

Lucja Cieślak
Jan Marciniak
Wojciech Ozgowicz

Instytut Metaloznawstwa i Spawalnictwa

UDAROWE WYŻARZANIE REKRYSALIZUJĄCE STOPU FeNi29Co16

Streszczenie. Zbadano wpływ szybkości nagrzewania na strukturę i własności stopu w stanie odkształconym plastycznie przez przeciąganie w temperaturze otoczenia z 90% stopniem gniotu. Druty przeciągane poddano rekryształizacji udarowej z szybkościami nagrzewania 350-1000°C/s w zakresie temperatur 700-1000°C. W wyniku tej obróbki uzyskano drobnoziarnistą i jednorodną strukturę austenityczną o wysokich własnościach wytrzymałościowych i technologicznych.

1. Wstęp

Duże zapotrzebowanie przemysłu elektronicznego na stopy stosowane do połączeń ze szkłem, głównie Fe-Ni-Co, stwarza konieczność opracowania nowych wydajniejszych technologii. Stopy te stosowane najczęściej po przeciąganiu poddaje się wyżarzaniu rekryształizującemu. Konwencjonalny sposób wyżarzania rekryształizującego często nie zapewnia wymaganej plastyczności i jest przyczyną trudności technologicznych oraz powstania dużej ilości wybraków.

Z licznych prac, przeprowadzonych w ostatnim okresie w Instytucie Metaloznawstwa i Spawalnictwa Politechniki Śląskiej, wykazano całkowitą przydatność udarowego nagrzewania do takich zabiegów jak: rekryształizacja, sferoidyzacja, normalizowanie, hartowanie i ulepszanie cieplne.

Wprowadzenie udarowego nagrzewania jest szczególnie korzystne w przypadku wyżarzania rekryształizującego, gdyż zabieg ten pozwala na uzyskanie wysokich własności plastycznych stopu związanych zeszczególnie drobnoziarnistą strukturą i z zanikiem tekstury rekryształizacji [1÷4]. W odróżnieniu od rekryształizacji konwencjonalnej, w czasie której każda z faz stopów wielofazowych rekryształizuje oddzielnie, podczas rekryształizacji udarowej w większości stopów proces ten przebiega jednocześnie we wszystkich fazach [5, 6].

Wzrost szybkości nagrzewania zwiększa szybkość powstawania i wzrostu zarodków, przy czym proces ten determinuje energia zarodkowania. W początkowym stadium rekryształizacji decydujący wpływ na te procesy wywiera szyb-

kość nagrzewania. Eksperymentalnie wykazano [1], że podstawową przyczyną zmian kinetyki rekrytalizacji przy nagrzewaniu udarowym jest tłumienie nawrotu i przesunięcie go do zakresu rekrytalizacji. Pozostałe czynniki związane ze specyfiką nagrzewania indukcyjnego nie wywierają istotnego wpływu. Miarą tłumienia procesu zdrowienia jest zmiana energii aktywacji, która w miarę wzrostu szybkości nagrzewania maleje. Według Izbranowa, Pawłowa i Rodigina [7] przyczyną tej zmiany jest fakt, że podczas nagrzewania udarowego metal o podwyższonej energii wewnętrznej, o wartość energii magazynowanej podczas odkształcenia plastycznego, może osiągnąć zakres temperatur podwyższonych w następstwie czego zwiększa się szybkość wzrostu ziarn. Ponadto powstawanie i wzrost zarodków rekrytalizacji przyspieszają miejscowe różnice koncentracji wpływające istotnie na przewodność elektryczną.

