

[X Naučno/stručni simpozij sa međunarodnim učesćem
„METALNI I NEMETALNI MATERIJALI“ Bugojno, BiH, 24-25. april 2014.

MODIFIKACIJA HEMIJSKOG SASTAVA I TERMIČKOG TRETMANA POLUAUSTENITNOG NEHRĐAJUĆEG ČELIKA 17-7PH

MODIFICATION OF CHEMICAL COMPOSITION AND THERMAL TREATMENT OF SEMIAUSTENITIC STAINLESS STEEL 17-7PH

Belma Fakić, mr. sci.
Univerzitet u Zenici
Metalurški institut “Kemal Kapetanović” Zenica
Travnička cesta broj 7, Zenica

Diana Čubela, dr. sci.
Univerzitet u Zenici
Fakultet za metalurgiju i materijale Zenica
Travnička cesta broj 1, Zenica

Mihyar Noureldin Mahmoud, b. sci.
Sudan University of science and technology
South campus, College of Engineering Material Research Centre
Khartoum Sudan

Kategorizacija rada: Prethodno saopštenje

SAŽETAK

Primjena novih materijala u automobilske industriji je izazov koji se postavlja pred istraživače našeg vremena. Izazov se ogleda u modifikovanju hemijskog sastava čelika i termičkog tretmana u cilju postizanja poboljšanih mehaničkih svojstava. Čelik 17-7PH je austenitno – martenzitni čelik sa visokom čvrstoćom (750 do 1500 MPa) i tvrdoćom (34-49HRC) koja se postiže kontrolisanom faznom transformacijom i složenim termičkim tretmanom precipitacionog ojačavanja. U ovom radu su prezentirani rezultati ispitivanja tvrdoće i mikrostrukture poluaustenitnog, precipitaciono ojačanog nehrđajućeg čelika 17-7PH modifikovanog hemijskog sastava, termički tretiranog standardom propisanim tretmanom TH 1050 i modifikovanim termičkim tretmanom RH 950.

Ključne riječi: precipitaciono ojačani čelici, 17-7PH, tvrdoća, mikrostruktura

ABSTRACT

Application of the new materials in the automotive industry is a challenge that is placed in front of researchers of our times. The challenge is reflected in the modification of the chemical composition of steel and heat treatment in order to achieve improved mechanical properties. Steel 17-7PH is austenitic - martensitic steel with high strength (750-1500 MPa) and hardness (34-49HRC), which is achieved by controlled phase transformation and complex heat treatment of precipitation strengthening. The paper will present the results of testing the hardness and microstructure of semiaustenitic precipitation strengthening stainless steel 17-7PH with modified chemical composition, by standard prescribed heat treatment TH 1050 and modified heat treatment RH 950.

Keywords: precipitation hardened steels, 17-7PH, hardness, microstructure

1. UVOD

Nehrđajući čelici su u osnovi niskougljениčni čelici koji sadrže najmanje 10,5 %, ali ne više od 30 % kroma [1]. Čelik 17-7PH se klasifikuje kao visokočvrstočni nehrđajući austenitno – martenzitni čelik čije se visoke vrijednosti čvrstoće i tvrdoće, otpornosti na zamor i otpornosti na koroziju postižu precipitacionim ojačavanjem. Istraživanja različitih kombinacija hemijskog sastava materijala i variranja temperatura termičkih tretmana pružaju mogućnost razvoja postojećih i stvaranje novih vrsta čelika, kao i modeliranje materijala visokih performansi uz nižu cijenu proizvodnje i šireg područja primjene. U ovom radu su prezentovani rezultati preliminarnih istraživanja poluaustenitnog precipitaciono ojačanog nehrđajućeg čelika 17-7PH modifikovanog hemijskog sastava, koji je termički tretiran standardom propisanim tretmanom TH 1050 i modifikovanim termičkim tretmanom RH 950.

1.2 Precipitaciono ojačani nehrđajući čelici

Precipitaciono ojačani (PH) nehrđajući čelici su legure željezo - krom – nikl sa dodatkom jednog ili više precipitaciono ojačavajućih elemenata kao što su aluminij, titan, bakar, niobij i molibden. PH čelici su razvijani kao materijal za avio i svemirsku industriju, ali danas dobivaju širi komercijalni značaj jer su isplativi i dostupni u širokom spektru proizvoda (šipke, žice, otkivci, limovi, trake) [2]. Ove čelike karakteriše jedinstvena kombinacija visoke čvrstoće, žilavosti, dobre korozione otpornosti i lakoće plastične prerade [3].

