

Inštitut za kovinske materiale
in tehnologije, Ljubljana

FRANC VODOPIVEC

PET DESETLETIJ

DELA

V STROKI IN VEDI

$$\sigma_0 = 4,28 \cdot 10^{-4} k_{ys} \lambda^{-1}, \varepsilon' = 0,1807 \cdot 1,26 \cdot 10^{-4} / \lambda, \varepsilon'' = 7,7 \cdot 10^{-6} k_{ys} \sigma^{-1}$$

Prof. dr. Franc Vodopivec
PET DESETLETIJ DELA V STROKI IN VEDI

Založnik:

Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, Ljubljana

Lektor:

dr. Jože Gasperič

Tehnični urednik:

Jana Jamar

Oblikovanje in prelom:

Miro Pečar

Tisk:

Tiskarna Pleško, d. o. o., Ljubljana

Naklada: 110 izvodov

Ljubljana, 2011

ISBN 978-961-92518-3-6

CIP - Kataložni zapis o publikaciji
Narodna in univerzitetna knjižnica, Ljubljana

929Vodopivec F.
669(497.4)(091)
821.163.6-94

VODOPIVEC, Franc

Pet desetletij dela v stroki in vedi / Franc Vodopivec. -
Ljubljana : Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, 2011

ISBN 978-961-92518-3-6

257726720

SPREMNA BESEDA

Prof. dr. Franc Vodopivec je izvrsten metalurg in vrhunski raziskovalec ter tako vzor številnim generacijam metalurgov, kakor tudi drugim raziskovalcem. Njegova profesionalna pot se z upokojitvijo ni končala, ker svoje izredno široko znanje s področja metalurgije, s svojimi neprecenljivimi nasveti in izkušnjami prenaša na mlajše generacije. Brez slabe vesti lahko rečem, da je raziskavam, ki so in še potekajo na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije, dal izredno velik pečat. Kljub temu, da je od njegove upokojitve minilo že vrsto let in kljub dejstvu, da bo ob izidu te knjige prof. dr. Franc Vodopivec napolnil osemdeset let, sem mnenja, da imata njegova vloga in širina znanja trajno vrednost. Še vedno je nenadomestljiv urednik revije *Materiali in Tehnologije* in še vedno je vrelec raziskovalnih idej; nanj je lahko slovenska metalurška stroka izredno ponosna.

Pričujoče delo predstavlja pregled Vodopivčeve življenjske poti; v njem je podan izčrpen življenjepis in podrobno opisano njegovo raziskovalno, razvojno in izvedeniško delo. Zelo kritično, brez dlake na jeziku, kot je to značilno le zanj, podaja povezanost s Slovenskimi železarnami in trenutno politiko. Ravno tako nam zelo kritično prikaže svoje izkušnje, ki si jih je pridobil kot član Državnega sveta ob aktivnostih v okviru Civilne iniciative za Slovenijo. V nadaljevanju so zbrani vsi njegovi najpomembnejši znanstveni in tehnološki dosežki, ki jih je ustvaril v obdobju petih desetletij dela v stroki in vedi.

Prof. dr. Franc Vodopivec je bil zaposlen na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (tedaj imenovanem Metalurški inštitut) vse od leta 1958, pa do svoje upokojitve leta 1996. Med drugim je bil odgovoren za vzpostavitev delovanja Laboratorija za metalografijo. Zavedal se je, da je poznavanje mikrostrukturne zgradbe kovin in zlitin ključnega pomena za razumevanje lastnosti kovinskih materialov in razvoj metalurške stroke. Bil je tudi eden glavnih pobudnikov nakupa prvega elektronskega mikroanalizatorja, ki je bil kupljen že leta 1969 kot prvi tak v tem delu Evrope. Tudi nakup vrstičnega elektronskega mikroskopa leta 1977 je plod njegovih intenzivnih prizadevanj na tem področju. Inštitut za kovinske materiale in tehnologije je bil tako pionir na področju elektronske mikroskopije v Sloveniji oziroma v takratni Jugoslaviji. Vse to pa so nedvoumne zasluge prof. dr. Franca Vodopivca. Ko je leta 1991 postal direktor Inštituta za kovinske materiale in tehnologije, je prevzel Inštitut v zelo težkih časih za slovensko metalurgijo, vendar ga je uspel s svojo modrostjo in vizionarstvom sanirati in ohraniti povezave s Slovenskimi železarnami ter razširiti delovanje Inštituta na druga področja kot na primer na področje energetike.

Na svoji življenjski poti se vedno odloča za težjo pot. Njegovo stališče je, da je v Sloveniji raziskave, namenjene industriji, potrebno podpirati. Ker se je že zgodaj odločil za raziskave s potencialno uporabno vrednostjo, je tako postal nepogrešljiv za industrijo, hkrati pa mu sistem ni omogočal enakovredne uveljavitve v znanstvenih sferah. Nenadomestljiva je vloga prof. dr. Franca Vodopivca na področju fizikalne metalurgije, ki omogoča stalne izboljšave sinteze in tehnologij na področju kovinskih materialov.

V svojem imenu in imenu sodelavcev prof. dr. Francu Vodopivcu čestitam k jubileju in mu iskreno želim še veliko uspešnih ustvarjalnih let.

Direktor Inštituta za kovinske
materiale in tehnologije
Dr. Matjaž Godec

Ljubljana, septembra 2011

PREDGOVOR

S tem zapisom želim ohraniti spomin na delo v stroki in tudi na dosežke iz časa, ki ga sedaj poimenujemo obdobje vladanja slabe ideologije. To je bil čas, ko so imeli dosežki včasih podrejen pomen, ker je imela preveliko težo pri oceni posameznikov prilagojenost drugim interesom, tudi v zadevah, ki niso posegale v politiko. Uspešnost posameznikov v stroki je bila lahko ocenjena kot ogrožanje avtoritete nosilcev politične moči. To sem izkusil tedaj, ko sem nameraval kandidirati za direktorja ustanove, kjer sem bil zaposlen, pa mi je bilo povedano, da bom izvoljen, če bo ta in ta postal moj namestnik, torej, da jo lahko vodim in zanjo odgovarjam le, če imam tutorja, ki je bolj zanesljiv. Večja prilagodljivost je širše odprla pot napredovanja in lažjega uveljavljanja v javnosti. Dokaze za to oceno najdemo tudi v prostoru, ki ga nekateri imajo v enciklopedijah in podobnih edicijah ter v članstvu uglednih inštitucij.

V eksperimentalni vedi, kakršno je raziskovanje procesov, od katerih so odvisne proizvodnja, lastnosti in uporabnost kovin in zlitin, ni prave kakovosti brez dobrih sodelavcev in sodobnih raziskovalnih naprav. Skrb za oboje ni bila vedno lahka in preprosta, vendar sem našel dobre sodelavce.

Ko sem stopil kot mlad človek z inženirsko diplomom na pot raziskovalca, sem bil pred dilemo, kaj naj bo težišče mojega dela: ali ustvarjanje novega znanja, ki samo bogati vedo, ali ustvarjanje novega znanja, ki je tudi uporabno v okolju, kjer raziskovalec dela in kjer išče materialno podporo za delo. Iz vsebine tega zapisa bo bralec zvedel, kako in zakaj sem se tako odločil kako leto po vrnitvi z doktoratom na univerzi v tujini, kako sem bil uspešen pri raziskovalnem delu in z njim povezano dejavnostjo. Velika večina raziskovalcev iz prve generacije je morala za delo porabiti več časa, morala se je istočasno učiti, kako raziskovati, torej učiti se poklica raziskovalca, in kako dobro opraviti zaupano delo. Pogosto pri raziskovalnem delu rutina in izkušnja ne zadostujeta, ampak so potrebni novi postopki dela in rešitve.

Raziskovalnemu in strokovnemu delu sem posvetil več časa, kot je zahtevala delovna obveznost. Zato je opravljeno delo tudi zasluga soproge Mije in sinov Andreja in Blaža, ki nikdar niso pokazali, da se čutijo prikrajšani za čas, ko me je poklicno delo odtegnilo od dolžnosti dobrega moža in očeta.

Posebna zahvala soprogi, ki je dala pobudo za nastanek tega zapisa.

Franc Vodopivec

Iskrena hvala Jani Jamar, Jožetu Gasperiču in Miru Pečarju za vse, kar so naredili, da je moj rokopis postal primeren za tisk.

KAZALO

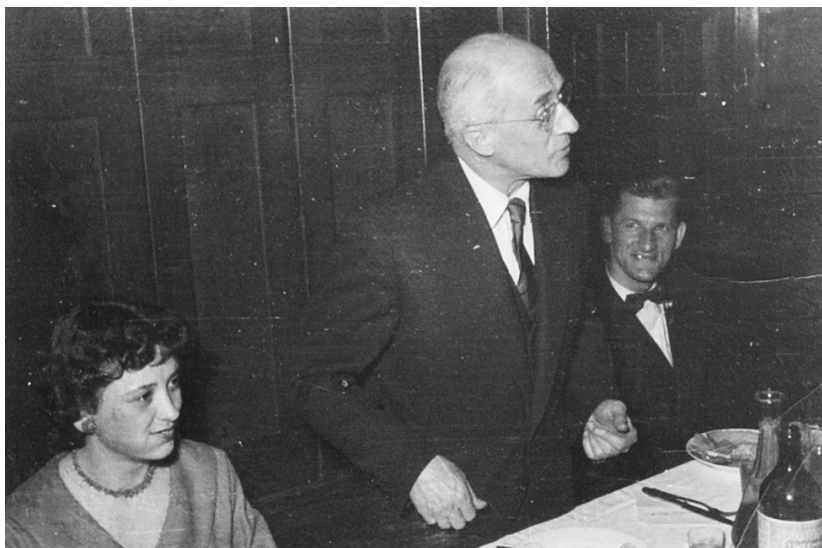
SPREMNA BESEDA	3
PREDGOVOR	5
KAZALO	7
ŽIVLJENJEPIS	9
RAZISKOVALNO, RAZVOJNO IN IZVEDENSKO DELO.	17
SLOVENSKE ŽELEZARNE	23
Nekaj primerov, ko sem posredno ali neposredno vplival na pomembne investicijske odločitve v Slovenskih železarnah.	25
DRŽAVNI SVET RS IN CIVILNA INICIATIVA ZA SLOVENIJO	27
NAGRADE IN PRIZNANJA	30
OBJAVE V PERIODIKI IN PREDSTAVITVE NA POSVETIH, SIMPOZIJIH IN KONFERENCAH	33
Avtorstvo in soavtorstvo od 1963 do maja 2011	33
OBJAVLJENA ZNANSTVENA IN STROKOVNA DELA	34
Slovenske in jugoslovanske revije	34
Revije, tiskane v drugih državah	39
Dela z metodološko vsebino	46
Slovenija, Jugoslavija in druge države	46
Dela z razvojno vsebino	47
Slovenija, Jugoslavija in druge države	47
Dela z ekspertno vsebino	50
Slovenija, Jugoslavija in druge države	50
Konference, kongresi, posveti	50
Slovenija in Jugoslavija.	50
Mednarodne konference	57
Sestavki o raziskovalnih, tehnoloških in industrijskih vprašanjih, objavljeni v dnevnikih in mesečnikih (izbor).	64

NEKAJ DOSEŽKOV IZ RAZISKOVALNEGA, RAZVOJNEGA IN IZVEDENSKEGA DELA.	68
Dosežki temeljnega značaja	68
Dosežki razvojnega in tehnološkega pomena.	71
Izvedenska dela.	75
KOPIJE ČLANKOV IZ RAZLIČNIH OBDOBIJ DELA, KI SO BILI TISKANI V RAZLIČNIH DRŽAVAH IN V RAZLIČNIH JEZIKIH	79

ŽIVLJENJEPIS

Rojen sem leta 1931 v kmečki družini v vasi Rakitnik pri Postojni, na tistem ozemlju Slovenije, ki je bil po prvi svetovni vojni priključen Italiji. Da bi italijanska država pokazala, da je ta zemlja dokočno njena, je spremenila imena naselij in ljudi, in moj oče je dobil nov priimek Bevilaqua. Italijansko osnovno šolo sem obiskoval v Štivanu, ki je središče fare z vasi Rakitnik, Matenja vas in Grobišče. Dva razreda italijanske gimnazije in polovico tretjega sem obiskoval v semenišču tržaške škofije v Kopru, izpit iz učne snovi tretjega razreda slovenske gimnazije v Ilirski Bistrici pa sem opravil jeseni leta 1945. Od četrtega do osmega razreda sem gimnazij obiskoval v Postojni, kjer sem leta 1950 tudi maturiral. Vse razrede slovenske gimnazije in maturo sem opravil z odličnim uspehom.

Septembra 1950 sem se vpisal na Fakulteto za rudarstvo in metalurgijo Univerze v Ljubljani, kjer sem aprila 1956 kot prvi v svojem letniku diplomiral z nalogo »Pro-učitev obstoječe valjarne v Štorah in izdelava projekta za povečanje proizvodnje od 25 000 ton na 50 000 ton«. Večji del diplomske naloge sem opravil v valjarni Štore. Sklep naloge je bil, da bi povečanje kapacitete valjarne na tedanjem prostoru zahtevalo tako organizacijo dela, ki jo ne bi motila prelomljenost toka materiala med proizvodnim procesom, kar na tedanji lokaciji ni bilo mogoče doseči. To povečanje



Slika 1: Prof. C. Rekar govori na absolventskem večeru mojega letnika, 1955



Slika 2: Karikatura prof. C. Rekarja, pripravljena za prireditev »Skok čez kožo«, leta 1955 (avtor karikature: B. Pečar). Prof. C. Rekar me je usmeril v raziskovanje.

bi bilo mogoče doseči le z gradnjo nove valjarne na novi lokaciji, kar se je v kasnejših letih tudi zgodilo.

V letih 1952 pa do nekaj mesecev pred diplomom sem bil na Fakulteti za rudarstvo in metalurgijo pomožni asistent – demonstrator za predmete statika, kinematika in trdnost, ki jih je predaval prof. dr. L. Šuklje. Prvi dve leti sem se kot študent preživljal predvsem s podporo staršev, deloma pa tudi s priložnostnimi deli. Od tretjega letnika dalje podpore od doma nisem več potreboval, ampak sem shajal s honorarjem za delo demonstratorja in v zadnjem letu tudi s štipendijo Občine Postojna. Po vrnitvi iz služenja vojaškega roka me je leta 1958 zaposlil prof. C. Rekar na Metalurškem inštitutu v Ljubljani v laboratoriju za mehanske preizkuse, kjer sem delal že pred odhodom k vojakom. Prav on me je usmeril na pot raziskovalca. Kmalu po zaposlitvi sem dobil nalogo, da pripravim vse za začetek dela laboratorija za metalografijo, ki je bil dejansko ustanovljen z začetkom dela novega optičnega mikroskopa leta 1959.

Ko sem v Beogradu in Vinči opravil tečaj iz uporabe radioaktivnih izotopov pri analizah in raziskovanju ter izpit iz znanja francoskega jezika na francoskem konzulatu v Zagrebu, sem v aprilu leta 1960 nastopil 6-mesečno izpopolnjevanje s štipendijo dunajske Mednarodne agencije za atomsko energijo (IAEA) na inštitutu IRSID (Institut de Recherches de la Sidérurgie) v kraju Saint Germain-en-Laye blizu Pariza. Štipendijo sem dobil zaradi trdne podpore direktorja Metalurškega

COLLOQUE DE PORTOROZ

AVANT-PROPOS

En septembre 1958 s'est tenu en Yougoslavie, à Portoroz, un colloque sur les oligo-éléments dans l'acier. Cette réunion, organisée par l'Institut Métallurgique de Ljubljana, avec l'aide de l'Institut de Recherches de la Sidérurgie Française de Saint-Germain-en-Laye et du Max-Planck-Institut für Eisenforschung de Düsseldorf, a groupé près de 300 participants venant d'une dizaine de pays différents. Les exposés et discussions ont porté principalement sur les oligo-éléments « classiques », Cu, P, As, Sb, Sn, connus généralement pour leur caractère nocif, soit sur la transformation des aciers à chaud, soit sur leurs propriétés d'emploi.

Les communications de ce colloque ont été publiées ensuite par des revues techniques diverses, dans les pays respectifs de chaque auteur. Mais ce colloque avait suscité un tel intérêt que beaucoup de métallurgistes, aussi bien parmi les participants du colloque que parmi ceux qui avaient été empêchés d'y assister, ont exprimé le regret que ces publications soient ainsi dispersées dans des revues trop diverses. C'est pourquoi nous avons pensé à utiliser des tirés à part de ces articles, pour les réunir dans un ouvrage unique. Toutes les communications données à Portoroz en 1958, sauf trois, ont ainsi pu être regroupées, et le volume présenté aujourd'hui au public est le fruit de ce travail. La décision prise après coup explique le long délai de parution de cet ouvrage, qui aurait risqué de le rendre périmé si un autre congrès avait dans l'intervalle traité du même sujet. Ce cas ne s'étant pas présenté, nous espérons que ce livre n'aura pas perdu de son actualité, ni de son intérêt pour les sidérurgistes et utilisateurs de l'acier.

C. REKAR

Directeur de l'Institut
Métallurgique de Ljubljana

W. OELSEN

Directeur du M.P.I.
für Eisenforschung

C. CRUSSARD*

Directeur des Recherches
de l'IRSID

* Actuellement Directeur Scientifique, Compagnie Pechelers.

Slika 3: Uvodna stran Zbornika o Mednarodnem kolokviju v Portorožu, september 1958 (organizatorji: direktor Metalurškega inštituta C. Rekar, direktor Max Planck Institut für Eisenforschung, Düsseldorf W. Oelsen in direktor raziskav Inštituta IRSID C. Crussard)

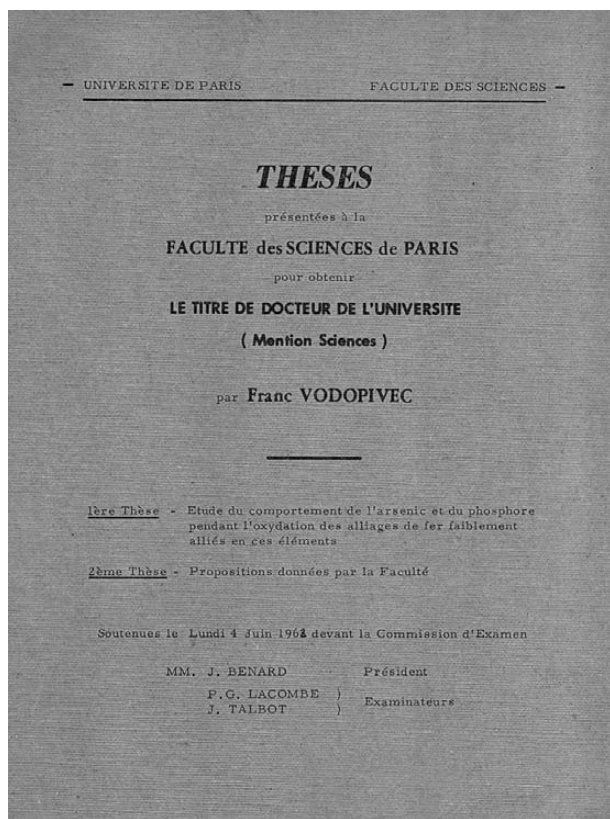
inštituta prof. C. Rekarja in direktorjev IRSID-a, s katerimi je profesor prijateljeval in skupaj z njimi leta 1958 organiziral v Portorožu mednarodno znanstveno konferenco, verjetno prvo te vrste v Jugoslaviji. Soprireditelja konference sta bila inštitut IRSID iz Francije in Max Planck Institut für Eisenforschung (MPIE) iz Düsseldorfa v Nemčiji.

Na IRSID-u sem delal v oddelkih Posebna metalografija in Fizika kovin, kjer je bil v programu tudi projekt raziskovanja interakcije med oksidativno atmosfero in površino kovin ter zlitin. Dobil sem nalogo raziskati reakcije površine železa z majhno količino arzena, fosforja in kasneje tudi žvepla. Z mojim delom je bilo vodstvo inštituta zadovoljno, zato so me po končani štipendiji zaposlili do junija 1962, da sem raziskovanje končal in pripravil ter zagovarjal doktorsko disertacijo z naslovom »Etude du comportement de l'arsenic et du phosphore pendant l'oxydation des alliages de fer faiblement alliés en ces éléments«. Zagovor sem opravil junija 1962 na Université de Paris, Faculté des Sciences z oceno »très honorable«. Mentor je bil prof. J. Benard, direktor Ecole Normale Supérieure de Chimie de Paris in profesor za predmet mineralna kemija na univerzi. Član izpitne komisije je bil tudi profesor P. B. Lacombe. Oba sta bila kasneje izvoljena v Institut de France, ki

ima rang akademije, med člani tega inštituta pa so bile ugledne osebnosti iz tehniških ved. Doktorat je bil nostrificiran na Univerzi v Ljubljani leta 1973.

Tema disertacije je bila selektivnost reakcije med površino zlitine in atmosfero s kontrolirano količino dušika, vodika in vodne pare. To področje je bilo tedaj predmet intenzivnega raziskovanja in je posegalo v procese v kovini, ionskih spojinah, na mejnih površinah atmosfera-oksidi in oksid-kovina, v oksidni plasti in v zlitini ob oksidni plasti, po vsebini pa je spadalo na področja kemije, fizike trdnega stanja in fizikalne metalurgije.

Po vrnitvi iz Francije sem se znova zaposlil na Metalurškem inštitutu in bil kmalu imenovan za vodjo laboratorija za metalografijo, ki je veda o mikroskopski zgradbi kovin in zlitin. Dobil sem nalogo čim hitreje razviti metodologijo raziskovanja zgradbe do stopnje, ki so jo zahtevali odgovori na vprašanja, ki niso bili mogoči brez njenega dobrega poznanja, ter odgovori na vprašanja uporabnikov gradiv in raziskovalcev, ki so se s kovinami in zlitinami srečevali na področjih fizike in kemije trdnega stanja ter razvoja kovinskih gradiv. To področje se je v Jugoslaviji



Slika 4: Naslovna stran doktorske disertacije, Univerza v Parizu, 1962

komaj začelo razvijati, v razvitih evropskih državah pa se je razvijalo že od konca 19. stoletja.

Med važnejšimi mejniki v razvoju tega laboratorija naj omenim nabavo in začetek dela z elektronskim mikroanalizatorjem leta 1969, s prvo napravo te vrste, ki je bila na voljo v slovenskem in jugoslovanskem prostoru. Naprava je omogočala kemijsko analizo detajlov zgradbe kovin in zlitin z velikostjo manjšo od 1 mikrometra (tisočinke milimetra) in maso manjšo od milijoninke grama.