Podczas nagrzewania udarowego przyjmuje się, że z uwagi na bardzo krótkie czasy nagrzewania atomy rozpuszczone w osnowie nie zdążą przydyfundować do granicy zarodka, co powoduje zwiększenie szybkości jego wzrostu oraz obniżenie energii aktywacji. Według Iwanowa i Osipowa [2] energia aktywacji jest funkcją szeregu stanów sieci krystalicznej zależnych nie tylko od stopnia odkształcenia, lecz również od szybkości nagrzewania, temperatury i stopnia rekrytalizacji. Powoduje to duże trudności podczas wykorzystania tego parametru przy interpretacji zjawisk towarzyszących rekrytalizacji. W ogólnym przypadku energia aktywacji może stanowić kinetyczny parametr charakteryzujący temperaturą zależność średniej szybkości rekrytalizacji w określonym zakresie temperatur.

Rekrytalizacja może zachodzić zarówno podczas nagrzewania, jak też następnego chłodzenia. Stąd szybkość chłodzenia po udarowej obróbce cieplnej nie może być pominięta.

2. Badania własne

2.1. Materiał do badań i obróbka cieplna

Badania przeprowadzono na wytopie przemysłowym stopu FeNi29Co16, o składzie chemicznym według tablicy 1, stosowanym do połączeń ze szkłem. Stop w postaci drutu o średnicy 1 mm, przeciągany z 90% stopniem gniotu, poddano nagrzewaniu udarowemu metodą indukcyjną od temperatur w zakresie 700-1000°C z następnym chłodzeniem w powietrzu.

Tablica 1

Gatunek stopu	Skład chemiczny badanego stopu w %							
	C	Ni	Co	Mn	Si	S	P	Fe
FeNi29Co16 PN-65/H-93844	0,01	28,55	17,00	0,49	0,10	0,008	0,006	reszta

Wyżarzanie udarowe przeprowadzono przy użyciu generatora indukcyjnego krótkofalowego typu GIK-1 produkcji krajowej o mocy wyjściowej 1 kW i częstotliwości $1,8 \pm 0,2$ MHz. Parametry nagrzewania ustalono na podstawie wstępnych prób po dobraniu optymalnej impedancji układu wzbudnik-generator zapewniającej nagrzewanie drutu na całym przekroju. Nagrzewanie prowadzono z szybkościami grzania 350, 500, 700 i $1000^{\circ}\text{C}/\text{sek}$. Odpowiadające tym szybkościom nagrzewania szybkości przesuwu drutu przez induktor wynosiły od 16 do 100 mm/sek. Wzbudnik wykonano z rurki profilowanej o średnicy 5 mm i 12 pętłach grzewczych ułożonych w cewkę podwójną. Szczelinę powietrzną zmniejszono do 2 mm przez zamocowanie we wzbudniku tulejki ceramicznej. Temperaturę mierzono pirometrem monochromatycznym z dokładnością $\pm 20^{\circ}\text{C}$.

W celu określenia wpływu udarowej obróbki cieplnej na własności mechaniczne stopu, dla porównania przeprowadzono konwencjonalne wyżarzanie rekrytalizujące w temperaturze 700°C przez 5 godzin w atmosferze wodoru pod ciśnieniem 200 Tr. Temperaturę mierzono termoparą z termoregulacją o dokładności pomiaru $\pm 10^{\circ}\text{C}$.

2.2. Przebieg badań

Celem określenia wpływu obróbki cieplnej na przebieg zmian strukturalnych i własności mechaniczne stopu przeprowadzono następujące badania:

- próby rozciągania - przeprowadzono na próbkach okrągłych o długości pomiarowej 100 mm przy użyciu maszyny wytrzymałościowej firmy Amsler w zakresie obciążeń do 1961 N;
- próby twardości - przeprowadzono metodą Vickersa przy obciążeniu 49 N na twardościomierzu firmy Hauser;
- próby technologiczne przeginanania - przeprowadzono na przeginarce firmy Amsler zgodnie z normą PN-57/M-80002;
- próby technologiczne skręcania - przeprowadzono na skręcarce pionowej firmy Amsler zgodnie z normą PN-66/M-80003
- badania metalograficzne - przeprowadzono na zgładach wzdłużnych, trawionych wodą królewską nasyconą chlorkiem miedzi. Obserwacji struktury dokonano na mikroskopie świetlnym firmy Reichert przy powiększeniach 100 x i 500 x. Wielkość ziarna określono metodą przypadkowych siecznych Sałtykowa oraz metodą porównawczą według skali wzorców ASTM;
- rentgenowską analizę fazową - przeprowadzono metodą Debye'a - Scherrera przy zastosowaniu kamery o średnicy 57,3 mm, wykorzystując filtrowane promieniowanie lampy z anodą kobaltową.

