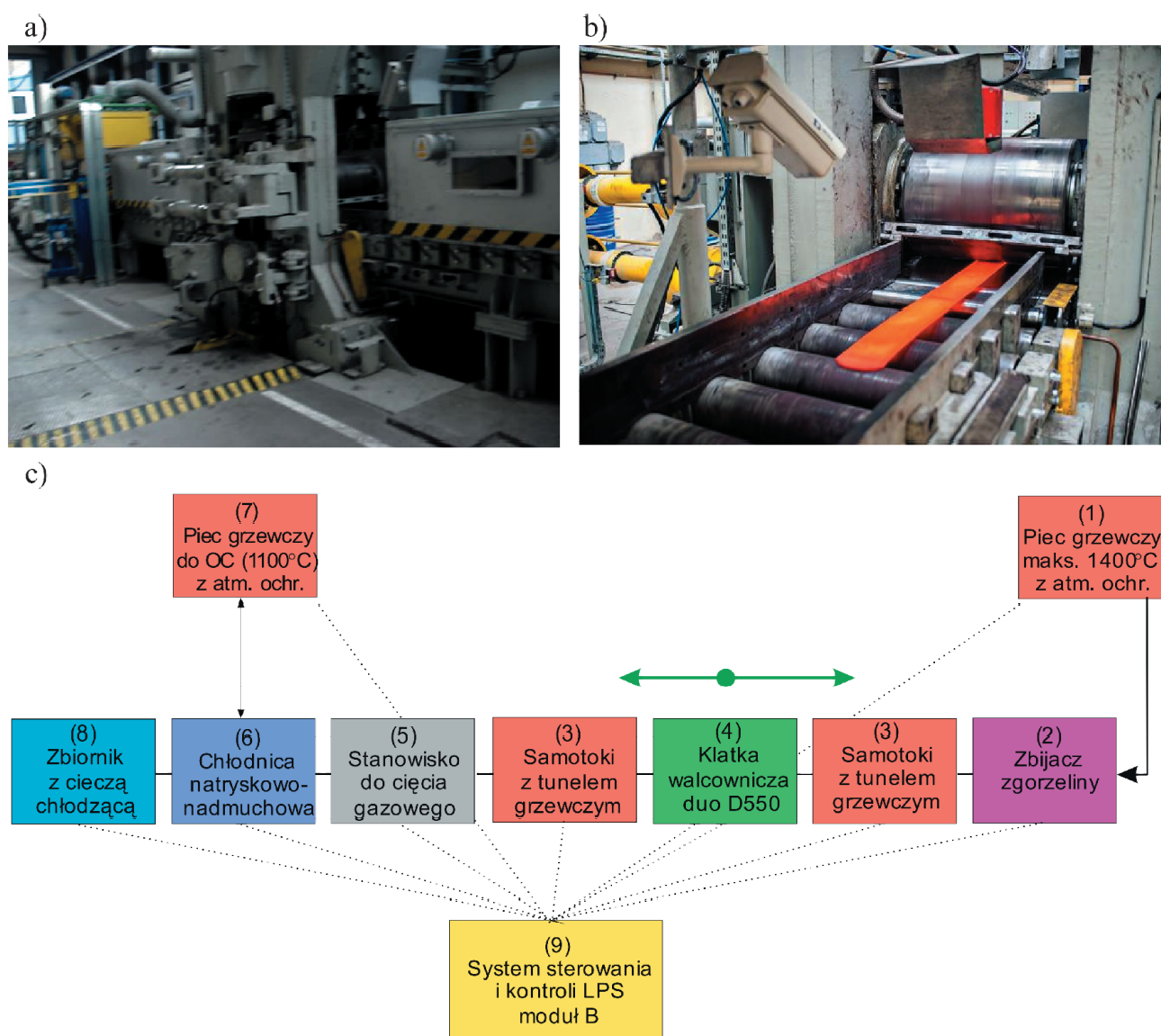
4.2. Próby technologiczne walcowania stali na gorąco

Z wytworzonego materiału wykonano próbki do badań, natomiast część płaskowników z badanych stali poddano próbom technologicznym walcowania na gorąco na Linii do Półprzemysłowej Symulacji walcowania (LPS-moduł B). Płaskowniki z badanych stali uzyskane

po kuciu swobodnym poddano obróbce cieplno-mechanicznej w zespole walcowniczym jedno-klatkowym nawrotnym duo do walcowania na gorąco blach arkuszowych oraz prętów kwadratowych wraz z urządzeniami do nagrzewania i prowadzenia zaawansowanych procesów regulowanego walcowania i chłodzenia – Linii do Półprzemysłowej Symulacji (LPS) (moduł B), której zdjęcie oraz schemat blokowy przedstawiono na rysunku 4.3. W skład modułu B LPS wchodzi m.in.:

1. piec grzewczy komorowy z wysuwającym trzonem umożliwiającym nagrzewanie wsadu do temperatury 1400°C, grzany oporowo, z możliwością pracy w atmosferach ochronnych (np. Ar),
2. hydrauliczny zbijacz zgorzeliny o roboczym ciśnieniu strumienia wody 25 MPa,
3. samotoki z możliwością współpracy z tunelami izotermicznymi z opcją dogrzewania do temperatury maksymalnej 500°C,
4. klatka walcownicza nawrotna typu duo o średnicy walców $D=550$ mm (opcjonalnie może pracować jako typ kwarto $D=420/D130$ mm) i szerokości walców $L=700$ mm oraz maksymalnej sile nacisku na walce 2,5 MN i maksymalnej liniowej prędkości walcowania wynoszącej 1,7 m/s,
5. stanowisko do poprzecznego cięcia gazowego walcowanego pasma (blachy, pręta),
6. chłodnica natryskowo-nadmuchowa, możliwość chłodzenia wodą, powietrzem i mieszaniną wodno-powietrzną w czasie i po walcowaniu w zakresie temperatury od 1100°C do 20°C,
7. piec komorowy ze stałym trzonem, grzany oporowo, do obróbki cieplnej (regulowanego studzenia) w zakresie od 1100°C do 20°C, z możliwością pracy w atmosferach ochronnych (np. Ar),
8. zbiornik z cieczą chłodzącą z wyposażeniem pomocniczym do szybkiego chłodzenia przez zanurzenie,
9. system sterowania i oprzyrządowanie pomiarowe linii.

Średnica walców LPS wynosi 550 mm, a ich prędkość liniowa 0,74 m/s. Zakładając, że wielkość zadawanego gniotu przez LPS jest uwarunkowana dopuszczalną siłą nacisku pasma na walce ustalono warunki walcowania na gorąco. Siłę nacisku w czasie walcowania wyznacza się obliczając średni nacisk jednostkowy. Właściwe opisanie tej wielkości dla rzeczywistych warunków walcowania polega na wybraniu metody odpowiedniej dla zakładanego procesu, dlatego też po wykonaniu analizy uznano, że do wyznaczenia średniego nacisku



Rysunek 4.3. a) Widok Linii do Półprzemysłowej Symulacji (LPS) (moduł B) w Instytucie Metalurgii Żelaza w Gliwicach (fot. autora), b) klatka walcownicza duo w czasie pracy (fot. IMŻ Gliwice), c) schemat blokowy LPS

jednostkowego, jaki wywiera pasmo na przedmiotowe walce najlepiej zastosować metodę obliczeniową Zjuzina (wg [60]). Metoda ta uwzględnia szerokości pasma i stan naprężeń w zależności od współczynnika kształtu kotliny walcowania. Współczynnik wpływu szerokości pasma zmienia się w zależności od stosunku długości rzutu łuku styku do średniej grubości pasma i od stosunku średniej szerokości pasma do jego średniej grubości. W celu zaprojektowania wartości gniotów w procesie walcowania i wyznaczenia naprężenia uplastyczniającego zastosowano metodę Hensela i Spittela (wg [60, 166]). Obliczone warunki stanowiły podstawę do zbudowania programu sterującego procesem, którego założenia

przedstawiono w tablicy 4.2. Czasy przerw między kolejnymi przepustami wynosiły od 6 do 10 s i zostały dobrane tak, aby każdorazowo uzyskać wymaganą temperaturę 850°C końca odkształcenia plastycznego na gorąco. Aby uzyskać materiał wejściowy do założonego programu walcowania na linii LPS wykonano walcowanie wstępne 4-etapowe w zakresie temperatury 1200-900°C płaskowników po kuciu swobodnym (o grubości ok. 20 mm) w celu uzyskania pasm o grubości 5 mm.