Pomemben mejnik sta bila tudi nabava in začetek dela prvega vrstičnega (scanning) elektronskega mikroskopa v Jugoslaviji leta 1978, ki je omogočil začetek intenzivnega dela na področju podmikrometrskih struktur in mikrofraktografije (mikroskopske oblike prelomov). Z obema raziskovalnima napravama se je inštitut uveljavil v jugoslovanskem in evropskem prostoru.

Leta 1983 sem bil pobudnik za nabavo peči za vakuumsko toplotno obdelavo, kjer so bile razvite tudi tehnologije, ki so danes osnova kakovosti in mednarodne uspešnosti orodjarske industrije v Sloveniji.

Deset let kasneje je bila kupljena in postavljena še peč za obdelavo površine kovin v plazmi, ki je nova tehnologija in nadomešča vrsto okoljsko spornih postopkov za izboljšanje lastnosti površine zelo različnih kovinskih izdelkov. Tudi raba te tehnologije se sedaj v Sloveniji širi.

Leta 1980 sem bil imenovan za vodjo oddelka za tehnološke raziskave, leta 1982 pa sem postal odgovoren za vse raziskovalno delo na inštitutu. Inštitut je do leta 1988 delo financiral s pogodbami za raziskovalne in razvojne projekte za različna industrijska podjetja, s proizvodnjo majhnih količin posebnih zlitin, ki sta jih potrebovali predvsem elektronska in obrambna industrija, in z manjšim deležem financiranja raziskovanja iz javnih sredstev.

V letu 1988 je inštitut zašel v krizo zaradi ekonomskih težav podjetij, ki so do tedaj financirala raziskovanje in kupovala pilotne proizvode.

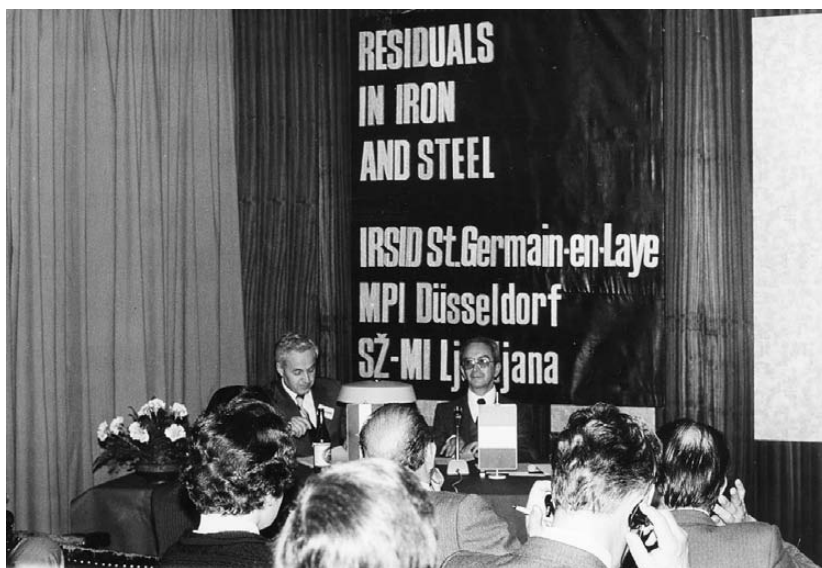
Na pobudo vodilnih raziskovalcev sem kandidiral in bil v začetku leta 1991 soglasno izvoljen za direktorja, štiri leta prej pa sem od kandidature odstopil, ker sem bil obveščten, da bi izvolitev ogrozila vezi, ki jih je inštitut imel z industrijo. S precej radikalnimi varčevalnimi ukrepi, z dobrimi sodelavci in reorganizacijo se je materialno stanje postopoma izboljšalo, vzpostavljeni so bili tudi produktivni stiki z elektroenergetiko, s strojno in z elektro industrijo ter z vladnimi službami in organi. Po oceni, ki so jo dali izvedenci iz nemškega Fraunhofer Institut für Systemtechnik, je programska usmerjenost inštituta odtelej optimalno obsegala temeljno, aplikativno in razvojno raziskovanje, ki ga potrebujejo tista področja industrije, ki se v Sloveniji opirajo na proizvodnjo in uporabo kovin in zlitin, ter servisiranje industrije in inštitucij z rezultati posebnih analiz, raziskav in preiskav. Aprila 1996 sem se upokojil kot direktor inštituta.

Leta 1972 sem zaprosil za habilitacijo za predmet Fizikalna metalurgija na Fakulteti za naravoslovje in tehnologijo Univerze v Ljubljani. Prošnja ni dobila

večinske podpore na Pedagoško-znanstvenem svetu fakultete, čeprav sem jo podprl z okoli 25 referencami, znanstvenimi deli, od katerih je bilo 10 objavljenih v Franciji, Nemčiji in Avstriji, in več strokovnimi deli. V naziv docent pa je bil na isti seji izvoljen kandidat, ki je predložil bibliografijo z dvema strokovnima deloma. Prošnja ni dobila podpore mogoče zato, ker je bilo docentsko mesto na Oddelku za metalurgijo FNT rezervirano za drugega kandidata. Na Univerzi v Ljubljani sem bil nato habilitiran leta 1973 za docenta, kasneje za izrednega profesorja in leta 1987 za rednega profesorja za predmet Fizikalna metalurgija, vendar za zaposlitev na fakulteti nisem kandidiral, ker sem bil že preveč v letih, da bi lahko mnogom mlajšim študentom dajal, kar jim pripada.

Na akademskem področju sem bil mentor pri diplomskih, magistrskih in doktorskih delih na univerzah v Ljubljani in Zagrebu ter komentor oz. član komisij za zagovor doktorskih del na univerzah v Ljubljani, Mariboru, Zagrebu in Beogradu.

Bil sem med zagovorniki ustanovitve revije *Železarski Zbornik*, ki je začela izhajati leta 1967 na pobudo M. Gabrovška s ciljem, da se pospeši raziskovanje in razvoj na področjih tehnologije, lastnosti in uporabe jekel in da se javnost seznanji z dosežki tega raziskovanja. Leta 1993 se je revija preimenovala v *Kovine Zlitrine Tehnologije*, sedaj pa izhaja z naslovom *Materials and Tehnologije (Materials and Technology)*, katere glavni urednik sem od leta 1991. Revija je vključena v številne mednarodne sekundarne baze podatkov, tudi v SCI. Velike zasluge za razvoj revije imajo J. Jamar, M. Jenko, M. Pečar, C. Irt in J. Gasperič. Bil sem tudi med pobudniki



Slika 5: Mednarodna konferenca: »Oligoelementi v železu in jeklu«, organizacija: Metalurški inštitut Ljubljana, MPIE Düsseldorf, IRSID, Paris, 1985 (za mizo predsedujoča: pisec in prof. H. J. Grabke)

za vsakoletno organizacijo posveta o metalurgiji in kovinskih gradivih od leta 1968 dalje in odgovoren za program in izvedbo posvetovanja v letih od 1980 do 1995. To posvetovanje se je leta 1993 preimenovalo v Konferenco o materialih in tehnologijah, na kateri se v zadnjem času letno predstavlja več deset ali celo nad 100 del s področja kovinskih materialov, keramike in polimerov in z njimi povezanih tehnologij. Konferenca ima mednarodno udeležbo, od leta 1995 pa jo vodi M. Jenko.

Sem član uredniškega odbora revije Metalurgija, ki je vključena v številne mednarodne baze podatkov, tudi v SCI. Sem tudi recenzent rokopisov, predloženih za objavo v to revijo in za revije Journal of Materials Processing Technology, Steel Research International in International Journal of Materials Research, ki izhajajo na Nizozemskem in v Nemčiji.

V letih 1967, 1980 in 1985 sem bil odgovoren za program in organizacijo mednarodne konference »Residuals in iron and steel«, ki jo je Metalurški inštitut organiziral skupaj z inštitutoma MPIE iz Nemčije in IRSID iz Francije.

Predsedoval sem mednarodni konferenci »Influence of trace elements on fabrication and in service properties of steels and metallic materials« leta 1990 v St. Etiennu v Franciji in bil član znanstvenega odbora več mednarodnih in jugoslovanskih konferenc.

Sem med ustanovitelji Slovenskega društva za materiale in član društev SATENA (Slovensko akademjsko tehniško naravoslovno društvo), Slovenskega kemijskega društva, Slovenske Matice in Zveze zgodovinskih društev Slovenije. V



Slika 6: Odprtje 44. posvetovanja o metalurgiji in kovinskih materialih in 1. posvetovanje o materialih, Portorož, 1993

decembru 2002 sem bil izbran za člana fundacije »The World Innovation Foundation«, ki ima po vsem svetu okoli 350 članov, med njimi 40 nobelovcev, in ji predseduje nobelovec. Leta 1995 sem bil izvoljen za izrednega, leta 1999 pa za rednega člana Inženirske akademije Slovenije (IAS), ki je delovala v okviru SATENE. Sem med štirimi člani (J. Tasič, J. Kobe in J. Možina), ki smo dosegli, da je Državni zbor RS sprejel zakon, ki daje IAS status in naloge javne ustanove, katere delo financira država.

Bil sem recenzent za projekte COST v Bruslju, za RR-projekte za Ministrstvo za znanost in tehnologijo Slovenije in Hrvatske ter za diplomske in podiplomske učne programe univerz v Zagrebu, Ljubljani in Mariboru.

Bil sem predlagatelj in podpisnik za 5 predlogov z 9 kandidati za nagrade Sklada Borisa Kidriča za znanstvene dosežke oz. inovacije in za nagrado Žiga Zoisa za znanstveno delo.

RAZISKOVALNO, RAZVOJNO IN IZVEDENSKO DELO

Po vrnitvi iz Francije sem se znašel pred dilemo, kako najti pravo področje za raziskovalno delo. Tedaj v slovenskih podjetjih še ni bilo dovolj utrjeno prepričanje, da pravega napredka v proizvodih in tehnologiji ni brez boljšega temeljnega znanja o mehanizmu in kinetiki procesov, ki so osnova proizvodnih tehnologij in lastnosti proizvodov. Na odločitev o težišču raziskovanja je gotovo vplival nasvet vodje laboratorija za mehanske preiskave, strojnega inženirja B. Wolfa, da se bom najbolje in najhitreje uveljavil, če bom znal dobro odgovoriti na stvarna vprašanja o kovinskih gradivih, na tista, ki jih bom postavil sam, še bolj pa na tista, ki jih bodo postavili ljudje iz industrije. Spodbuden je bil tudi vpliv starejšega kolega M. Gabrovška, ki je vodil raziskovalni oddelek v Železarni Jesenice. Zato sem le nekaj časa nadaljeval raziskovanje na področju reakcij med površino jekel in oksidativno atmosfero in se postopoma vključil v raziskovanje reakcij in procesov, ki so bili osnova tehnologij izdelave, predelave in uporabe kovin in zlitin v Sloveniji in v Jugoslaviji.

Po letu 1970 je bila metodologija raziskovalnega dela dovolj razvita za različne analize, preiskave in preizkuse ter za dobre in prave odgovore na konkretna vprašanja, ki so prihajala iz podjetij proizvajalcev in uporabnikov kovin in zlitin, laboratorij za metalografijo pa je dosegel nivo kakovosti, ki je bil zelo blizu laboratorijem v razvitih evropskih državah. Veliko zaslug za to ima mlajši kolega L. Kosec, ki je pri delu pokazal veliko znanja, bistro glavo in spretno roke.

Po nekaj letih so me razmere postavile pred drugo dilemo, ali naj bodo osnova temeljnih raziskav najbolj aktualne vsebine raziskovanja po zgledu razvitih okolij, kar bi olajšalo objavo v specializirani periodiki in utrjevalo znanstveni ugled, ali vsebine s potencialno uporabno vrednostjo, povezane z znanjem o mehanizmu in kinetiki procesov in reakcij, ki so bili osnova industrijskih tehnologij v Sloveniji. Če bi se odločil za prvo možnost, bi hitreje našel več interesa za sodelovanje v tujini in manj doma, druga izbira pa bi odprla pot za sodelovanje z raziskovalci, ki so v industrijskih podjetjih v Sloveniji in v Jugoslaviji razvijali proizvode in tehnologijo ter iskali poti za boljšo uporabo materialov, energije in proizvodnih naprav. Prva pot bi tudi olajšala dostop do mednarodne periodike, ki je nastajala vzporedno z novimi raziskovalnimi vsebinami. Druga pot je sicer tudi omogočala objave del v tujini, vendar so bile večje zahteve po kakovosti in izvornosti del, ker so imele primerne revije dolgo tradicijo – večina jih je začela izhajati konec 19. ali v začetku 20. stoletja.

Večino časa sem namenil raziskovanju jekel, ki so temeljna gradiva moderne civilizacije in so zlitina železa in od 0,01 % do 2 % ogljika ter v različnih kombi-



Slika 7: Pri novem vrstičnem elektronskem mikroskopu, 1978

nacijah tudi z drugimi elementi, npr. z aluminijem, s silicijem, kromom, titanom, z manganom, nikljem, molibdenon, niobijem, vanadijem in drugimi elementi. Zaradi sestave surovin in procesa izdelave najdemo v jeklih tudi neželene elemente, npr. žveplo, fosfor, kositer, dušik in kisik. Vsi elementi, namerno dodani, in nečistoče vplivajo na lastnosti jekel. Jekla so gradiva s široko paleto različnih inženirskih lastnosti, ki presega lastnosti vseh drugih gradiv, kar tudi pojasnjuje dejstvo, da sta proizvodnja in uporaba jekel nekajkrat večja kot skupna proizvodnja in poraba vseh drugih kovin in zlitin.

Jeklo je edina tehnična kaljiva zlitina, osnova kaljivosti pa je premena, ki spremeni obliko kristalne mreže, vrine atome ogljika v položaje med atomi železa, kar ustvari notranje elastične napetosti in poveča trdoto in trdnost. V odvisnosti od kemijske sestave in hitrosti ohlajanja so lahko jekla magnetna in nemagnetna; mehka, zato se lahko preoblikujejo pri visoki in sobni temperaturi v valjane in kovane proizvode, pri sobni temperaturi pa v tanko pločevino in žico. Nekatera so zelo trda in se uporabljajo za orodja za preoblikovanje, so ali niso odporna proti koroziji, so uporabna pri zelo nizki temperaturi tekočega dušika in pri visoki temperaturi obratovanja termoelektrarn itd.

Široka paleta sestav, lastnosti in uporabe ter njim prilagojeni postopki izdelave odpirajo široko polje za raziskovanje, npr., kakšna je mikroskopska zgradba jekel, kako vpliva na različne lastnosti, ali in kako je mogoče izboljšati lastnosti s spremembami v postopkih izdelave, preoblikovanja in toplotne obdelave, ali se dajo doseči boljše lastnosti pri cenejši sestavi in proizvodnji itd. Napredek tehnologije in

lastnosti je stalen: čas in poraba energije za taljenje sta se v zadnjih 50 letih zmanjšala na več kot polovico, izkoristek proizvodov od okoli 65 % na 90 %, inženirska trdnost jekel za varjene konstrukcije pa se je na primer pri komaj spremenjeni sestavi povečala za skoraj 100 %. Vse to je rezultat stalnega napredka v teoretičnem znanju o proizvodnih procesih in o povezavi lastnosti zlitine z njeno zgradbo, kemično sestavo in procesno tehnologijo.

V obdobju moje aktivnosti so slovenski proizvajalci jekla dobro spremljali razvoj v bolj razvitih državah in izboljševali tehnologije in proizvode ter razvijali nove proizvode, ki jih je potrebovala rast industrije. Zahteve uporabnikov jekel so silile jeklarska podjetja, da povečujejo kakovost in uporabnost svojih proizvodov, premalo pozornosti pa se je zaradi specifičnosti družbeno-ekonomskega sistema namenjal proizvodnim stroškom in investicijam v nove proizvodne naprave. Zato sta se razvoj in raziskovanje morala prilagajati možnostim obstoječih naprav in zahtevam uporabnikov proizvodov. Nekatera podjetja so tudi podpirala predloge raziskovalcev, ki so imeli večji temeljni pomen, če so odgovorni ocenili, da predlagatelji projektov dovolj pazljivo spremljajo rast znanja in njegovo uporabo v razvitih okoljih, kar bi lahko bila osnova tudi za izboljšave v njihovem podjetju. To in v manjšem obsegu javna podpora je omogočalo rast vedenja o temeljnih zakonitostih ravnotežij in kinetik procesov v trdnih in v staljenih zlitinah. Tudi sam sem težišče raziskovanja prilagajal iskanju odgovorov, ki bi bili lahko koristni v slovenskem industrijskem okolju in bi bili dovolj izvirni, da bi omogočali objavo del v kakovostni mednarodni periodiki.

V začetku so bile na osnovi doktorskega dela v Franciji težišče mojega raziskovanja reakcije in procesi med površino konstrukcijskih jekel ter ogrevalno atmosfero v pečeh za ogrevanje, valjanje in kovanje, ki lahko poslabšajo kakovosti površine valjancev. Nato je postalo bolj pomembno razumevanje procesov in reakcij v kristalni mreži jekel med strjevanjem taline in med ogrevanjem in ohlajanjem polproizvodov ter njihov vpliv na mikrostrukturo in lastnosti različnih jekel. Sledilo je obdobje raziskovanja s ciljem bolje spoznati procese sproščanja deformacijske energije pri valjanju in kovanju pri visoki temperaturi in njihov vpliv na mikrostrukturo in lastnosti proizvodov. Nato se je težišče dela preneslo na variva mikrolegirana konstrukcijska jekla in na mehkomagnetna jekla. Prva so jekla z okoli 0,15 % ogljika, pri katerih se inženirska trdnost poveča z legiranjem s stotinskim deležem niobija in vanadija, druga pa so jekla z masnim deležem ogljika manj kot 0,01 % in legirana s silicijem in aluminijem za mehkomagnetne dele elektromotorjev in transformatorjev. Ko se je zelo dvignila cena kobalta, se je začelo iskanje zlitin, ki bi lahko nadomestile zelo uporabljene nepreoblikovalne zlitine AlNiCo, ki se proizvajajo samo z litjem, nekaj let pa so bile vključene v raziskovanje tudi trdomagnetne preoblikovalne zlitine. Zadnje večje področje dela so bila jekla z do 0,2 % ogljika, okoli 10 % kroma in z majhno količino vanadija in niobija za dele termoelektran, ki obratujejo pri temperaturah nad 550 °C. Za uporabo teh jekel je nujno razumevanje vplivov na njihovo odpornost proti zelo počasni deformaciji (do 1 % podaljška v 20

letih), ki je osnova za oceno časa varne uporabe naprav. Vsa leta je bilo tudi mnogo časa namenjenega razvijanju metodike raziskovanja, predvsem čim boljše uporabe novih naprav, s katerimi je bilo mogoče odkriti, kaj se dogaja v mikrostrukturi zlitin pri velikostih tudi pod tisočinko milimetra.

Mnoge raziskave ne bi bile mogoče, če pri njih ne bi sodelovali raziskovalci različnih strok in tehnični sodelavci, ki so obvladali pripravo vzorcev za opazovanje na modernih raziskovanih in analitskih napravah. Zato je prav, da navedem po abecednem redu imena raziskovalcev, ki so pustili trajen pečat pri mojem delu: B. Arzenšek, B. Breskvar, R. Celin, V. Leskovšek, M. Gabrovšek, D. Gnidovec, F. Haller, D. Kmetič, L. Kosec, M. Jenko, A. Osojnik, A. Rodič, D. A. Skobir, B. Šuštaršič, M. Torkar, B. Ule, J. Vižintin, J. Vojvodič - Tuma in J. Žvokelj. Laboratoriji ne bi bili tako uspešni brez M. Budna, M. Jakupovič, P. Letnarja, B. Raliča in N. Breskvar, računalniške abecede pa me je naučil M. Pečar. Kopijo marsikaterega dela, ki sem ga potreboval pri pripravi mnogih objavljenih del, mi je priskrbel J. Jamar. V raziskovalne projekte za različna podjetja je bilo vključeno več kot 150 sodelavcev iz podjetij, z inštitutov in univerz, ki so tudi soavtorji poročil o delu in člankov, objavljenih v slovenskih, jugoslovanskih in mednarodnih strokovnih in znanstvenih revijah ali predstavljena na konferencah, posvetih in kongresih. Prav je, da povem, da je bil sprejet marsikateri predlog za raziskave za podjetja zaradi trdne podpore M. Gabrovška.

Koristno je bilo tudi sodelovanje s kolegi iz nekaterih drugih držav, npr. z vodjem oddelka na IRSID-u, kjer sem se začel učiti moderne raziskovalne metalografije, in nosilcem projekta, katerega del je bila tudi moja raziskava, ter lektorja mojih prvih rokopisov v francoskem jeziku A. Kohna, ki je soavtor pri vseh mojih delih, ki so nastala med delom v Franciji. Za inštitut, kjer sem bil zaposlen, je bilo zelo pomembno sodelovanje s H. J. Grabkejem, vodjem oddelka za fizikalno kemijo na inštitutu MPI v Düsseldorfu in profesorjem na univerzi v Dortmundu. Bil sem pisec utemeljitve za podelitev častnega doktorata Univerze v Ljubljani. Zelo pomemben sodelavec v zadnjih dveh desetletjih je bil I. Mamuzić, profesor na Univerzi v Zagrebu, ki me je pritegnil v mentorstvo kandidatov za doktorate in v članstvo komisij za oceno in zagovor disertacij na Univerzi v Zagrebu. Sva tudi soavtorja pri mnogih delih, ki so bila objavljena v Sloveniji in v drugih državah.

V letih od 1985 do 1990 sem koordiniral skupne projekte Posebnih raziskovalnih skupnosti in bil predstavnik teh skupnosti v predsedstvu Raziskovalne skupnosti Slovenije. Tu sem zagovarjal uravnoteženost temeljnega, aplikativnega in razvojnega raziskovanja. To uravnoteženost zagovarjam še danes, ker je prvi pogoj, da se javno podprto raziskovanje in razvoj vključita v procese rasti konkurenčnosti države in blaginje ljudi, kot je zapisano v deklaraciji Unesca o raziskovalcih. O svojih pogledih na industrijsko politiko in naloge ter cilje raziskovalnega dela sem od leta 1987 napisal več deset sestavkov za dnevno in drugo periodiko. Poudarjal sem, kar zagovarjam tudi danes, da je raziskovanje eden od temeljev moderne gospodarske, kulturne in socialne rasti vsake razvite države, torej tudi Slovenije, da se zanj

namenja premalo javnih in zasebnih sredstev in se po drugi strani premalo nadzira smotrnost porabe ter sredstev.