3. Wyniki badań i ich dyskusja

Przeprowadzone badania pozwalają na dokonanie analizy zmian strukturalnych i własności mechanicznych stopu FeNi29Co16 po rekrytalizującym wyżarzaniu udarowym. Drut przeciągany z 90% stopniem gniotu posiada strukturę pasmową austenitu z martenzytem (rys. 1). Własności drutu w tym stanie wynoszą: wytrzymałość na rozciąganie $R_m = 100 \times 10^7 \text{ N/m}^2$, twardość 287 HV, ilość przegięć ok. 7 i skręceń ok. 128.

Badania metalograficzne wykazały, że po nagrzewaniu udarowym do temperatury 700°C w stopie zgniecionym nie zachodzą istotne zmiany strukturalne. W temperaturze 800°C pojawiają się liczne drobne zrekrystalizowane ziarna austenitu o wielkości ok. 3 μm (rys. 2). Całkowite zakończenie rekrytalizacji pierwotnej zachodzi w temperaturze 900°C (rys. 3). Po tym zabiegu struktura stopu wykazuje jednorodną ziarną austenitu o wielkości ok. 6 μm . Podwyższenie temperatury zabiegu do 1000°C zwiększa niejednorodność ziarn i powoduje wzrost ich wielkości do ok. 9 μm (rys. 4).

Stosowane szybkości nagrzewania udarowego w zakresie od 350 do 1000°C/s nie wywierają istotnego wpływu na wielkość ziarn (rys. 5 i tabl. 2).

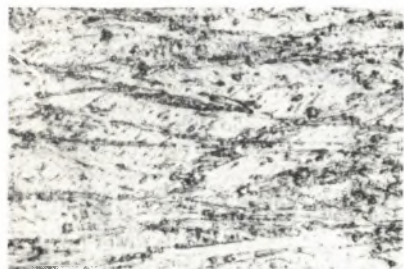
Stop FeNi29Co16 po wyżarzaniu rekrytalizującym metodą konwencjonalną posiada strukturę dwufazową, złożoną z austenitu o zmiennej wielkości ziarn i martenzytu (rys. 6 i 7).

Badania rentgenograficzne stopu wyżarzonego udarowo w temp. 700°C ujawniły rozmyte prążki interferencyjne austenitu. Liczne refleksy punktowe od zrekrystalizowanych ziarn pojawiają się po obróbce cieplnej w temperaturze 800°C. Drobne równomiernie rozłożone refleksy punktowe charakterystyczne dla struktury zrekrystalizowanej występują po wyżarzaniu w temperaturze 900°C. Natomiast po nagrzaniu udarowym do temperatury 1000°C występują refleksy punktowe, świadczące o niejednorodnej wielkości ziarn.

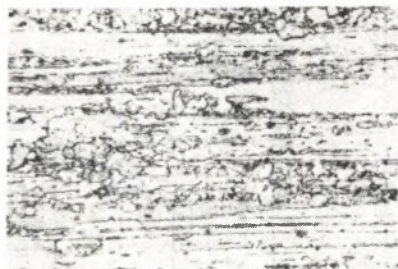
Oprócz refleksów fazy γ na próbkach obrobionych cieplnie w badanym zakresie temperatur ujawniono także refleksy od tworzących się na powierzchni drutu tlenków typu M_3O_4 [$(\text{FeNi})_3\text{O}_4 - \text{NiOFe}_2\text{O}_3$] (rys. 8 i tablica 3).