1.2.1. Podjela PH čelika

Precipitaciono ojačani nehrđajući čelici se dijele u tri grupe [3,4,5]:

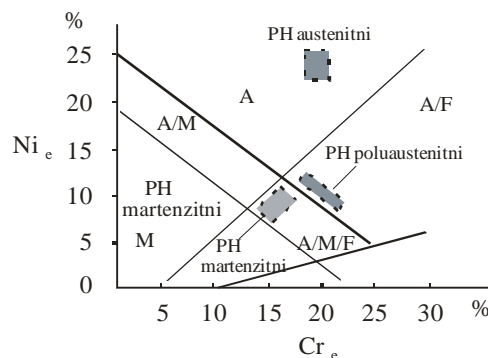
- martenzitni – 17-4 PH (AISI 630), 15-5 PH, PH 13-8Mo;
- austenitni – A-286 (AISI 600), 17-10 P, HNM;
- polu-austenitni – 17-7 PH (AISI 631), PH 15-7Mo, PH 14-8.

Martenzitni PH čelici - nakon rastvornog žarenja mikrostruktura je pretežno martenzitna uz moguće prisustvo nešto zaostalog austenita. Precipitacija intermetalnih faza se odvija u toku precipitacionog žarenja na 450-650 °C [4,6].

Austenitni PH čelici – precipitacija se odvija iz stabilnog austenita, jer zadržavaju austenit kao matriksnu fazu na sobnoj temperaturi i u žarenom i u starenom stanju. Temperatura početka martenzitne transformacije za ove čelike je toliko niska da se nikad ne postiže, te izostaje doprinos martenzine transformacije ukupnom ojačavanju ove grupe čelika.

Poluaustenitni PH čelici – precipitacija se odvija iz posredno postignutog martenzita. Ovi čelici su u rastvorno žarenom stanju - austenitni. Mogu sadržavati od 5 do 20 % delta ferita [4,6].

Položaj PH čelika u Schaeffler-Delongovom dijagramu dat je na slici 1 [4].



Slika 1. Položaj PH čelika u Schaeffler-Delong dijagramu [4]

2. MATERIJAL I METODE

2.1. Poluaustenitni PH nehrđajući čelik 17-7 PH

Poluaustenitni precipitaciono ojačani nehrđajući čelik 17-7PH je austenitni u rastvorno žarenom stanju, dok je nakon termičkog tretmana precipitacionog ojačavanja mikrostruktura martenzitna. Precipitacija se odvija iz posredno postignutog martenzita [6]. Riječ – polu znači da je austenit u ovim čelicima prije metastabilan nego stabilan na sobnoj temperaturi [7]. Poluaustenitni čelici sadrže do 20% delta ferita u svojoj predominantnoj austenitnoj mikrostrukturi nakon žarenja [8].

2.2. Hemijski sastav čelika 17-7 PH

Poluaustenitni čelik 17-7PH je legiran sa kromom, niklom i aluminijem. Hemijski sastav čelika 17-7 PH je standardizovan i njegov propisani hemijski sastav, prema standardu BAS EN 10088-5 dat je u tabeli 1.

Tabela 1: Hemijski sastav čelika 17-7 PH u skladu sa standardom BAS EN 10088-5 [9].

Standard	Hemijski sastav, mas %							
	C [max]	Si [max]	Mn [max]	P [max]	S [max]	Cr	Ni	Al
BAS EN 10088-5	0,09	0,7	1,0	0,040	0,015	16,0- 18,0	6,5- 7,8	0,7- 1,5

2.2 Svojstva čelika 17-7PH

Vrijednosti mehaničkih svojstava na sobnoj temperaturi u precipitaciono ojačanom stanju, nehrđajućeg čelika 17-7PH, WNo: 1.4568, za oblike šipke i trake date su u tabeli 2.

Tabela 2: Mehanička svojstva nehrđajućeg čelika 17-7 PH na sobnoj temperaturi [7].

Literatura	Mehanička svojstva na sobnoj temperaturi u precipitaciono ojačanom stanju				
		Rm [MPa]	Rp _{0,2} [MPa]	A [%]	HRC
Stainless Steels for Design Engineers	TH 1050	1310	1100	10	42
	RH 950	1520	1380	9	46

3. EKSPERIMENTALNA ISTRAŽIVANJA ČELIKA 17-7PH MODIFIKOVANOG HEMIJSKOG SASTAVA

Kroz eksperimentalna istraživanja u okviru doktorskog rada pod nazivom: “Modifikacija sadržaja kroma, nikla i aluminija u precipitaciono ojačanom čeliku 17-7PH namijenjenog za proizvodnju komponenti automobilskih motora“, u poluindustrijskim uslovima proizveden je čelik 17-7PH sa modifikovanim sadržajem kroma, nikla i aluminija u odnosu na standardom propisani sastav, koji će u kombinaciji sa termičkim tretmanom dati vrijednosti mehaničkih svojstava, prije svega napona tečenja, otpornosti na puzanje i otpornosti na koroziju.

Cilj eksperimentalnih istraživanja je utvrditi najpovoljniji interval sadržaja Cr, Al i Ni u kombinaciji sa kojim termičkim tretmanom daje mehanička i hemijska svojstva čelika 17-7PH koja zadovoljavaju uslove eksploatacije komponenti automobilskih motora.