Tablica 4.2. Założenia programu walcowania na gorąco płaskowników z badanych stali

Nr przepustu	Temperatura odkształcenia plastycznego [°C]	Grubość przed przepustem [mm]	Grubość po przepuszczeniu [mm]	Bezwzględny stopień gniotu [mm]	Odształcenie rzeczywiste
1	1100	5	4	0,1	0,23
2	1050	4	3,2	0,8	0,23
3	950	3,2	2,55	0,65	0,23
4	850	2,55	2	0,55	0,23

Szybkości odkształcenia plastycznego dla poszczególnych przepustów w czasie próby technologicznej na LPS obliczono według zależności 4.1 podanej przez Ekelunda (wg [167]) i przedstawiono w tablicy 4.3:

$$\dot{\epsilon} = \frac{2V_w}{h_1 + h_2} \cdot \sqrt{\frac{\Delta h}{R}} \quad (4.1)$$

gdzie:

V_w – prędkość obwodowa walców równa 0,74 m/s,

h_1, h_2 – grubość pasm przed i po przepuszczeniu,

Δh – gniot bezwzględny,

R – promień walców, wynoszący 0,275 m.

Tablica 4.3. Wyniki obliczeń szybkości odkształcenia plastycznego dla kolejnych przepustów

Nr kolejny przepustu	1	2	3	4
Szybkość odkształcenia plastycznego [s ⁻¹]	9,5	10,0	10,3	10,1

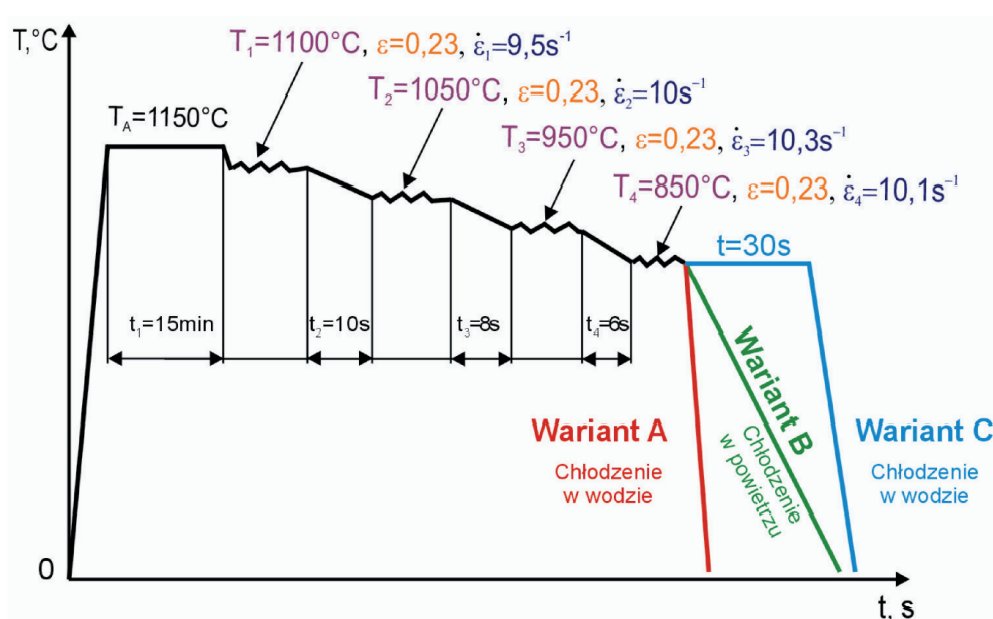
Obliczone szybkości odkształcenia plastycznego zastosowane w próbie technologicznej (rys. 4.4, tabl. 4.3) są zbliżone do szybkości odkształcenia 10,0 s⁻¹ możliwej do zaprogramowania w symulatorze metalurgicznym Gleeble. Należy nadmienić, że w warunkach

przemysłowych szybkości odkształcenia plastycznego w końcowych przepustach osiągają 50 s^{-1} do 100 s^{-1} .

Część pasm z badanych stali o wymiarach $5 \times 205 \times 600 \text{ mm}$ poddano obróbce cieplno-mechanicznej. Wsad poddano austenityzowaniu przez 15 minut w temperaturze 1150°C , a temperatura końca obróbki plastycznej dla wszystkich wariantów obróbki wynosiła 850°C . Przyjęto 3 warianty obróbki cieplno-mechanicznej badanych stali, scharakteryzowane w tablicy 4.4. i przedstawione na rysunku 4.4.

Tablica 4.4. Warianty obróbki cieplno-mechanicznej badanych stali

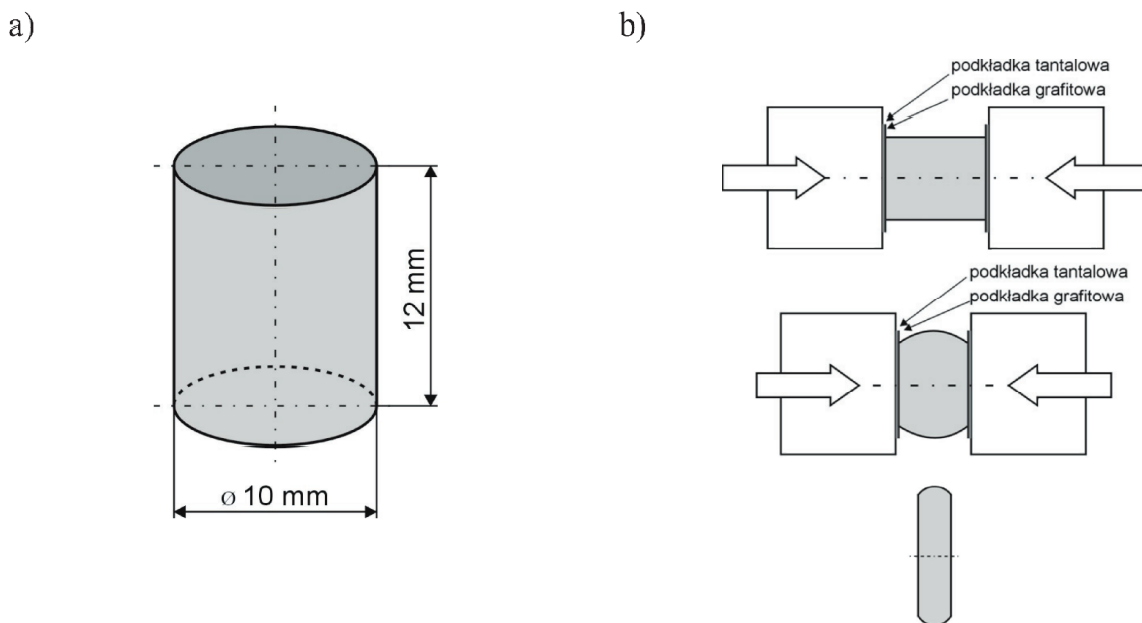
Wariant obróbki	Stopień odkształcenia plastycznego ε w ostatnim przepuszczeniu	Opis stanu strukturalnego po odkształceniu plastycznym	Sposób chłodzenia po odkształceniu plastycznym
A	0,2	umocnienie odkształceniowe kontrolowane przez zdrowienie dynamiczne	chłodzenie w wodzie
B		umocnienie odkształceniowe kontrolowane przez rekrytalizację statyczną i metadynamiczną	chłodzenie w powietrzu
C		założony udział ziarn austenitu zrekrystalizowanego statycznie	wygrzewanie izotermiczne w temperaturze 850°C przez 30 s i chłodzenie w wodzie



