

Vyvolanie scitlivenia na koróziivzdornej oceli 1.4845

Samuel Kaličiak, Ing.*

Katedra technologického inžinierstva, Strojnícka fakulta,
Žilinská univerzita v Žiline,
Univerzitná 1, 010 26 Žilina.
E-mail: samuel.kaliciak@fstroj.uniza.sk, Tel.: + 421 41 513 2771

Elena Kantoríková, Ing., PhD.

Katedra technologického inžinierstva, Strojnícka fakulta,
Žilinská univerzita v Žiline,
Univerzitná 1, 010 26 Žilina.
E-mail: elena.kantorikova@fstroj.uniza.sk, Tel.: +421 41 513 2763

Dana Bolibruchová, prof. Ing., PhD.

Katedra technologického inžinierstva, Strojnícka fakulta,
Žilinská univerzita v Žiline,
Univerzitná 1, 010 26 Žilina.
E-mail: danka.bolibruchova@fstroj.uniza.sk, Tel.: +421 41 513 2772

Effect of solution annealing on stainless steel 1.4845

Abstract: The experiment is focused on the influence of heat treatment, solution annealing and subsequent sensitization of stainless steel 1.4845. In the experiment, a suitable thermal cycle of solution annealing and subsequent sensitization is designed. Subsequent comparisons of the microstructure and hardness of steel 1.4845 before and after the proposed heat treatment.

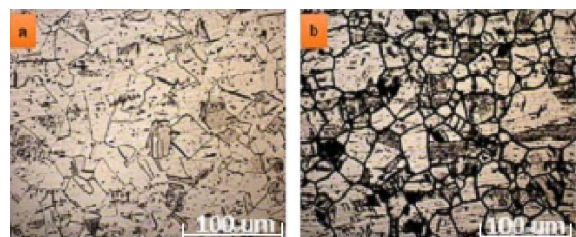
Keywords: heat treatment, sensitization, stainless steel, microstructure

ÚVOD

Ocele odolné voči korózii, tvoria významnú skupinu konštrukčných materiálov, ktorých mechanické a zároveň koróziivzdorné vlastnosti, sú nenahraditeľnou súčasťou strojárskoho priemyslu. Tieto ocele je možné po odliatí ďalej spracovávať, tvárnením, zvarovaním a tiež obrábaním. Ocele odolné voči korózii, je tiež možné tepelne spracovávať. Aj napriek ich označovaniu „nehrdzavejúce ocele“ je potrebné brať na zreteľ, že aj tieto ocele za určitých podmienok podliehajú rôznym druhom korózneho napadnutia. Preto je presnejšie označenie, ocele odolné voči korózii. Tieto ocele sa vo všeobecnosti delia do niekoľkých skupín, na základe ich mikroštruktúry. Každá z týchto charakteristických mikroštruktúr, má svoje jedinečné mechanické a koróziivzdorné vlastnosti. Je preto nevyhnutné, aby pre prácu v určitom agresívnom koróznom prostredí, bol zvolený správny materiál. Pri nesprávnom zvolení materiálu často dochádza ku vážnemu koróznemu napadnutiu, ktoré môže viesť, až k zlyhaniu súčiastky. Určité druhy korózneho napadnutia, nemusia vzniknúť len nevhodným výberom materiálu, ale aj

nevhodným technologickým spracovaním, napríklad zvarovaním (medzikryštálová korózia). V prípade oslabenia korózných vlastností ocele, vplyvom technológie spracovania (napr. zvarovaním), je možné scitlivenie odstrániť, správnym režimom tepelného spracovania, rozpúšťacím žíhaním.

Keďže niektoré druhy ocelí odolných voči korózii, sa radia aj medzi ocele žiaruvzdorné, je preto pri výbere materiálu potrebné dbať, aj na pracovné teploty danej súčiastky. Vplyvom práce súčiastky v kritických teplotách pre danú oceľ, by došlo k scitliveniu ocele (obr. 1b) a teda aj k degradácii jej korózných vlastností.



