

**Politechnika Śląska**

**Wydział Inżynierii Materiałowej**



**ROZPRAWA DOKTORSKA**

Effect of the chemical composition and processing parameters on the  
microstructure and mechanical properties of the bars subjected to  
innovative XTP process

**mgr inż. Radosław Rozmus**

**PROMOTOR**

**dr hab. inż. Krzysztof Radwański**

**PROMOTOR POMOCNICZY**

**dr inż. Radosław Swadźba**

**GLIWICE 2023**

## STRESZCZENIE PRACY

Rozwój stali bainitycznych do zastosowań w motoryzacji oraz transporcie kolejowym związany jest z poprawą odporności na obciążenia dynamiczne w niskiej temperaturze przy jednoczesnym zachowaniu wytrzymałości. W pracy podjęto tematykę związaną z opracowaniem parametrów technologicznych jednoetapowego procesu walcowania XTP, a także przeprowadzono dobór składu chemicznego stali 7MnB8 w celu obniżenia temperatury DBTT wytwarzanych prętów.

Xtreme Performance Technology (XTP) to jednoetapowa technologia walcowania prętów z wykorzystaniem dużego odkształcenia. Wykorzystując proces, możliwa jest produkcja prętów o średnicy 18 - 40 mm. Schemat takiej linii, znajdującej się w firmie Steeltec przedstawiono na Fig. 1. Grzanie do temperatury austenitizacji odbywa się indukcyjnie. Ilość cewek indukcyjnych w sekcji grzewczej może być zmieniana, dzięki czemu można kształtować temperaturę austenitizacji ( $T_A$ ). Jednakże proces posiada w tym zakresie pewne ograniczenia, mianowicie niską osiągalną temperaturę austenitizacji i krótki czas nagrzewania. Temperaturę walcowania ( $T_R$ ) można kontrolować przez powolne chłodzenie w powietrzu podczas transportu materiału na linii lub chłodzenie można przyspieszyć za pomocą strumienia powietrza. Dzięki temu, pomimo ciągłości procesu,  $T_R$  może być niezależne od  $T_A$ . Odkształcenie zadawane jest za pomocą trzech walców w układzie 3 x 120° (Fig. 2). Stopień odkształcenia jest kontrolowany poprzez zmianę odległości między nimi, zapewnia to ruch posuwisto-zwrotny każdej rolki. Równocześnie za pomocą ustawień walców regulowana jest średnica wytwarzanych prętów. Po walcowaniu następuje pomiar temperatury ( $T_1$ ), a dalej znajduje się sekcja chłodzenia z 4 miejscami na skrzynie chłodnicze. W zależności od liczby skrzynek i wydatku wodnego można sterować szybkością chłodzenia oraz kontrolować temperaturę po chłodzeniu ( $T_2$ ). Dalsze chłodzenie z  $T_2$  odbywa się na powietrzu. Dlatego też, w zależności od  $T_2$ , która może znajdować się w zakresie odpuszczania, samo-odpuszczanie może wystąpić w objętości prętów. Parametry procesu można kontrolować oddzielnie, jednak prędkość linii wpływa na temperaturę osiąganą we wszystkich etapach procesu jednocześnie. Dlatego pomimo tego, że temperaturę można regulować na każdym etapie, kalibracja linii na wymagane wartości jest procesem skomplikowanym.

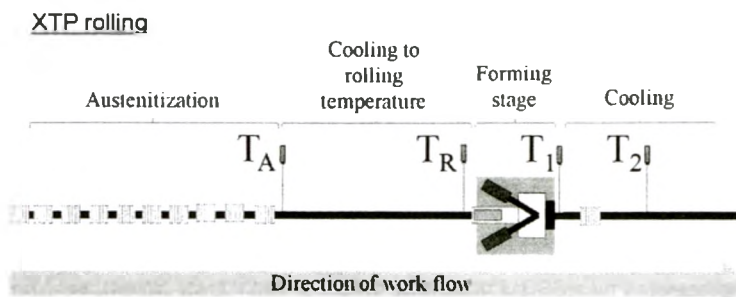


Fig. 1. Schemat linii XTP z temperaturami charakterystycznymi.