Rysunek 4.4. Schemat obróbki cieplno-mechanicznej badanych stali w próbie technologicznej

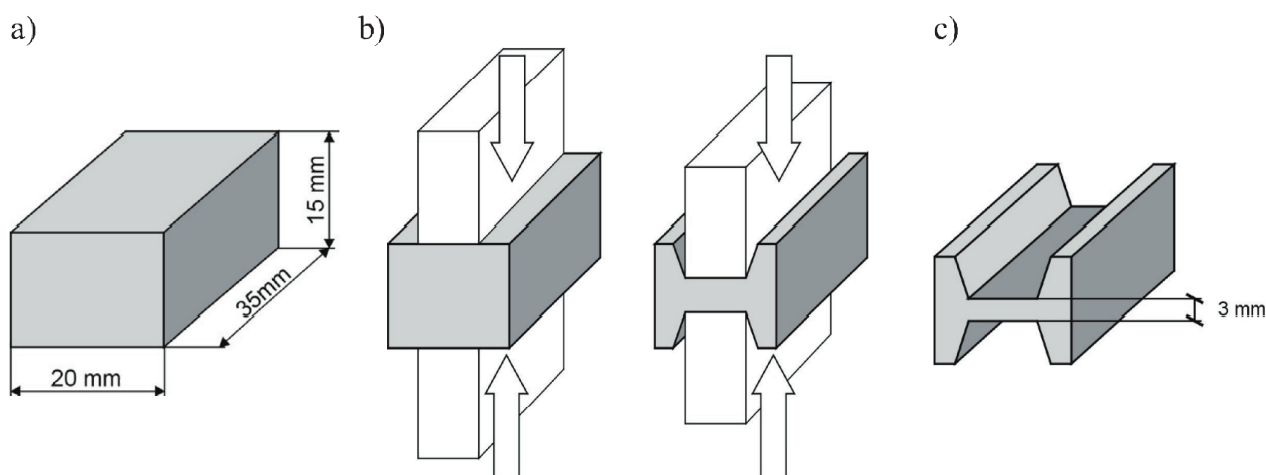
4.3. Symulacja odkształcenia plastycznego badanych stali na gorąco

Symulacji odkształcenia plastycznego badanych stali na gorąco poprzez badania plastometryczne dokonano przy użyciu Symulatora Metalurgicznego Gleeble 3800 firmy DSI. W tym celu przygotowano z uzyskanych po kuciu swobodnym płaskowników cylindryczne próbki do badań plastometrycznych o średnicy 10 mm i długości 12 mm (rys. 4.5a). Próbki z badanych stali nagrzewano oporowo z szybkością 3°C/s do temperatury odkształcenia plastycznego 850, 950 lub 1050°C z dokładnością $\pm 1^{\circ}\text{C}$, a następnie wygrzewano w tej temperaturze przez 30 s. Sterowanie i pomiar temperatury odbywał się za pomocą termoelementu zgrzanego do powierzchni próbki w jej centralnej części. Ściskanie próbek realizowano z szybkością odkształcenia plastycznego $\dot{\epsilon}=0,1, 1$ oraz 10 s^{-1} (rys. 4.5b). Plastometryczny układ hydrauliczny symulatora pozwala na wywieranie maksymalnej siły 200 kN w czasie ściskania z szybkością odkształcenia od $0,0001$ do 200 s^{-1} . Dokładność wykonania i powtarzalność zadanych obciążeń założonego procesu technologicznego symulowanego na plastomerze gwarantują i zabezpieczają przetworniki liniowo zmiennych przemieszczeń i czujniki tensometryczne do pomiaru nacisku, pozwalające uzyskać sprzężenie zwrotne. W celu zmniejszenia tarcia pomiędzy próbką a kowadłem w czasie realizacji odkształcenia we wszystkich etapach badań plastometrycznych zastosowano folie grafitowe i tantalowe oraz smar na bazie niklu.

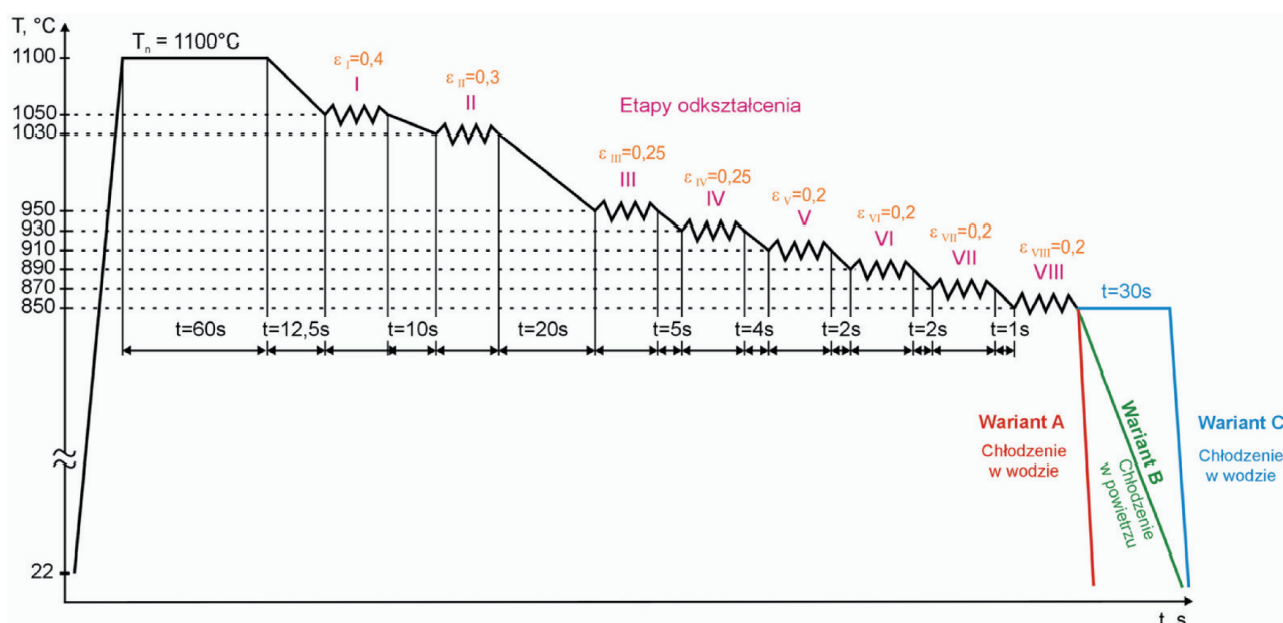


Rysunek 4.5. a) Szkic próbki do badań plastometrycznych, b) schemat wraz z końcowym kształtem próbki