Plan izrade eksperimentalnih talina je određen planiranjem eksperimenta za tri faktora koji se variraju na dva nivoa ²³. Provjera reproduktivnosti rezultata uključuje randomizaciju i ponavljanje za svaku talinu po dva puta. To znači, potrebno je uraditi dvije serije po 8 talina, od čega je prva serija polazna, a druga ponovljena. Planom eksperimenta predviđeno je variranje sadržaja Cr, Ni i Al na dva nivoa. To znači da je izrađeno šesnaest talina koje su potvrgnute različitim termičkim tretmanima.

Da bi čelik 17-7PH ostao u dvofaznom austenitno – martenzitnom području, sadržaj Cr i Ni je određen preko nikl i krom ekvivalenta na Šeflerovom dijagramu.

$$Ni_e = \% Ni + 30\% C + 0,5\% Mn \dots\dots\dots (1)$$

$$Cr_e = \% Cr + \% Mo + 1,5\% Si + 0,5\% Nb \dots\dots\dots (2)$$

Na osnovu toga je određen interval sadržaja Cr od 14 do 15 mas % i Ni od 7,5 do 8,5 mas %. Odabrani interval Al, koji je bitan za formiranje intermetalnih faza, odnosno efekat precipitacionog ojačavanja je od 0,75 do 1,25 mas %.

U ovom radu su predstavljena preliminarna istraživanja urađena na tri taline sa modifikovanim hemijskim sastavom. Na valjanim šipkama prečnika ϕ 15 mm, proveden je standardom propisani termički tretman TH 1050 i modifikovani termički tretman RH950.

3.1. Hemijski sastav

Hemijski sastav tri izabrane eksperimentalne taline dat je u tabeli 3.

Tabela 3: Modifikovani hemijski sastav precipitaciono ojačanog nehrđajućeg čelika 17-7 PH

Talina	Hemijski sastav [mas %]							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al
V 1747	0,06	0,71	0,63	0,009	0,020	14,7	8,7	0,79
V1760	0,02	0,55	0,57	0,012	0,029	15,5	7,6	1,22
V1775	0,03	0,51	0,48	0,010	0,022	14,5	7,3	1,27

Modifikacija hemijskog sastava se ogleda u izmijenjenom sadržaju kroma i nikla u odnosu na standardom propisani sastav dat u tabeli 1.

3.2. Termički tretman

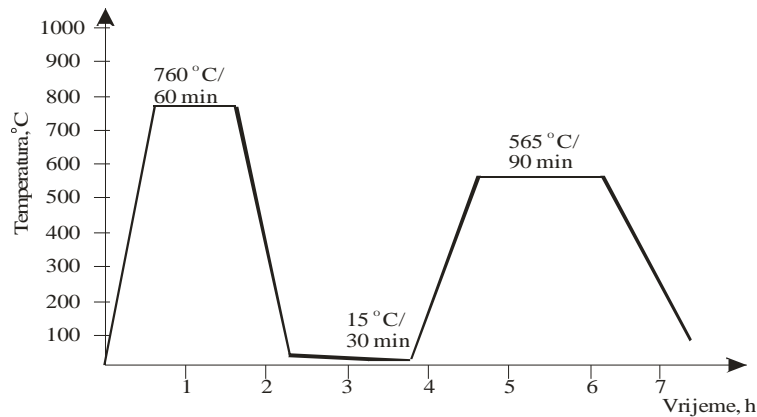
Termički tretman PH nehrđajućih čelika se provodi u cilju postizanja različitih nivoa mehaničkih svojstava. Prvi korak u termičkoj obradi PH čelika je rastvorno žarenje, u toku koga se rastvaraju sekundarne faze, prisutne u matriksu, u cilju dobivanja γ čvrstog rastvora. Brzim hlađenjem sa temperatura rastvornog žarenja potiskuje se fazna transformacija visokotemperaturne faze u faze stabilne na niskoj temperaturi, tj. dobija se homogeni presićeni čvrsti rastvor na sobnoj temperaturi [10].

Na uzorcima valjanih šipki ϕ 15 mm, uzetih od tri taline V1747, V1760 i V1775 proveden je standardom propisani režim termičke obrade TH1050, kao i modifikovani režim termičke obrade gdje su varirane temperatura precipitacionog ojačavanja i vrijeme držanja na toj temperaturi. Provedeni termički tretmani dati su u tabeli 4:

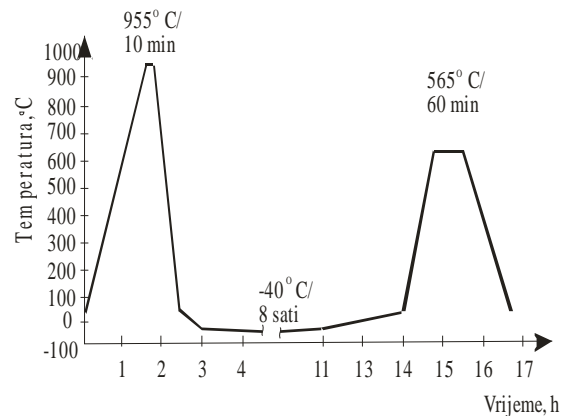
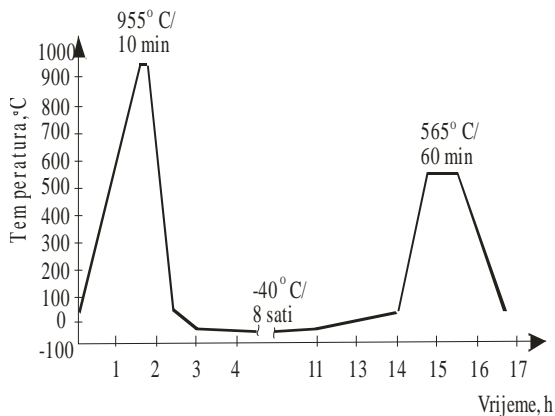
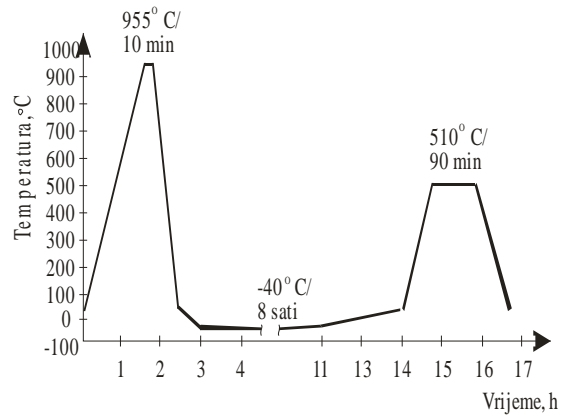
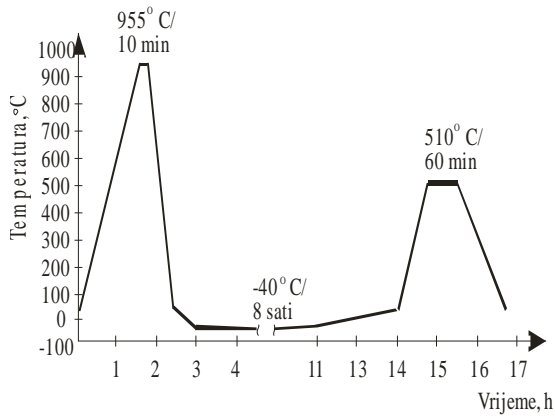
Tabela 4: Provedeni termički tretmani

Termički tretman	Kondicioniranje austenita	Transformacija austenita u martenzit	Precipitaciono ojačavanje - starenje
TH 1050	760°C/ 60 minuta/ zrak	Unutar jednog sata hlađenje do 15±3°C i držanje najmanje 30 minuta	565°C/90 min/zrak
Modifikovani RH 950	955°C/ 10 minuta/ zrak	Unutar jednog sata hlađenje do -40 °C/ -40°C/ 8 sati/ zrak	- 510°C/60 min/zrak
			- 510°C/90 min/zrak
			- 565°C/60 min/zrak
			- 620°C/60 min/zrak

Dijagrami provedenih režima termičke obrade dati su na slici 2.



a) Stanje TH1050



b) Modifikovano stanje RH950

Slika 2. Dijagrami provedenih režima termičke obrade:

a) stanje TH1050

b) modifikovano stanje RH950

4. REZULTATI PRELIMINARNIH ISTRAŽIVANJA

Na uzorcima valjane šipke ϕ 15 mm, nakon provedenih režima termičke obrade izvršena su ispitivanja tvrdoće i mikrostrukture. Rezultati ispitivanja tvrdoće talina V1747, V1760 i V1775 nakon provedenih režima dati su u tabeli 5.

Tabela 5: Rezultati ispitivanja tvrdoće na termički tretiranim uzorcima

Talina	REŽIM TERMIČKE OBRADJE			
	Modifikovani RH950	Tvrdoća HV10	TH1050	Tvrdoća HV10
V1747	510°C/60'/zrak	429	565°C/90'/zrak	369
	510°C/90'/zrak	455		
	565°C/60'/zrak	351		
	620°C/60'/zrak	306		
V1760	510°C/60'/zrak	413	565°C/90'/zrak	389
	510°C/90'/zrak	429		
	565°C/60'/zrak	413		
	620°C/60'/zrak	333		
V1775	510°C/60'/zrak	464	565°C/90'/zrak	445
	510°C/90'/zrak	464		
	565°C/60'/zrak	397		
	620°C/60'/zrak	306		