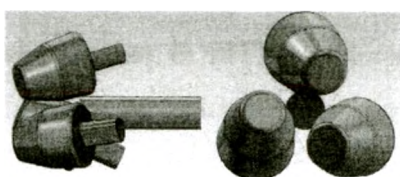


Fig. 2. Schemat walców w systemie 3 x 120°.

Technologia walcowania prętów z wykorzystaniem trzech walców jest technologią powszechnie znaną i spotykaną w literaturze pod różną nazwą, np. radial-displacement rolling lub cross-helical rolling, Zasada produkcji prętów jest podobna do procesu XTP prowadzonego w Firmie Swiss Steel. Pomimo znajomości zagadnienia tego typu procesu obróbki materiału, występuje w literaturze szczątkowa wiedza na temat walcowania stali o strukturze bainitycznej. Jedne z pierwszych prac zostały przeprowadzone w wyniku współpracy firmy Steeltec oraz Swiss Steel z wykorzystaniem stali 7MnB8. Wcześniejsze badania prowadzone przez P. Galkina i innych, przedstawiały głównie założenia oraz charakterystykę procesu z uwzględnieniem zmian strukturalnych zachodzących w materiałach obrabianych takich jak stal ferrytyczno perlityczna oraz stal sprężynowa 54SiCr6. Kolejne prace skupiały się na stalach z podwyższoną zawartością chromu, jak stal 40X, AISI-321 lub miedzi, jak również stopów aluminium D16 lub 6005. Cechą wspólną prowadzonych przez zespoły naukowców prac było prowadzenie odkształcenia w kilku przejściach przez walce. Wszystkie wyniki badań skupiały się na fenomenie skumulowanego odkształcenia na powierzchni wytwarzanych prętów, prowadząc do dużego rozdrobnienia ziarna ( $\sim 300 - 900$  nm) w tym obszarze pręta, co zapewnia wzrost wytrzymałości elementów wytwarzanych. Kwestie wpływu rozdrobnienia struktury bainitycznej na udarność nie zostały poruszone w żadnej z prac. Ponadto zwykle były to próby dostosowania procesu do obrabianej stali, a proces obejmował walcowanie w kilku przepustach materiału przez walce, co generuje dodatkowy koszt. W jednoetapowym procesie XTP czynnik ekonomiczny zostaje zminimalizowany za sprawą ograniczenia procesu do jednego przepustu, gdzie po przejściu pręta przez linię produkcyjną, na końcu otrzymuje się gotowy produkt

o gradientowej strukturze bez konieczności przeprowadzania dodatkowej obróbki cieplnej lub zabiegów wykańczających powierzchnię pręta.

Cel pracy zakłada dwa etapy, których jest uzyskanie stali o zwiększonej odporności na obciążenia dynamiczne w niskiej temperaturze w porównaniu do stali konwencjonalnej produkowanej przez partnera przemysłowego, firmę Swiss Steel. Pierwsza część pracy polegała na określeniu parametrów procesu zapewniających uzyskanie najlepszych wyników w zakresie udarności. Do badań wykorzystano stal przemysłową 7MnB8. Przeprowadzone badania pozwoliły na optymalizację procesu walcowania pod kątem obniżenia temperatury przejścia w stan kruchy (DBTT) w niskich temperaturach poniżej  $-100^{\circ}\text{C}$ , z określonymi właściwościami wytrzymałościowymi, otrzymanymi dla stali 7MnB8.