Kolejnym etapem badań plastometrycznych badanych stali było zaprojektowanie i wykonanie ośmioetapowego procesu ściskania na gorąco próbek w kształcie prostopadłościanów o wymiarach 15x20x35 mm (rys. 4.6), który stanowi symulację przepustów walcowania rzeczywistego. Przyjęte wymiary próbki pozwoliły na uzyskanie proporcji szerokości próbki do szerokości kowadła 6:10. Próbki wycięto także z kutech płaskowników. Założone stopnie



Rysunek 4.6. Badania plastometryczne próbki w kształcie prostopadłościanu w warunkach zbliżonych do płaskiego stanu odkształcenia, a) szkic próbki prostopadłościennej do badań plastometrycznych, b) schemat próby ściskania - początek i etap pośredni, c) końcowy kształt próbki po zakończeniu próby



Rysunek 4.7. Schemat symulacji przepustów walcowania rzeczywistego odpowiadającego obróbce cieplno-mechanicznej próbek w kształcie prostopadłościanów

Tablica 4.5. Warunki symulacji obróbki cieplno-mechanicznej próbek w kształcie prostopadłościanów

		Wariant obróbki cieplno-mechanicznej		
		A	B	C
Temperatura austenitzowania	$T_A, ^\circ\text{C}$	1100	1100	1100
Odkształcenie I	$T_1, ^\circ\text{C}$	1050	1050	1050
	ε	0,4	0,4	0,4
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	5	5	5
Chłodzenie między I – II odkształceniem	$V_1, ^\circ\text{C/s}$	4	4	4
	t_1, s	10	10	10
Odkształcenie II	$T_2, ^\circ\text{C}$	1030	1030	1030
	ε	0,3	0,3	0,3
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	5	5	5
Chłodzenie między II – III odkształceniem	$V_2, ^\circ\text{C/s}$	4	4	4
	t_2, s	20	20	20
Odkształcenie III	$T_3, ^\circ\text{C}$	950	950	950
	ε	0,25	0,25	0,25
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	10	10	10
Chłodzenie między III – IV odkształceniem	$V_3, ^\circ\text{C/s}$	5	5	5
	t_3, s	5	5	5
Odkształcenie IV	$T_4, ^\circ\text{C}$	930	930	930
	ε	0,25	0,25	0,25
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	10	10	10
Chłodzenie między IV – V odkształceniem	$V_3, ^\circ\text{C/s}$	7	7	7
	t_3, s	4	4	4
Odkształcenie V	$T_4, ^\circ\text{C}$	910	910	910
	ε	0,2	0,2	0,2
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	50	50	50
Chłodzenie między V – VI odkształceniem	$V_3, ^\circ\text{C/s}$	10	10	10
	t_3, s	2	2	2
Odkształcenie VI	$T_4, ^\circ\text{C}$	890	890	890
	ε	0,2	0,2	0,2
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	50	50	50
Chłodzenie między VI – VII odkształceniem	$V_3, ^\circ\text{C/s}$	20	20	20
	t_3, s	1	1	1
Odkształcenie VII	$T_4, ^\circ\text{C}$	870	870	870
	ε	0,2	0,2	0,2
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	100	100	100
Chłodzenie między VII – VIII odkształceniem	$V_3, ^\circ\text{C/s}$	20	20	20
	t_3, s	1	1	1
Odkształcenie VIII	$T_4, ^\circ\text{C}$	850	850	850
	ε	0,2	0,2	0,2
	$\dot{\varepsilon}, \text{s}^{-1}$	100	100	100
Czas wygrzewania	$t_{iso} 850^\circ\text{C}, \text{s}$	0	0	30
Chłodzenie		Woda	Powietrze	Woda

odkształcenia plastycznego, szybkości odkształcenia plastycznego i czasy przerw pomiędzy kolejnymi odkształceniami plastycznymi dobrano z uwzględnieniem warunków walcowania na gorąco możliwych do zastosowania w produkcji przemysłowej (rys. 4.7). Zastosowanie próbek w kształcie prostopadłościanu pozwoliło na zadanie sumarycznego odkształcenia rzeczywistego równego 2. Po ostatnim etapie odkształcenia plastycznego w temperaturze 850°C zastosowano 3 warianty chłodzenia, odpowiadające podanym w tabelicy 4.5.

Rzeczywiste odkształcenie φ w próbce wieloetapowego ściskania zdefiniowane jest zależnością [119]:

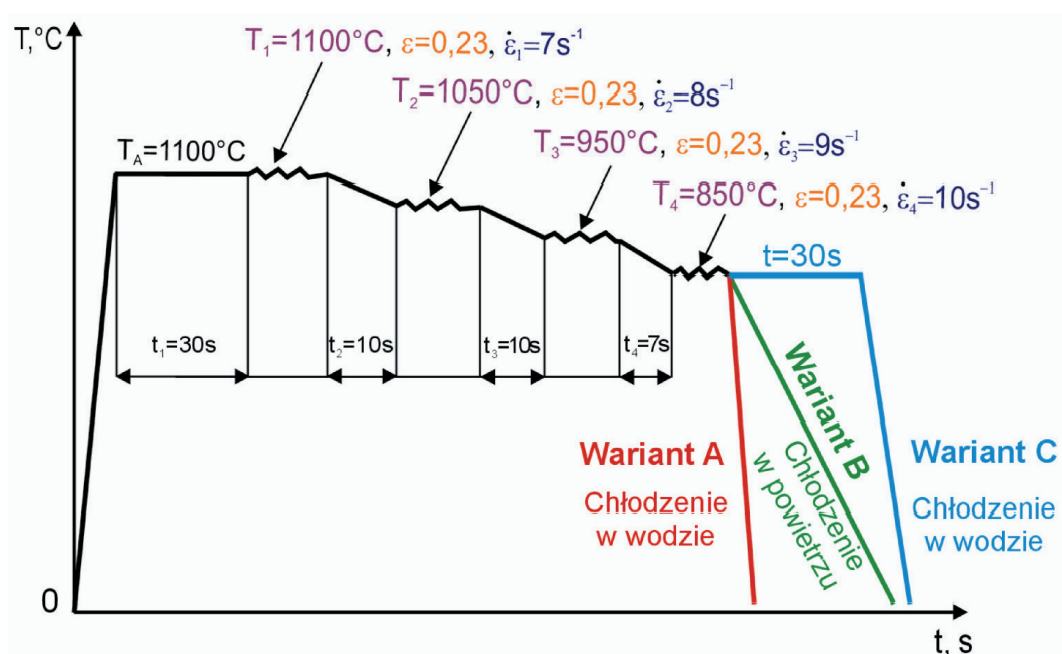
$$\varphi = \ln \left(\frac{h_1}{h_0} \right) \quad (4.2)$$

gdzie:

h_0 – początkowa wysokość próbki,

h_1 – końcowa wysokość próbki.

W ostatnim etapie badań plastometrycznych zaplanowano i wykonano czteroetapowy proces ściskania na gorąco próbek osiowo symetrycznych (rys. 4.5) stanowiący symulację końcowych przepustów walcowania. Stopnie odkształcenia plastycznego, szybkości odkształcenia plastycznego oraz czasy przerw pomiędzy kolejnymi odkształceniami dobrano uwzględniając warunki rzeczywistego walcowania na gorąco płaskowników o grubości 4-5 mm na



Rysunek 4.8. Schemat obróbki cieplno-mechanicznej dla próbek osiowosymetrycznych badanych stali odkształcanych plastycznie w symulatorze Gleeble 3800

grubość 2 mm (rys. 4.8). Symulacja ta pozwoliła na wyznaczenie warunków siłowo-energetycznych odkształcenia plastycznego na gorąco. Próbkę austenitizowano w temperaturze 1100°C, a następnie ściskano w czterech etapach z odkształceniem rzeczywistym $\varepsilon=0,23$. Po ostatnim etapie odkształcenia plastycznego w temperaturze 850°C zastosowano, analogicznie jak w ośmioetapowym ściskaniu na gorąco, 3 warianty chłodzenia, odpowiadające podanym w tablicy 4.4.