Obr. 1. Snímky štruktúry zŕn ocele AISI304 z optického mikroskopu: (a) austenitická štruktúra (základný materiál), (b) austenitická štruktúra s vylúčenými karbidmi (TOO) [1]

1 CHARAKTERISTIKA OCELI 1.4845

Oceľ 1.4845 je nehrdzavejúca, žiaruvzdorná austenitická oceľ. Prehľad označenia ocele 1.4845 podľa konkrétnych noriem je uvedený v tab. 1. Oceľ 1.4845 je vhodná na vysoko tepelne namáhané súčasti priemyselných pecí ako komory, rošty, poklopy a nosné elementy. Takisto sa dá tento typ ocele odolnej voči korózií využiť na parné kotly, na puzdrá termočlánkov a na sklárske formy [2, 3].

Oceľ 1.4845 je odolná voči oxidácii za zvýšených teplôt na vzduchu do $1100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, v oxidujúcom prostredí s obsahom síry do $1050^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, v redukčnom prostredí s obsahom síry do $650^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, v prostredí bohatom na dusík s nízkym obsahom kyslíka do $1000^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, v nauhličujúcom prostredí do $900^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Je však nevhodná na dlhodobú prácu v intervale teplôt 600°C až 900°C , kedy podlieha scitliveniu (vylúčenie karbidov po hraniciach austenitických zŕn) a preto je odporúčaná pre aplikácie nad 900°C . Patrí medzi ocele ktoré sú veľmi dobre zvariteľné, je dobré spracovateľná kovaním a tvárnením za studena. Je nemagnetická a je možné ju obrábať. Chemické zloženie ocele 1.4845 podľa normy EN 10088-3 je uvedené v tab. 2 [2, 3, 5].

Tab. 1. Označenia ocele 1.4845 podľa konkrétnych noriem [2]

Označene ocele 1.4845	Norma
AISI 310S	US-Standard
X12CrNi25-21	EN
X8CrNi25-21	DIN
17 255	STN/CSN

Tab. 2. Chemické zloženie ocele 1.4845 podľa normy EN 10088-3 [4]

C [hm %]	Si [hm %]	Mn [hm %]	P [hm %]
$\leq 0,10$	$\leq 1,50$	$\leq 2,00$	$\leq 0,015$
S [hm %]	N [hm %]	Cr [hm %]	Ni [hm %]
$\leq 0,015$	$\leq 0,11$	24,0 – 26,0	19,0 – 22,0

2 METODIKA EXPERIMENTU

Experiment sa zaoberal vplyvom rozpúšťacieho žihania a následného teplotného režimu - scitlivenia, ktorý potvrdil vylúčenie karbidov po hraniciach austenitických zŕn. Je známe, že najzásadnejší vplyv na scitlivenie austenitických ocelí odolných voči korózií má obsah uhlíka. So zvyšujúcim obsahom uhlíka rastie náchylnosť na scitlivenie. Pod pojmom scitlivenie sa rozumie ochudobnenie hraníc austenitických zŕn o chróm, ktorý sa vylúči vo forme karbidov Cr_{23}C_6 . Vylúčenie karbidov Cr_{23}C_6 má tiež za následok nárast tvrdosti ocele. Preto je možné na základe výslednej tvrdosti po tepelnom spracovaní, predikovať scitlivenie ocele odolnej voči korózií. Toto tvrdenie je však vždy nutné overiť metalografickou analýzou [5].

2.1 Príprava skúšobných vzoriek

Vzorky boli narezané z kruhovitého približne 10 mm hrubého odlievaného polotovaru (obr. 2a). Ako stroj na delenie materiálu bola zvolená pásová píla s chladením. Detail procesu rezania vzorky a spôsob upnutia polotovaru vo zveráku je na (obr. 2b) [5].



Obr. 2 (a) Polotovar; (b) delenie polotovaru na pásovej píle [5]

2.2 Kontrola chemického zloženia ocele spektrálnou analýzou

Pre správnu interpretáciu výsledkov bolo nutné overenie chemického zloženia ocele, ktoré by nemuselo korešpondovať s normou respektíve overiť či ide o uvedený materiál a nebol zamenený. Na experiment boli poskytnuté výsledky spektrálnej analýzy od spoločnosti *BOOSTER Precision*.

Components (tab. 3), ktorá poskytla aj materiál na experiment. Overovacia skúška chemického zloženia bola vykonaná na spektrálnej analýze *Bruker Q4 TASMAN* [5].