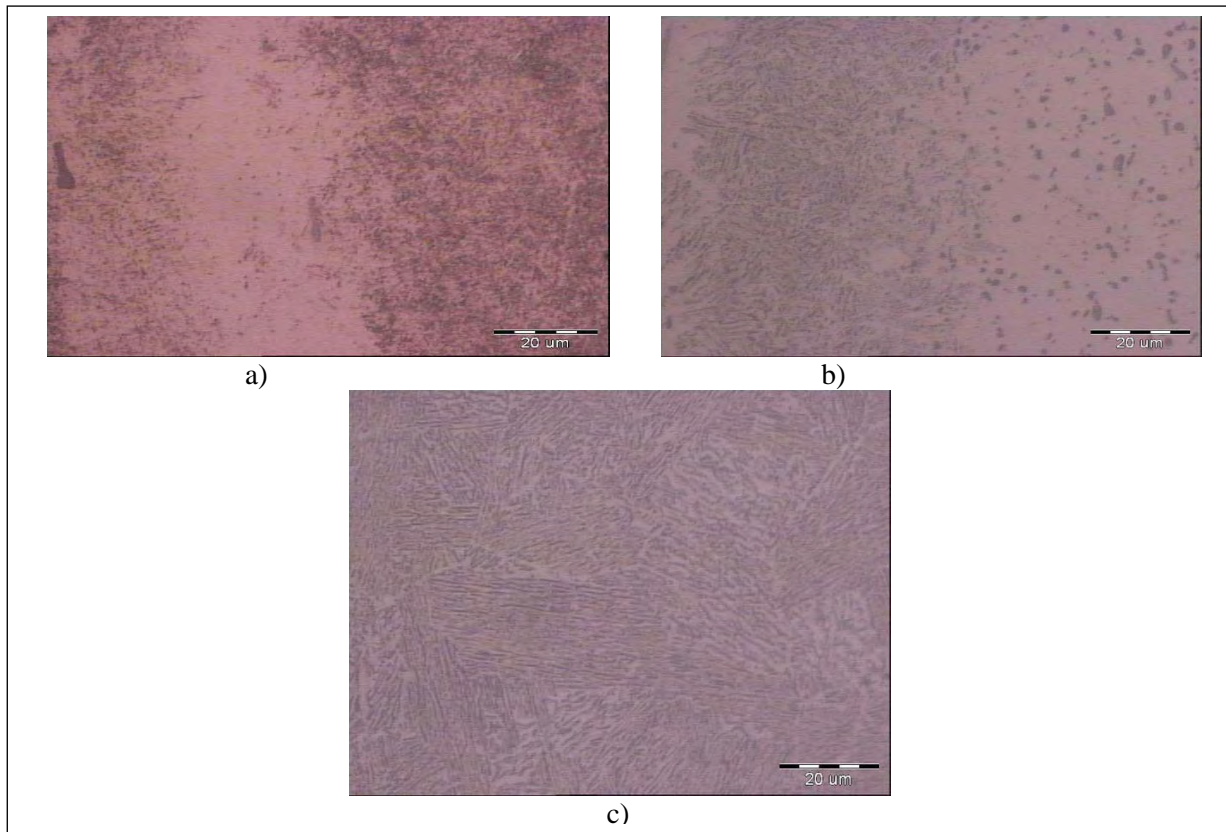
Analiza mikrostrukture svih uzoraka, nakon nagrizanja u reaktivu Kalling pokazala je prisustvo martenzita, austenita i delta ferita. Uočena je razlika u količini prisutnih konstituenata, tabela 6.