Drugim założeniem było wyprodukowanie nowych stali, które pozwolą zmaksymalizować efekt uzyskany dla stali 7MnB8 w kontekście udarności. Etap pracy polegał na doborze składu chemicznego w oparciu o 7MnB8 w celu zwiększenia uzyskanego efektu, osiągniętego w pierwszym etapie pracy. W tym celu założono głównie zmiany zawartości takich pierwiastków jak Mn, Mo, Nb, V i Ti. Poprzednie badania wykazały specyficzne dwustrefowe pręty wytwarzane w procesie XTP z intensywnym chłodzeniem. Pierwsza zmiana polegała na zwiększeniu zawartości Mn do 2,9 % wag. w porównaniu do stali 7MnB8, w celu zwiększenia hartowności. Pozwoli to uzyskać bardziej jednorodną strukturę na przekroju pręta, tak aby właściwości były porównywalne w całej objętości wyprodukowanego pręta. Dodatek Mo został zwiększony, aby zapobiec segregacji zanieczyszczeń, takich jak P, na granicach ziaren. Pozytywne działanie tego pierwiastka powinno zostać odnotowane ze względu na fakt, że stal 7MnB8 zawiera Mo w niewielkiej ilości 0,02 % wag. Ti, Nb i V są silnymi pierwiastkami tworzącymi węgliki. Celem tych dodatków do stali jest wytworzenie bardzo drobnych wydzielen, które poprzez efekt unieruchamiania (ang. pinning effect) zapewnią rozdrobnienie struktury. Zwiększając całkowitą powierzchnię granic ziaren, należy spodziewać się zmniejszenia stężenia zanieczyszczeń na granicach ziaren, zatem ich negatywny wpływ na kruche pękanie zostanie w ten sposób ograniczone. Ponadto, poprzez zwiększenie udziału objętościowego granic ziaren wysokiego kąta (HAGB), które zapobiegają propagacji pęknięć, uzyskany efekt powinien być dodatkowo wzmocniony. Oczekuje się, że rozwój nowych stali umożliwi wytwarzanie nowych stali drobnoziarnistych o zwiększonej odporności na kruche pękanie poniżej  $-150^{\circ}\text{C}$ .

Materiałem bazowym do badań była stal 7MnB8. Stal została opracowana w 2011 roku przez firmę Swiss Steel. Skład chemiczny tej stali bainitycznej przedstawiony został w Tabeli 1 i jest optymalnie kwalifikowany do kucia na zimno części o dużej wytrzymałości bez obróbki

cieplej. Aby jednak wzbogacić ofertę dla klientów, wprowadzono nowy, odmienny proces zwany XTP. Produkcję i optymalizację procesu rozpoczęto od zastosowania stali 7MnB8 oraz zbadano pierwsze zależności wynikające z procesu. Nowy proces produkcji długich prętów Steeltec umożliwia znaczne, ~2,5-krotne zmniejszenie wielkości ziaren w porównaniu z materiałem przed walcowaniem, a tym samym umożliwia zachowanie właściwości materiału uzyskanych w konwencjonalnych procesach, np. poprzez walcowanie. walcowanie na gorąco, w celu uzyskania wcześniej nieosiągalnych wartości. Wysokie stopnie odkształcenia pozwoliły uzyskać bardzo małą średnią wielkość ziaren  $< 5 \mu\text{m}$  (Fig. 3), a temperaturę przejścia w stan kruchy przesunięto z  $20^\circ\text{C}$  do  $-100^\circ\text{C}$ . Wiadomo, że wymagane właściwości, takie jak wytrzymałość czy udurowienie tego samego materiału, mogą być różne i można je poprawić w zależności od zastosowanego procesu produkcyjnego lub dodatkowych etapów obróbki cieplnej po obróbce termomechanicznej. Dlatego też, ze względu na złożoność procesu i rozwój materiału, podjęto współpracę z partnerem przemysłowym w celu stworzenia nowego produktu opartego na składzie chemicznym stali 7MnB8, przeznaczonego bezpośrednio do procesu XTP z naciskiem na uzyskanie poprawy właściwości mechanicznych i obniżenie temperatury przejścia w stan kruchy.