2.3 Návrh režimu tepelného spracovania

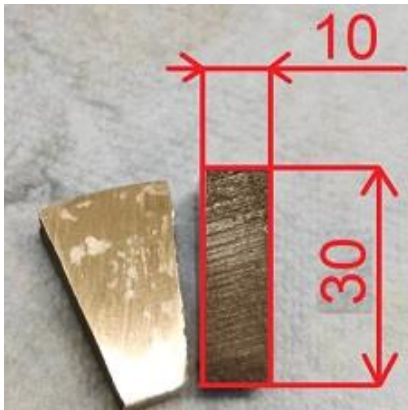
Teplotný režim pre oceľ 1.4845 bol navrhnutý, ako kombinácia rozpúšťacieho žihania a následného ohrevu a výdrže na teplotách blízkyh kritickým teplotám, kedy je oceľ 1.4845 náchylná na scitlivenie [5].

Teplotný režim rozpúšťacieho žihania (obr. 4), bol volený na základe teoretických poznatkov a tiež veľkosti, respektíve hrúbky žihanej vzorky. Skúšaná vzorka mala tvar výrezu klinovitého tvaru s hrúbkou 10 mm a dĺžkou 30 mm (obr. 3). Vzhľadom k hrúbke a rozmerom vzorky nebola potrebné výdrž na žihacej teplote špeciálne upravovať, keďže nešlo o veľký a hrubý materiál pri ktorých je vhodné predĺžiť výdrž na žihacej teplote [5].

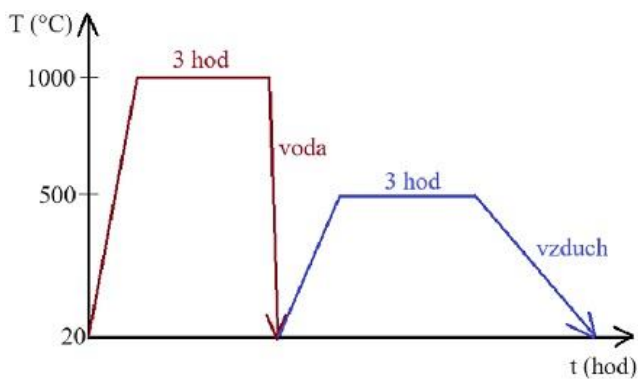
Ďalším dôležitým parametrom bola správna voľba ochladzovacieho média aby bola dosiahnutá dostatočná rýchlosť ochladzovania. Dostatočná rýchlosť ochladzovania zabránila opätovnému vylúčeniu karbidov (Cr_{23}C_6) po hraniciach austenitických zŕn. Dôležitým parametrom pre voľbu ochladzovacieho média bola hrúbka materiálu. Je známe, že ochladzovanie na vzduchu je vhodné iba pre tenké materiály (plechy). Z tohto dôvodu bolo pri

experimente zvolené ochladzovanie do vody, keďže žihaná vzorka má hrúbku 10 mm. Výsledný teplotný režim rozpúšťacieho žihania pozostával z:

- ohrevu ocele na teplotu $1000^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,
- výdrže na teplote $1000^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ po dobu 3 hodín,
- rýchleho ochladenia vzorky do vody.



Obr. 3. Rozmery vzorky podrobenej rozpúšťaciemu žihaniu [5]



Obr. 4. Grafická interpretácia navrhnutého teplotného režimu [5]

Po rozpúšťacom žihaní, kedy sa predpokladalo že dôjde k rozpusteniu vylúčených karbidov Cr_{23}C_6 , nasledoval teplotný režim simulujúci kritické teploty ocele 1.4845. Tento typ ocele je náchylný na scitlivenie (krehnutie) v intervale teplôt od 600°C do 900°C . Pre tento tepelný režim bola dolná hranica intervalu kritických teplôt posunutá na $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. K zníženiu teploty dolnej hranice zo 600°C na $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ došlo z experimentálnych dôvodov. Cieľom bolo dokázať, že k vylúčeniu karbidov po hraniciach austenitických zŕn môže dôjsť aj pri nižších teplotách v kombinácii s dlhou výdržou. Výsledný teplotný režim kritických teplôt pozostával z:

- ohrevu ocele na teplotu $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,
- výdrže na teplote $500^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ po dobu 3 hodín,

pomalého ochladenia na vzduchu.