Tabela 6: Rezultati ispitivanja mikrostrukture

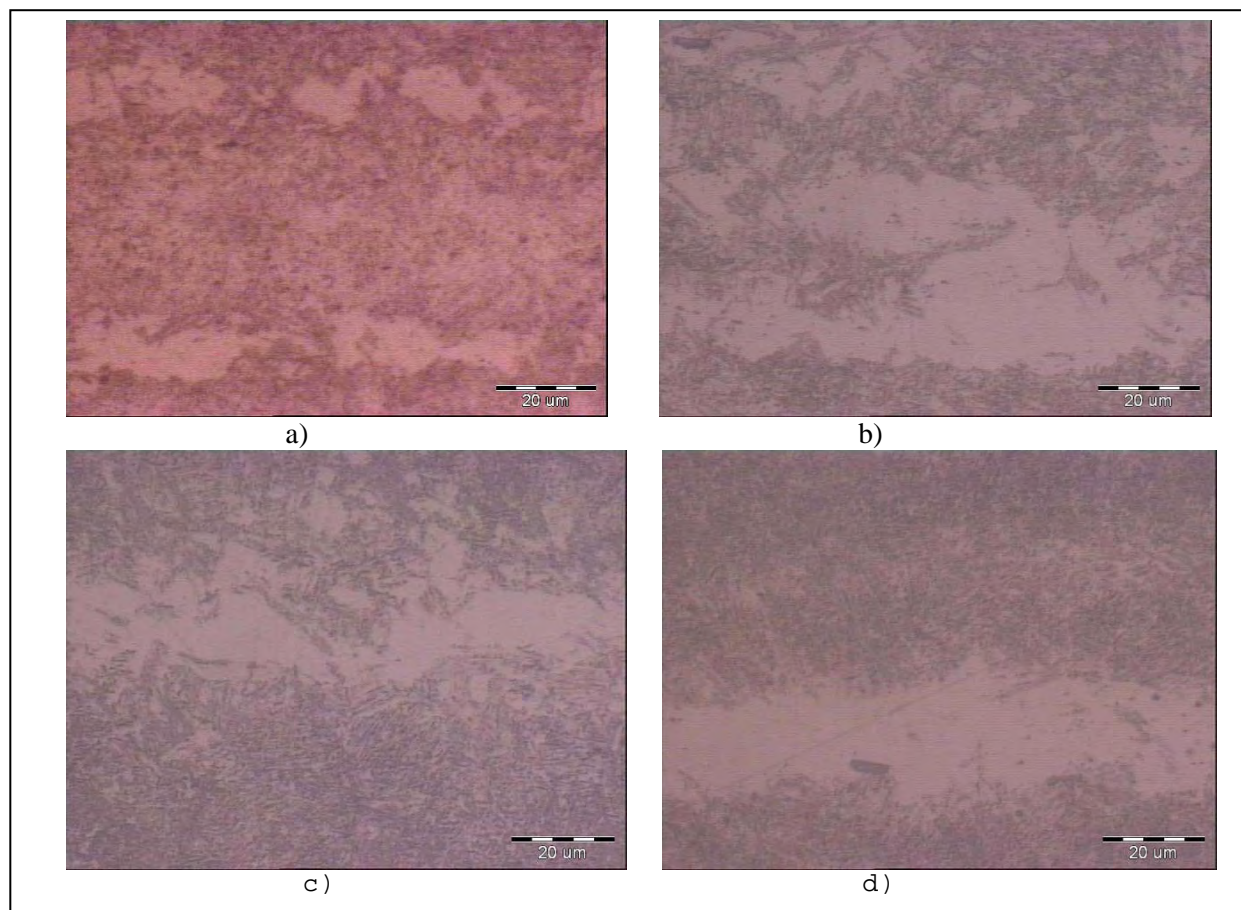
Talina	REŽIM TERMIČKE OBRADJE			
	Modifikovani RH950	Mikrostruktura	TH1050	Mikrostruktura
V1747	510°C/60'/zrak	60% M+30 A +10% δF	565°C/90'/zrak	55% M+35 A +10% DF
	510°C/90'/zrak	60% M+35 A +5% δF		
	565°C/60'/zrak	50% M+45 A +5% δF		
	620°C/60'/zrak	50% M+45 A +5% δF		
V1760	510°C/60'/zrak	65% M+25 A +10% δF	565°C/90'/zrak	60% M+30 A +10% DF
	510°C/90'/zrak	65% M+20 A +15% δF		
	565°C/60'/zrak	55% M+30 A +15% δF		
	620°C/60'/zrak	50% M+30 A +10% δF		
V1775	510°C/60'/zrak	60% M+20 A +20% δF	565°C/90'/zrak	80% M+10 A +10% DF
	510°C/90'/zrak	70% M+20 A +10% δF		
	565°C/60'/zrak	80% M+10 A +10% δF		
	620°C/60'/zrak	70% M+20 A +10% δF		

¹⁾ Mikrostruktura: M- martenzit; A – austenit; δF – delta ferit

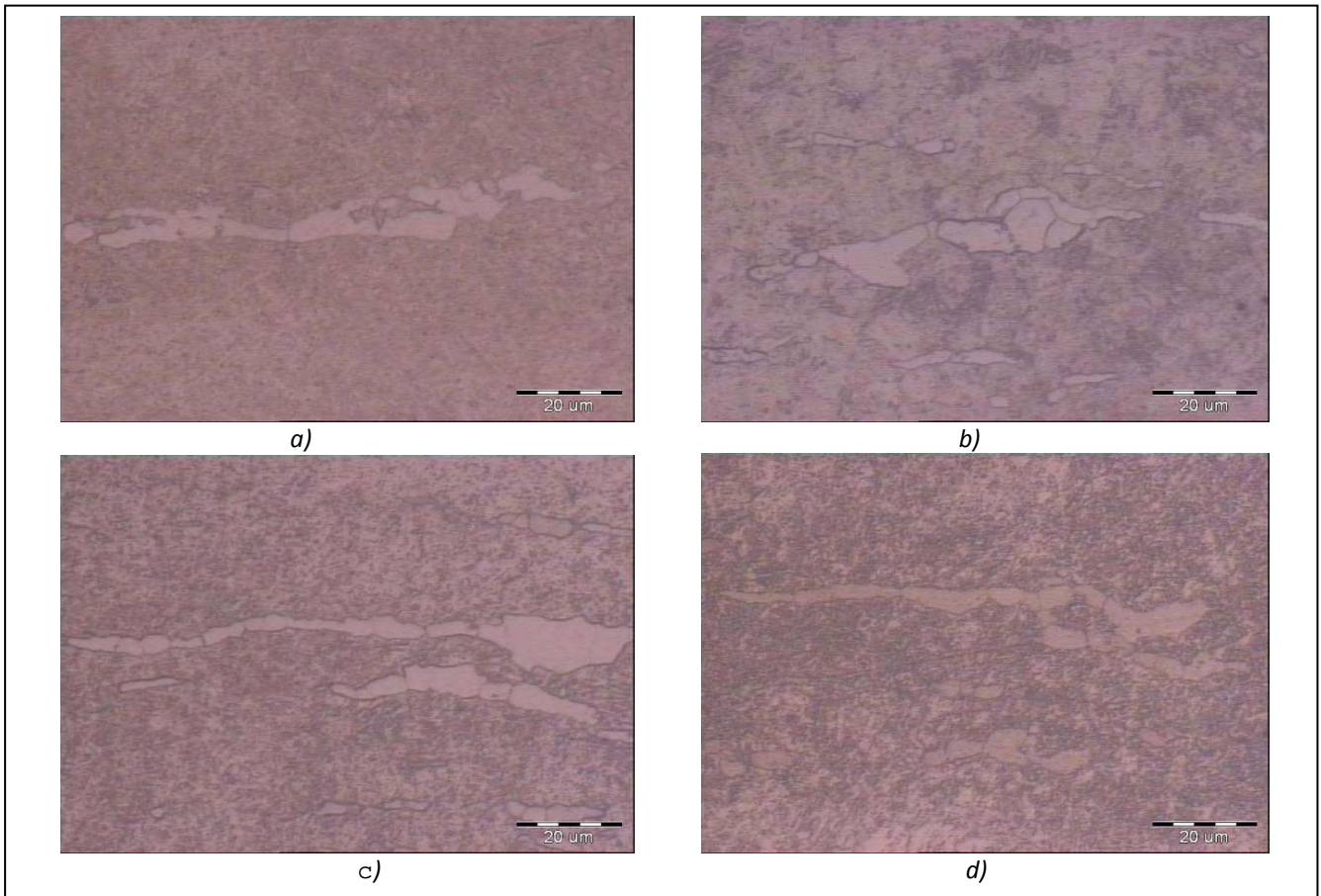
Snimci mikrostrukture uzoraka, dobiveni na optičkom mikroskopu OLYMPUS PMG3, dati su na slikama 3 do 6.