4.4. Ogólna charakterystyka programu prac studialnych i badań

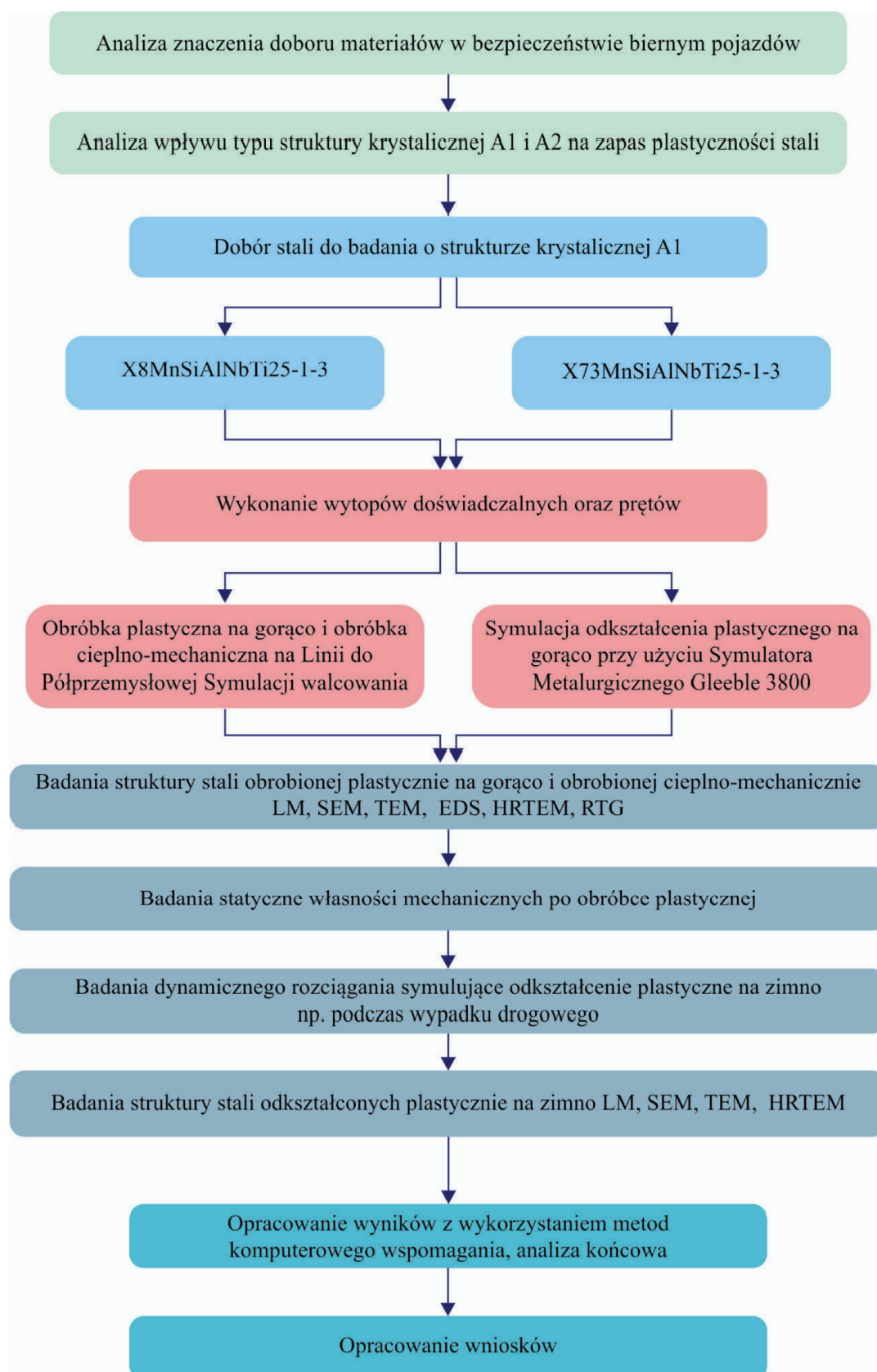
W celu osiągnięcia zakładanego celu niniejszej pracy oraz udowodnienia postawionej tezy wykonano prace studialne i badania przedstawione schematycznie na rysunku 4.9.

Badania wykonano na stalach poddanych odkształceniu plastycznemu w dwojaki sposób, poprzez:

- próby technologiczne walcowania na gorąco oraz obróbkę cieplno-mechaniczną badanych stali w zespole walcowniczym jednoklatkowym nawrotnym duo do walcowania na gorąco blach arkuszowych oraz prętów kwadratowych wraz z urządzeniami do nagrzewania i prowadzenia zaawansowanych procesów regulowanego walcowania i chłodzenia na Linii do Półprzemysłowej Symulacji (LPS) (moduł B),
- badania plastometryczne z wykorzystaniem próbek osiowo symetrycznych $\varnothing 12$ mm oraz prostopadłościennych 15x20x35 mm wyciętych z płaskowników uzyskanych z przekutego wlewka z użyciem Symulatora Metalurgicznego Gleeble 3800 firmy DSI.

W ramach przedstawionego programu badawczego wykonano następujące badania nowo opracowanych stali doświadczalnych:

- badania metalograficzne metodami mikroskopii świetlnej i elektronowej skaningowej w celu określenia udziału i morfologii wtrąceń niemetalicznych, zbadania wielkości ziarna badanych stali, orientacji krystalograficznej z wykorzystaniem techniki EBSD oraz składu chemicznego faz i wtrąceń niemetalicznych z wykorzystaniem spektrometru dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego EDS,
- badania cienkich folii w transmisyjnym mikroskopie elektronowym i wysokorozdzielczym transmisyjnym mikroskopie elektronowym,
- rentgenowską analizę fazową jakościową,



Rysunek 4.9. Schemat prac studialnych i badań przewidzianych do udowodnienia postawionej tezy i osiągnięcia zakładanego celu niniejszej pracy

- badania wytrzymałościowe statyczne w temperaturze pokojowej, obniżonej (do -70°C) i podwyższonej (do 200°C) oraz udarowego rozciągania próbek w temperaturze pokojowej. Wyniki badań opracowano statystycznie, m.in. w celu ustalenia istotności różnic uzyskanych wyników badań.