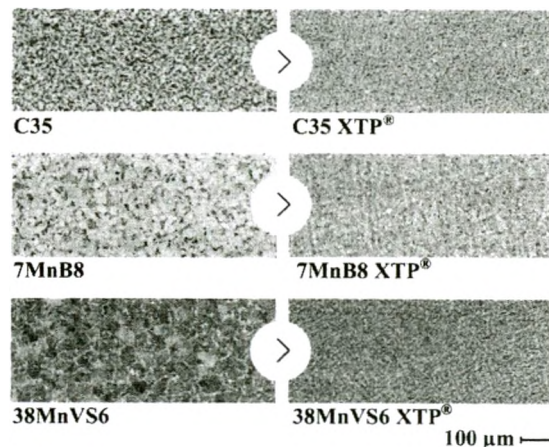


Fig. 3. Mikrostruktura stali 7MnB8 po procesie konwencjonalnego walcowania oraz po walcowaniu XTP.

Table 1. Skład chemiczny stali 7MnB8.

Elements [wt. %]													
C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Nb	Ti	Al	B	N
0.070	1.90	0.19	0.013	0.009	0.08	0.02	0.100	0.035	0.005	0.0880	0.028	0.0028	0.0101

Aby osiągnąć założone cele, głównie obniżenie DBTT, opracowano program badawczy. Program ten podzielony jest na trzy główne bloki. Pierwszy blok obejmował wstępne badanie

stanu stali przemysłowej 7MnB8. Do zaproponowania temperatury austenitizacji wykorzystano charakterystykę kinetyki rozrostu ziaren podczas ponownego nagrzewania. Następnie przeprowadzono symulację różnych parametrów procesu przy użyciu stali 7MnB8 w celu scharakteryzowania struktury w zależności od parametrów procesu. Badania miały na celu określenie rodzaju struktury, jej składników oraz stanu granic ziaren. W ramach bloku drugiego, w oparciu o uzyskane wyniki, zaproponowano cztery grupy parametrów procesu i przeprowadzono próby przemysłowe z wykorzystaniem stali 7MnB8. Następnie scharakteryzowano strukturę i właściwości mechaniczne wytworzonych prętów. Wnioski z badań zostały uwzględnione przy opracowywaniu nowych składów chemicznych o zmodyfikowanej zawartości Mn, Mo, Ti, Nb i V, które wykonano w ramach jednego z zadań trzeciego bloku pracy. Wyprodukowano pięć wytopów laboratoryjnych, których skład chemiczny przedstawiono w tabeli 2. Mo poprawia kruchość odpuszczania, przeciwdziałając segregacji zanieczyszczeń, takich jak P, S, Sb, Sn i As na granicach ziaren. Ponadto rozpuszczony w osnowie Mo korzystnie wpływa na wytrzymałość materiału poprzez umocnienie roztworu stałego. Jednocześnie, jako składnik węglików, Mo może zastąpić inne pierwiastki, np. Ti w procesach wydzieleniowych, dlatego we wszystkich nowych stalach zwiększono jego zawartość do 0,2 %. W stali S657 zawartość Mo zwiększono do 0,49 %. Kolejnym założeniem było zwiększenie hartowności jednej stali poprzez zwiększenie zawartości Mn, co pozwoli na uzyskanie jednorodnej struktury na przekroju poprzecznym produkowanych prętów. W stali S658 zmieniono zawartość Mn z 1,9 % na 2,9 %, aby zwiększyć hartowność stali. Pozostałe zmiany przeprowadzono pod kątem procesów wydzieleniowych poprzez zmianę pierwiastków węglikotwórczych takich jak V, Nb i Ti. W stali S654 zawartość Ti zwiększono do 0,11%. Natomiast dwie stale S659 i S660 o obniżonej zawartości Ti, charakteryzują się dodatkiem Nb i V. Na podstawie wyników badań stali 7MnB8 założono, że należy w stalach zmniejszać zawartość Ti, aby uniknąć gruboziarnistych wydzieleni TiN, ale utrzymywać zawartość na odpowiednim poziomie, aby uzyskać rozdrobnienie ziarna poprzez efekt kotwiczenia dranic ziarn. Dodatek Nb poprzez rozpuszczenia w osnowie opóźnia dynamiczną rekrytalizację. Zjawisko fragmentacji ziaren zwiększa objętość obszarów zarodkowania, co prowadzi do rozdrobnienia struktury po przemianie fazowej. Co więcej, w odniesieniu do V, F. Fazeli i in. odkryli, że atomy V w roztworze opóźniają reakcję bainitu na niższe temperatury przemiany, co skutkuje drobną strukturą bainityczną. Można zatem uzyskać poprawę wytrzymałości. Następnie z nowych stali wykonano pręty będące wsadem do procesu XTP i przeprowadzono próby przemysłowe z parametrami procesu, dla których uzyskano najniższy DBTT dla stali 7MnB8. Po walcowaniu