Dve triletni obdobji sem sodeloval pri projektu ECSC, Bruselj, »Casting and solidification«, v katerega so bili vključeni raziskovalci tehnologije izdelave jekla iz več držav EU. V letih 1995 in 1996 sem bil član skupine za pripravo projekta Brite Euram »High Efficiency Motor Bogie for Trains«, ki ga je financiral DG XII Evropske komisije. Partnerji pri projektu so bile univerze, inštituti in industrijska podjetja iz več držav EU, realizirale pa so ga akademske ustanove iz teh držav in iz Slovenije.

Znanstvena dela so bila tiskana v periodiki v državah: Anglija, Avstrija, Francija, Hrvaška, Italija, Nemčija, Japonska, Nizozemska, Slovaška, Rusija, Slovenija in Jugoslavija. Na konferencah in posvetovanjih sem dela predstavil v Angliji, Avstriji, Bolgariji, Franciji, Italiji, Nemčiji, Nizozemski, Belgiji, Češkoslovaški, Madžarski, Bolgariji, na Portugalskem in Finskem, Češkem in Slovaškem, v Rusiji, Hrvatski in Srbiji. O delu na inštitutu sem predaval na National Bureau of Standards, Washington, na MPIE, Nemčija, na IRSID-u, Francija, na Centro sperimentale materiali, Rim, na Inštitutu za materiale Slovaške akademije znanosti, Košice, na Tehnološko-metalurški fakulteti Univerze v Beogradu in na Institutu »Jožef Stefan«



Slika 8: Na izhodu iz bobna parnega kotla v TE-TOL Ljubljana po pregledu notranje površine (drugi z leve: dipl. ing. B. Wolf, vodja laboratorija, kjer sem začel delo, desno vodja strojnega vzdrževanja v TE-TOL Ljubljana)

v Ljubljani. Predaval sem tudi na številnih zaprtih in odprtih seminarjih v podjetjih in predstavljal rezultate raziskav projektnim skupinam.

Poleg Raziskovalne skupnosti Slovenije in Ministrstva za znanost in tehnologijo so raziskovalno delo financirala podjetja: Železarna Jesenice, Tovarna verig Lesce, Iskra Magneti, Metalna Maribor, TAM Maribor, Železarna Štore, Unior Zreče, Talum Kidričevo, Železarna Ravne, TEŠ Šoštanj, TE-TOL Ljubljana, Cinkarna Celje, Energoinvest Sarajevo, Elektroprivreda Srbije, Udruženje Jugoslovanskih železara Beograd, Plamen Kropa, Železarna Skopje, Termoelektrarna Tuzla, Termoelektrarna Šoštanj, Nuklearna elektrarna Krško, Kolektor Idrija, Kovinarska Krško in Gorenje orodja iz Velenja. Za ta podjetja sem pripravil in izvršil več deset raziskovalnih nalog in projektov. V letih od 1962 do 1996 sem kot prvi avtor ali soavtor pripravil več kot 150 poročil o raziskovalnih nalogah in projektih.

Ekspertne storitve sem opravil za več deset industrijskih podjetij iz Slovenije in Jugoslavije. Pripravil sem ekspertize, na podlagi katerih so dobavitelji opreme in proizvodov iz Avstrije, Nemčije, Francije, Madžarske in Poljske našim podjetjem nadomestili na svoje stroške poškodovano opremo in proizvode. Bil sem pobudnik sodelovanja pri raziskovalnem delu z inštitucijami v tujini, na primer: IRSID, Francija; MPIE, Nemčija; Università degli Studi, Firenze; Institut für Betriebsfestigkeit Darmstadt, Nemčija; Tehniška univerza Košice, Slovaška, in več inštitutov in fakultet v Ljubljani ter v Mariboru.

SLOVENSKE ŽELEZARNE

Proizvodnji jekla v Sloveniji namenjam nekoliko več prostora zato, ker sem pri delu veliko sodeloval z vsemi tremi podjetji – proizvajalci, in zato, ker sem se vključil v reševanje krize zaupanja v nekatere industrijske veje v Sloveniji kmalu po letu 1982, ki je pri proizvajalcih jekla dosegla kritično točko ob osamosvojitvi.

V samoupravne organe SOZD-a SŽ (Sestavljena organizacija združenega dela Slovenske železarne, treh podjetij proizvajalcev jekla in štirih podjetij uporabnikov jeklenih proizvodov ter Metalurškega inštituta) sem bil izvoljen kmalu po ustanovitvi združenega podjetja. Po prvem mandatu nisem več kandidiral, nekaj zato, ker je bilo sodelovanje na sejah predvsem poslušanje razpredanja vodilnih članov uprav podjetij, nekaj pa zato, ker sem bil opozorjen, da na sejah postavljam vprašanja, ki jih vodstvo ne ocenjuje kot dobra. Znova sem se v obravnavo razvojnih vprašanj železarskih podjetij vključil leta 1987, ko sem bil povabljen na posvet vodilnih delavcev iz podjetij v Topolšici, ki je bil namenjen razpravi o perspektivah proizvodnje jekla v Sloveniji. V razpravi sem opozoril, da je izkoristek proizvodnje velika, mogoče največja pomanjkljivost tehnologije, ker je precej manjši kot pri konkurenci v zahodnih državah. Kasneje sem, edini iz akademske sfere, javno zagovarjal investicijo v novo 90-tonsko elektroobložno jeklarsko peč v Železarni Jesenice, ki je nadomestila ekološko sporne, tehnološko zaostale in energijsko potratne Siemens-Martinove peči. Soočal sem se z nasprotniki projekta, ki so imeli lažji dostop do medijev in so investicijo odklanjali na podlagi argumentov, ki so dokazovali, da nimajo prav mnogo znanja, zagotovo pa premalo za objektivno in razumno presojo in javno obravnavo take investicije.

Leta 1991 sem za tedanjega ministra za gospodarstvo pripravil kratek opis sanacije jeklarn v nekaterih zahodnoevropskih državah in kasneje na redni Jesenski posvet v Portorožu privabil predstavnike poslanskih klubov. Večina je sprejela argumente, na podlagi katerih so bile nato železarne najprej podržavljene in nato prvič sanirane. To je pomagalo, da je večina v tedanji Skupščini sprejela oba vladna predloga. Leta 1991 sem bil imenovan za člana UO SOZD-a Slovenske železarne, v katerem nekaj članov ni vedelo prav mnogo o poslovanju in tehnologiji jeklarskih podjetij. Kot vodja skupine za pripravo ocene predloga za odkup podjetja, ki ga je dalo neko podjetje z Bermudov, sem pripravil poročilo, ki je prodajo odsvetovalo, ker je bila ponujena vsota 100 milijonov USD premajhna za vso lastnino znotraj in zunaj tovarniške ograje, še posebej zato, ker je bila od cene odšteta tudi vrednost za tehnologijo, trg in razvoj proizvodov, kar so podjetja že imela. V veliko podporo zavrnitvi predloga nakupa je bila informacija, ki jo je priskrbel A. Aplenc, tedaj

direktor SOZD-a SŽ, da je kupec dejansko le poštni predal, ne pa resno podjetje. Ko je LDS prevzela vlado, sem bil zamenjan kot član UO podjetja, mogoče tudi zato, ker sem javno izjavil, da je neka skupina – član je bil tudi novi državni sekretar pri ministrstvu za gospodarstvo – pripravila neresen program za sanacijo enega od podjetij in nič manj neresen program razvoja tehnologije v Sloveniji.

Leta 1997 sem pri tedanjemu podpredsedniku vlade M. Podobniku zagovarjal predlog, da vlada podpre drugo sanacijo SŽ, ker prva ni bila uspešna zato, ker sanacijski denar iz državnega proračuna ni bil vložen tja, kjer je izguba nastajala (tudi zato, ker je bilo financiranje investicij in tekočega poslovanja zelo drago), torej v podjetja, temveč v banke, ki so se s sredstvi sanacije železarn izognile lastni sanaciji in zamenjavi vodstev. Predlogu so se pridružili le M. Tasič iz Železarne Ravne in člani CIS. Predlog je podpredsednik sprejel in dosegel, da ga je sprejela vlada, Državni zbor pa je sprejel ustrezne zakone. Na predlog A. Aplenca sem bil imenovan za predsednika Nadzornega sveta (NS) in ga vodil med pripravo sanacijskega programa. NS je sprejel moj predlog, da se zamenja predsednik uprave in da se pristojnim organom prijavi odtujitev več kot 1 milijarde SIT lastnine podjetja Veriga Lesce. Napovedal sem preiskavo, kam je poniknilo precej lastnine enega od jeklarskih podjetij. To je poleg drugih zadev, npr. zmanjšanje plače članom uprave in zmanjšanje sejnine članom NS, zelo verjetno privedlo do zahteve, da odstopim kot predsednik NS, sicer bom odpoklican z argumentom, da ni sprejemljivo, da sta v vodstvu SŽ dva člana stranke SLS. To ni bilo res, ker ne jaz in ne novi predsednik uprave M. Tasič nisva bila člana te stranke. Mogoče se je povečal pritisk za zamenjavo tudi zaradi odpoklica prejšnjega predsednika uprave, sošolca predsednika vlade in LDS. Ostal sem član NS, vendar nisem več pripravljaval dnevnega reda za seje NS in gradiva zanje, zato bi lahko vplival na delo NS le, če bi bil pred sejo sprejet moj predlog za dopolnitev dnevnega reda, kar se ni zgodilo nikoli. Razprave o tem, kam in kako je poniknila lastnina podjetij, so prenehale. Po naslednjih volitvah – znova je zmagala LDS – nisem bil več imenovan v NS, verjetno celo na zahtevo enega ali dveh članov uprave, ki so ju mogoče motila moja vprašanja na sejah NS, nekoliko kasneje pa je bil iz uprave izločen tudi M. Tasič, ki je bil od prvega dne vključen v projekt druge sanacije, s čimer se je lahko začelo dogajati marsikaj, kar prej ni bilo mogoče. Ko je nato leta 2003 na volitvah zmagala dotedanja opozicija, sem bil znova imenovan za člana NS. Za svoje predloge in ocene nisem našel podpore, razen ko sem predlagal, da NS ne odobri dveh velikih neprimerno pripravljenih investicijskih projektov. Bil sem izključen iz postopka prodaje Slovenskih železarn in še danes ne vem, kdo in kako je izračunal prenizko prodajno ceno podjetja.

Vsako leto so v združenem podjetju SŽ podelili medaljo posamezniku, ki je bil posebej zaslužen za napredek in prepoznavnost podjetij, povezanih v SOZD-u. Bil sem nagrajenec za leto 1987. To je dokaz, da so v podjetjih znali ceniti koristnost raziskovalnega dela zunanjih sodelavcev.

Nekaj primerov, ko sem posredno ali neposredno vplival na pomembne investicijske odločitve v Slovenskih železarnah.

V podjetju so poizkusi z uvoženimi mazivi pokazali, da se ne da doseči stabilne kakovosti površine pobakrene varilne žice zato, ker se zaradi obrabljenih zobnikov vlečni stroj trese, površina žice pa je valovita. Zato sem predlagal, da se nabavi nova vlečna linija, ki obratuje še sedaj.

Na zboru zaposlenih sem predstavil argumente, zakaj za načrtovani program proizvodnje in prenove vroče valjarne investicija v kovaški stroj ni primerna, ampak je mnogo bolj upravičena investicija v valjarniško ogrodje, ki je bila nato realizirana in ogrodje je danes eden od temeljnih proizvodnih agregatov v podjetju Štore Steel.

Skupščini podjetja sem predlagal, da ne sprejme predloga investicije v novo žarilno linijo za tanke mehkomagnetne trakove, ker dobavitelj ne garantira, da bodo dosežene zahtevane proizvodne karakteristike, ne da bi se povečala dolžina hale, kjer bo linija postavljena. Predlog je bil sprejet, pripravljen je bil nov predlog, ki je bil sprejet in danes linija redno obratuje kot eden od temeljnih proizvodnih agregatov v podjetju Acroni, d. d.

Nadzornemu svetu (NS) sem predlagal, da ne odobri investicije v novo kontinuirno livno linijo za jeklene slabe, ker širina litega slaba zahteva tudi poševno vroče valjanje, da bi se dosegla načrtovana dvometrska širina debelih plošč. Pripravljen je bil nov predlog investicije in za malo povečano ceno je bila zgrajena naprava, ki omogoča litje slabov z večjo širino, načrtovana širina plošč pa se v podjetju Acroni, d. d., dosega z linijskim valjanjem, ki je bolj gospodarno in fleksibilno.

Kot član NS SOZD SŽ sem podprl predlog, da se nova večja kovaška preša za težke jeklene bloke ne nabavi iz uvoza, ampak jo izdelata podjetje, ki je nastalo iz dela bivše železarne Ravne. Danes je stiskalnica eden od temeljnih proizvodnih agregatov v podjetju Metal Ravne, d. d.



Slika 9: Listina o podelitvi medalje SOZD-a Slovenske železarne leta 1987

DRŽAVNI SVET RS IN CIVILNA INICIATIVA ZA SLOVENIJO

Za kandidaturo za izvolitev v Državni svet RS sem se odločil leta 1992, da bi dobil priložnost, da javnosti pri zadevah, ki sem jih poznal dovolj dobro, povem, kaj se da narediti boljše in da je v zadevah tehnologije in industrijskega razvoja treba poslušati predvsem inženirje, ne pa posameznike, katerih avtoriteta temelji na lahkem dostopu do javnih medijev in ker niso imeli pravih strokovnih referenc predvsem na politični podpori.

Vsi, ki smo imeli dovolj znanja o tem, kaj je potrebno, da država deluje in blaginja ljudi raste, če je politika vsaj kolikor toliko uspešna pri ukrepih za rast blaginje in varnosti ljudi kot za formalno utrditev predstavniške demokracije in za mednarodno uveljavljanje države kot suverene pravne tvorbe, smo s skrbjo opazovali, kako vrhovi večine strank dopuščajo, da hitro pešajo večji industrijski sistemi in da raste število nezaposlenih industrijskih delavcev, tistih, ki so delali pri proizvodnih napravah, in tistih, ki so načrtovali proizvode, proizvodne procese in naprave. Kako naj ne bi bilo prizadetosti, če so posamezni člani Demosove vlade zagovarjali ustavitev nekaterih večjih industrijskih podjetij, ker se bo tako zmanjšala poraba energije in bo mogoče zapreti rudnike, termoenergetske objekte in celo nuklearno elektrarno? Vlade, ki so Demosovi sledile, so dopuščale podobno dogajanje tudi zato, ker so vplivni posamezniki videli v brezbriznem odnosu do umiranja podjetij tihi pristanek, da se čim prej in tudi poceni prelasti vse, kar je imelo pečat družbene lastnine. Kako pa naj si drugače razlagamo nastajanje in poslovanje »by pass« podjetij, ki so tudi brez redno zaposlenih in brez proizvodov, so pa imela lastnike in velike dobičke. Še danes nihče ni razložil dejstva, zakaj so nekaj let politiki leve in desne strani zanemarjali dejstvo, da večina v Sloveniji živi od mesečne plače, ne od demokracije ali od vključenosti države v mednarodne institucije. Še manj pa je razumljivo, da to tako malo zanima večino ocenjevalcev dogajanja v državi, ki polnijo stolpce medijev. Mnogi, če ne večina tistih, ki smo na referendumu glasovali, so osamosvojitve in demokracijo razumeli kot sistem organizacije družbe in poselitve ozemlja, ki bo zagotovil ljudem večje svobodnost, blaginjo in varnost, ne pa, da bomo dobili samo politični sistem, ki nam bo na periodičnih volitvah dal možnost, da izbiramo med kandidati različnih strank s programom, ki bo pozabljen kmalu po volitvah.

Nekateri razumniki iz različnih univerzitetnih strok z različno ideološko orientacijo smo se povezali v Civilno iniciativo za Slovenijo (CIS) in opozarjali na škodljivost dogajanja na področju industrijske politike. Med najbolj delavnimi člani

so bili A. Aplenc, V. Blažič, M. Burger, J. Golob, Š. Horvat, P. Lampič, J. Prunk, E. Ravnikar in A. Železnikar. Mediji so nam zelo redko odpirali svoj prostor in objavljali tudi ocene našega dela s sramotnimi poimenovanji, ki jih je A. Aplenc zbral v knjigi Prodaja Slovenije. Tedaj sem včasih dobil v dnevnikih priložnost, da opozorim na stvari, ki se dogajajo in so za ljudi škodljive ter so znak slabega in neodgovornega upravljanja države in nič boljšega načrtovanja razvoja. Moja in opozorila drugih niso bila uspešna, uspešna so bila le moja prizadevanja za preprečitev potopitve jeklarskih podjetij.

Ko je po volitvah leta 1996 SLS stopila v vlado, so člani CIS predlagali ali so se vključili v delo te stranke, namenjeno preprečenju nepregledne realizacije nekaterih projektov, ki bi oškodovali ali zmanjšali družbeno lastnino. Omenjam le tiste, pri katerih sem neposredno sodeloval: drugi program sanacije podjetja Slovenske železarne, o kateri sem že pisal, prodaja podjetja Litostroj in koncesija za gradnjo hidroelektrarn na Spodnji Savi. Ponudbo za nakup podjetja Litostroj je dalo podjetje iz Švice. Za vso lastnino, načrte in tehnologijo so ponudili zelo nizko ceno in postavili pogoj, da Litostroj ohrani načrtovanje izdelave turbin z močjo 50 MW. Ta prodaja je bila preprečena, kako leto kasneje pa je eden od veljakov LDS, sedaj Zares izjavil, da je bila ponudba za nakup primerna za banana republiko. Neka komisija, katere člani so še danes uradna tajnost, je koncesijo za elektrarne na Spodnji Savi dala nekemu privatnemu podjetju, ki od ustanovitve ni imelo nobenega denarnega prometa. Odločitev komisije ni upoštevala pogojev, ki jih je moral koncesionar izpolnjevati po koncesijski uredbi vlade. Tedanji podpredsednik vlade M. Podobnik je dosegel, da je koncesionar odstopil in elektrarne na Spodnji Savi so zgrajene in se še gradijo kot javna last.

Ko je bila sprejeta nova ustava in v njej opredeljena izvolitev in vloga Državnega sveta (DS) ter način izvolitve članov sveta, sem se odločil, da bom kandidiral kot predstavnik znanstvenih in inženirskih društev. Pripravil sem program in ga poslal na številna društva. Program je naletel na ugoden sprejem, izvoljen sem bil z večino 75 % in premagal kandidate, ki so imeli močnejšo politično in statusno podporo. Z veliko večino sem bil izvoljen tudi za naslednji mandat, kar sem razumel kot podporo stališčem, ki sem jih zagovarjal, in predlogom v DS.

Kot sem se zavezal v volilnem programu, sem v DS podpiral vse predloge, za katere sem ocenil, da je njihova realizacija koristna za ljudi in državo, ne glede, katera politična skupina jih je predlagala, in zavračal z argumenti predloge obeh strani, katerih namen ni bil dovolj jasen in ni bil v prid ljudstvu. Med posebne uspehe dejavnosti v DS si štejem, da je vodstvo sprejelo moj predlog, da DS na predlog organizacij civilne družbe prevzame organizacijo posvetov, na katerih bi se predstavila različna stališča in podatki o pomembnih družbenih in gospodarskih problemih in kjer bi lahko posamezniki soočali svoje argumente z nasprotniki in predstavniki vladnih struktur, državnih podjetij in družbenih organizacij. Velika opora tej dejavnosti so bile v začetku razprave in sklepi CIS, kasneje pa tudi pobude Slovenskega razvojnega sveta, ki je nastal na pobudo J. Goloba, kjer smo se po

zatonu CIS povezovali razumniki različnih strok in političnega prepričanja. Organizirano je bilo nekaj posvetov, npr. o sanaciji železarskih podjetij, o gradnji avtocest, o položaju in sanaciji celulozne in papirne industrije, o gradnji hidroelektrarn na reki Savi, o ciljih Raziskovalnega programa za obdobje 1995–2000 in o drugih temah. Za mnoge posvete sem pripravil uvodne nagovore oz. sestavke, ki so bili podlaga za javno razpravo in sklepe. Kasneje so se v prirejanje posvetov vključile še druge organizacije civilne družbe, zato so posveti še sedaj pomemben del programa dela DS.

Med gradivi, ki sem jih pripravil za razpravo in sklepe v DS, so bila izhodišča za različne državne programe, npr. za Strategijo gospodarskega razvoja 1995–2000 in Nacionalni raziskovalni program za isto obdobje, ocena sanacije Slovenskih železarn za obdobje 1993–1997, ocena programa gradnje avtocest za isto obdobje. DS je moje predloge obravnaval in sprejel ustrezne sklepe, ni pa jih hotel obravnavati DZ, čeprav se je pri obravnavi realizacije programa avtocest za leta 1993–1997 zgodilo marsikaj, npr. prekoračenje stroškov gradnje cestninskih postaj za 30-krat in stotine milijonov DM porabe denarja pod označbo »ostali stroški«. Na ti dve in druga vprašanja še danes ni bilo javnega odgovora od pristojnih. Na RTV in v časnikih ni bilo prostora za poročanje o delu DS, tudi ne o posvetih, čeprav je bilo tam povedano marsikaj, kar je napovedovalo sedanje probleme ljudi in države. Vplivnim posameznikom in njihovim prijateljem v medijih očitno niso bile všeč napovedi o posledicah dogajanja, ki je tedaj njim in njihovim podpornikom prinašalo materialne koristi. Za tretji mandat nisem več kandidiral, ker je v DS postopoma strankarski interes prevladal nad argumenti.

Po letu 1998 je prenehala aktivnost v CIS, ker smo člani ugotovili, da civilna družba brez podpore ene od močnejših strank nima možnosti, da bi javnost obveščala o svojem delu, o ocenah dogajanja, o predlogih za boljše delo politikov, ti pa niso sprejemali argumentov, ki jih niso ocenili kot podpora lastnemu interesu ali interesu svoje stranke, ne glede na pomen za blaginjo in varnost ljudi. CIS je izgubila tudi podporo SLS, čeprav je za stranko leta 1996 pripravila pomemben del programa, ki je dobil tedaj večjo podporo volivcev kot programi SLS pri volitvah v DZ prej in kasneje. V vrhovih večine strank je prevladalo prepričanje posameznikov, ki so zagovarjali stališče, da je vse doseženo že s tem, da so ljudje dobili svobodno izbiro pri volitvah, čeprav je bilo o vsebini in uresničevanju programa strank malo razprave in se nikdar ni ocenilo, kaj od obljubljenega je bilo tudi uresničeno. Napovedovali so tudi, da bo odprt trg postopoma vse uredil. To je verjetna razlaga, zakaj doslej še ni bilo pravih ocen realizacije ciljev strategij in programov, ki jih je Državni zbor sprejel na predlog vlade.