4.5. Metodyka badań metalograficznych metodami mikroskopii świetlnej i elektronowej skaningowej

Badania metalograficzne wykonano na próbkach z badanych stali, inkludowanych w żywicach termoutwardzalnych. Próbki po zainkludowaniu szlifowano na szlifierko-polerce Tegramin firmy STRUERS na papierach ściernych o gradacji ścierniwa od P220 do P4000 (wg PN-ISO 6344), a następnie polerowano mechanicznie przy użyciu zawiesiny diamentowej kolejno o ziarnistości 9, 6 i 1 μm . W celu ujawnienia granic ziarn austenitu w strukturze badanych stali, jako odczynnika trawiącego użyto mieszaniny kwasu azotowego, kwasu solnego i wody w stosunku 4:4:2. Zastosowano również odczynnik będący mieszaniną kwasu solnego, alkoholu etylowego oraz wody w celu ujawnienia granic ziarn, a także pasm odkształcenia oraz 10% nital (10% roztwór kwasu azotowego w alkoholu etylowym). Czas trawienia dla każdej próbki był dobrany eksperymentalnie w przedziale 5-75 s. Część próbek w celu ujawnienia ziarn była trawiona w kilku cyklach trawienie-polerowanie. Obserwacje strukturalne badanych materiałów wykonano na mikroskopie świetlnym MEF4A firmy LEICA oraz Axio Observer firmy ZEISS przy powiększeniu od 25 do $1000\times$. Analizę stereologiczną wykonano z wykorzystaniem oprogramowania AxioVision firmy ZEISS zintegrowanego sprzętowo z mikroskopami świetlnymi. Wykonano także badania metalograficzne w skaningowym mikroskopie elektronowym Supra 35 firmy ZEISS wyposażonym w wysokorozdzielcze działło z emisją polową Schottky'ego z wykorzystaniem detekcji elektronów wtórnych (SE) oraz elektronów wstecznie rozproszonych (BSE), przy napięciu przyspieszającym 20 kV i powiększeniu w zakresie 500-25000 razy.

Skaningowy mikroskop elektronowy Supra 35 firmy ZEISS jest wyposażony w oprzyrządowanie do analizy składu chemicznego i badań dyfrakcyjnych Trident XM4 (EDS, WDS, EBSD) firmy EDAX, które pozwoliło na wykonanie jakościowej i ilościowej analizy składu chemicznego osnowy, wydzielen i wtrąceń niemetalicznych wykonanej na próbkach o grubości 5 mm pobranych z płaskowników badanych stali po wstępnym walcowaniu.

Do określenia orientacji krystalograficznej ziarn austenitu oraz analizy zagadnień ilościowych wykonano badania dyfrakcyjne z wykorzystaniem elektronów wstecznie rozproszonych w skaningowym mikroskopie elektronowym Supra 35 firmy ZEISS wyposażonym w kamerę oraz oprogramowanie do techniki EBSD (j. ang.: *Electron BackScatter Diffraction*) przystawki Trydent XM4 firmy EDAX. Badania wykonano na próbkach nietrawionych przygotowanych końcowo z wykorzystaniem techniki polerowania wibracyjnego za pomocą urządzenia VibroMet 2 firmy BUEHLER przez co najmniej 4 godziny. Końcowo stosowano zawiesiny Al_2O_3 o wielkości ziarna $0,1\ \mu\text{m}$. W wyniku oddziaływania elektronów elastycznie ugiętych na odpowiednich płaszczyznach krystalograficznych, tworzących tzw. stożki Kossela, które w przecięciu z ekranem pokrytym luminoforem tworzą linie Kikuchiego charakterystyczne dla danej orientacji krystalograficznej i systemu krystalograficznego. Skanowanie prowadzono z krokiem $0,05$ do $0,4\ \mu\text{m}$, a obróbkę uzyskanych wyników przeprowadzono przy użyciu oprogramowania TSL OIM.

4.6. Metodyka badań cienkich folii w transmisyjnym mikroskopie elektronowym

Cienkie folie do badań w transmisyjnym mikroskopie elektronowym wykonano z próbek obrobionych plastycznie i cieplno-mechanicznie poprzez odcięcie płytek z litych próbek o grubości $0,5$ - $1\ \text{mm}$ na przecinarce elektroiskrowej drutem o średnicy $0,1\ \text{mm}$, które następnie ścieniono mechanicznie do grubości 100 - $150\ \mu\text{m}$. Z płytek wycinano mechanicznie krążki o średnicy $3\ \text{mm}$ za pomocą urządzenia Disc Punch 659 firmy GATAN lub wycinarki ultradźwiękowej Ultrasonic Disc Cutter 601 firmy GATAN. Tak przygotowane próbki w postaci krążków poddano dalszemu mechanicznemu ścienianiu do grubości ok. $70\ \mu\text{m}$ na silikonowych wodnych papierach ściernych o wielkości ziarna $15\ \mu\text{m}$, a następnie $5\ \mu\text{m}$ z wykorzystaniem przyrządu Disc Grinder 623 firmy GATAN. Ostatecznie krążki ścieniano drążąc zagłębienie o głębokości 55 - $65\ \mu\text{m}$ z wykorzystaniem urządzenia Dimple Grynder 656 firmy GATAN. Cienkie folie uzyskano z krążków po ich ostatecznym ścienianiu jonowym dwustronnym i jednostronnym w ścierniarce jonowej PIPS (j. ang.: *Precision Ion Polishing System*) 691 firmy GATAN przy kącie oddziaływania wiązki jonów argonu 2 - 4° (końcowo ok. 1°) i energii wiązki 2 - $14\ \text{eV}$.

Badania dyfrakcyjne oraz struktury cienkich folii wykonano w transmisyjnym mikroskopie elektronowym JEM 3010 firmy JEOL (TEM) oraz w wysokorozdzielczym transmisyjnym mikroskopie elektronowym TITAN 80-300 firmy FEI (HRTEM), wyposażonym w system skanowania STEM, detektory skaningowo-transmisyjne BF, DF i HAADF, korektor aberracji sferycznej kondensora Cs, filtr energii elektronów, spektrometr strat energii EELS, spektrometr dyspersji energii EDS. Wartość napięcia przyspieszającego w trakcie pomiarów wynosiła 300 kV, a obserwacje prowadzono w trybie klasycznym (TEM – JEM 3010 i TITAN) z rozdzielczością przestrzenną poniżej 0,1 nm (TITAN) oraz ok. 20 nm (JEM 3010), a także w trybie skaningowym (STEM – TITAN) z rozdzielczością przestrzenną do 0,14 nm. W trakcie badań w HRTEM wykorzystano następujące techniki badawcze:

- obrazowanie w trybie transmisyjnym i skaningowo-transmisyjnym, z wykorzystaniem detektorów BF i HAADF,
- badania dyfrakcyjne, w tym mikro- i nanodyfrakcję,
- analizę składu chemicznego w mikroobszarach oraz mapowanie rozkładu pierwiastków przy użyciu spektrometru dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (EDS).

W mikroskopie TITAN 80-300 wykonano badania z wykorzystaniem wiązki równoległej (TEM) oraz wiązki skupionej (STEM). Dzięki zastosowaniu układu trójkondensorowego płynnie zmieniano rozmiar oświetlanej powierzchni preparatu, przy utrzymaniu równoległości wiązki. Część obrazów dyfrakcyjnych uzyskano z obszaru o średnicy nie większej niż 200 nm, przy użyciu przesłony selekcyjnej (SAED) lub z obszaru o średnicy kilku lub kilkadziesiąt nanometrów, bez wykorzystania przesłony.

Dyfraktogramy z transmisyjnego mikroskopu elektronowego rozwiązywano z wykorzystaniem programu komputerowego „Eldy”. Analizę zależności krystalograficznych występujących między fazami zidentyfikowanymi na dyfraktogramach z cienkich folii dokonano z wykorzystaniem projekcji stereograficznych.

4.7. Metodyka rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej

Rentgenowską analizę fazową jakościową badanych materiałów w stanie po odlaniu, po obróbce cieplno-mechanicznej, a także po rozciąganiu do zadanego stopnia odkształcenia wykonano przy użyciu dyfraktometru X’Pert PRO firmy PANalytical w układzie Bragg-

Brentano (lampa Cu K α , krok 0,05°, czas zliczania impulsów 10 s, zakres kątowy 2 θ od 20 do 140°) z wykorzystaniem detektora paskowego Xcelerator firmy PANalytical. W czasie badań stosowano przefiltrowane promieniowanie rentgenowskie K α_1 , o długości fali $\lambda=1.54056$ nm z lampy zasilanej napięciem 40 kV przy natężeniu prądu żarzenia 30 mA. Identyfikację fazową wykonano korzystając z oprogramowania dyfraktometru oraz sprzężonej bazy danych dyfrakcyjnych PDF-4+2012 firmy ICDD (International Centre for Diffraction Data).