scharakteryzowano strukturę i właściwości mechaniczne prętów o zmodyfikowanym składzie chemicznym. Uzyskane wyniki poddano analizie i na tej podstawie wyciągnięto ostateczne wnioski.

Table 2. Skład chemiczny nowych stali.

Steel	Elements [wt. %]													
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Nb	Ti	Al	B	N
S654	0.080	1.93	0.21	0.004	0.008	0.10	0.19	0.110	0.042	0.00	0.110	0.030	0.0024	0.0070
S657	0.071	1.89	0.21	0.003	0.006	0.10	0.49	0.100	0.040	0.00	0.092	0.027	0.0023	0.0060
S658	0.076	2.90	0.21	0.005	0.006	0.10	0.21	0.100	0.040	0.00	0.036	0.017	0.0027	0.0080
S659	0.064	1.89	0.22	0.004	0.006	0.10	0.20	0.095	-	0.037	0.023	0.026	-	0.0097
S660	0.068	1.90	0.21	0.004	0.006	0.09	0.20	0.098	0.150	0.021	0.019	0.005	-	0.0088

Badania przeprowadzone w ramach pracy prowadzono z wykorzystaniem aparatury badawczej dostępnej w Sieci Badawczej Łukasiewicz – Górnośląski Instytut Technologiczny. Próbkę dylatometryczną wycięto ze stali 7MnB8 po walcowaniu na gorąco w temperaturze 1000°C (stan początkowy). Stal w tym stanie stanowi wsad do prób przemysłowych procesu XTP. Doświadczenia przeprowadzono przy użyciu dylatometu DIL805A/D/T. Badania mikrostruktury stali wykonano przy użyciu mikroskopu świetlnego OLYMPUS DSX500i wyposażonego w zintegrowaną głowicę optyczną i cyfrową. Obserwacje prowadzono w trybie jasnego pola. Do badań mikrostrukturalnych wykorzystano również elektronowy mikroskop skaningowy JEOL JSM7200F wyposażony w detektor dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) Hikari Plus. Do obserwacji wykorzystano detektor SE (elektronów wtórnych) zapewniający kontrast topograficzny. Wykonano mapy EBSD dla rdzeni i obszarów powierzchniowych. Analizę udziału austenitu szcążkowego prowadzono z wykorzystaniem analizatora  $\mu$ -X360s firmy Pulstec, który jest wyposażony w detektor o wysokiej jakości. Warunki pracy lamp rentgenowskich do 30 kV i 1 mA. Wykorzystano lampę o anodzie chromowej ( $\lambda = 2291 \text{ \AA}$ ). Zastosowano długość fali  $K\alpha$ , rodzinę płaszczyzny  $\{211\}$ , kąt Bragga  $2\theta = 156,396^\circ$  oraz filtr  $K\beta$ . Głębokość wnikania promieniowania rentgenowskiego wynosi około 10 mikronów. Produkty procesów wydzieleniowych w stalach badano za pomocą skaningowego transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM) TITAN 80-300 o ultrawysokiej rozdzielczości. Mikroskop wyposażony jest w spektrometr z dyspersją energii (EDS) do mikroanalizy składu chemicznego oraz detektor HAADF (High-angle annular darkfield) do obserwacji z kontrastem chemicznym w trybie skanowania. Napięcie

przyspieszające w trakcie badań wynosiło 300 keV. Do identyfikacji fazowej wykorzystano technikę SAD (ang selected area diffraction) lub dyfrakcję elektronów wiązki zbieżnej (CBED).