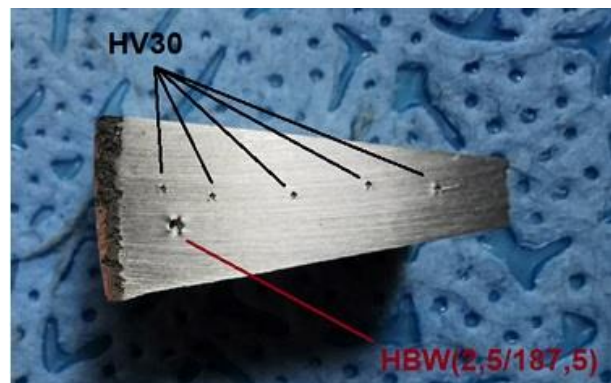
2.4 Meranie tvrdosti

Meranie tvrdosti bolo vykonané metódou *HV* (*Vickers*) a metódou *HBW* (*Brinell*) na meracom

prístroji *Aquastyl HPO-750D/AQ*. Vzorky boli pred meraním prebrúsené na brúsnom papieri *P320* [5].

Meranie tvrdosti podľa *Vickersa* bolo uskutočnené so zaťažením 30 kg (*HV30*). Bolo uskutočnených päť meraní na tepelne spracovanej a päť meraní na tepelne nespracovanej vzorke, po celej dĺžke skúmanej vzorky (obr. 5) [5].

Meranie tvrdosti podľa *Brinella* (*HBW (2,5/187,5)*), bolo uskutočnené tvrdokovovou guľôčkou s priemerom 2,5 mm a zaťažením 187,5 kg (1875 N). Rovnako ako pri meraní *HV30* bolo uskutočnených päť meraní na tepelne spracovanej a päť meraní na tepelne nespracovanej vzorke, po celej dĺžke skúmanej vzorky [5].



Obr. 5. Spôsob vedenia jednotlivých vpichov metódou *HV30* a *HBW(2,5/187,5)* na tepelne spracovanej vzorke [5]

2.5 Metalografická príprava vzoriek

Príprava vzoriek bola uskutočnená na základe štandardného postupu pre ocele odolné voči korózií. Postup prípravy vzoriek pozostával z:

- rezania vzoriek na požadovanú veľkosť,
- zalisovania vzoriek,
- brúsenia vzoriek,
- leštenia vzoriek,
- leptania vzoriek.

Rezanie vzoriek pred lisovaním, bolo uskutočnené na kotúčovej pile *Struers Discotom-60* v ručnom režime. Rezný kotúč bol zvolený na základe rezaného materiálu. Skúšobné vzorky boli zalisované na lisovacej stanici *ATM Qpress 50*. Ako lisovacia hmota za tepla bola použitá hmota *EPO black* [5].

Zalisované vzorky, boli ďalej spracovávané podľa štandardizovaného postupu odporúčaným spoločnosťou *ATM*. Brúsenie, predleštenie, leštenie a finálne leštenie bolo robené na stroji *ATM Saphir 550* [5].

Po vyleštení bola vzorka naleptaná leptadlom *Aqua regia*, ide o zmes koncentrovanej kyseliny dusičnej (HNO_3) a kyseliny chlorovodíkovej (HCl) v objemovom pomere 1:3. Vzorka bola leptaná počas dvoch minút, po leptaní bola vzorka opláchnutá vodou, liehom a následne bola vysušená [5].

3 VÝLEDKY EXPERIMENTU A DISKUSIA

Nosné výsledky experimentu sú založené na overení chemického zloženia, meraní tvrdosti, pozorovaní a porovnávaní mikroštruktúry ocele 1.4845 pred a po tepelnom spracovaní [5].

3.1 Hodnotenie chemického zloženia

Výsledky spektrálnych analýz chemického zloženia sú porovnané s normou EN 10088-3 v tab. 3 a tab. 4. Pri porovnaní nameraných hodnôt v tab. 3 a tab. 4 bolo zistené, že medzi nameranými hodnotami sú len minimálne rozdiely. Percentuálny podiel všetkých prvkov bol v dovolenom rozmedzí podľa normy EN 10088-3 [5].