NAGRADE IN PRIZNANJA

1975: Zveza inženirjev in tehnikov Jugoslavije in izdajateljski svet revije Tehnika, plaketa ob 30-letnici izhajanja revije Tehnika

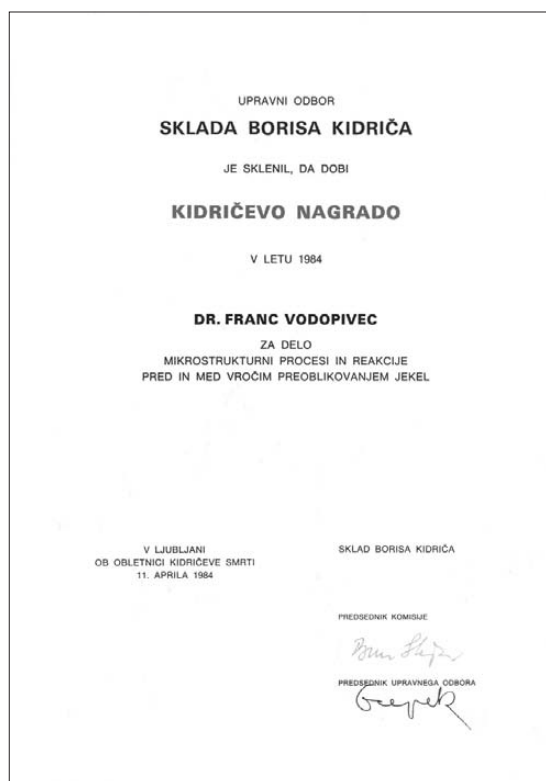
1977: Nagrada Sklada Borisa Kidriča (z M. Gabrovškom):

Analiza nekaterih fizikalno-metalurških zakonitosti v mikrolegiranih jeklih

1979: Zveza rudarskih, geoloških in metalurških inženirjev SR Slovenije, Zoisova plaketa za uspešno znanstveno in strokovno delo na področju montanističnih ved

1984: Kidričeva nagrada za tehniške vede:

Mikrostrukturni procesi in reakcije pred in med vročim preoblikovanjem jekel



Slika 10: Listina o podelitvi Kidričeve nagrade za tehniške vede, 1984



VLADA REPUBLIKE SLOVENIJE



Komisija Republike Slovenije
za nagrade in priznanja
je sklenila, da prejme v letu

2003
ZOISOVO
NAGRADO

za življenjsko delo
na področju metalurgije

PROFESOR DR.
FRANC VODOPIVEC



mag. Anton Rop
predsednik Vlade



akademikinja prof. dr. Alenka Šelih
predsednica komisije

Ljubljana, november 2003

Slika 11: Listina o podelitvi Zoisove nagrade za življenjsko delo, 2003

- 1985:** Zveza inženirjev in tehnikov Jugoslavije in izdajateljski svet revije Tehnika, diploma za najboljši objavljeni članek »Uključci MnS u čeliku, ponašanje u procesa vručeg valjanja traka i limova i utecaj na osobine konstrukcijskih čelika«
- 1987:** SOZD Slovenske železarne, medalja za dolgoletno znanstvenoraziskovalno delo in prispevek k napredku in ugledu Slovenskih železarn doma in v tujini
- 1989** Železarna Štore, medalja ob odprtju nove vroče profilne valjarne II
- 2001** Uredništvo revije Metalurgija (Metallurgy), priznanje za delo v uredniškem odboru
- 2003** Zoisova nagrada za **življenjsko delo na področju metalurgije**
- 2007** MD, priznanje za dolgoletno sodelovanje na tradicionalni dveletni mednarodni konferenci v Šibeniku o razvoju materialov in tehnologij ter aktivno članstvo v uredniškem odboru revije Metalurgija (Metallurgy)

Ob 70-letnici sem od inštituta, zaposlenih na inštitutu in vodstev nekaterih podjetij iz Holdinga SŽ, sedaj SIJ, d. d., prejel kot spominsko darilo dela slikarjev F. Slane, V. Toplaka, R. Tisnikarja in D. Plestenjak ter druga spominska darila. Ta darila sem razumel kot priznanje za raziskovalno delo za podjetja, za prizadevanje, da železarn ni odplavilo poosamosvojitveno dogajanje in da se v jeklarskih podjetjih ni nesprejemljivo razmahnila privatizacija, ki je izničila s trdom mnogih ustvarjeno družbeno lastnino. Pobudniki za ta spominska darila so bili M. Tasič, M. Jenko, L. Vehovar, S. Ažman in J. Jamar.

OBJAVE V PERIODIKI IN PREDSTAVITVE NA POSVETIH, SIMPOZIJIH IN KONFERENCAH

Avtorstvo in soavtorstvo od 1963 do maja 2011

- 134 del v slovenski in jugoslovanski znanstveni in strokovni periodiki,
- 103 dela v periodiki v drugih državah,
- 95 prispevkov na slovenskih in jugoslovanskih znanstvenih in strokovnih konferencah,
- 85 prispevkov na mednarodnih znanstvenih in strokovnih konferencah,
- 44 sestavkov, tiskanih v zbornikih nacionalnih in mednarodnih znanstvenih in strokovnih konferenc,
- 23 vabljenih in uvodnih predavanj na nacionalnih in mednarodnih strokovnih ter znanstvenih konferencah,
- več kot 150 poročil o raziskovalnih projektih in nalogah kot prvi avtor ali soavtor s sodelavci raznih strok z inštituta in iz podjetij,
- več deset ekspertiz o okvarah na delih industrijskih in energetskih naprav ter arbitražah o odgovornosti za nastalo škodo,
- okoli 100 sestavkov na teme raziskovalne, industrijske in tehnološke politike v dnevni in mesečni periodiki v Sloveniji,
- leta 2002 monografija: KOVINE IN ZLITINE: kristalna zgradba, mikrostruktura, procesi, sestava in lastnosti. V njej je na 444 straneh citirano 636 primarnih virov do konca leta 2001 in 41 sekundarnih virov; gradivo je obogateno z 279 slikami in grafikoni, kvantitativne odnose pa opisuje 168 enačb. V monografiji so vključeni tudi številni originalni dosežki iz raziskav in razvoja kovin in zlitin na Slovenskem, zato daje dober pregled količine in kakovosti raziskovalnega dela v Sloveniji na področju kovin in zlitin v obdobju od leta 1960 do leta 2001.
- F. Vodopivec: ILIJA MAMUZIĆ, inženjer, učitelj i istraživač; 400 strani, zal. Hrvatsko metalurško društvo, Zagreb, 2005.

OBJAVLJENA ZNANSTVENA IN STROKOVNA DELA

Slovenske in jugoslovanske revije

1. F. Vodopivec: Prispevek k poznavanju vpliva majhnih primesi arzena in fosforja na oksidacijo železa; Rudarsko-metalurški zbornik, (1963), 1, 21–38
2. F. Vodopivec: Odsumporovanje u početku površinske oksidacije železa legiranog sa 0,001 % radioaktivnog fosfora; Tehnika & Radioaktivni izotopi i zračenja, (1963), 4, 49–53
3. F. Vodopivec: O dveh pojavih, ki spremljata oksidacijo površine železa in njegovih zlitin; Rudarsko-metalurški zbornik, (1964), 1, 39–43
4. F. Vodopivec, L. Kosec: Diagrami obrobne kaljivosti štirih jekel za cementacijo; Rudarsko-metalurški zbornik, (1966), 607–615
5. F. Vodopivec, L. Kosec: O morfologiji interakcije med kovinsko površino in šibko oksidacijsko atmosfero pri visokih temperaturah, Rudarsko-metalurški zbornik (1968), 393–403
6. F. Vodopivec, J. Šinkovec, T. Lavrič in A. Urbanc: O sestavi karbidov v nekaterih jeklih, Železarski zbornik, 3 (1969), 15–31
7. F. Vodopivec, L. Kosec in A. Kveder: O morfologiji in topologiji nitridnih izločkov in o njihovem zaviralnem vplivu na rast avstenitnih zrn v jeklih, Rudarsko-metalurški zbornik, (1969), 1, 13–20
8. F. Vodopivec, J. Arh in A. Osojnik: Zveza med preblikovalnostjo in vsebnostjo aluminija in dušika, Železarski zbornik, 4 (1970), 265–269
9. F. Vodopivec in B. Ralič: Mikrostruktura dogajanja med žarjenjem jekla z 0,035 % C in 1,96 % Si v temperaturnem intervalu od 680 °C do 915 °C, Železarski zbornik, 8 (1974), 165–169
10. F. Vodopivec in B. Ralič: O spremembi v sestavi primarnih karbidnih zrn in izcej v jeklu za kroglične ležaje med homogenizacijskim žarjenjem, Železarski zbornik, 8 (1974), 217–222
11. F. Vodopivec, A. Mežnar in A. Kelvišar: O vplivu mikrostrukture na vlečno sposobnost maloogljičnega jekla, Železarski zbornik, 9 (1975), 81–88
12. F. Vodopivec: Raziskave tvorbe AlN in njegovega vpliva na deformacijsko sposobnost maloogljičnih jekel, Železarski zbornik, 11 (1977), 121–134
13. F. Vodopivec, S. Lenassi, A. Rodič, E. Štrucl, V Strahovnik in D. Kmetič: Raziskave intergranularne krhkosti jeklene litine, Železarski zbornik, 12 (1978), 109–118

14. F. Vodopivec, B. Koroušič, B. Ralič in J. Arh: O nastanku krogličastih in prozornih vključkov aluminijevega oksida v jeklih, *Železarski zbornik*, 13 (1979), 19–22
15. M. Kmetič, F. Vodopivec in M. Gabrovšek: Kinetika nastajanja ferita v mikrolegiranem jeklu, *Železarski zbornik*, 14 (1980), 39–47
16. A. Kveder, F. Vodopivec: Bor v mikrolegiranem konstrukcijskem jeklu, *Železarski zbornik*, 14 (1980), 49–56
17. M. Torkar in F. Vodopivec: O vplivu bakra in kositra na vročo krhkost litega konstrukcijskega jekla z 0,12 % C in 1,2 % Mn, *Železarski zbornik*, 15 (1981), 61–67
18. F. Vodopivec, M. Torkar: O strukturi in vroči krhkosti litega jekla jekla z 0,16 % C in dodatki aluminija, mangana, dušika in žvepla, *Železarski zbornik*, 15 (1981), 69–81
19. F. Vodopivec: Uključci MnS u čeliku. Ponašanje u procesu vročeg valjanja i uticaj na osobine konstrukcionih čelika, *Rudarstvo, metalurgija in geologija*, 33 (1982), 377–382
20. F. Vodopivec, L. Kosec, A. Rodič in J. Rodič: Uticaj parametara termičke obrade na žilavost i prelom čelika sa 0,4 % C, 5 % Cr, 1,3 % Mo i 0,4 % V za vruče alate: *Rudarstvo, geologija i metalurgija*, 35 (1984), 35–42
21. F. Vodopivec, M. Kmetič in A. Rodič: O zadrževanju rekristalizacije avstenita pri vročem valjanju cementacijskih jekel v več vtikih pri padajoči temperaturi, *Železarski zbornik*, 18 (1984), 9–16
22. D. Kmetič, F. Vodopivec in J. Žvokelj: Medlamelarna razdalja v poevtektoidnih jeklih, *Železarski zbornik*, 19 (1985), 93–98
23. M. Torkar, F. Vodopivec, B. Ralič, A. Rodič in J. Rodič: Raziskava mikroizcej v jeklu Utop Mo 2 s strjevalno mikrostrukturo, *Železarski zbornik*, 19 (1985), 89–91
24. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj in M. Grašič: O vroči preoblikovalnosti AlMnC zlitin, *Železarski zbornik*, 20 (1986), 61–68
25. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj in M. Grašič: Uticaj sekundarnog legiranja na spinodalnu transformaciju i magnetske osobine legure FeCrCo za permenetne magnete, *Rudarstvo, metalurgija i geologija*, 37 (1987), 975–979
26. F. Vodopivec in M. Gabrovšek: Meja plastičnosti konstrukcijskih jekel. Fizično-metalurške osnove, *Železarski zbornik*, 21 (1987), 19–28
27. F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik in O. Kürner: Rekristalizacija in rast zrn pri žarjenju hladno valjanega jekla z 0,03 C, 1,8 Si, 0,3 Mn in 0,3 Al, *Železarski zbornik*, 21 (1987), 29–37
28. F. Vodopivec, F. Grešovnik, F. Marinšek, M. Kmetič in O. Kürner: O teksturi valjanja, razogljivenja in rekristalizacije v jeklu z 0,03 C, 1,8 Si in 0,3 Al, *Železarski zbornik*, 21 (1987), 113–118

29. D. Kmetič, F. Gnamuš, F. Vodopivec in B. Ralič: Platiranje orodnih na konstrukcijska jekla, *Železarski zbornik*, 22 (1988), 127–137
30. F. Vodopivec, J. Žvokelj, D. Gnidovec, M. Pristavec in F. Grešovnik: O spindalni premeni v zlitinah železa s 5 do 24 % Co in 28 % Cr, *Železarski zbornik*, 23 (1989), 65–71
31. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Arzenšek, M. Torkar in B. Breskvar: Razvoj magnetne anizotropije v zlitini železa z 32 % Cr in 10,5 % Co, *Železarski zbornik*, 23 (1989), 73–78
32. F. Vodopivec, D. Gnidovec, D. Kmetič, A. Rodič in B. Breskvar: Mikrostruktura po vročem valjanju in duktilnost železove zlitine z 29 % Cr in 11 % Co, *Železarski zbornik*, 24 (1990), 91–97
33. D. Kmetič, B. Ule, F. Gnamuš, F. Vodopivec in B. Arzenšek: Vpliv vroče predelave na drobljenje karbidov in na lomno žilavost, *Železarski zbornik*, 24 (1990), 41–45
34. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar in L. Kosec: Vpliv vodika na lom jekla z veliko trdnostjo, *Rudarsko-metalurški zbornik*, 38 (1991), 403–420
35. M. Jenko, F. Vodopivec in B. Praček: Študij segregacij na površini neorientirane pločevine z metodo AES, *Železarski zbornik*, 25 (1991), 83–87
36. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar in L. Kosec: Faktor mejne intenzitete napetosti pri počasnem natezanju navodičenega jekla z visoko trdnostjo, *Železarski zbornik*, 25 (1991), 139–147
37. M. Jenko, F. Vodopivec in B. Praček: Raziskave segregacij na površini Fe–Sb–C–Sb zlitin z metodo AES, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 26 (1992), 201–204
38. F. Vodopivec: Microalloying of steels, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 26 (1992), 319–328
39. J. Vižintin in F. Vodopivec: Obraba jekla 100 Cr 6 pri majhnih oscilacijah, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 27 (1993), 185–190
40. G. G. Schlomchack, I. Mamuzič, F. Vodopivec: Model of deformation Nidus in the process of rolling, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 27 (1993), 295–299
41. M. Jenko, F. Vodopivec, M. Godec, D. Steiner, B. Praček in L. Kosec: AES karakterizacija površinske segregacije antimona na neorientirani elektropločevini, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 28 (1994), 153–157
42. M. Jenko, F. Vodopivec, M. Godec, D. Steiner - Petrovič, H. Viefhaus, M. Lucas, M. Milun, T. Valla: Surface activated recrystallisation on antimony alloyed non oriented electrical sheets, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 28 (1994), 561–565
43. F. Vodopivec, B. Ule, L. Vehovar, V. Vrbič: Macro and micromorphology of in service cracking and fracture of turbine blades, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 28 (1994), 571–577

44. G. G. Schlomchack, I. Mamuzič, F. Vodopivec: The role of contact friction and rheology in the deformation at plastometric tests of rheologically complex materials, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 28(1994), 579–582
45. G.,G. Schlomchack, I. Mamuzič, F. Vodopivec: Deformation anomalies of higher order during the plastic extrusion of rheologically complex materials, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 28 (1994), 583–587
46. F. Vodopivec: Mikrostruktura, duktilnost in spinodalno razmešanje v zlitinah Fe₂₈Cr_{10–16}Co, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 29 (1995), 31–36.
47. M. Jenko, F. Vodopivec in F. Marinšek: Površinsko aktivirana rast zrn v neorientiranih elektroplöčevinah, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 30 (1996), 431–438
48. D. Steiner - Petrovič, M. Jenko, F. Vodopivec in H. J. Grabke: Vpliv antimona na razogljíčenje zlitine Fe–Si–Al, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 31 (1997), 209–211
49. M. Godec. M. Jenko, F. Vodopivec: Sn influence on recrystallisation of non oriented electrical sheets, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 30 (1996), 539–543
50. D. A. Skobir, F. Vodopivec in B. Arzenšek: Vpliv toplotne obdelave na mikrostrukturo in trdoto jekla X20CrMoV 121, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 32 (1998), 177–180
51. J. Pezdirnik, J. Vižintin, F. Vodopivec: Temperature and frictional changes at the oscillatory sliding frictionally heated micro contacts, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 32 (1998), 305–308
52. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma, M. Lovrečič - Saražin: Investigations on yield stress and strain ageing of structural steels, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 32 (1998), 463–470
53. F. Vodopivec, B. Breskvar, J. Vojvodič - Tuma, D. Kmetič: Change on fracture mode in CVN toughness transition temperature range, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 33 (1999), 393–400
54. D. A. Skobir, F. Vodopivec, M. Jenko: Analiza karbidnih in nitridnih precipitátov v jeklu X20CrMoV 121 z visoko ločljivo spektroskopijo Augerovih elektronov, *Materiali in Tehnologije (Materials and Technologies)*, 34 (2000), 133–137
55. F. Vodopivec, B. Breskvar, J. Vojvodič - Tuma, S. Spaić, B. Markoli, D. A. Skobir: O deformacijskem staranju konstrukcijskih jekel, *Materiali in Tehnologije*, 36 (2002), 25–32
56. D. A. Skobir, F. Vodopivec, M. Jenko, L. Kosec, G. Dražič: Analiza precipitátov v jeklu X20CrMoV 121 z metodo HR AES, *Materiali in Tehnologije*, 36 (2002), 355–360
57. F. Vodopivec, B. Breskvar in M. Jenko: Inštitut za kovinske materiale in tehnologije – 50 let raziskovanja in razvoja, *Materiali in Tehnologije*, 37 (2003), 285–307

58. F. Vodopivec, B. Arzenšek, D. Kmetič, J. Vojvodič - Tuma: On the Charpy fracturing process, *Materiali in Tehnologije*, 37 (2003), 317–326
59. D. A. Skobir, F. Vodopivec, M. Jenko, S. Spajčić in B. Markoli: Vpliv popuščanja na fazno sestavo karbidnih izločkov v jeklu X20 CrMoV 121, *Materiali in Tehnologije*, 37 (2003), 353–358
60. F. Vodopivec, G. Kosec, S. Grbić, D. Kmetič: O premeni avstenita pri ohlajanju zvarov jekla Niomol 490 K, *Materiali in Tehnologije*, 38 (2004), 149–153
61. M. Golia, F. Vodopivec, I. Mamuzić: An investigation of the hot deformability of low alloyed steels using torsion tests, *Materiali in Tehnologije*, 38 (2004), 131–134
62. F. Vodopivec, D. Kmetič, J. Vojvodič - Tuma: Effect of operating temperature on microstructure and creep resistance of a 20CrMoV 121 steel; *Materiali in Tehnologije*, 38 (2004), 233–239
63. D. Kmetič, J. Horvat, F. Vodopivec: Metallographic examinations of roman republican weapons from the hoard from Grad near Šmihel, *Arheološki vestnik*, 55 (2004), 291–312
64. F. Vodopivec, B. Breskvar, J. Vojvodič - Tuma, S. Spaić, B. Markoli: On the change of notch toughness transition temperature of structural steels after strain ageing, *Materiali in Tehnologije*, 39 (2005), 143–148
65. F. Vodopivec, D. Kmetič, F. Tehovnik, J. Vojvodič - Tuma: Structural steels with micrometer grain size. A survey, *Materiali in Tehnologije*, 41 (2007), 111–117
66. S. Rešković, F. Vodopivec: An investigation of stretch reducing of welded tubes, *Materiali in Tehnologije*, 42 (2008), 257–262
67. G. Kosec, B. Arzenšek, J. Vojvodič - Tuma, F. Vodopivec: The brittle tensile fracture and cleavage strength of a structural steel with simulated weld affected microstructure, *Materiali in Tehnologije*, 43 (2009), 31–37
68. J. Vojvodič - Tuma, B. Šuštaršič, R. Celin, F. Vodopivec: The mechanical properties of two phases Fe-NiCrMo alloys at room temperature and at 290 °C after ageing in the temperature range 290–350 °C, *Materiali in Tehnologije*, 43 (2009), 179–187
69. S. Rešković, R. Križanić, F. Vodopivec: Numerical design of a hot-stretch-reducing process for welded tubes, *Materiali in Tehnologije*, 44 (2010), 243–250
70. G. Kosec, F. Vodopivec, A. Smolej, J. Vojvodič - Tuma, M. Jenko: Effect of 3 s reheating on Charpy notch toughness and hardness of martensite and lower bainite, *Materiali in Tehnologije*, 44 (2010), 349–350
71. F. Vodopivec, M. Jenko, R. Celin, B. Žužek, D. A. Skobir: Creep resistance of microstructure of welds of creep resistant steels, *Materiali in Tehnologije*, 45 (2011), 139–143