W celu określenia wpływu temperatury oraz czasu austenitizacji na wielkość ziarna byłego austenitu, wykorzystując stal 7MnB8. Wykonano obliczenia termodynamiczne dla udziału masowego ferrytu i austenitu oraz przeprowadzono obróbkę cieplną symulującą pierwszy etap procesu technologicznego, austenitizację. Dodatkowo w celu charakterystyki struktury na każdym etapie procesu walcowania oraz określenia wpływu temperatury końcowej po przyspieszonym chłodzeniu na składniki strukturalne, przeprowadzono symulacje procesu w warunkach laboratoryjnych. Do "zamrożenia" struktury wykorzystano intensywne chłodzenie z wykorzystaniem He.

Przeprowadzone symulacje procesu z wykorzystaniem próbek ze stali 7MnB8 wykazały nieznaczne różnice wielkości ziarna byłego austenitu w zależności od temperatury austenitizacji oraz czasu wytrzymania w tej temperaturze (Fig. 4 i Fig. 5). Ponadto stwierdzono, iż największy wpływ na strukturę stali ma temperatura końcowa po przyspieszonym chłodzeniu. Struktura próbek chłodzonych do temperatury 400 °C charakteryzowała się bainitem dolnym, natomiast chłodzonych do 500 °C oraz 600 °C, bainitem ziarnistym z wyspami M/A. Stwierdzono, że najwyższa końcowa temperatura 600 °C, powoduje przy dalszym chłodzeniu na powietrzu, odpuszczanie martenzytu.

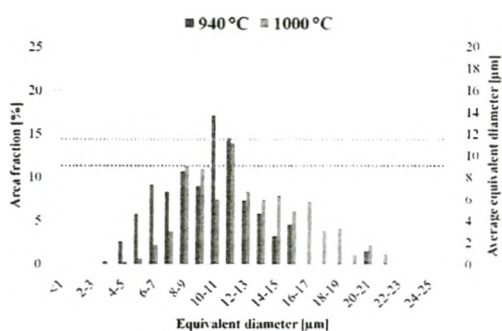


Fig. 4. Rozkład wielkości ziarna byłego austenitu w zależności od temperatury austenitizacji. Czas wytrzymania w temperaturze 0 s. Liniami zaznaczono wartości średnie.

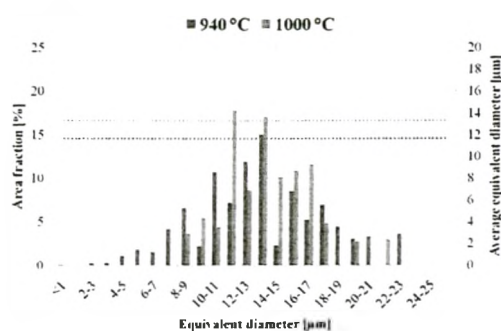


Fig. 5. Rozkład wielkości ziarna byłego austenitu w zależności od temperatury austenitizacji. Czas wytrzymania w temperaturze 60 s. Liniami zaznaczono wartości średnie.

W celu określenia wpływu parametrów technologicznych procesu XTP na właściwości mechaniczne, mikrostrukturę i skład fazowy przemysłowej stali 7MnB8, przeprowadzono proces walcowania z wykorzystaniem czterech grup parametrów o zmiennej temperaturze austenitizacji, temperaturze walcowania oraz intensywności chłodzenia po walcowaniu. Przyspieszone chłodzenie bezpośrednio po prowadzonym odkształceniu, determinuje temperaturę końcową pręta, z której następuje powolne chłodzenie na powietrzu. Zestawienie



zastosowanej temperatury oraz szybkości chłodzenia w przeprowadzonych próbach przemysłowych przedstawiono w Table 3.

Table 3. Grupy parametrów procesu XTP.