Własności mechaniczne i technologiczne stopu zależą w głównej mierze od temperatury wyżarzania udarowego (tablica 2 i rys. 9). Stop wyżarzony w temp. 700°C posiada najwyższą wytrzymałość R_m około $93,2 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ i twardość ok. 235 HV. Po wyżarzaniu w temp. 1000°C własności wytrzymałościowe stopu są najniższe i wynoszą: R_m ok. $61,0 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ i twardość ok. 165 HV.

Najwyższą liczbę skręceń i przegięć posiada stop wyżarzony w temperaturach 900–1000°C, natomiast w temperaturze 700°C własności technologiczne, tj. liczba skręceń i przegięć kształtują się przeciwnie. Szybkość nagrzewania w badanym zakresie temperatur nie wywiera istotnego wpływu na strukturę i własności mechaniczne stopu (tablica 2).



Rys. 1. Struktura stopu przeciąganego z 90% stopniem gniotu; wydłużone ziarna austenitu z martenzytem, 500 x



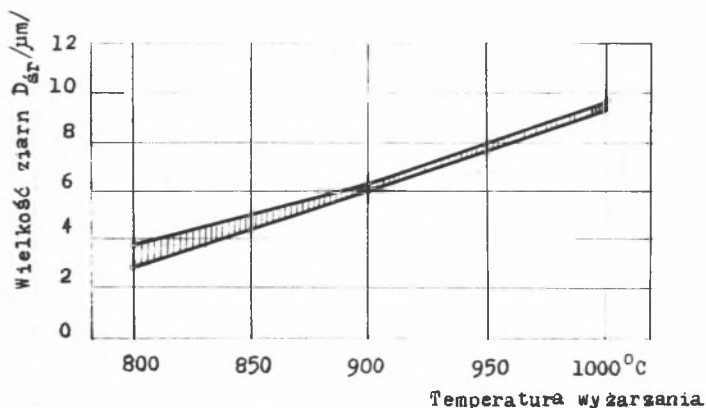
Rys. 2. Struktura stopu wyżarzonego udarowe w temp. 800°C z szybkością nagrzewania 1000°C/sek: w osnowie zgniecionego austenitu liczne ziarna zrekrystalizowane, 500 x



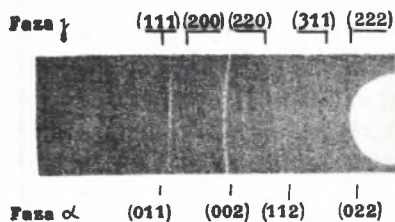
Rys. 3. Struktura stopu wyżarzonego udarowo w temp. 900°C z szybkością nagrzewania 1000°C/sek; drobne zrekrystalizowane ziarna austenitu z licznymi bliźniakami, 500 x²



Rys. 4. Struktura stopu wyżarzonego udarowo w temp. 1000°C z szybkością nagrzewania 1000°C/s: zrekrystalizowane ziarna austenitu, 500 x



Rys. 5. Wpływ temperatury wyżarzania na wielkość ziarn stopu FeNi29Co16 przeciąganego z 90% stopniem gniotu i nagrzewanego z szybkością od 300 do 1000°C/sek



Rys. 6. Skład fazowy stopu wyżarzonego rekrytalizująco metodą konwencjonalną w temp. 700°C przez 5 godzin; prążki punktowe austenitu oraz ciągle martenzytu



Rys. 7. Struktura stopu po wyżarzeniu metodą konwencjonalną w temp. 700°C przez 5 godzin; austenit z bliźniakami wyżarzania i martenzyt, 500 x