Revije, tiskane v drugih državah

1. F. Vodopivec et A. Kohn: Etude quantitative de l'enrichissement superficiel en arsenic au cours de l'oxydation dans un alliage de fer faiblement allié en cet élément, *Comptes Rendus de l'Académie de Sciences*, 253 (1961), 448–450
2. F. Vodopivec, A. Kohn, J. Bènard: Etude du comportement du phosphore au cours de l'oxydation des alliages de fer faiblement alliés en cet élément, *Comptes Rendus de l'Académie de Sciences*, 255 (1962), 296–298
3. F. Vodopivec: Autodiffusion des cations et des anions dans les oxydes et les sulphures métalliques simples, *Métaux-Corrosion-Industries*, 452 (1963), 159–170
4. F. Vodopivec, A. Kohn, J. Philibert, J. Manenc: Le comportement du phosphore et de l'arsenic présents en faibles quantités dans le fer pendant l'oxydation à chaud de ce métal, *Memoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie*, 60 (1963), 808–818
5. F. Vodopivec, L. Senčar, J. Hodnik: Etude de l'usinabilité des aciers de décolletage au moyen d'outils radioactifs, *Revue de Métallurgie*, 63 (1967), 407–413
Nemški prevod članka je objavljen v reviji *Radex Rundschau*, 6 (1966), 336–343
6. F. Vodopivec, L. Kosec: Sur l'oxydation superficielle d'un alliage de fer à 0.08 % de bore et sur la formation d'une porosité importante dans la pellicule d'oxyde, *Comptes Rendus de l'Académie de Sciences*, 262 (1966), 1124–1127
7. F. Vodopivec, L. Kosec: Etude de la décomposition d'une mince couche d'oxyde semitransparente formée sur un alliage de nickel, *Comptes Rendus de l'Académie de Sciences*, 265 (1967), 328–351
8. F. Vodopivec, L. Kosec: Über die Wechselfestigkeit und der Einfluss nicht-metallischer Einschlüsse auf das Dauerbruch von Einsatzstählen, *Härtereitechnische Mitteilungen*, 22 (1967), 166–173
9. S. Jurca, F. Vodopivec: Note on the Microhardness of Chromium Carbide, *International Journal of Powder Metallurgy*, 4 (1968), 65–66
10. F. Vodopivec, L. Kosec: Ursachen der Porigkeit von Oxydschichten auf Eisen, *Archiv Eisenhüttenwesen*, 40 (1969), 425–429
11. L. Kosec, F. Vodopivec, R. Tixier: Interaction du cuivre, de l'arsenic, de l'antimoine et de l'étain au cours de l'oxydation sélective des aciers doux, *Métaux-Corrosion-Industrie*, 525 (1969), 1–17
12. F. Vodopivec: Über die Oberflächen-Oxydation von Eisen mit geringer Phosphor, Bor, Arsen, Kupfer, Antimon, Zinn und Schwefelgehalten, *Radex-Rundschau*, 9 (1969), 639–649
13. A. Podgornik, F. Vodopivec: Versuch einer quantitativen Darstellung der Gefügeanordnung des Blei und des Wismut in der Legierung AlCu5PbBi, *Alluminium*, 46 (1970), 614–617

14. L. Kosec, F. Vodopivec: Metallographische Untersuchung der Ursache von Kurbenwellenbrüchen, *Praktische Metallographie*, 7 (1970), 205–210
15. F. Vodopivec: Auflösung ledeburitischer Carbide und Auscheidung von Korn-grenzencementit in Walzlager Stahl, *Archiv Eisenhüttenwesen*, 42 (1971), 283–286
16. F. Vodopivec, B. Ralič: Über die Beziehung zwischen Segregationen und Mikrostruktur des Kugelgraphit-Gusseisens, *Praktische Metallographie*, 9 (1972), 282–290
17. L. Kosec, J. Žvokelj, F. Vodopivec: Das fasrige Bruch, *Zeitschrift für Metallkunde*, 63 (1972), 29–32
18. F. Vodopivec: Influence of hot deformation of low carbon steel by rolling on precipitation of aluminium nitride, *Journal of the Iron and Steel Institute*, 210 (1972), 664–665
19. F. Vodopivec: Influence of hot torsional deformation of mild steels on precipitation of AlN from austenite, *Metals Technology*, 1 (1974), 151–152
20. F. Vodopivec, L. Kosec, R. Brifah, B. Wolf: Failure of steam turbine blades, *Practical Metallography*, 11 (1974), 742–746
21. F. Vodopivec, L. Kosec: Oberflächenoxydations Erscheinungen an Ni–Cr–C legierung in schwach oxydierende Atmosphäre, *Metall*, 28 (1974), 572–574
22. F. Vodopivec, L. Kosec: Wachstum von Aluminiumoxidkeimen auf Stahl, *Alluminium* 51 (1975), 291–392
23. F. Vodopivec: Dynamic recovery of austenite in low carbon steels and its relationship to the precipitation of AlN, *Journal of Materials Science*, 10 (1975), 1082–1085
24. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, B. Ralič: Solution of eutectic niobium carbide in mild steel, *Metals Science*, 9 (1975), 324–326
25. F. Vodopivec, M. Gabrovšek: Über die Austenit–Ferrit Umwandlung in Niob–Vanadium Stahl, *Härterei-Technische Mitteilungen*, 31 (1976), 183–187
26. F. Vodopivec, B. Ralič, M. Šimnic: Über Korrosionsschaden an Kesselrohrwänden wegen Schamotteverunreinigung, *Werstoffe und Corrosion*, 27 (1976), 874–878
27. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, M. Kmetič: Untersuchungen über den Einfluss von Verformung und Ausscheidungsglügen vor das Normalglühen auf das Mikrogefüge und die Härte von mikrolegierten Baustählen, *Härterei-Technische Mitteilungen*, 32 (1977), 284–291
28. F. Vodopivec: Influence of precipitation and precipitates of aluminium nitride on torsional deformability of low carbon steel, *Metals Technology*, 5 (1978), 118–121
29. F. Vodopivec, J. Arh, T. Lavrič, B. Ralič: Relation entre la teneur en soufre de différents aciers et l'anisotropie des propriétés mécaniques des feuillards laminés à chaud, *Revue de Métallurgie*, 75 (1978), 691–698

30. F. Vodopivec, M. Gabrovšek: Relative plasticity of manganese sulphide inclusions during the rolling of some industrial steels, *Metals Technology*, 7 (1980), 186–191
31. B. Koroušič, J. Arh, F. Vodopivec: Kontrolle von Sauerstoffgehalt in Austomatenstählen, *Radex Rundschau*, 2 (1978), 499–506
32. F. Vodopivec, S. Jurca, J. Žvokelj, F. Filipov, K. Kuzman: Vlijanja razmera zern austenita na mehaničeskije svojstva i razrušenje pokovok iz stali s 0,48 % C i 1,2 % Mn, *Ekspress Informacija Tehnologija i Oboruduvanje Kuznečno Štam-povogo Proizvodstva* 38 (1981), 177–182. Ruski prevod dela, ki je bilo predstavljeno na konferenci »Hot Working and Forming Processes«, Sheffield, 1980, Anglija
33. F. Vodopivec, M. Torkar: Solubilité du soufre dans l'austénite à la solidification et précipitation de sulfure au refroidissement dans un acier avec 0.16 C et 0.4 Si, *Mémoires et Etudes de la Revue de Métallurgie*, 79 (1982), 557–567
34. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, M. Kmetič, A. Rodič: Interpass recrystallisation of austenite in some steels during rolling, *Metals Technology*, 11 (1984), 481–488
35. F. Vodopivec, F. Marinšek: Recrystallised grains growth in 1.8 Si steel in temperature range 650–850 °C, *Steel Research*, 57 (1986), 531–534
36. F. Vodopivec, M. Torkar, M. Jakupovič: Intergranular precipitation of sulphide during the cooling of steel from solidification, *Materials Science and Technology*, 3 (1987), 372–377
37. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj, M. Grašič: Influence of microstructure on the deformability of AlMnC alloys, *Zeitschrift für Metallkunde*, 78 (1987), 426–430
38. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, J. Žvokelj: Effects of finish rolling temperature and carbon content on mechanical properties and anisotropy of 0.05–0.13 C steels, *Transaction of ISIJ (Iron and Steel Institute of Japan)*, 28 (1988), 117–124
39. F. Vodopivec, M. Torkar, M. Debeljak, D. Kmetič, F. Haller, F. Kaučič: Influence of aluminium on solidification structure and initial deformability of continous cast 0.14 C, 0.6 Mn, 0.25 Si and 0.0095 N steel, *Materials Science and Technology*, 4 (1988), 917–925
40. F. Vodopivec, M. Pristavec, J. Žvokelj, D. Gnidovec, F. Grešovnik: On the spinodal decomposition in iron alloys with 5,4 to 24 % Co, 28 % Cr and minor additions of other elements, *Zeitschrift für Metallkunde*, 79 (1988), 648–653
41. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Arzenšek, M. Torkar, B. Breskvar: Magnetic anisotropy in a 32 % Cr, 10.5 % Co iron alloy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 81 (1989), 369–373

42. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, J. Žvokelj, D. Kmetič: A laboratory simulation of the rolling of thin plates on a Steckel rolling mill, *Metallurgical Science and Technology*, 8 (1990), 102–116
43. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj, D. Kmetič, A. Rodič: Hot rolling microstructure and cold ductility in an Fe-29 %, Cr-11 % Co alloy, *Zeitschrift für Metallkunde*, 81 (1990), 877–883
44. F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik: The evolution of texture during the processing of a 1.88 Si, 0.3 Al non oriented electrical sheet, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 92 (1990), 125–128
45. B. Ule, F. Vodopivec, M. Pristavec, F. Grešovnik: Temper embrittlement of hot work die steel, *Materials Science and Technology*, 6 (1990), 1181–1185
46. F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, D. Gnidovec, M. Praček, M. Jenko: Effect of antimony on energy losses in not oriented 1.8 Si, 0.3 Al electrical sheet, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 97 (1991), 281–285
47. M. Torkar, F. Vodopivec: Mechanism of MnS intercrystalline precipitation, *Praktische Metallographie Sonderband*, 22 (1991), 463–449
48. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Breskvar: Microstructure, ductility and magnetic properties of an iron alloy with 12 %,Co and 10 % W for reed relays, *Vuoto*, 2 (1990), 509–522
49. F. Vodopivec, M. Jenko, F. Marinšek, F. Grešovnik: Texture and surface segregation on non oriented electrical sheets, *Vacuum*, 43 (1992), 497–500
50. F. Vodopivec: Rolling temperature and homogeneity of austenite grain size in 0.15 C-1Cr-Mn steels with additions of aluminium and niobium, *Metalurgija*, 31 (1992), 101–108
51. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček: AES studies of antimony segregation on the surface of a Fe-Si-C alloy, *Vacuum*, 43 (1992), 449–451
52. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček: Surface segregation of antimony in FeSi steel for grain oriented sheets, *Applied Surface Science*, 70/71 (1993), 118–122
53. M. Torkar, F. Vodopivec, S. Petovar: Analysis of segregations in an as cast X40CrMoV 51 steel, *Materials Science and Engineering A*, 173 (1993), 79–85
54. F. Vodopivec: Kinetics and topology of normal grain growth in a 0.02 C, 1.8 Si, 0.3 Al steel, *Metalurgija (Metallurgy)*, 33 (1993), 3–9
55. G. G. Schlomchack, I. Mamuzić, F. Vodopivec: Rheological similarity of metals and alloys, *Journal of Materials Processing Technology*, 40 (1994), 315–325
56. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar, J. Žvokelj, L. Kosec: Evaluation of threshold stress intensity in high strength hydrogen charged steel in slow rate tension tests: *Materials Science and Technology*, 9 (1993), 1009–1013
57. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, M. Godec, D Steiner: AES studies of antimony surface segregation in non oriented silicon steel, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 133 (1994), 229–232

58. F. Vodopivec, J. Žvokelj, B. Breskvar, D. Gnidovec, A. Rodič. M. Torkar: Microstructure and ductility of a Fe₂₈Cr₁₆Co alloy with additions of silicon, molybdenum, titanium and aluminium, *Zeitschrift für Metallkunde*, 85 (1994), 207–212
59. B. Šuštaršič, A. Rodič, M. Torkar, F. Vodopivec: Preparation of cobalt based powders by water atomisation, *Metalurgija (Metallurgy)*, 33 (1994), 147–150
60. F. Vodopivec, J. Žvokelj, B. Ule, B. Brekvar, F. Grešovnik: Microstructure and strain hardening in 12Co10W iron alloys, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 139 (1995), 197–203
61. I. Katavič, F. Vodopivec: Gefüge und Eigenschaften von weissen Chrom-Vanadium Gusseisen, *Giesserei Praxis*, (1993), 11/12, 221–224
62. M. Jenko, F. Vodopivec, H. J. Grabke, H. Viefhaus, B. Praček, M. Lucas, M. Godec: Orientation dependent segregation of antimony on non oriented electrical steel sheet, *Steel Research*, 65 (1994), 500–504
63. J. Lazinskaja, I. Mamuzić, L. Parillak, F. Vodopivec: Structure and properties of metals tubes produced centrifugally vacuum cast stainless steel billets, *Kovove Materialy*, 32 (1994), 515–521
64. M. Jenko, F. Vodopivec, H. Viefhaus, M. Milun, T. Valla, M. Godec, D. Steiner – Petrovič: Orientation dependent antimony segregation on FeSi alloy surfaces, *Fizika A*, 4 (1995), 91–98
65. B. Šuštaršič, M. Torkar, F. Vodopivec, L. Kosec: Characteristics of hot extruded PM high speed steels manufactured from water atomised powders, *Metalurgija (Metallurgy)*, 34 (1995), 91–99
66. D. Steiner – Petrovič, F. Vodopivec, M. Jenko: Recovery and grain growth in a 2 % Si, 0.3 % Al, 0.003 %C steel, *Journal de physique IV, Colloque C7*, 5 (1995), 255–258
67. M. Jenko, F. Vodopivec, H.,J. Grabke, H. Viefhaus, M. Godec, D. Steiner – Petrovič: Influence of antimony on the texture and properties of 2 % Si, 0.3 % Al steel for non oriented sheets, *Journal de physique IV, Colloque C7*, 5 (1995), 225–231
68. G. G. Schlomchack, I. Mamuzić, F. Vodopivec: Optical modeling of a non-stationary rolling process, *Materials Science and Technology*, 11 (1995), 312–316
69. F. Vodopivec, B. Breskvar: Microstructure, ductility and magnetic properties of hot rolled Fe₂₈Cr_{10–23}Co alloys, *Metalurgija (Metallurgy)*, 35 (1996), 199–205
70. F. Vodopivec, B. Breskvar: Influence of spinodal decomposition on magnetic properties of an Fe₂₈Cr₁₆Co alloy, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 152 (1996), 213–218

71. F. Vodopivec, J. Vižintin, B. Šuštaršič: Effect of fretting amplitude on the microstructure of an 1C–1.5Cr steel, *Materials Science and Technology*, 12 (1996), 355–360
72. G. G. Schlomchack, A. A. Millenin, I. Mamuzić, F. Vodopivec: A mathematical model for the formation of the plastic deformation zone by rolling of rheological complex metals and alloys, *Journal of Materials Processing Technology*, 58 (1996), 184–188
73. F. Vodopivec, B. Koroušič, M. Lovrečič, M. Torkar: Solubility of $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{S}$ in a 3 % Si steel within the temperature range 1100 to 1300 °C, *Steel Research*, 67 (1996), 67–72
74. F. Vodopivec: Steel, the material for the 21th century, *Metalurgija (Metallurgy)*, 35 (1996), 87–91
75. F. Vodopivec, M. Jenko, D. Steiner – Petrovič, B. Breskvar, F. Marinšek: Recovery, recrystallisation and grain growth in 0.03 C, 1.8 Si, 0.3 Al steels with and without addition of 0.052 % of antimony, *Steel Research*, 68 (1997), 80–86
76. F. Vodopivec, V. Vrbič, B. Ule, J. Žvokelj, L. Vehovar: Investigations of turbine blades cracked or fractured in service, *VGB Kraftwerks-Technik*, 4 (1997), 335–339
77. F. Vodopivec: Hot brittleness of aluminium killed structural steel with solidification structure, *Journal of Metallurgy*, 3 (1997), 9–16
78. J. Vojvodič - Gvardjančič, F. Vodopivec: Low temperature mechanical properties of some structural steels, *Metalurgija (Metallurgy)*, 36 (1997), 141–148
79. J. Pezdarnik, B. Podgornik, J. Vižintin, M. Kalin, F. Vodopivec: Three body contact temperature in fretting conditions, *Tribology Series*, 31 (1996), 257–270
80. J. Vižintin, M. Kalin, B. Podgornik, F. Vodopivec: The effect of slip amplitude and test time on fretting wear in metal–metal contact, *Tribotest*, 3 (1996), 149–165
81. B. Pukl, F. Vodopivec: The fretting behaviour of AlSi7Mg-T6, *Wear*, 212 (1997), 173–182
82. E. V. Binkjevich, I. Mamuzić, V.B. Shynkarenko, F. Vodopivec: Locking suppression techniques and their application to the FEM analysis of processes of deformation of thin walled objects, *Material Processing Technology*, 75 (1998), 27–32
83. B. Pukl, F. Vodopivec, V. Grubišič, M. Fajdiga: The influence of normal load and slip amplitude on fretting behaviour of AlSi7Mg, *Materialove inženierstvo*, 5 (1998), 52–59
84. F. Vodopivec, S. Reškovič, I. Mamuzić: Evaluation of substructure during the continuous rolling of a microalloyed strip, *Materials Science and Technology*, 15 (1999), 1293–1299

85. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma, M. Lovrečič - Saražin: On strain ageing of structural steels with yield stress 265 to 1000 MPa, *Metalurgija – Metallurgy*, 38 (1999), 127–135
86. D. A. Skobir, F. Vodopivec, L. Kosec: Kriechwiderstand des Chromstahles X20CrMoV 121 für Kraftwerksbau, *Metalurgija – Metallurgy*, 39 (2000), 227–230
87. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma, B. Breskvar, B. Arzenšek: Cracking and Fracture of Valve Shaft in the Secondary Steam Circuit of a Nuclear Power Plant, *Nuclear Engineering and Design*, 207 (2001), 223–230
88. D. Kmetič, J. Vojvodič - Tuma, F. Vodopivec: Investigations on tube fittings on steam headers of Steel X20CrMoV 121, *VGB Power Tech*, (2001), 6, 95–97
89. F. Vodopivec, B. Breskvar, B. Arzenšek, D. Kmetič, J. Vojvodič - Tuma: Change of fracture mode in Charpy toughness transition temperature range, *Materials Science and Technology*, 18 (2002), 68–72
90. D. A. Skobir, F. Vodopivec, L. Kosec, M. Jenko, J. Vojvodič - Tuma: Influence of precipitates size and distribution on room temperature mechanical properties and accelerated creep rate of a 20CrMoV121 steel, *Steel Research*, 75 (2004), 196–203
91. F. Vodopivec: Strain ageing of structural steels, *Metalurgija (Metallurgy)*, 43 (2004), 143–148
92. G. Schlomchack, I. Mamuzić, F. Vodopivec: Lead as rheological model for investigating hot rolling processes, *Transactions of the Technical University Košice*, 3 (1993), 331–335
93. D. A. Skobir, F. Vodopivec, M. Jenko, S. Spaić, B. Markoli: Effect of chemical and phase composition of M_xC_y precipitates in low chromium-molybdenum-vanadium steel, *Zeitschrift für Metallkunde*, 95 (2004), 1020–1024
94. V. V. Chygorynsky, I. Mamuzić, F. Vodopivec, I. V. Gordijenko: The influence of temperature factor on deformability of the plastic medium, *Metalurgija (Metallurgy)*, 45 (2006), 115–118
95. F. Vodopivec, M. Jenko, J. Vojvodič - Tuma: Stability of MC carbide particles size in creep resisting steels, *Metalurgija (Metallurgy)*, 45 (2006), 147–153
96. D. Steiner - Petrovič, M. Jenko, F. Vodopivec, M. Jeram, V. Prešern: The influence of copper on the microtexture of Fe-Si-Al alloys for non oriented sheets, *Metalurgija*, 46 (2007), 75–78
97. F. Vodopivec, B. Arzenšek, J. Vojvodič - Tuma, R. Celin: The Charpy fracturing process in ductile range, *Metalurgija (Metallurgy)*, 47 (2008), 173–179
98. J. Vojvodič - Tuma, B. Šuštaršič, F. Vodopivec: The effect of ageing temperature and time on the mechanical properties of FeNiCrMo alloys with different content of σ ferrite, *Nuclear Engineering and Design*, 238 (2008), 1511–1517

99. F. Vodopivec, B. Šuštaršič, J. Vojvodič - Tuma, G. Kosec: Charpy notch toughness and hardness of reheated martensite and lower bainite, *Metalurgija*, 49 (2010), 149–154
100. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma, M. Jenko, R. Celin, B. Šuštaršič: Dependence accelerated creep rate at 580 °C and room temperature yield stress for two creep resistant steels, *Steel Research Intern.*, 81 (2010), 1–5
101. F. Vodopivec, G. Kosec, A. Smolej, J. Vojvodič - Tuma, M. Jenko: Charpy notch toughness and cleavage strength of reheated martensite and lower bainite: *Structural Integrity and Life*, 10 (1910), 173–178
102. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma, B. Šuštaršič, R. Celin, M. Jenko: Dependence of accelerated creep rate on carbide particles distribution in martensite for a 0.18C11.5Cr0.29V steel, *Material Science and Technology*, 27 (2011), 937–942
103. F. Tehovnik, F. Vodopivec, R. Celin, B. Arzenšek, J. Gontarev: Effect of δ ferrite, lead and sulphur on hot workability of austenitic stainless steels with solidification structure, *Materials Science and Technology*, 24 (2011), 774–782

Dela z metodološko vsebino

Slovenija, Jugoslavija in druge države

1. F. Vodopivec: Primena radioaktivacije za kvantitativno ispitivanje obogačenja površine železa arzenom, *Tehnika – Radioaktivni izotopi i zračenja*, 2 (1963), 1–7
2. F. Vodopivec: O upotrebi autoradiografija za ispitivanje metala, *Tehnika – Radioaktivni izotopi i zračenja*, 3 (1964), 419–428
3. F. Vodopivec, L. Kosec: Ispitivanje metala u mikroskopu kod visokih temperatura, *Rudarstvo, geologija i metalurgija*, 16 (1965), 193–203
4. F. Vodopivec, L. Senčar, J. Hodnik: Odredjivanje habanja kod tokarenja čelika za automate pomoću radioaktivnih noževa, *Tehnika – Radioaktivni izotopi i zračenja*, 4 (1965), 181–187
5. F. Vodopivec, S. Bradeško, J. Megušar: K vprašanju velikosti avstenitnih zrn v jeklih, *Rudarsko-metalurški zbornik*, (1966), 311–321
6. F. Vodopivec: Ispitivanje rubne kaljivosti čelika za cementaciju, *Tehnika – Rudarstvo, geologija i metalurgija*, 18 (1967), 104–109
7. L. Kosec, F. Vodopivec, B. Bartelj: Mikroskopska določitev teksture v transformatorski pločevini: *Tehnika – Rudarstvo, geologija i metalurgija*, 18 (1967), 169–175
8. L. Kosec, F. Vodopivec: Neporušna metalografija, *Tehnika – Rudarstvo, geologija i metalurgija* (1968), 224–228
9. L. Kosec, F. Vodopivec: Uporaba metode mikrofraktografije, *Železarski zbornik*, 3 (1969), 1–14