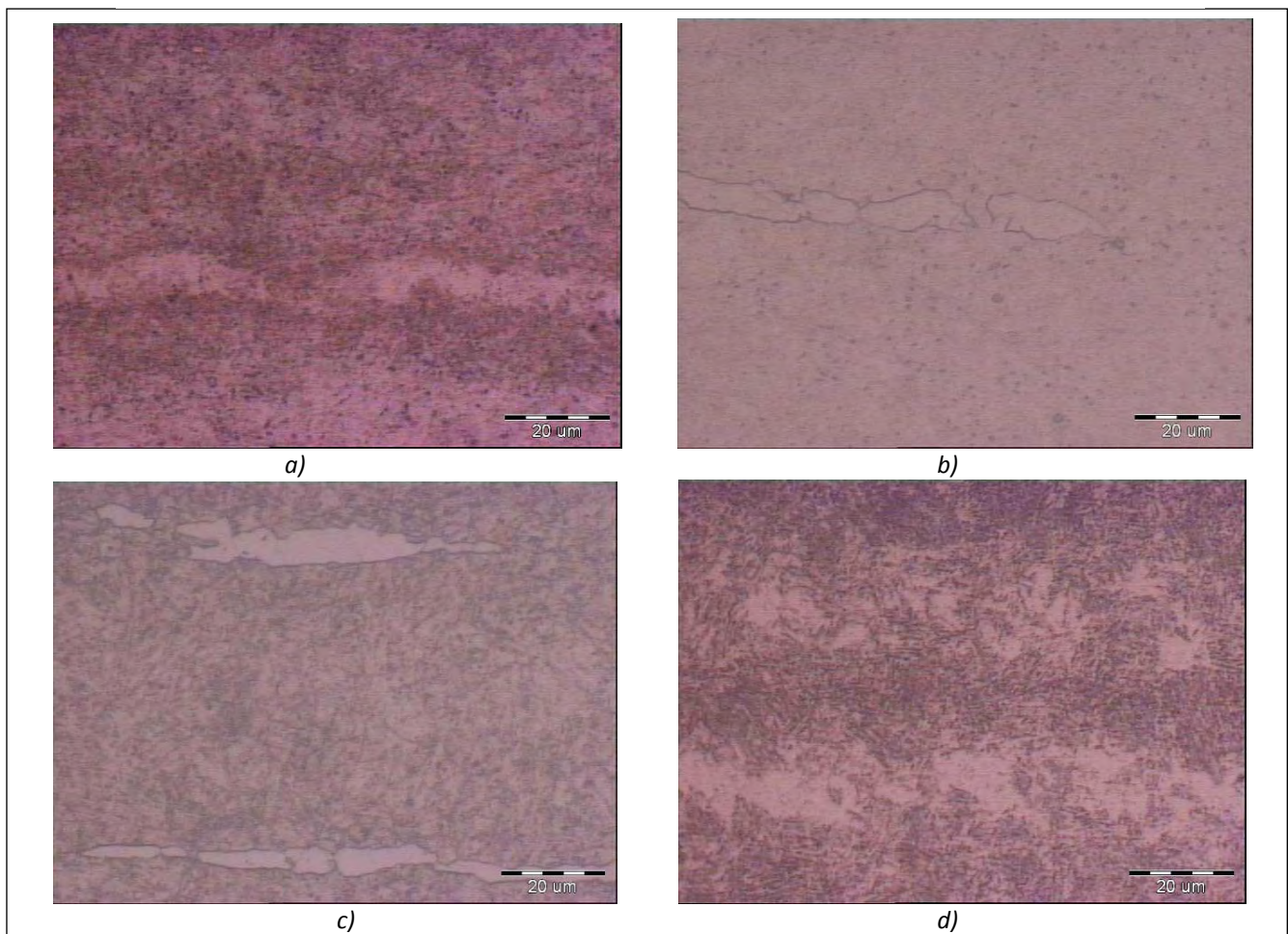
*Slika 3. Mikrostruktura, stanje TH1050
a) V1747. b) V1760. c) V1775*