Tablica 2

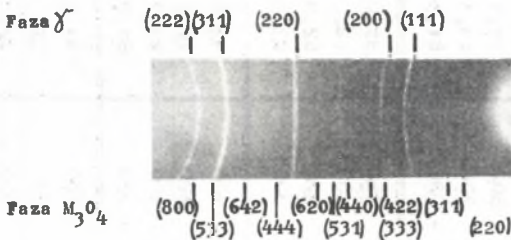
Właściwości mechaniczne i technologiczne drutu ze stopu FeNi29Co16 po wyżarzeniu udarowym i konwencjonalnym

Szybkość nagrzewania [°C/s]	Temperatura nagrzewania [°C]	Wytrzymałość na rozciąganie [N/m ² x 10 ⁷] [kg/mm ²]	Twardość HV _{gr5/15}	Ilość przegięć i _{zgr}	Ilość skręceń i _{sr}	Wielkość ziarna d _{gr} [μm] (ASTM)
350	700	93,0 94,9	236	7	183	-
	800	72,1 73,5	207	10	184	3,0 (12)
	900	63,3 64,5	177	13	218	6,0 (12)
	1 000	61,2 62,4	159	14	221	9,6 (10)
500	700	95,0 96,9	234	7	187	-
	800	72,0 73,4	213	9	188	2,8 (12)
	900	62,9 64,1	175	14	210	6,2 (12)
	1 000	62,2 63,4		14	227	9,8 (10)
700	700	92,5 94,4	235	7	182	-
	800	70,6 72,0	199	11	185	3,5 (12)
	900	64,2 65,5		12	206	6,1 (12)
	1 000	61,0 62,2		14	214	9,9 (10)
1000	700	93,6 95,5	241	7	181	-
	800	72,2 73,6	201	9	183	3,7 (12)
	900	62,7 63,8	176	13	215	6,1 (12)
	1 000	61,8 63,0	162	14	228	9,5 (10)
Wyżarzanie konwencjonalne 700°C/5 godz.	700	60,5 61,6	158	11	173	15,9 (9)