10. F. Vodopivec: Nekateri primeri preiskav z elektronskim mikroanalizatorjem na Metalurškem inštitutu v Ljubljani, *Železarski zbornik*, 4 (1970), 153–165
11. F. Vodopivec: Sodobne metode metalografske preiskave in smeri njihovega razvoja, *Železarski zbornik*, 5 (1971), 1–10
12. F. Vodopivec: Elektronska mikroanaliza trdnih kovinskih in nekovinskih snovi, *Železarski zbornik*, 6 (1971), 115–126
13. F. Vodopivec, B. Ralič: Primeri ispitivanja nemetalnih vključaka u elektronskom mikroanalizatoru, *Metalurgija*, 10 (1971), 3–9
14. F. Vodopivec, B. Ralič: Einige praktische Erfahrungen mit der quantitativen Elektronen-Strahl-Mikroanalyse von Stählen, *Radex Rundschau*, (1975), 289–294
15. F. Vodopivec, M. Jakupovič: Značilnosti kvantitativne metalografske analize s sprego raster elektronskega mikroskopa in naprave za analizo slike, *Železarski zbornik*, 13 (1979), 69–76
16. F. Vodopivec: O poškodbah jekla v parovodih in metodah za njihovo opredelitev, *Železarski zbornik*, 24 (1990), 145–152
17. J. Vojvodič - Gvardjančič, F. Vodopivec: Določanje preostale življenjske dobe parovodov, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 29 (1995), 95–99

Dela z razvojno vsebino

Slovenija, Jugoslavija in druge države

1. F. Vodopivec: Interkristalna korozija nerjavne avstenitne litine, *Livarski vestnik*, 6 (1959), 137–140
2. F. Vodopivec: Zanimivi primeri strukturnih napak pri temprani litini, *Livarski vestnik*, 6 (1959), 69–72
3. F. Vodopivec, J. Megušar: O vplivu vsebnosti neoksidiranega aluminija in dušika na velikost avstenitnih zrn v jeklih, *Rudarsko-metalurški zbornik*, (1964), 297–305
4. F. Vodopivec, M. Renčelj, C. Rekar, R. Brifah: Nerdjajuči čelik tipa 18/8 iz domačeg feronikla, *Rudarstvo, geologija i metalurgija*, 16 (1965), 217–223
5. F. Vodopivec: Termomehanična predelava jekla, *Železarski zbornik*, 3 (1969), 207–219
6. J. Arh, F. Vodopivec: Zveza med preoblikovalnostjo maloogljičnih jekel in vsebnostjo aluminija in dušika, *Železarski zbornik*, 4 (1970), 259–264
7. F. Vodopivec, B. Ralič: Nekateri pripombe k identifikaciji in sestavi nekovinskih vključkov v jeklih, *Železarski zbornik*, 6 (1972), 215–229
8. F. Vodopivec, B. Ralič: Evolucija sestave nekovinskih vključkov med taljenjem jekla Č.1730 v elektropeči, *Železarski zbornik*, 8 (1974), 111–118

9. F. Vodopivec, J. Arh, B. Ralič: O obliki in sestavi nekovinskih vključkov v jeklih za trakove, *Železarski zbornik*, 9 (1975), 167–179
10. F. Vodopivec, A. Kelvišar, A. Mežnar: Primerjalni preizkusi vlečenja jeklene žice, s katere je bila škaja odstranjena z luženjem in s peskanjem, *Železarski zbornik*, 11 (1977), 85–101
11. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, I. Rak, B. Ralič, J. Žvokelj: Raziskave vpliva sulfidnih vključkov na lastnosti jeklenih plošč v smeri debeline, *Železarski zbornik*, 12 (1978), 1–16
12. M. Torkar, F. Vodopivec, J. Arh: Vpliv oligoelementov na preoblikovalno sposobnost površine litega jekla, *Železarski zbornik*, 13 (1979), 161–170
13. F. Vodopivec, M. Gabrovšek: Raziskave relativne plastičnosti vključkov manganovega sulfida pri vročem valjanju nekaterih konstrukcijskih jekel, *Železarski zbornik*, 14 (1980), 73–90
14. F. Vodopivec, F. Vizjak, S. Senčič, G. Manojlovič, D. Gnidovec: Afinacija kontinuirno ulitega cementacijskega jekla Č.4320 z niobijem in vanadijem I, *Železarski zbornik*, 15 (1981), 203–211
15. F. Vizjak, F. Vodopivec, D. Gnidovec, S. Senčič, G. Manojlovič: Afinacija kontinuirno ulitega cementacijskega jekla Č.4320 z niobijem in z vanadijem II, *Železarski zbornik*, 15 (1981), 237–245
16. F. Vodopivec, J. Žvokelj, S. Jurca, F. Filipov, K. Kuzman: Ojnice s perlitno mikrostrukturo za avtomobilski motor, *Železarski zbornik*, 15 (1981), 247–256
17. F. Vodopivec, A. Rodič, J. Rodič: Vpliv režima vročega valjanja jekla vrste Č.4320 na homogenost mikrostrukture in velikost zrn, *Železarski zbornik*, 16 (1982), 111–121
18. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, J. Žvokelj: Mikrostruktura in lastnosti nekaterih jekel v odvisnosti od temperature valjanja, *Železarski zbornik*, 17 (1983), 17–32
19. M. Torkar, F. Vodopivec: Vpliv Mn, S in Al na kristalizacijo jeklene litine, *Livarski vestnik*, 31 (1984), 23–28
20. F. Vodopivec, D. Gnidovec, M. Torkar, J. Žvokelj, M. Grašič: Mikrostrukturne karakteristike AlMnC legura, permanentnih magnetov brez feromagnetnih metalov, *Rudarstvo, geologija i metalurgija*, 36 (1985), 295–299
21. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, J. Žvokelj: Evolucija mikrostrukture mehkih jekel med valjanjem, *Železarski zbornik*, 20 (1986), 51–60
22. F. Vodopivec, O. Kürner, A. Lagoja, F. Grešovnik, A. Rodič, S. Senčič, F. Vizjak: O razvojnih možnostih jekla in nekaterih posebnih zlitin ter postopkih za njihovo izdelavo, predelavo in plemenitjenje, *Železarski zbornik*, 22 (1987), 93–98
23. F. Vodopivec, M. Torkar, N. Smajič: Raziskava vpliva aluminija in dušika na strjevalno strukturo in začetno plastičnost konti litih gredic, *Železarski zbornik*, 23 (1989), 7–16

24. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, D. Kmetič, J. Žvokelj: Poiskus kontroliranega valjanja tanke pločevine na reverzirnem kvarto stroju, *Železarski zbornik*, 23 (1989), 97–105
25. F. Vodopivec, F. Marinšek: Primerjava klasično in konti ulitih jekel za neorientirane elektropločevine, *Železarski zbornik*, 23 (1989), 145–153
26. B. Ule, F. Vodopivec, M. Pristavec, F. Grešovnik: Popustna krhkost utopnega jekla za delo v vročem s 5 % kroma, *Železarski zbornik*, 24 (1990), 35–40
27. M. Torkar, F. Vodopivec, F. Kaučič, F. Haller: Vpliv bakra in kositra na lastnosti vzmetnega jekla, *Železarski zbornik*, 24 (1990), 61–67
28. B. Šuštaršič, M. Torkar, F. Vodopivec: Izdelava prahov na osnovi kobalta z vodno atomizacijo, *Rudarsko-metalurški zbornik*, 38 (1991), 515–525
29. I. Rak, V. Gliha, F. Vodopivec, M. Tavčar: Vpliv varilne tehnologije in izbire dodatnega materiala na lomne lastnosti EPP zvarnega spoja na maloogljicnem finoiznatem jeklu, *Železarski zbornik*, 25 (1991), 117–125
30. F. Vodopivec, D. Gnidovec, M. Torkar, B. Breskvar: Raziskava mikrostrukture in magnetnih lastnosti v zlitini FeCrCo s povišanim kobaltom, *Informacije MIDEM*, 22 (1992), 3–8
31. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj, B. Breskvar, M. Torkar: Mikrostruktura, duktilnost in magnetne lastnosti zlitine Fe₁₂Co₁₀W, *Informacije MIDEM*, 22 (1992), 89–94
32. D. Hanjže, F. Vodopivec, M. Jenko: Rast rekristaliziranih zrn v zlitini Fe in Si, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 26 (1992), 147–150
33. B. Drogenik, F. Vodopivec, M. Jenko: Rast rekristaliziranih zrn v zlitini železa in silicija, mikrolegirani s selenom in kositrom, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 26 (1992), 151–155
34. B. Šuštaršič, M. Torkar, M. Jenko, B. Breskvar, F. Vodopivec: Procesi atomizacije kovinskih gradiv in konsolidacija prahov II, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 26 (1992), 209–214
35. S. Sirk, F. Vodopivec: Duktilnost zlitine Ravnal z nazivno sestavo 22,5 % Cr, 5 % Al in do 0,1 % C, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 27 (1993), 83–87
36. B. Šuštaršič, M. Torkar, M. Jenko, B. Breskvar, V. Leskovšek, F. Vodopivec, A. Rodič: Procesi atomizacije kovinskih gradiv in konsolidacija kovinskih prahov III, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 27 (1993), 123–127
37. F. Vodopivec: Jeklo po letu 2000, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 28 (1994), 45–52
38. F. Vodopivec: Magnetic properties, spinodal decomposition and cold deformation of FeCrCo alloys, *Informacije MIDEM*, 24 (1995), 262–266
39. F. Vodopivec, B. Breskvar, B. Koroušič, I. Banič: Steels and aluminium alloys, engineering and ecological evaluation, *Metalurgija – Metallurgy*, 37 (1998), 75–80
40. A. Preloščan, F. Vodopivec, I. Mamuzić: Fine grained structural steels with controlled hot rolling, *Materiali in Tehnologije*, 36 (2002), 25–32

Dela z ekspertno vsebino

Slovenija, Jugoslavija in druge države

1. F. Vodopivec, B. Wolf: O nekaterih poškodbah na visokotlačnem parnem kotlu, Rudarsko-metalurški zbornik, (1968), 249–250
2. F. Vodopivec: Metalurška preiskava poškodbah na palicah elektromotorja velike moči, Strojniški vestnik, (1975), 63–65
3. F. Vodopivec, L. Kosec: Trdnostna in metalurška analiza poškodb na membranskih stenah visokotlačnega parnega kotla, Strojniški vestnik, (1976), 131–138
4. F. Vodopivec: Razprava o zlomu lopatic Kaplanonovega turbinskega gonilnika, Strojniški vestnik, (1979), 12–15
5. F. Vodopivec, B. Ralič, B. Dobovišek: Poškodbe na ceveh visokotlačnega parnega kotla zaradi kombiniranega vpliva mehanske in termične obremenitve, Strojniški vestnik, (1985), 6–11

Konference, kongresi, posveti

Slovenija in Jugoslavija

1. F. Vodopivec: Kinetika i mehanizam obogačenja površine kod površinske oksidacije čvrstog željeza legiranog sa malom količinom arzena, Oligoelementi, plinovi i nemetalni uključci u čeliku, Zenica, junij 1963
2. F. Vodopivec, L. Kosec, R. Brifah, B. Wolf: Preiskava vzrokov poškodb na lopaticah parne turbine, VII. savetovanje proizvodnog mašinstva, Novi Sad, maj 1971
3. F. Vodopivec, M. Gabrovšek: Izotermna premena avstenita v mikrolegiranih jeklih, XVI. posvetovanje metalurgov, Portorož, oktober 1974
4. F. Vodopivec, F. Šmid, B. Ralič: Korozijske poškodbe in nekovinski vključki na površini aluminijeve livne litine, II. jugoslovanski simpozij o aluminiju, Radenci, april 1974
5. F. Vodopivec: Neki primeri primene elektronske mikroanalize na Metalurškom institutu u Ljubljani, Savetovanje po primeni elektronske mikroanalize u geologiji, rudarstvu i metalurgiji, Beograd, april 1974
6. F. Vodopivec: O upotrebi elektronske mikroanalize za istraživanja u metalurgiji, Beograd, 1974, predavanje na vabilo Srbskog hemijskog društva
7. F. Vodopivec: O vplivu Al nitrida in njegovega nastajanja na deformacijsko sposobnost maloogljčnih jekel, XVIII. posvetovanje metalurgov, Ljubljana, marec 1975
8. F. Vodopivec, B. Ralič: Mikrostrukturalna dogajanja med žarjenjem jekla z 0,035 % C in 1,96 % Si v temperaturnem intervalu med 680 in 915 °C, II. kolokvij »Savremene metode ispitivanja metala«, Zenica, april 1975

9. F. Vodopivec, B. Ralič: Nekatero praktične izkušnje pri elektronski kvantitativni mikroanalizi jekel, II. Kolokvij »Savremene metode ispitivanja metala«, Zenica, 1975, april
10. F. Vodopivec, B. Ralič, J. Arh: O obliki in sestavi nekovinskih vključkov v jeklih za trakove, XX. posvetovanje metalurgov, Portorož, oktober 1975
11. F. Vodopivec: Nekatero značilnosti elektronskega mikroanalizatorja in izkušnje pri delu z njim, uvodno sekcijsko predavanje, VI. jugoslovansko posvetovanje iz splošne in uporabne spektroskopije, Bled, oktober 1976
12. F. Vodopivec, A. Kelvišar, A. Mežnar: Primerjalni preizkusi hladnega vlečenja jeklene žice s peskano in z luženo površino, XXII. metalurško posvetovanje, Portorož, oktober 1976
13. F. Vodopivec, S. Lenassi, A. Rodič, E. Strucl, V. Strahovnik: Raziskave intergranularne krhkosti jeklene litine, V. kongres ljevača Jugoslavije, Split, maj 1977
14. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, I. Rak, B. Ralič, J. Žvokelj: Raziskave vpliva sulfidnih vključkov, mikrostrukture in homogenosti na lastnosti jeklenih plošč v smeri debeline, XXIII. metalurško posvetovanje, Portorož, oktober 1977
15. F. Vodopivec, M. Gabrovšek: Istraživanja rastvaranja i precipitacije Nb karbonitrida u malougljičnom Mn-C čeliku in njegovog uticaja na transformaciju i relristalizaciju austenita, uvodno sekcijsko predavanje, I. jugoslovanski simpozij o metalurgiji, Beograd, januar 1978
16. F. Vodopivec, M. Jakupović: Nekatero značilnosti kvantitativne metalografije z avtomatično analizo slike, XXIV. metalurško posvetovanje, Portorož, oktober 1978
17. F. Vodopivec: Istraživanja relativne plastičnosti uključaka manganovog sulfida kod vrućeg valjanje nekih konstrukcionih čelika, V. savetovanje valjaoničara Jugoslavije, Ravne, april 1979
18. F. Vodopivec: Ojnice s perlitno mikrostrukturom za avtomobilski motro, XXVI. metalurško posvetovanje, Portorož, oktober 1979
19. M. Kmetič, F. Vodopivec, K. Hribar: Perlitna transformacija v srednje in velikoogljčnih jeklih za hladno vlečenje, XXVI. metalurško posvetovanje, Portorož, oktober 1979
20. F. Vizjak, F. Vodopivec: Afinacija kristalnih zrn z Nb pri kontinuirnem litju jekla Č.4320, XXVII. metalurško posvetovanje, Portorož, oktober 1977
21. F. Vodopivec: Uključci MnS u čeliku. Ponašanje u procesu vrućeg valjanja traka i limova i uticaj na osobine konstrukcionih limova, Savjetovanje o naučnim i tehničko-tehnološkim istraživanjima u geologiji, rudarstvu i metalurgiji, Naum, april 1980
22. F. Vodopivec: Moderne metode istraživanja specialnih čelika, Ravne, november 1980

23. M. Torkar, F. Vodopivec: Kristalizacija jekla, topnost žvepla pri strjevanju in nastajanje sulfidnih vključkov s precipitacijo v trdnem, XXIX. jesensko posvetovanje metalurgije in livarstva Slovenije, Portorož, oktober 1981
24. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, F. Vizjak, A. Rodič, J. Rodič: Uticaj temperature valjanja na mikrostrukturu nekih konstrukcionih čelika, VI. savetovanje valajoničara Jugoslavije, Smederevo, oktober 1981
25. M. Kmetič, F. Vodopivec: Uticaj temperature valjanja i izotermne z transformacije na formiranje perlita, VI. savetovanje valjaoničara Jugoslavije, Smerederevo, oktober 1981
26. F. Vodopivec: Elektronska mikroanaliza u metalurškim istraživanjima u Jugoslaviji, pregledno predavanje, Medjunarodni seminar o spektroskopiji, Beograd, december 1981
27. D. Kmetič, F. Vodopivec, B. Ralič: Porazdelitev legirnih elementov v prehodni coni zvarov, YUSEM, Kranjska Gora, maj 1983
28. F. Vodopivec: Elektronska mikroanaliza, metodološke značilnosti in primeri uporabe, Seminar Sodobne smeri v atomski spektroskopiji, Ljubljana, marec 1982
29. M. Torkar, F. Vodopivec: Vpliv mangana na topnost žvepla kristalizaciji jekla z 0.15 C in 0.4 Si, VI. kongres livaca Jugoslavije, Budva, maj 1982
30. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj, M. Torkar, B. Arzenšek: O mikrostrukturi in vroči deformabilnosti AlMnC-zlitin za permanentne magnete, XIX. jugoslovanski simpozij o elektronskih sestavnih delih in materialih, Ljubljana, 1983, Zbornik 130–138
31. F. Vodopivec, D. Gnidovec, J. Žvokelj, M. Torkar: Mikrostruktura in preoblikovalnost zlitin FeCrCo za permanentne magnete, XIX. jugoslovanski simpozij o elektronskih sestavnih delih in materialih, Ljubljana, april 1983
32. F. Vodopivec, B. Ralič, M. Torkar, M. Jakupovič: Primer kvantitativne elektronske mikroanalize v področju med 20 in 100 ppm – Topnost žvepla v avstenitu pri strjevanju, 4. jugoslovanski simpozij za elektronsko mikroskopijo, Kranska Gora, maj 1983
33. F. Vodopivec, L. Kosec, A. Rodič, J. Rodič: Uticaj termičke obrade na žilavost i prelom čelika sa 0.4 C, 5 Cr, 1.3 Mo i 0,4 V za vruče alate, Justom 83 – III. jugoslovanski simpozij o termičkoj obradi i metalnim materialima, Novi Sad, 1983, Zbornik, 197–206
34. T. Lavrič, F. Vodopivec: Ispitivanje uključaka aluminija i kalcija u specialnim čelicima, III. jugoslovanski simpozij o metalurgiji, Beograd, januar 1984, Zbornik, 609–612
35. F. Vodopivec, M. Kmetič, A. Rodič: Prosesi med vročim valjanjem konstrukcijskih jekel, Posvet o metalurgiji in kovinskih građivih, Portorož, september 1984,

36. F. Vodopivec: Promene u mikrostrukturi konstrukcionih čelika u zavisnosti od temperature valjanja, III. jugoslovanski kongres o metalurgiji, Beograd, januar 1984, uvodno sekcijsko predavanje, Zbornik 163–172
37. F. Vodopivec, J. Žvokelj, M. Jakupovič: Osobine i prelom kontrolirano iskovanih ojnica za avtomobilski motor, III. jugoslovanski kongres o metalurgiji, Beograd, januar 1984, Zbornik 721–724
38. F. Vodopivec, M. Kmetič, A. Rodič: O rekristalizaciji austenita kod vrućeg valjanja čelika u više prolaza, Medjunarodni simpozij o plastičnosti i otporu deformaciji metala, Igalo, april 1984, Zbornik 177–185
39. F. Vodopivec, M. Gabrovšek, D. Kmetič, J. Žvokelj: Evolucija mikrostrukture med valjanjem mehkih jekel, 35. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1985, Zbornik, 15–16
40. F. Vodopivec, D. Gnidovec, M. Alič, M. Grašič: Raziskave zlitin FeCrCo za trajne magnete, 35. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1985, Zbornik, 77–79
41. F. Vodopivec: Znanstvena in tehnološka politika za 90. leta, SAZU Ljubljana, december 1986, Zbornik, 678–686
42. M. Torkar, F. Kaučič, F. Vodopivec, F. Haler: Uticaj bakra, kalaja in nikla na početnu plastičnost i mehaničke osobine opružnog čelika, VI. međunarodni simpozijum o plastičnosti i otporu deformaciji metala, Hercegnovi, april 1986, Zbornik 386–395
43. F. Vodopivec, D. Gnidovec, M. Grašič, J. Žvokelj: O vručoj deformabilnosti AlMnC-legura za permanentne magnete: Medjunarodni simpozij o plastičnosti i otporu deformaciji metala, Hercegnovi, april 1986, Zbornik 130–138
44. F. Vodopivec: O nastanku in morfologiji δ ferita in vroćih razpok v zvarih nerjavnega jekla vrste 18/8, Strokovno posvetovanje Dodajni materiali Železarne Jesenice, Bled, april 1987, Zbornik, 70–75, vabljeno predavanje
45. F. Vodopivec: Elektronska mikroanaliza u području malih koncentracija, 5. jugoslovenski simpozij iz elektronske mikroanalize, Plitvice, maj 1986, Zbornik 23–29, vabljeno uvodno sekcijsko predavanje
46. F. Vodopivec: Mikromorfologija preloma i mikrostruktura čelika, Međunarodna škola mehanike loma Perspektive razvoja i primene mehanike loma, Dubrovnik, 1986, Zbornik 9.1–9.12, vabljeno predavanje
47. F. Vodopivec, M. Torkar, N. Smajič: Utical aluminija na strukturu skrućivanja u čeliku sa 0,14 C, 0,6 Mn, 0,25 Si, 0,0095 N i 0,004 do 0,076 Al, IV. jugoslavanski simpozij o metalurgiji, Beograd, januar 1988, Zbornik 444–449
48. F. Vodopivec, M. Torkar, M. Kmetič, M. Debelak, F. Haller, F. Kaučič: Vpliv aluminija na strjevalno strukturo, začetno duktilnost in na površinske napake na izvaljanem jeklu, 38. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1987, Zbornik 115–128