4.8. Metodyka badań własności mechanicznych

Badania własności mechanicznych wykonano na uniwersalnej maszynie wytrzymałościowej Z050 firmy ZWICK o maksymalnym zakresie obciążeń do 50 kN, a analizę uzyskanych wyników opracowano z wykorzystaniem oprogramowania testXpert II także firmy ZWICK. W czasie statycznej próby rozciągania badanych próbek zastosowano do pomiaru wydłużenia ekstensometr analogowy bezpośrednio mocowany do próbki o przekroju prostokątnym (2x12,5 mm) i długości pomiarowej 50 mm. Statyczną próbę rozciągania wykonano zgodnie z normą PN-EN ISO 6892-1:2010. Do badań użyto co najmniej 3 próbek z danego stanu obróbki cieplno-mechanicznej badanych stali, wyciętych zgodnie z kierunkiem walcowania. W czasie próby rozciągania wyznaczono chwilowy współczynnik umocnienia badanych stali n^* , który wyraża się następującą zależnością:

$$n^* = \frac{\varepsilon_{rz}}{\sigma_{rz}} \frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial \varepsilon_{rz}} \quad (4.3)$$

gdzie:

- n^* – chwilowy współczynnik umocnienia,
- σ_{rz} – naprężenie rzeczywiste,
- ε_{rz} – odkształcenie rzeczywiste.

Chwilowy współczynnik umocnienia n^* obliczony dla kolejnych przyrostów $\frac{\partial \sigma_{rz}}{\partial \varepsilon_{rz}}$ pozwala określić wkład przemiany martenzytycznej (jeżeli występuje w materiale próbki) w całkowite umocnienie stali. Jest on wyznaczany w zakresie od odkształcenia rzeczywistego odpowiadającego umownej granicy plastyczności do maksymalnej wartości naprężenia rozciągającego, odpowiadającego zapoczątkowaniu tworzenia się przewężenia w rozciąganej próbce.

W celu identyfikacji występowania przemiany martenzytycznej indukowanej odkształceniem plastycznym oraz analizy intensywności bliźniakowania, część próbek dodatkowo rozciągano do zadanej wartości wydłużenia 5, 10, 20 i 30%.

W ramach niniejszej pracy wykonano również badania własności mechanicznych badanych stali w podwyższonej (zgodnie z normą PN-EN ISO 6892-2:2011) i obniżonej temperaturze od -70 do 200°C. Badania te wykonano na maszynie Insight 10 firmy MTS o maksymalnym zakresie obciążeń do 10 kN wyposażonej w komorę temperaturową o zakresie badań od -100 do 350°C. Ze względu na ograniczony zakres temperaturowy możliwości pracy dostępnego ekstensometru stanowiącego wyposażenie maszyny, badania wykonano w podanym zakresie temperaturowym. Badania w obniżonej i podwyższonej temperaturze wykonano na próbkach płaskich o grubości 2 mm i szerokości 3 mm oraz długości pomiarowej 25 mm.

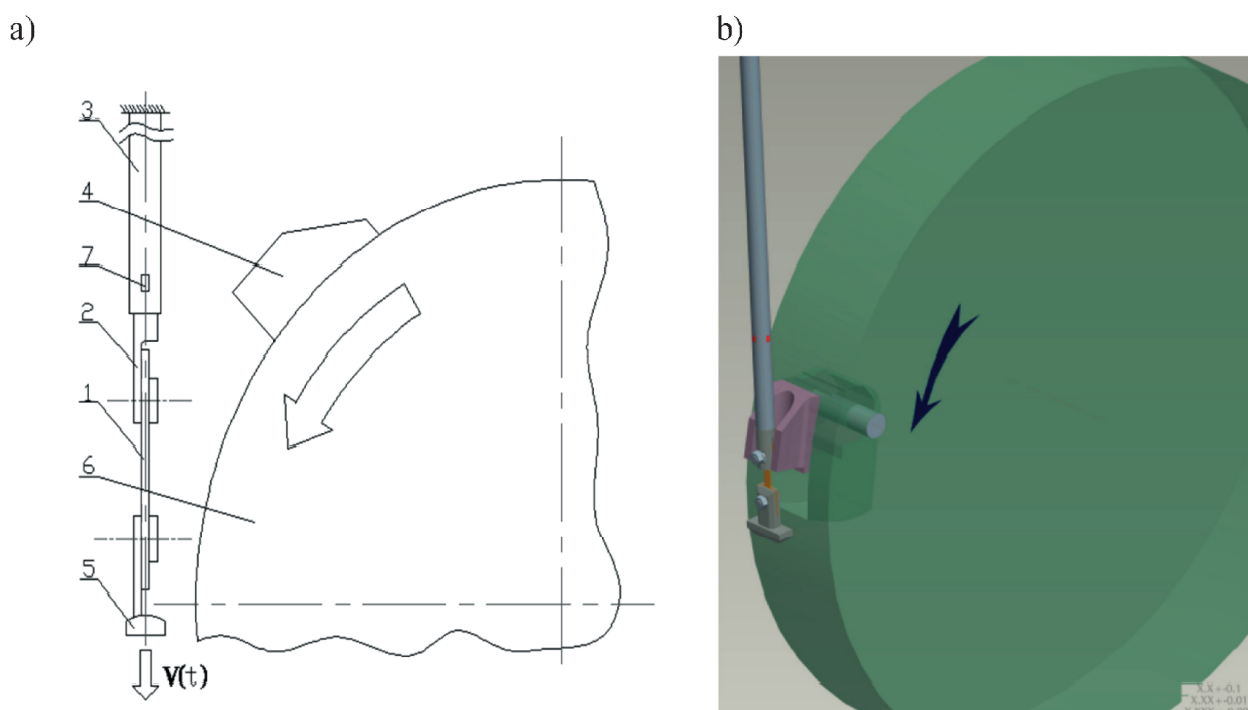
Bardzo istotne z punktu widzenia postawionego celu badań niniejszej pracy jest określenie zmiany własności mechanicznych w czasie szybkiego odkształcenia próbek badanych stali. W tym celu wykonano dynamiczne próby rozciągania próbek z badanych stali, przy użyciu rotacyjnego młota udarowego typu RSO produkcji WPM Lipsk, którego ogólny widok przedstawiono na rysunku 4.10.