3.2 Hodnotenie nameraných tvrdostí

Skôr než boli vzorky leptané a pozorované pod mikroskopom, boli podrobené meraniu tvrdosti. Meranie a porovnanie výsledných tvrdostí pred a po tepelnom spracovaní, má dôležitý význam z hľadiska predikcie výsledku tepelného spracovania. V prípade že vplyvom teplotného režimu simulujúceho kritické teploty ocele 1.4845 nedošlo k jej scitliveniu (vylúčeniu karbidov $Cr_{23}C_6$), výsledné tvrdosti by tak mali byť podobné s nameranými tvrdosťami na tepelne nespracovanej oceli 1.4845. V opačnom prípade, kedy by došlo k scitliveniu ocele, čiže k vylúčeniu karbidov $Cr_{23}C_6$ po hraniciach austenitických zŕn, bola by výsledná tvrdosť vyššia v porovnaní s tvrdosťou tepelne nespracovanej ocele 1.4845. Tento nárast tvrdosti má za následok vylúčenie karbidov $Cr_{23}C_6$. Výsledné tvrdosti vzoriek pred a po tepelnom spracovaní, sú zhrnuté v tab. 5 a tab. 6 [5].

Podľa rozdielu medzi priemernými hodnotami $HV30_{poTS}$ a $HV30_{bezTS}$ je zrejmé, že tvrdosť materiálu po tepelnom spracovaní narástla približne o 20 jednotiek tvrdosti, čo potvrdzuje aj rozdiel medzi hodnotami HBW_{poTS} a HBW_{bezTS} . Nárast tvrdosti bol smerodajný k ďalšiemu postupu experimentu, pretože na základe teoretických poznatkov, je možné predpokladať, že došlo k scitliveniu ocele [5].

3.3 Vyhodnotenie mikroštruktúry

Na snímke (obr. 6) je možné pozorovať austenitickú oceľ 1.4845 pred tepelným spracovaním (v liatom stave). Tmavé útvary na snímke sa nedajú s istotou

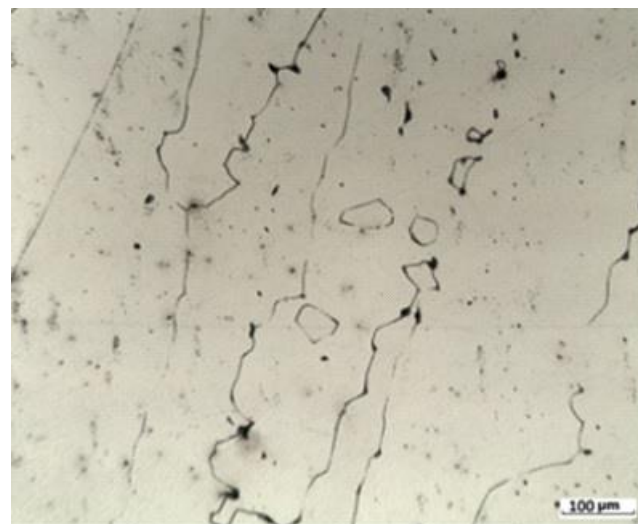
identifikovať, keďže nemáme ich chemické zloženie. S najväčšou pravdepodobnosťou ide o póry (útvary zo zanikajúcim okrajom) a karbidy $Cr_{23}C_6$. Je však možné na základe ich rovnomerného rozloženia konštatovať, že takéto rozmiestnenie karbidov v objeme materiálu je vyhovujúce pretože nevytvárajú spojité útvary, ktoré by kopírovali hranice

austenitických zŕn. Takáto nescitlivená štruktúra by mala byť veľmi dobre odolná voči korózii aj v korózne agresívnejších prostrediach [5].



Obr. 6. Oceľ 1.4845 pred TS [5]

Na základe nameraných tvrdostí, je možné očakávať prítomnosť väčšieho množstva karbidov vylúčených po hraniciach austenitických zŕn. Snímka (obr. 7) je dôkazom tvrdenia, že došlo k scitliveniu ocele 1.4845. Vplyvom výdrže (3h/500°C) a pomalého ochladzovania ocele, došlo k vylúčeniu karbidov $Cr_{23}C_6$ po hraniciach austenitických zŕn. Tieto dlhé karbidy umožňujú šírenie korózie do hĺbky materiálu, hranice zŕn sa koróziou oslabia a stávajú sa miestom vedenia praskliny v prípade porušenia materiálu [5].



Obr. 7 Oceľ 1.4845 po TS [5]

ZÁVER

Cieľom experimentu bolo dokázať, vplyv kritických teplôt na výslednú štruktúru a mechanické vlastnosti nestabilizovanej ocele 1.4845. Oceľ 1.4845 je vzhľadom k svojmu chemickému zloženiu značne finančne nákladná, preto sa po oceli takejto kvality požadujú čo najlepšie korózne ale aj mechanické vlastnosti.