49. F. Vodopivec: Projektovanje metalnih materiala, Konferencija Strategija naučno tehnološkega razvoja u geologiji, rudarstvu i metalurgiji Jugoslavije, Opatija, oktober 1988, Zbornik 177–190, vabljeni predavanja
50. F. Vodopivec, M. Torkar, F. Marinšek, F. Grešovnik, M. Praček: Vpliv antimona na vatne izgube v dinamo pločevini z 1.6 Si in 0.3 Al, 39. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1988, Zbornik 151–161
51. J. Žvokelj, D. Kmetič, F. Vodopivec: Uticaj temperature na osobine čelika X20CrMoV121 za kotlovske cevi, IV. jugoslavnski simpozij o metalurgiji, Beograd, januar 1988, Zbornik 468–471
52. M. Torkar, F. Vodopivec, J. Žvokelj: Rekristalizacija legure Nimonic 80 A po hladnoj deformaciji, VI. međunarodni simpozijum o plastičnosti i otporu deformaciji metala, Hercegnovi, april 1989, Zbornik 160–170
53. D. Kmetič, B. Ule, F. Vodopivec, B. Arzenšek: Uticaj vruće prerade na karbide, IV. međunarodni simpozijum o plastičnosti i otporu deformaciji metala, Hercegnovi, april 1989, Zbornik 280–291
54. F. Vodopivec: Savremeni metali, Tehnologija i razvoj, Beograd, junij 1989, Zbornik 547–555, Zal. Naučna knjiga Beograd, vabljeni predavanja
55. D. Kmetič, F. Vodopivec: Evolucija mikrostrukture čelika za kontrolirano kovanje, IV. međunarodni simpozijum o plastičnosti i otporu deformaciji metala, Hercegnovi, april 1989, Zbornik 160–170
56. M. Torkar, F. Vodopivec: Vpliv oligoelementov na začetno plastičnost jekla Č.4320, VII. savetovanje valjaoničara, Mavrovo, maj 1985, Zbornik, 62–69
57. D. Gnidovec, F. Vodopivec, S. Pantič: Razvoj magnetne zlitine vrste Remil 3 za hermetične releje, MIDEM – XXV. jugoslovanski simpozij o elektronskih sestavnih delih in materialih – SD 89, Ljubljana, april 1989, Zbornik 266–272
58. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Arzenšek, B. Breskvar: Vpliv plastične deformacije na anizotropijo v zlitini železa s 30 % Cr in 10.5 % Co, MIDEM – XXV. jugoslovanski simpozij o elektronskih sestavnih delih in materialih – SD 89, Ljubljana, april 1989, Zbornik 273–280
59. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Breskvar, F. Grešovnik: Mikrostruktura, duktilnost in magnetne lastnosti železove zlitine z 12 % Co in 10 % W za hermetične releje, XI. jugoslovanski vakuumski kongres, Gozd Martuljek, april 1990, Zbornik Bilten Juvak 24, 434–440
60. D. Oblak, F. Vodopivec: Kontrola velikosti avstenitnih zrn v cementacijskih jeklih legiranih z nikljem, 41. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1990, Zbornik 59–66
61. F. Vodopivec, M. Kmetič, A. Rodič, J. Žvokelj: Mikrostruktura po vročem valjanju in hladna duktilnost železove zlitine z 29 % Cr in 11 % Co, IX. posvetovanje valjarjev SZČM Jugoslavije, Celje, maj 1990, Zbornik 53–60

62. M. Torkar, F. Vodopivec, B. Glogovac, D. Finžgar: Škajanje jekla med ogrevanjem v valjarniških pečeh, IX. posvetovanje valjarjev SZČM Jugoslavije, Celje, maj 1990, Zbornik: 505–516
63. G. Manojlovič, F. Vodopivec: Osvajanje jekla za perlitno kovanje v utopih, 41. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1990, Zbornik 181–192
64. F. Vodopivec, V. Prešern: Restrukturiranje jeklarske proizvodnje v Sloveniji, 42. posvetovanje metalurgov, Ljubljana, april 1991, plenarno predavanje, objavljeno v reviji Gospodarski vestnik, 5. sept. 1991
65. F. Vodopivec: Raztopnost (FeMn)S v jeklu s 3 % Si v razponu temperature 1100 do 1300 °C. VII. simpozij Spektroskopija v teoriji in v praksi, Bled, april 1991
66. F. Vodopivec: Klasične tehnologije, urbanizem, raziskovanje, 12. Sedlarjevo srečanje, Postojna, maj 1992, Zbornik 54–56
67. J. Žvokelj, D. Kmetič, F. Vodopivec, L. Vehovar: Raziskava degradacije mehanskih lastnosti materialov v termoenergetskih napravah, 43. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1992
68. S. Sirk, F. Vodopivec: Duktilnost zlitine Ravnal 2 z nazivno sestavo 22 % Cr, 5 % Al in 0,1 % C, 43. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1992
69. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Breskvar, M. Torkar: Raziskave zlitine vrste Remil 1 s povišanim kobaltom, 43. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1992
70. F. Vodopivec: Topologija rasti rekristaliziranih zrn v jeklu z 1,8 % Si, 0,3 % Al in 0,02 % C v razponu temperature od 700 do 800 °C, 43. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1992
71. M. Jenko, F. Vodopivec, A. Osojnik, F. Grešovnik, B. Praček: Vpliv tankih plasti aktivnih elementov na teksturo rekristaliziranih silicijevih elektropločevin, 43. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1992
72. J. Vižintin, F. Vodopivec: Obraba jekla 100 Cr 6 pri majhnih oscilacijskih gibanjih, 43. posvet o metalurgiji in kovinskih gradivih, Portorož, oktober 1992
73. F. Vodopivec: Prihodnost jekla kot gradiva. 1. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1993, vabljen predavanje
74. B. Šuštaršič, F. Vodopivec, L. Kosec: Lastnosti PM hitroreznih jekel, izdelanih s postopkom vroče ekstruzije, 1. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1993
75. J. Vižintin, M. Anželj, F. Vodopivec: Vpliv reže in amplitude na poškodbe točkovnega dotika, 1. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1993
76. M. Godec, M. Jenko, M. Lovrečič, F. Vodopivec, L. Kosec: Osnove določevanja teksture v polikristalnih materialih s poudarkom na metodi jedkalnih figur, 1. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1993

77. E. Bricelj, V. Marinković, F. Vodopivec: Nastajanje izločkov v mikrolegiranih jeklih, 1. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1993
78. D. Steiner, M. Jenko, F. Vodopivec, L. Kosec, M. Godec: Rast rekristaliziranih zrn v razogljčenem jeklu z 1,8 % Si in 0,3 % Al, 1. posvetovanje o materialih, Portorož, 3. Slovenska konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1995, plenarno predavanje
79. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, M. Godec, L. Kosec: AES karakterizacija površinske segregacije Sb v zlitini Fe-Si, 1. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1993.
80. D. Kmetič, F. Vodopivec, B. Arzenšek, J. Žvokelj: Poškodbe parovodnih cevi zaradi lezenja, 2. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1994
81. J. Vojvodič – Gvardjančič, F. Vodopivec: Določanje preostale življenjske dobe parovodov, 2. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1994
82. F. Vodopivec, B. Breskvar, Z. Lengar, A. Rodič: Razvoj ulivanja palic Limag 500, 2. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1994
83. M. Jenko, F. Vodopivec, M. Godec, D. Steiner – Petrovič: Površinsko aktivirana rekristalizacije neorientirane elektropločevine, 2. posvetovanje o materialih, Portorož, oktober 1994
84. F. Vodopivec: Perspektive proizvodnje kovinskih materialov, 46. posvetovanje metalurgov, Ljubljana, marec 1995, vabljeno predavanje
85. F. Vodopivec: Raziskovalna politika, 3. slovenska konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1995, plenarno predavanje
86. F. Vodopivec, J. Vižintin: Temperatura in temperarurni gradient med fretting preizkusom 1 % C- 1.5 % Cr jekla, 3. slovenska konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1995, vabljeno predavanje
87. D. Kmetič, F. Vodopivec, B. Arzenšek, J. Lenart: Degradacija pregrevnika pare zaradi žvepla v dimnih plinih, 3. slovenska konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1995
88. F. Vodopivec: Pionirsko obdobje elektronske mikroanalize v Sloveniji, 5. konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1997
89. F. Vodopivec: Bilanca sanacije Slovenskih železarn v obdobju 1993–1997, 6. konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1998, vabljeno predavanje
90. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma: Raziskave meje plastičnosti in deformacijskega staranja konstrukcijskih jekel, 6. konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1998, vabljeno predavanje
91. D. A. Skobir, F. Vodopivec: Kinetika rasti karbidnih zrn pri temperaturah 650 in 800 °C v jeklu z 0,19 % C, 12 % Cr in dodatki molibdena in vanadija, 6. konferenca o materialih in tehnologijah, Portorož, oktober 1998

92. F. Vodopivec: Pomen in vloga kovinskih materialov v slovenski industriji, plenarno zasedanja ob 80-letnici študija rudarstva in metalurgije na Univerzi v Ljubljani, marec 1999, vabljeni predavanje
93. F. Vodopivec: Production and RD of wear resisting metallic materials in Slovenija, Slotrib 2000, Ljubljana, julij 2000
94. F. Vodopivec: Kako do večje vloge raziskovanja v rasti države, Strategija razvoja znanstvene in raziskovalne dejavnosti v Sloveniji, SAZU, Ljubljana, marec 2000, Zbornik 67–72
95. F. Vodopivec, J. Vižintin: O vlogi in pomenu državne univerze v Sloveniji: Razvoj visokega šolstva v Sloveniji, SAZU, Ljubljana, november 2001, Zbornik 245–250

Mednarodne konference

1. F. Vodopivec, L. Kosec, R. Tixier: Interaction du cuivre, de l'arsenic, de l'antimoine et de l'étain au cours de l'oxydation sélective des aciers doux, 2^{ème} Colloque sur les oligoéléments, Portorož, junij 1967
2. F. Vodopivec, J. Arh, T. Lavrič, B. Ralič: Relation entre la teneur in soufre dans différents aciers et l'anisotropie des propriétés mécaniques des feuillards laminés à chaud, Journées d'automne da la Société Française de Métallurgie, Pariz, oktober 1977
3. F. Vodopivec: Some applications of electron microprobe analysis in the Institute of Metallurgy Ljubljana, The first International Synposim on applied Methods of local Analysis, Beograd, februar 1978, vabljeni predavanje
4. F. Vodopivec: Sur la résolution et la reproductivité d'anylyses quantitatives métallographiques au moyen d'un microanalyseur d'images branché au microscope électronique de balayage, International symposium »Quantitative metallograpy«, Firence, november 1978
5. M. Kmetič, F. Vodopivec, M. Gabrovšek: Metallographische bestimmung der Kinetics der Ferritbildung im Stahl mit 0.18 % C, 1.45 % Mn and 0.04 % Nb, X Hüttemännische Materialsprüfer Tagung, Balatonliga, maj 1979
6. Vodopivec: Izučeniye virabotki KK provoloki, »Issledovanije i razrabotka visokoproizvoditel'njih metodov nanesenja pokritij na list, provoloku i lentu, Moskva, februar 1979
7. F. Vodopivec, M. Torkar: On the solidification structure and hot brittleness of as cast 0.16 C steel with aluminium, nitrogen, manganese and sulphur additions, III International Conference on Residuals in Iron and Steel, Ljubljana, maj 1980
8. M. Torkar, F. Vodopivec: Influence of copper and tin addition on the hot deformability of as cast 0.16 C 1.2 Mn steel; III International Conference on residuals in Iron and Steel; Ljubljana, september 1980

9. F. Vodopivec, S. Jurca, J. Žvokelj, F. Filipov, K. Kuzman: Influence of austenite grain size on mechanical properties and fracture of a forged steel with 0.48 % C and 1.2 % Mn; Hot working and forming processes, Sheffield, september 1980, Proceedings, 222–227, The metals Society, London
10. F. Vodopivec, M. Torkar: Mechanism of the beneficial influence of manganese on the hot brittleness caused by sulphur; 20^{èmes} Journées des aciers spéciaux, Mons, maj 1981
11. F. Vodopivec, A. Rodič, J. Rodič: On the influence of rolling temperature on AlN precipitation and austenite grain size in 0.16 C –1.2 Mn–1 Cr steels with different Al/N ratio; Advances in the physical metallurgy and application of steels; University of Liverpool, september 1981
12. M. Torkar, F. Vodopivec: REM Untersuchungen der MnS Ausscheidung in Stahl; Fortschritte in der Metallographie, 6. Internationala metallographie Tagung, Leoben, oktober 1982
13. D. Kmetič, F. Vodopivec: The formation of pearlite in hot worked steel; Fortschritte in der Metallographie, 6. International Metallographie Tagung, Leoben, oktober 1982
14. J. Rodič, A. Rodič, F. Vodopivec: Contribution to the fracture mechanism and morphology in CrMoV tool steels; 4th European C.F. Conference, Leoben, oktober 1982
15. L. Kosec, F. Kosel, F. Vodopivec: Nucleation and growth of thermal fatigue cracks in a chemically unhomogeneous tool steel; 4th European C. F. Conference, Leoben, oktober 1982
16. F. Vodopivec, J. Žvokelj, A. Rodič, J. Rodič: Einfluss der Walztemperatur auf die Mikrogefüge und Eigenschaften des Chrom-Mangans Einsatzstahles; Valzovanie na černi in cvetni metalli, Sofia, september 1983
17. M. Torkar, F. Vodopivec: Einfluss des Kupfers, des Zinnes und Nickels auf die Warmsprödigkeit von Stahl mit Erstarrungsstruktur; Valzovanie na černi in cvetni metalli, Sofia, september 1983
18. F. Vodopivec: Some applications of EPMA in metallurgy; »Microbeam, methods and applications«, University of Belgrade, maj 1983, Zbornik 279–298, vabljeno predavanje
19. F. Vodopivec: Some applications of electron probe microanalysis in the Institute of metallurgy, Ljubljana; University of Belgrade, maj 1983, Zbornik 307–320, vabljeno predavanje
20. F. Vodopivec, D. Kmetič, F. Vizjak, G. Manojlovič, F. Haller: Influence of rolling temperature on microstructure and properties of a 0.14 C, 1 Mn, 0.85 Cr case hardening steel: 2nd International Conference on Steel Rolling: Düsseldorf, september 1984,
21. A. Gogala, F. Vodopivec: The role of crater formation in OAS of steel; 7th Czechoslovak Spektroscopic Conference and VIII CANAS, Češke Budjevice, maj 1984

22. B. Ule, F. Vodopivec, A. Rodič: Temper embrittlement of tool steel; XII Hüttemännische Materialprüfersstagung, Balatonlioga, april 1984
23. F. Vodopivec, A. Žvokelj: Properties and fracture of automotive connecting rods. A comparison of standard and controlled forged light dies forgings; »Life Assessment of Dynamically Loaded Materials and Structures« Proceedings of the 5th European Conference on Fracture, Lizbona, september 1984
24. F. Žvokelj, F. Vodopivec: Influence of austenite on low cycle fatigue of a 9 % Ni steel; 2nd International Conference« Fatigue and Fatigue thresholds, Birmingham, september 1984
25. D. Kmetič, F. Vodopivec, F. Marinšek: On the microstructure of hot rolled 2 % Si steel; XII Hüttemännische Materialprüfungstagung, Balatonlioga, april 1984
26. F. Vodopivec, M. Torkar: Intergranular precipitation of MnS at the cooling of steel; 4th International Conference »Residuals and trace Elements in Iron and Steel«, Portorož, oktober 1985
27. D. Kmetič, M. Jakupovič, F. Vodopivec: Fracture process in pearlite steel: Hungarian–Austrian Joint Conference on Electron Microscopy, Balatonlioga, april 1985
28. M. Torkar, F. Vodopivec, A. Rodič: Electron microprobe analysis of Cr, Mo and V segregations in X40CrMoV51 steel; Hungarian-Austrian joint conference on electron microscopy, Balatonlioga, april 1985
29. F. Vodopivec: AlMnC permanent magnets without ferromagnetic metals; Colloquium on Secondary Metallurgy, Outokumpu, Finska, avgust 1984
30. B. Ule, F. Vodopivec, L. Kosec: The effect of microstructure on the susceptibility to delayed fracture of high strength steels: 9th Congress of Materials testing, Budapest, oktober 1986, Proceedings, 358–368
31. F. Vodopivec, B. Ralič, J. Žvokelj: Fracture of overheater tubes involving creep and sulfidisation of steel; The 6th European Conference on Fracture, Amsterdam, junij 1986
32. F. Vodopivec, M. Torkar, M. Kmetič, M. Debelak, F. Haller, F. Kaučič: Vpljanje količestva aluminija na strukturo zatverdevanija, na prvonačalniju plastičnost i poverhnostije defekti na katanoj stali; Novie tehnologiskije processi v črnoj metalurgiji; Dobra (ČSR), maj 1988, Zbornik ČSVTS, 74–79
33. J. Žvokelj, F. Vodopivec, D. Kmetič: Examens métallurgiques sur tubes en acier X20CrMoV 121 endommagés en long service; 27^{èmes} Journées des aciers spéciaux-matériaux utilisés pour la production de l'énergie, Saint Etienne, maj 1988, Proceedings, 19.1–19.9
34. M. Torkar, F. Vodopivec, B. Glogovac: Stereological analysis of the microstructure of Nimonic alloys: XIII Hüttemännische Materialprüfersstagung, Balatonlioga, april 1988

35. B. Ule, F. Vodopivec: Determination of hydrogen induced cracking of high strength steel with Hahn–Rosenfield correlation; : XIII Hüttemännische Materialprüferstagung, Balatonlioga, april 1988
36. B. Ule, F. Vodopivec, L. Kosec: The influence of microstructure on the hydrogen induced cracking susceptibility of high strength steel; 7th European Conference on Fracture, Budapest, april 1988, Proceedings 918–926
37. F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Breskvar, F. Grešovnik: Microstructure, ductility and magnetic properties of an iron alloy with 12 % Co and 10 % W for reed relays; European vacuum conference EVC 2, Trst, september 1990
38. M. Torkar, F. Vodopivec, N. Smajič: Sur l'influence de la teneurs en alluminium sur la deformabilité à chaud d' un acier avec 0.14 % C et 0.009 % N avec structure de solidification: Colloque International Influence of oligoéléments sur les caractéristiques de mise en oeuvre et d'emploi des aciers et des matériaux métalliques; Saint Etienne, april 1990, Proceedings 13.1–13.7
39. F. Vodopivec, F. Marinšek, F. Grešovnik, D. Gnidovec, M. Jenko: Sur l'effect de l'antimoine sur les pertes d'énergie dans la tôle magnétique non orientée en acier avec 1.8 % Si et 0.3 % Al; Colloque International« Influence of oligo-éléments sur les caractéristiques de mise en oeuvre et d'emploi des aciers et des matériaux métalliques; Saint Etienne, april 1990, Proceedings 15.1–15.11
40. F. Vodopivec: Sur l'effect des oligoéléments sur les propriétés des aciers; 9^{èmes} Journées des aciers spéciaux, Colloque international« Influence of oligo-éléments sur les caractéristiques de mise en oeuvre et d'emploi des aciers et des matériaux métalliques; Saint Etienne, april 1990, uvodno predavanje
41. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar: The application of slow rate tension tests for the quantitative evaluation of hydrogen induced cracking susceptibility of high strength steels; EGF 8 »Fracture Behaviour and Desingn of Materials and Structures«, Torino, oktober 1990, Proceedings, 461–468
42. M. Torkar, F. Vodopivec: Mechanism of MnS precipitation; 8. Metallographie Tagung, Montanuniversität Leoben, oktober 1990
43. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar: Quantitative evaluation of hydrogen embrittlement with slow rate tension test; New Materials and Technologies, Praha, marec 1991, Izvleček 12–13
44. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar: Utilisation du critère de deformation critique de rupture pour l'évaluation de la fragilisation d'aciers à résistance élevée due a l'hydrogène; 30^{èmes} Journées des aciers spéciaux, Lyon, november 1991
45. M. Torkar, B. Šuštaršič, F. Vodopivec: Water atomisation of a Ni superalloy; New Materials and Technologies, Praga, marec 1991, Proceedings 132–136
46. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček: Surface segregation of antimony on Fe-Si-Sb-C alloys; New Materials and Technologies, Praga, marec 1991, Abstracts 103

47. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar: Advantages of slow rate tension tests for the evaluation of hydrogen embrittlement of high strength steels; 14. Conference on Materials Testing in Metallurgy, Balatonliga, maj 1991, Abstracts 91
48. J. Žvokelj, F. Vodopivec, D. Kmetič: Investigations of steels tubes failed in long service; 14. Conference on Materials Testing in Metallurgy, Balatonliga, maj 1991, Abstracts 108
49. B. Šuštaršič, M. Torkar, F. Vodopivec: Herstellung von wasser verdüsten Cobals-Basis-Metallpulver: Hauptversammlung der DG Metallkunde, Gradec, maj 1991, Abstracts, 197
50. M. Torkar, B. Šuštaršič, F. Vodopivec: Die Eigenschaften wasserverdünster Pulver aus einer Superlegierung; Hauptversammlung der DG Metallkunde, Gradec, maj 1991, Abstracts 198
51. F. Vodopivec, M. Jenko, B. Praček: Texture and surface composition of non oriented electrical sheets; 3rd. European Vacuum Conference, Dunaj, september 1991
52. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček: Segregation on Fe-Si-Sb-C alloy; 3rd European Vacuum Conference, Dunaj, september 1991
53. J. Vižintin, F. Vodopivec: Mechanism of failure resistance of TiN coatings; MPT 91 »JSME International Conference on Motion and Power Transmission«, Hiroshima, november 1991, Proceedings 1066–1071
54. F. Vodopivec, B. Ule, J. Žvokelj, L. Vehovar, V. Vrbič: Corrosion and morphology of in service cracks on low pressure turbine blades; 4th International Conference on Structural Failure, Product Liability and Technical Insurance, Dunaj, julij 1992
55. B. Ule, F. Vodopivec, J. Žvokelj: The application of variable rate tension tests for the quantitative evaluation of hydrogen induced cracking susceptibility of high strength steels; 4th International Conference on Structural Failure, Product Liability and Technical Insurance, Dunaj, julij 1992
56. V. Prešeren, F. Vodopivec, G. Manojlovič, H. Ploštajner: Technological possibilities of producing high quality clean steel for controlled forging; International conference »Clean steel 4«, Balatonszeplak, junij 1992, Proceedings 159–165
57. B. Ule, F. Vodopivec, L. Vehovar, J. Žvokelj: Threshold stress intensity factor at variable strain rate tension of high strength hydrogen charged steel; The processing, properties and application of metallic and ceramic materials, Birmingham, oktober 1992, Proceedings 805–810
58. F. Vodopivec, B. Ule, J. Žvokelj, L. Vehovar, V. Vrbič: Investigation of turbine blades cracked or fractured in service, ESIS Technical Committee I, Elastoplastic Fracture Mechanics, Pariz, maj 1993
59. M. Jenko, F. Vodopivec, B. Praček, M. Godec, D. Steiner: AES studies of antimony surface segregation on non oriented silicon steel; Soft Magnetic Materials Conference, Benetke, september 1993