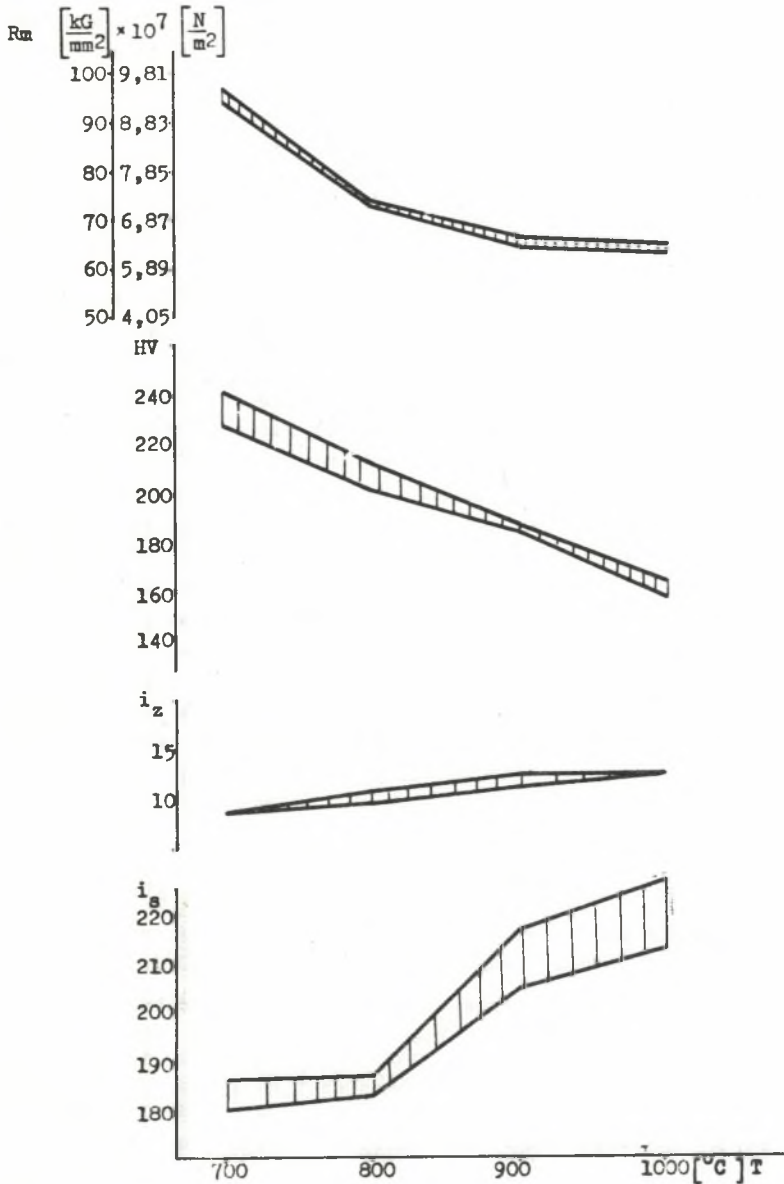
Tablica 3

Wyniki analizy fazowej stopu FeNi29Co16
po wyżarzaniu rekrytalizującym udarowym

Obróbka cieplna	Lp.	Natężenie	d dośw. [µm]	(hkl)	Faza
Wyżarzanie rekrytalizujące udarowe w zakresie temperatur 700-1000°C przy szybkości nagrzewania 1000°C/sek	1	b s	297,0	220	M ₃ O ₄
	2	śr	255,4	311	M ₃ O ₄
	3	b b m	208,9	111	↑
	4	śr	178,9	200	↑
	5	b s	171,8	422	M ₃ O ₄
	6	m	163,6	333	M ₃ O ₄
	7	m	149,1	440	M ₃ O ₄
	8	b b s	143,7	531	M ₃ O ₄
	9	b b s	132,1	620	M ₃ O ₄
	10	s	128,6	220	↑
	11	b b s	121,6	444	M ₃ O ₄
	12	b b s	113,2	642	M ₃ O ₄
	13	b s	109,7	311	↑
	14	b s	108,5	533	M ₃ O ₄
	15	b s	105,6	800	M ₃ O ₄
	16	b s	103,3	222	↑



Rys. 8. Skład fazowy stopu po udarowym wyżarzaniu rekrytalizującym w temperaturze 900°C, nagrzewanego z szybkością 1000°C/sek; punktowe prążki austenitu i ciągłe od tlenków typu M₃O₄



Rys. 9. Wpływ temperatury wyżarzania udarowego z szybkościami nagrzewania w zakresie 350-1000°C/s na własności mechaniczne i technologiczne stopu FeNi29Co16

Wprowadzenie udarowego wyżarzania rekrytalizującego ma wpływ na przemiany fazowe zachodzące w procesie rekrytalizacji oraz w czasie chłodzenia bezpośrednio po tym zabiegu. Struktura stopu po wyżarzaniu konwencjonalnym jest dwufazowa, złożona z austenitu i martenzytu. Natomiast po rekrytalizacji udarowej w strukturze stopu nie stwierdzono obecności martenzytu. Otrzymana struktura jest wynikiem odwrotnej przemiany martenzytycznej zachodzącej podczas nagrzewania udarowego, która poprzedza rekrytalizację austenitu. Wyjaśnienia przyczyn odwrotnej przemiany martenzytycznej należałoby szukać w procesach związanych ze specyfiką udarowego nagrzewania indukcyjnego.

Gwałtowny wzrost temperatury podczas nagrzewania udarowego wywiera wpływ na czas inkubacji tworzenia zarodków, przyspieszając ich powstanie przy jednoczesnym zwiększeniu szybkości ich wzrostu. Prowadzi to do zwiększenia ilości zarodków rekrytalizacji i utworzenia jednorodnej drobnoziarnistej struktury stopu. Drobnoziarnistość oraz jednorodność ziarn powoduje wydatne polepszenie własności technologicznych co jest szczególnie ważne w dalszym procesie przerobu drutu.