*Slika 4. Stanje modifikovani RH950, talina V1747, mikrostruktura
a) 510C/60'/zrak, 510C/90'/zrak, 565C/60'/zrak, 620C/60'/zrak*



Slika 5. Stanje modifikovani RH950, talina V1760, mikrostruktura
a) 510C/60'/zrak , 510C/90'/zrak, 565C/60'/zrak, 620C/60'/zrak



Slika 6. Stanje modifikovani RH950, talina V1775, mikrostruktura
b) 510C/60'/zrak , 510C/90'/zrak, 565C/60'/zrak, 620C/60'/zrak

5. ZAKLJUČCI PRELIMINARNIH ISTRAŽIVANJA

Na osnovu provedenih ispitivanja uzoraka talina V1747, V1760 i V1775 sa modifikovanim hemijskim sastavom nehrđajućeg austenitnog čelika 17-7PH, može se zaključiti slijedeće:

- Standardizovanim termičkim tretmanom TH1050:
 - kod taline sa najmanjim sadržajem kroma V1775 (14,5%Cr) postignuta je tvrdoća veća od vrijednosti navedene u literaturi za propisani hemijski sastav: 445HV10>42HRC (uporedno 412HV10)[11], dok je kod talina sa većim sadržajem kroma vrijednost tvrdoće ispod propisane vrijednosti.
 - u mikrostrukturi su prisutni martenzit, austenit i delta ferit, u različitim omjerima koji zavise od hemijskog sastava.
- Modifikovani termički tretman RH950
 - kod sve tri taline, primjenom većih temperatura precipitacionog ojačavanja dobivene su niže vrijednosti tvrdoće (tabela 5). Sa izabranom najvećom temperaturom precipitacionog ojačavanja (620°C) dobivena je najmanja vrijednosti tvrdoće.
 - za sve tri taline, vrijednost tvrdoće, pri termičkom tretmanu na 510°C pri različitom vremenu držanja na toj temperaturi precipitacionog ojačavanja, je iznad vrijednosti date u literaturi
 - u mikrostrukturi su prisutni martenzit, austenit i delta ferit, u različitim omjerima koji zavise od hemijskog sastava.

U okviru doktorskog rada urađena je regresiona analiza dobivenih rezultata ispitivanja primjenom MINITAB aplikacije. Analiza je pokazala da krom kao legirajući element ima najveći uticaj na zatezna svojstva i tvrdoću, te da uticaj na tvrdoću pokazuju nikl i aluminij u interaktivnom djelovanju.

6. LITERATURA

- [1] Metals handbook: Properties and Selection: Iron, Steels and High-Performance, 10th Edition, Vol.1, ASM American Society for Metals, 1990.
- [2] <http://www.atimetals.com/products/Pages/precipitation-hardening.aspx>, službena stranica, (april 2013.)
- [3] http://www.calphad.com/precipitation_hardening_stainless_steel.html, službena stranica, (mart 2013.)
- [4] Joseph Ki Leuk Lai at all: Stainless Steels: An Introduction and Their Recent Developments
- [5] http://www.tech.plym.ac.uk/sme/interactive_resources/tutorials/failureanalysis/Undercarriage_Leg/Steel_Metallurgy_Ohio-State.pdf (maj 2013.)
- [6] Mladen Novosel, Dragomir Krumes: Posebni čelici, Slavonski Brod, 1998.
- [7] Michael F. McGuire: Stainless Steels for Design Engineers
- [8] Alojz Kajinić: Precipitation-Hardening Stainless Steel <http://ezinearticles.com/?Precipitation-Hardening-Stainless-Steel&id=1725878> (maj 2013.)
- [9] BAS EN 10088 - 5: 2010 -Nehrđajući čelici – Tehnički uslovi isporuke za šipke, žicu, profile i svijetle proizvode od koroziono otpornih čelika za konstrukcione namjene
- [10] Herman Šuman: Metalografija, Univerzitet u Beogradu, Zavod za izdavanje udžbenika SR Srbije, Beograd, 1962.
- [11] ASTM E 104-Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness and Scleroscope Hardness