Młot rotacyjny zastosowany do badań własności dynamicznych badanych stali pozwala na odkształcenie próbek z prędkością uderzenia bijaka udarowego od 3 do 50 m/s, co odpowiada



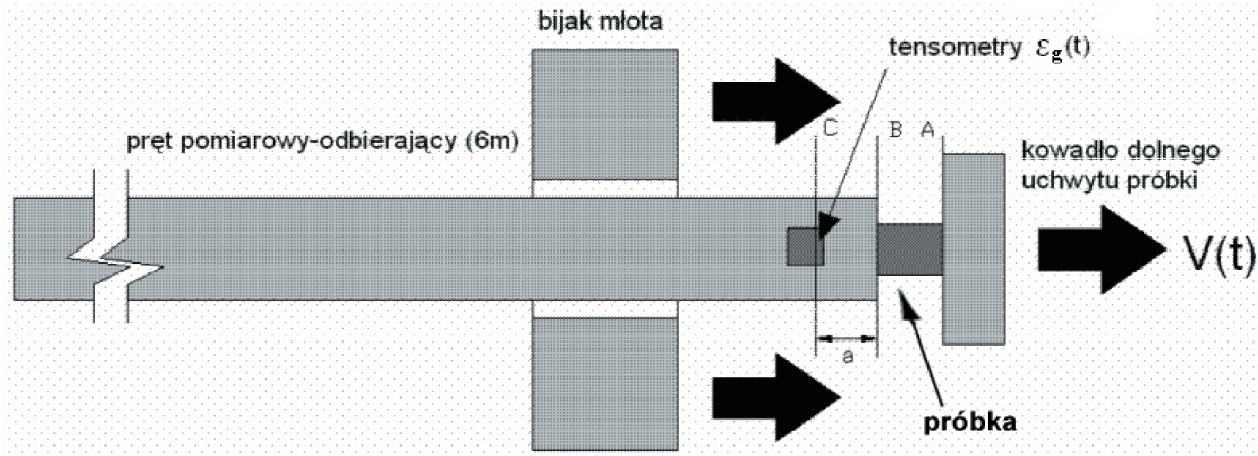
Rysunek 4.10. Widok ogólny zmodyfikowanego młota rotacyjnego typu RSO (fot. autora)

szybkości odkształcenia w zakresie 10^2 - 10^3 s⁻¹. Próbkę do badań własności dynamicznych wykonano z badanych stali obrobionych cieplno-mechanicznie. Badania własności dynamicznych wykonano z szybkością odkształcenia 250, 500 oraz 1000 s⁻¹. Szkic przedstawiający układ kinematyczny dynamicznej próby rozciągania na młocie rotacyjnym przedstawiono na rysunku 4.11. Próbkę (1) połączoną górnym uchwytem (2) z prętem pomiarowym (3), poddawana jest rozciąganiu za pomocą pazura (4), który uderza w kowadło (5) dolnego uchwyty próbki. Pazur zamocowany na wirującej tarczy (6), o bardzo dużym momencie bezwładności, zwalniany jest przez czujnik elektromagnetyczny przy określonej prędkości obrotowej koła zamachowego odpowiadającej zadanej szybkości odkształcenia próbki. Bardzo



Rysunek 4.11. a) Szkic przedstawiający układ kinematyczny dynamicznej próby rozciągania na młocie rotacyjnym; 1 – próbka, 2 – górny uchwyt mocowania próbki, 3 – pręt pomiarowy, 4 – pazur młota rotacyjnego, 5 – dolny uchwyt próbki, 6 – koło udarowe, 7 – ekstensometr, b) widok wirującej tarczy tuż przed dynamicznym odkształceniem próbki

duża energia kinetyczna wirującej tarczy od 1,3 do 10 kJ, w porównaniu do pracy odkształcenia próbki wynoszącej około 50 J, zapewnia praktycznie stałą prędkość rozciągania podczas próby. Technika pomiaru siły w czasie dynamicznego (udarowego) rozciągania oparta jest na jednoprętowym układzie „pomiarowo-odbierającym”. Schemat stanowiska pomiarowego siły zilustrowano na rysunku 4.12. Stanowisko to składa się z bijaka młota (tzw. pazura), dolnego



Rysunek 4.12. Schemat układu pomiarowego siły w czasie dynamicznego rozciągania próbki na młocie rotacyjnym

uchwytu próbki (tzw. kowadła), badanej próbki i pręta pomiarowego (tzw. pręt odbierający). Uderzenie pazura w kowadło powoduje powstanie fali sprężystej, która zaczyna rozprzestrzeniać się w pręcie pomiarowym, a której amplituda jest proporcjonalna do naprężenia w próbce. Fala ta jest rejestrowana przez tensometr oporowy naklejony na pręcie w przekroju C w odległości „a” od początku pręta (przekrój B).

Zgodnie z jednowymiarową teorią ruchu falowego w pręcie pomiarowym, wartości naprężenia umownego i odkształcenia względnego w próbce wyznaczano z poniższych zależności:

$$\sigma_n(t) = \frac{F(t)}{A_0} = \frac{A_{bar}}{A_0} E_{bar} \varepsilon_g \left(t + \frac{a}{c} \right) \quad (4.4)$$

$$\varepsilon_n(t) = \frac{1}{L_0} \int_0^t \left[V_A(\tau) - c \varepsilon_g \left(\tau + \frac{a}{c} \right) \right] d\tau \quad (4.5)$$

gdzie:

E_{bar} – moduł Younga pręta,

A_{bar} – przekrój poprzeczny pręta,

c – prędkość fali sprężystej w pręcie pomiarowym,

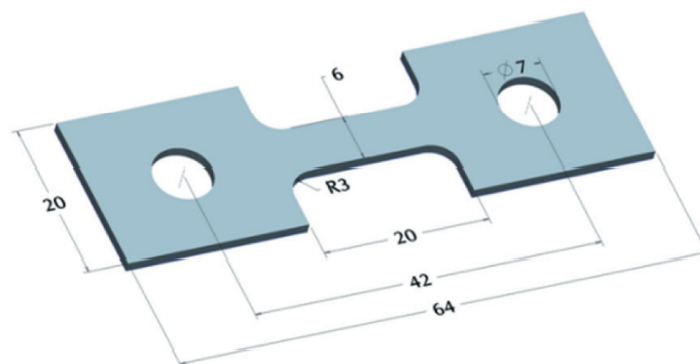
L_0 – długość pomiarowa próbki,

A_0 – przekrój poprzeczny próbki,

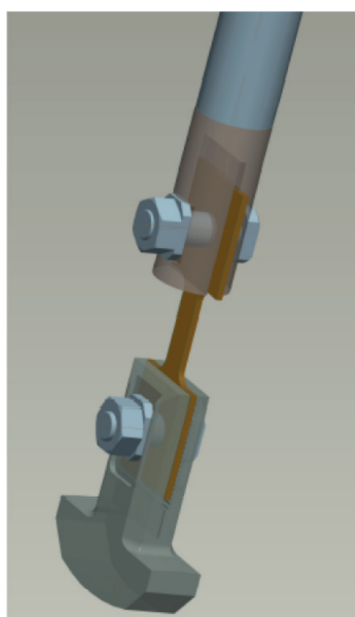
a – odległość naklejoných tensometrów od końca pręta pomiarowego,

ε_g – odkształcenie czujnika tensometrycznego,

t – czas.



Rysunek 4.13. Kształt i wymiary próbek z badanych stali stosowanych do dynamicznego rozciągania



Rysunek 4.14. Szkic przedstawiający sposób mocowania próbki w czasie badań dynamicznego rozciągania

W dynamicznych próbach rozciągania istotne znaczenie mają zarówno wymiary próbek, jak i sposób ich mocowania. Małe wymiary bazy pomiarowej próbek są powszechnie stosowane z uwagi na uzyskiwanie jak największych szybkości odkształcenia. Na rysunku 4.13 przedstawiono kształt i wymiary próbek z badanych stali zastosowanych w dynamicznej próbie rozciągania. Mocowanie próbek do uchwytów i ich odpowiednia konstrukcja odgrywa również bardzo istotną rolę przy rejestracji wyników pomiarowych (oscylacje na krzywych $P(t)$). W wykonanych badaniach górna część próbki mocowana była bezpośrednio w wybraniu o szerokości 1,2 mm w pręcie pomiarowym, a dolna części próbki w specjalnym uchwycie (tzw. kowadło), w który uderzał bijak młota (tzw. pazur), co przedstawiono na rysunku 4.14.