Zastosowanie udarowego wyżarzania rekrytalizującego w procesie wytwarzania drutu ze stopu FeNi29Co16 umożliwia wyeliminowanie niekorzystnych zmian strukturalnych, przede wszystkim tworzenie się fazy α' , która powstaje po rekrytalizacji konwencjonalnej przy temperaturze 700°C przez 5 godzin.

Przeprowadzone badania wykazują pełną przydatność nagrzewania udarowego w procesie wyżarzania rekrytalizującego stopu. Zastosowanie tej metody w przemyśle pozwala na znaczne skrócenie procesu technologicznego i włączenie rekrytalizacji udarowej do procesu ciągnięcia drutu.

4. Wnioski

1. Rekrytalizacja stopu FeNi29Co16 nagrzewanego udarowo z szybkością 350°C/sek - 1000°C/sek zachodzi w temperaturze 900°C.
2. Stop FeNi29Co16 rekrytalizowany udarowo posiada drobnoziarnistą i jednorodną strukturę oraz dobre własności mechaniczne i technologiczne.
3. W porównaniu z wyżarzaniem konwencjonalnym wyżarzanie rekrytalizujące udarowo zapewnia wzrost własności wytrzymałościowych i twardości stopu o ok. 2% natomiast liczby przegięć i skręceń o ok. 12%.
4. Wysokie własności technologiczne przy dobrej wytrzymałości i znacznym skróceniu czasu obróbki cieplnej umożliwiają zastosowanie udarowego wyżarzania rekrytalizującego w ciągłym procesie technologicznym wytwarzania drutu.

LITERATURA

1. Gorielik S.S. - Rekrytalizacja metali i stopów, Izd. Metalurgia, Moskwa, 1967.
2. Iwanow M.N., Osipow K.A. - Wozwrat i rekrytalizacja w metalach przy bystrom nagriewie, Izd. Nauka, Moskwa, 1964.
3. Bodjako i inni - Tiermokinetyka rekrytalizacji, Izd. Nauka i Technika, Mińsk, 1968.
4. Cieślak Ł. - Materiały Konferencji na temat: "Rentgenowska analiza strukturalna w metalografii i metaloznawstwie", IMZ Gliwice, 1962, 51.
5. Wendorff Z. - Zesz. Nauk. AGH, 1, PWN, Kraków, 1954, 47.
6. Cieślak Ł., Zwonek J. - Zesz. Nauk. Politechniki Śląskiej, Gliwice, Mechanika 29, 1967, 49.
7. Izbranow P.D., Pawłow W.A., Rodigin N.M. - Fiz. metali i metalowied. 4, 1959, 138.

УДАРНЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИОННЫ СТЫГ СПЛАВА FeNi29Co16

Резюме

Исследовано влияние скорости нагрева на структуру и свойства сплава FeNi29Co16 после волочения со 90% сжатием. Проволоки подвергнуты ударной рекристаллизации со скоростями нагрева $350 \pm 1000^\circ\text{C}/\text{s}$ в области температур $700 \pm 1000^\circ\text{C}$. После этой обработки получено мелкозернистую и однородную структуру аустенита с лучшей прочностью и технологическими свойствами.

THE ACCELERATED RECRYSTALLIZATION ANNEALING OF FeNi29Co16 ALLOY

Summary

The influence of a rate of heating on the structure and properties Fe-Ni-Co alloy after plastic deformation with 90% degree of cold work has been investigated. The drawn wires have been surrendered with accelerated recrystallization in a rate of heating $350 \pm 1000^\circ\text{C}/\text{sec}$ in a range of temperature $700 \pm 1000^\circ\text{C}$. After that recrystallization the homogenous and fine-grain austenitic structure with a high mechanical and technological properties have been obtained.