Variant	Austenitization temperature [°C]	Rolling temperature [°C]	Cooling [l/min]	Cooling [°C/s]
1	915	720	120;0;25	~ 7.6
2	915	720	25;0;0	~ 2.3
3	915	680	120;0;25	~ 7.6
4	980	700	120;0;25	~ 7.6

Szczegółowe badania mikrostrukturalne oraz analiza wpływu parametrów na właściwości mechaniczne stali 7MnB8 wykazały otrzymanie struktury gradientowej oraz rozdrobnienie mikrostruktury w rdzeniach badanych prętów oraz na ich powierzchni Fig. 6. Stwierdzono drobniejszą strukturę na powierzchni, w porównaniu do rdzenia prętów oraz wykazano, iż obniżenie wydatku wodnego podczas chłodzenia, zmniejsza grubość rozdrobnionej strefy przypowierzchniowej, przez co struktura pręta na przekroju charakteryzuje się większą jednorodnością. W strukturze stali 7MnB8 o zawartości Ti w ilości 0.088 % mas., ujawniono duże wydzielania TiN oraz Ti<sub>2</sub>CS, których obecność wpływa na obniżenie właściwości udarnościowych. Wykazano najniższą temperaturę DBTT = -120 °C dla pręta ze stali 7MnB8 walcowanej z wykorzystaniem parametrów walcowania: T<sub>A</sub> = 980°C, T<sub>R</sub> = 700°C oraz przyspieszonym chłodzeniem w konfiguracji 120;0;25.

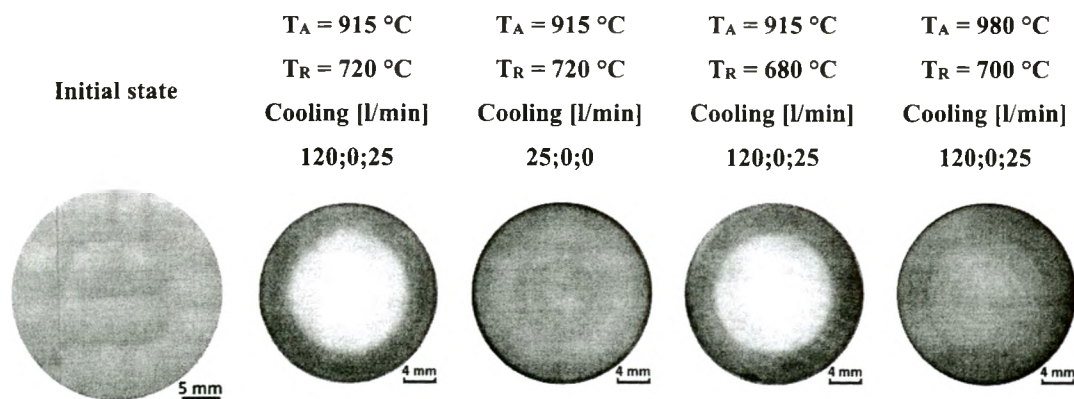


Fig. 6. Przekrój poprzeczny prętów ze stali 7MnB8 w stanie wyjściowym oraz po walcowaniu XTP.

Na podstawie uzyskanych wyników badań własnych przeprowadzono analizę porównawczą mikrostruktury oraz właściwości mechanicznych stali o różnej zawartości Mn, Mo, Nb, V i Ti poddawanych przeróbce z wykorzystaniem grupy parametrów technologicznych, dla których otrzymano najniższą DBTT dla stali przemysłowej. Wykazano,

że zmiana konfiguracji dodatków stopowych z obniżeniem zawartości Ti prowadzi do eliminacji cząstek  $Ti_2CS$  oraz  $TiN$  w strukturze. Stwierdzono otrzymanie odmiennej struktury pręta ze stali o podwyższonej zawartości Mn do 2.9 % mas. W przypadku tej stali ujawniono strukturę UB z obszarami LB oraz GB, podczas gdy, dla stali o zawartości Mn na poziomie 1.9 % mas obserwowano głównie GB. Stwierdzono najniższe temperatury DBTT, wynoszące  $-150\text{ }^{\circ}C$  oraz  $-180\text{ }^{\circ}C$  odpowiednio dla stali S660 i S659, w których zastosowano dodatki Nb oraz obniżono zawartość Ti poniżej 0.03 % mas.