Tab. 3. Chemické zloženie ocele 1.4845 (*Booster precision*) [5]

[hm.%]	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Ni	Nb	Ti
norma	Max. 0,10	Max. 1,50	Max. 2,00	Max. 0,015	Max. 0,015	Max. 0,11	24,0 ÷ 26,0	19,0 ÷ 22,0	-	-
1.	0,057	0,717	0,951	0,014	0,012	0,067	25,13	19,37	0,034	0,009
2.	0,058	0,715	0,945	0,014	0,011	0,063	25,04	19,42	0,034	0,009
priemer	0,058	0,716	0,948	0,014	0,012	0,065	25,08	19,40	0,034	0,009

Tab. 4. Chemické zloženie ocele 1.4845 (*Q4 TASMAN*) [5]

[hm.%]	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Ni	Nb	Ti
norma	Max. 0,10	Max. 1,50	Max. 2,00	Max. 0,015	Max. 0,015	Max. 0,11	24,0 ÷ 26,0	19,0 ÷ 22,0	-	-
1.	0,058	0,618	0,954	0,005	0,009	0,059	25,91	19,77	0,016	0,005
2.	0,051	0,595	0,928	0,005	0,007	0,060	25,92	19,97	0,018	0,006
3.	0,049	0,591	0,928	0,005	0,008	0,066	25,14	20,02	0,016	0,008
4.	0,049	0,592	0,971	0,005	0,007	0,062	25,26	20,04	0,019	0,006
priemer	0,052	0,59	0,945	0,005	0,008	0,062	25,06	19,95	0,017	0,006

Tab. 5. Výsledné tvrdosti tepelne nespracovanej vzorky [5]

Bez TS	Číslo merania					
Metóda merania	1.	2.	3.	4.	5.	priemer
HV30	127	128	134	139	138	133
HBW(2,5/187,5)	117	127	122	119	121	121

Tab. 6. Výsledné tvrdosti tepelne spracovanej vzorky [5]

Po TS	Číslo merania					
Metóda merania	1.	2.	3.	4.	5.	priemer
HV30	156	160	154	155	154	156
HBW(2,5/187,5)	137	140	150	135	143	141

V takom prípade by bola odolná voči scitliveniu aj pri kritických teplotách. V druhom prípade, ak by bol kladený dôraz na mechanické vlastnosti skúmanej ocele, bolo by podľa teoretických poznatkov, pravdepodobne lepším riešením stabilizácia ocele prísadami $Cr \leq 0,3$ hm % a $Nb \leq 0,6$ hm %, čo by malo za následok intersticiálne spevnenie materiálu, ale zároveň zachovanú odolnosť voči scitliveniu. Avšak, každá s týchto možností, by zvýšila finančnú ale aj metalurgickú náročnosť ocele [5].

Pod'akovanie

Článok bol vytvorený v rámci projektu grantovej agentúry KEGA 022ŽU-4/2021. Autori ďakujú agentúre za podporu.

LITERATÚRA

[1] BAHRAMI, A. - TAHERI, P. (2019): *A Study on the Failure of AISI 304 Stainless Steel Tubes in a Gas Heater Unit*. [Online]. [cit. 3. 4 2023.]. Dostupné na: <https://www.mdpi.com/2075-4701/9/9/969>.

[2] AK1324. (2018): *1.4845 je žáruvzdorná legovaná ušlechtilá ocel, ausenitická*. [Online]. [cit. 5.4. 2023]. Dostupné na: <https://www.ak1324.cz/jakost-1-4845>.

[3] SKOČOVSKÝ, P. a kol. (2015): *Náuka o materiáli*. Žilina: EDIS-vydavateľské centrum Žilinskej univerzity, 349 s. ISBN 978-80-554-1071-5.

[4] AGST (2022): *Edelstahl 1.4845 / AISI 310S*. [Online] 2022. [cit. 5.4. 2023]. Dostupné na: https://www.agst-steel.de/Werkstoff/Werkstoff_Datenblatt_1.4845.pdf

[5] KALIČIAK, S. (2023): *Vyvolanie scitlivenia na oceli odolnej korózii 1.4845*. [Diplomová práca]. Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra technologického inžinierstva, 63 s.