60. M. Jenko, F. Vodopivec, M. Praček, M. Godec, D. Steiner: Segregation of antimony in steel for non oriented electrical sheets; Euromat 94, Balatoncseplak, junij 1994, Proceedings 575–578
61. D. Kmetič, F. Vodopivec, J. Žvokelj, B. Arzenšek, J. Bajželj: Investigations of damage on high pressure steam boiler tubes; Euromat 94, Balatoncseplak, junij 1994, Proceedings 587–591
62. M. Jenko, F. Vodopivec, H. J. Grabke, H. Viehhaus, M. Godec, D. Steiner – Petrovič: Influence of antimony on the texture and the properties of 2 % Si-0.3 % Al steel for non oriented sheets; 2nd International Conference on ultrahigh purity base metals, Saint Etienne, junij 1995
63. D. Steiner - Petrovič, F. Vodopivec, M. Jenko: Recovery and grain growth in a 2.5 Si-0.3 % Al-0.3 % C steel for non oriented sheets; 2nd International Conference on ultrahigh purity base metals, Saint Etienne, junij 1995
64. M. Jenko, F. Vodopivec, M. Godec, D. Steiner – Petrovič, H. J. Grabke, H. Viehhaus, M. Milun, T. Valla: The segregation behaviour of FeSi₂Sb_{0.05} alloy; 13th International Vacuum Congress and 9th International Conference on Solid Surfaces, Yokohama, september 1998, Abstracts 198
65. M. Jenko, F. Vodopivec, H. J. Grabke, B. Praček: AES characterisation of solute elements Sb, C, Si, P, Al and Si in a Fe-1.8 % Si alloy: EVC 4 Upsala, junij 1994
66. Kmetič, J. Gnamuš, V Leskovšek, F. Vodopivec: Technology for the manufacturing of cutting tools by plating and high temperature brazing; Symposium of Croatian Metallurgist, Zagreb, februar 1994
67. D. Kmetič, B. Arzenšek, F. Vodopivec: Evaluation of microstructure modifications by the replika method; IX Symposium on Metallography, Stara Lesna (Slovaška), april 1995, Proceedings 433–436
68. D. Steiner - Petrovič, M. Jenko, F. Vodopivec: The influence of grain growth in non oriented electrical sheets; IX Symposium on Metallography, Stara Lesna (Slovaška), april 1995, Proceedings, 493–496
69. F. Vodopivec: Experience in the preparation and implementation of RD projects for metal industries in Slovenia; Forum Bled, december 1996, Proceedings 113–118
70. F. Vodopivec: Steel, the material for the 21th century; SHM 96 Symposium of Croatian Metallurgists, Split, junij 1996
71. F. Vodopivec, J. Vižintin: Evolution of microstructure of a 1 % C 1.5 % Cr steel by fretting test; Slotrib 96, Gozd Martuljek (Slovenija), november 1996, Proceedings 67–75
72. B. Pukl, F. Vodopivec, V. Grubišič, M. Fajdiga: The influence of normal load and slip amplitude on fretting behaviour of a AlSi7Mg-T6 alloy; 14th Symposium Danubia-Adria on experimental methods in mechanics, Poreč (Hrvaška), oktober 1997

73. S. Reškovič, F. Vodopivec, I. Mamuzič, V. Novosel – Radović: Ispitivanje sub-strukturnih promena čelika metodom rentgenske difrakcije; Matets 97, Rovinj (Hrvaška), september 1997, Proceedings 289–294
74. J. Pezdarnik, B. Podgornik, J. Vižintin, M. Kalin, F. Vodopivec: Three body contact temperature in fretting conditions, 22th Leeds-Lyon Symposium on tribology, Lyon, september 1995
75. B. Hertl, F. Vodopivec, L. Kosec: Production of rapidly solidified Al–Si powder by water atomisation and its structure, SHM 96, Split, junij 1996, Abstracts Metalurgija, 1996, 119
76. F. Vodopivec, B. Breskvar, B. Koroušič, Steels and aluminium alloys, engineering and ecological evaluation; SHM 98 »State and development of metal plastic processing«, Šibenik, junij 1998, plenarno predavanje
77. J. Vojvodič - Tuma, F. Vodopivec: Shaft fracture in the main isolation valve of a steam pipeline; SMI 99, 3rd International Exhibition and Conference on plant maintenance, Bologna, februar 1999
78. S. Reškovič, F. Vodopivec, V. Novosel – Radović, I. Mamuzič: The influence of hot plastic deformation on crystal lattice distortions of a thermomechanically treated microalloyed steel; 5th International Conference on production engineering CIM 99, Opatija, junij 1999
79. S. Reškovič, F. Vodopivec, L. Parillak, I. Mamuzič: Niobium influence on microalloyed steels torsion; CIM 99 5th International Conference on production engineering, Opatija, junij 1999, Proceedings v059–v067
80. F. Vodopivec, L. Kosec, B. Breskvar: Properties and Fracture of structural steels in transition temperature range; SHMD 2000 Materials and Metallurgy, Opatija, junij 2000
81. F. Vodopivec: Investigations on alloys and their properties. A survey. SHMD 2002, Šibenik, Hrvatska, junij 2002
82. F. Vodopivec, J. Vojvodič - Tuma: The Charpy behaviour of structural steels with different microstructure; Mechanical properties of advanced engineering materials; Proceedings, Mie University press, Kitajka, 2001, 187–200
83. D. Kmetič, J. Vojvodič - Tuma, F. Vodopivec: Investigations of tube fittings on steam collectors from steel X20CrMoV 121; VGB–ESKOM International Materials Conference, Pretoria, september 2000
84. F. Vodopivec: Review of lectures in the section Materials; SHMD 2006, Šibenik, maj 2006, Proceedings Metalurgija, 45 (2006), 191–194
85. J. Vojvodič - Tuma, R. Celin, D. Kmetič, F. Vodopivec: Investigation of the effect of carbide precipitates density on the Resistance of Welds to Accelerated Secondary Creep: I. A. Shubli, S. R. Holsworth »Creep & Fracture in High Temperature Components« DEStech Publications Inc., Lancaster, Pen., ZDA, 2009, 262–271

86. F. Vodopivec, B. Šuštaršič, J. Vojvodič - Tuma, G. Kosec: Charpy notch toughness and hardness of reheated martensite and lower bainite; Fracture and Fracture Toughness, Beograd, november 2009

Sestavki o raziskovalnih, tehnoloških in industrijskih vprašanjih, objavljeni v dnevnikih in mesečnikih (izbor)

1. F. Vodopivec: Raziskovalna politika s stališča tehnologije, Teorija in praksa, 24 (1987), 661–666
2. F. Vodopivec: Odmev na sekcijsko razpravo na mladinskem festivalu v Celju, Železar, 17. december 1987. Sestavka nista hotela objaviti Delo in Mladina.
3. F. Vodopivec: Kvaliteta dela odloča o našem položaju v skupnosti narodov, Delo – Znanje za razvoj, 15. junij 1988
4. F. Vodopivec: Ali bo republiški inštitut pospešil prenos znanja, Delo – Znanje za razvoj, 29. marec 1989
5. F. Vodopivec: Le reorganizacija ne bo spremenila stanja, Delo – Znanje za razvoj, 10. maj 1989
6. F. Vodopivec: Tudi osnovne raziskave naj imajo določene cilje, Delo – Znanje za razvoj, 6. november 1989
7. F. Vodopivec: Usklajeni različni raziskovalni interesi, Delo – Znanje za razvoj, 2. februar 1990
8. F. Vodopivec: Kdaj prelom v raziskavah, Delo – Znanje za razvoj, 11. julij 1990
9. F. Vodopivec: Je cilj le objava v ugledni reviji ali (tudi) aplikacija, Delo – Znanje za razvoj, 11. julij 1990
10. F. Vodopivec: Sporno je predvsem število ljudi, ki sedijo v pisarnah, Delo – Znanje za razvoj, 25. julij 1990
11. F. Vodopivec: Prvi v Jugoslaviji, zadnji v Evropi, Železar, 9. september 1990
12. F. Vodopivec: Pogum in iznajdljivost, Delo – Znanje za razvoj, 9. januar 1991
13. F. Vodopivec: Ni več časa, da bi si privoščili razvojne napake, Delo – Znanje za razvoj, februar 1990
14. F. Vodopivec: Bomo kar molčali, Delo – Znanje za razvoj, 20. februar 1991
15. F. Vodopivec: Preusmeritev se je že začela, Delo – Znanje za razvoj, 15. maj 1991
16. F. Vodopivec: Strategija oživljanja gospodarstva oz. razvoja – da ali ne, Gospodarski vestnik, 9. maj 1991, 45
17. F. Vodopivec: Kako poceni do več doktoratov, Delo – Znanje za razvoj, 29. maj 1991
18. F. Vodopivec: K razpravi o nacionalnem raziskovalnem programu, Slovenec, 16 september 1991
19. F. Vodopivec: Tehnologija le zaradi lepšega, Delo – Znanje za razvoj, 16. september 1991

20. F. Vodopivec: Podpora le za mentorsko in inštrumentalno bazo, Delo – Znanje za razvoj, 27. november 1991
21. F. Vodopivec: Čas za prenovu univerze, Slovenec, 19. december 1991
22. T. Banovec in F. Vodopivec: Znanje in inženirji, Nova proizvodnja, 3 (1991), 135–139
23. F. Vodopivec: Devizne rezerve v nogavicah, Slovenec, 29. september 1991
24. F. Vodopivec: Črni časi metalurgije, Dnevnik, 15. avgust 1991
25. F. Vodopivec: Proizvodnja in predelava jekla v Sloveniji – sanacija ali ne, Slovenec, 13. februar 1992
26. F. Vodopivec: Kaj s tovarno glinice in aluminija (TGA), Slovenec, 13. januar 1992
27. F. Vodopivec: Kaj s TGA Kridričevo, Delo, 7. januar 1992
28. F. Vodopivec: Važno razvojno vprašanje, Slovenec, 26. november 1991
29. F. Vodopivec, V. Prešern: Obotavljanje pri sanaciji povzročča škodo, Gospodarski vestnik, 5. november 1991
30. F. Vodopivec: Še o večjem deležu, ki ga zahteva slovensko gospodarstvo za svoje raziskovalne programe, Gospodarski vestnik, 24. januar 1991
31. F. Vodopivec: Neupravičene kritike na račun slovenske vlade. Potrebujemo načrtno gospodarstvo, Slovenec, 5. februar 1992
32. F. Vodopivec: Uvodnik na naslovno temo dne 20. maja 1992, Glasnik Slovenske matice, 1992, 1–2, 23–26
33. F. Vodopivec: Javno vprašanje. Sanacija slovenskih železarn – da ali ne, Fužinar, št. 2, 1992
34. F. Vodopivec: Milijonta tona jekla na Jesenicah, Slovenec, 30. junij 1992
35. F. Vodopivec: Kako bodo tehtali: Delo – Znanje za razvoj, 9. september 1992
36. F. Vodopivec: Imamo znanje, ne pa izdelkov in tehnologije za trženje: Delo – Znanje za razvoj, 15. julij 1992
37. F. Vodopivec: Bodo naše ambicije obvisele v zraku, Delo – Znanje za razvoj, 7. oktober 1992
38. F. Vodopivec: Vloga raziskovalcev pri prestrukturiranju gospodarstva. Tudi akademska raziskovalna sfera naj se produktivno poveže z industrijo, Delo – Znanje za razvoj, 31. marec, 1993
39. F. Vodopivec: Parlament naj pove, kaj hoče, Delo – Znanje za razvoj, 12. maj 1993
40. F. Vodopivec: Komu so potrebne Slovenske železarne, Gospodarski vestnik, 38, 30. 9. 1993
41. F. Vodopivec: Je raziskovanje tudi akademska kategorija? Bomo še krmili kokoš le zaradi perja, ali da bo tudi nesla, Delo – Znanje za razvoj, 26. januar 1994
42. F. Vodopivec: Gre na boljše, čeprav počasi, Delo – Znanje za razvoj, 4. 5. 1994

43. F. Vodopivec: Podalpska deželica in čezmorski kapital, *Gospodarski vestnik*, 28, julij 1994
44. F. Vodopivec: Slovenska industrijska politika, nevralglične točke, *Gospodarski vestnik*, 39, september 1994
45. F. Vodopivec: Kako do pravih referenc, *Delo – Znanje za razvoj*, 25. januar 1995
46. F. Vodopivec: Nekaj javnih vprašanj za MZT, *Delo – Znanje za razvoj*, 22. marec 1995
47. F. Vodopivec: Še korak v normalne razmere, *Delo – Znanje za razvoj*, 27. september 1995
48. F. Vodopivec in M. Vraničar: Koliko agencij, *Delo – Znanost*, 22. november 1995
49. F. Vodopivec: Raziskovalna politika. Le besede, na katere politika gleda kot na mnoge sprejete obveze, ki niso nikdar uresničene, *Delo – Znanost*, 27. december 1995
50. F. Vodopivec: Slovenija – inovacijska družba, *Delo – Znanost*, 28. februar 1996
51. F. Vodopivec: Zgolj poskus odgovorov, *Delo – Znanost*, 3. julij 1996
52. F. Vodopivec: Močno popačene slike o raziskovanju v Sloveniji, *Delo – Znanost* 6. november 1996
53. F. Vodopivec: Razumniki in tranzicija, *Primorska srečanja*, št. 187, 1996
54. F. Vodopivec: Tako univerzitetna kot tudi raziskovalna avtonomija ne moreta biti absolutni, *Delo – Znanost*, 22. januar 1997
55. F. Vodopivec: Industrijska in tehnološka politika, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 31 (1997), 11–13
56. F. Vodopivec: Ne podiplomske, temveč tehnično tehnološke univerze, *Delo – Znanost* 12. 11. 1997
57. F. Vodopivec: Raziskovanje in inženirstvo. *Znanje za razvoj slovenske družbe*, MZT, 1997, zbornik, 75–76
58. F. Vodopivec in P. Štular: Vloga in pomen ZITS kot organizacije civilne družbe, *Nova proizvodnja*, 1998, 4, 124–127
59. F. Vodopivec: Javna dela in gradnja avtocest v Sloveniji: Nova proizvodnja, 1–2, 1997, 7–9
60. F. Vodopivec: Kako se Slovenija vključuje v Evropsko unijo, *Primorska srečanja*, 194/195, 1997, 446–448
61. F. Vodopivec: Raziskovanje v javni RR-sferi in inženirstvo, *Kovine Zlitine Tehnologije*, 32 (1998), 9–12
62. F. Vodopivec: Kdaj odločanje in cilji v našem raziskovanju po vzgledu EU, *Delo* 15. december 1999.
63. F. Vodopivec: Avtonomija in civilna družba v javni raziskovalni sferi: Modra knjiga »Civilna družba v Sloveniji«, *Občanski Forum*, 1999, 116–121

64. F. Vodopivec: Zakaj ne strpna razprava, Delo, 6. september 2000
65. F. Vodopivec: Naša politika ima raziskovalce kot okrask, Delo, 19. junij 2000
66. F. Vodopivec: Kako do večje vloge javnega raziskovanja v razvoju države. Strategija razvoja znanstvenoraziskovalne dejavnosti v Sloveniji, SAZU, marec 2000, 707–712
67. F. Vodopivec in J. Vižintin: O vlogi in pomenu državne univerze v Sloveniji, Razvoj visokega šolstva v Sloveniji, SAZU, 27. november 2001, 245–250
68. F. Vodopivec: Konkurenčnost Slovenije v očeh tujine, MAG 17/2001
69. F. Vodopivec: Kaj EU je in kaj si lahko obeta Slovenija, Ampak, marec 2004
70. F. Vodopivec: Stanje javnih financ: zamegljevanje in filtriranje, Dignitas, 13–14, 2003, 24–35
71. F. Vodopivec: Figuri predsednika države in vlade: medijske mimikrija in promocija, Dignitas, 13–14, 2003
72. F. Vodopivec: Strategija gospodarskega razvoja kot politična igra: neuresničene obljube vlade in medijska zgodba o uspehu, Dignitas, 13–14, 2003
73. F. Vodopivec: Vloga in naloge države na področju znanja in znanosti v: O vlogi znanja in znanosti, Predsednik države, 197–202, 2003
74. F. Vodopivec: Raziskovanje in konkurenčnost, Ampak, nov. 2004
75. F. Vodopivec: Slovenija v prostoru dvodimenzionalnosti, Ampak, februar 2005
76. F. Vodopivec: Mednarodno okolje in država Slovenija, Ampak, junij-julij 2005
77. F. Vodopivec: Država, konkurenčnost in reforme, Ampak, januar 2006
78. F. Vodopivec: Zgodovina in nezgodovinski ljudje, Ampak, junij-julij 2005
79. F. Vodopivec: Agencije in tehnološki razvoj, Ampak, avgust-september 2005
80. F. Vodopivec: O politikih in upravljanju države, Ampak, januar-februar 2007
81. F. Vodopivec: Kam pa to pelje, kam pa to gre, Ampak, avgust-september 2007
82. F. Vodopivec: Prilagodljivost in poklicna etika, Ampak, april 2008
83. F. Vodopivec: Demokracija, blaginja, varnost, Ampak, februar-marc 2009, 9-10
84. F. Vodopivec: Imamo dovolj transparentno državo, Ampak, julij-avgust 2009, 14-15
85. F. Vodopivec: Načrtovanje rasti konkurenčnosti, Ampak, september-oktober 2009, 14–17
86. F. Vodopivec: Kaj raziskovalna odličnost v Sloveniji je? Kaj lahko pričakujemo od centrov odličnosti, Državni svet, Zbornik št. 1/2010, 13–17
87. F. Vodopivec: Kako je bilo, kako je, Ampak maj-junij 2010, 17–19
88. F. Vodopivec: Dober je, saj je naš, drugi so krivi, Ampak, september-oktober 2010, 21–22

NEKAJ DOSEŽKOV IZ RAZISKOVALNEGA, RAZVOJNEGA IN IZVEDENSKEGA DELA

(V oklepaju je ime najbolj pomembnega sodelavca oz. nosilca raziskovalne naloge, razen za primere, ko večjega prispevka sodelavca ni bilo.)

Dosežki temeljnega značaja

1. Odkrito je bilo, da je oksidacija površine železovih zlitin z različnimi elementi selektiven proces, pri katerem se izvrši prerazdelitev zlitinskih elementov. Gonilna sila reakcij je različnost Gibbsove energije. Zaradi reakcije s kisikom se poveča koncentracija nekaterih elementov v oksidni obliki, drugih elementov pa v neoksidni obliki, zato nastanejo nove oksidne in kovinske trdne in staljene faze, ki spremenijo morfologijo in sestavo oksidnih plasti in v kovinski plasti pod njimi. (A. Kohn)
2. Na zlitini niklja in kroma je bila sintetizirana polprozorna plast oksida CrO_3 , ki je bil identificiran z izračunom Gibbsove energije, katere odvisnost od temperature je različna za različne kromove okside. Pri ustrezni aktivnosti kisika se je absorbirana plast pretvorila z zvezno reakcijo v polprozorno plast oksida, pri zmanjšanju aktivnosti kisika pa je plast nezvezno razpadla s kinetiko, ki je značilna za proces rekristalizacije plastično deformirane kovine. To je bil prvi primer vizualnega opazovanja nastanka in razgradnje oksidne plasti.
3. V jeklih, mikrolegiranih z niobijem in dušikom, je bila določena odvisnost med vsebnostmi niobija, ogljika in dušika ter odkrita nova karbonitridna spojina s povečanim deležem dušika v molekuli. Spojina je netopna v avstenitu pri temperaturi segrevanja pred valjanjem, v njej vezan niobij pa je bil kot legirni element izgubljen. (A. Osojnik)
4. Dokazano je bilo, da trdna raztopina AlN v avstenitu postane nestabilna, ko se zaradi vroče plastične deformacije v kristalni mreži poveča gostota linijskih in točkastih napak. Zato v avstenitu nastanejo izločki AlN , ki pri isti temperaturi ne nastanejo brez plastične deformacije. (A. Osojnik)
5. Dognano je bilo, da dodatek niklja v konstrukcijsko jeklo zmanjša krhkost površine pri valjanju in kovanju pri visoki temperaturi, ker zmanjša možnost nastanka staljenih faz zaradi vsebnosti bakra in kositra v jeklu. (M. Torkar)
6. Določen je bil vpliv mangana na topnost žvepla v avstenitu pri kristalizaciji. Opredeljena je bila mikromorfologija nastanka interkristalnih precipitativov manganovega sulfida v avstenitu pri ohlajanju jekla s temperature strjevanja. (M. Jakupovič)

7. Odkrit je bil nov mehanizem rasti kristalnih zrn ferita pri vročem valjanju jekel z malo ogljika v dvofaznem področju avstenita in ferita in poimenovana deformacijsko inducirana rast zrn, ki omogoča tudi sproščanje deformacijske energije s popravo. Ta mehanizem je vzrok, da ima pri valjanju pod temperaturo premene avstenit – ferit maloogljično jeklo večja kristalna zrna kot pri valjanju pri višji temperaturi. (M. Gabrovšek)
8. Dognano je bilo, da površinska segregacija antimona zmanjša prosto energijo kristalnih zrn z lego (011) na površini tanke mehkomagnetne pločevine, poveča hitrost rasti teh zrn, zaradi katere nastane v pločevini manj zrn z magnetno trdo lego (111). To izboljša teksturo in magnetne lastnosti pločevine. (M. Jenko)
9. Dognano je bilo, da je »flash« temperatura pri frettingu jekla z 1 % C in 1,5 % Cr nad 1000 °C, kar je vsaj dvakrat več, kot so do tedaj navajali objavljeni viri. (J. Vižintin, B. Šuštaršič)
10. Dokazano je bilo, da ne drži razlaga, ki krhkost površine jekla, pomirjenega z aluminijem, neposredno povezuje z aluminijevim nitridom, tj. s spojino, ki nastane v strjenem jeklu. Vpliv obeh elementov je posreden, ker privlačnost obeh vrst atomov v talini zmanjšuje podhladitev taline pred začetkom strjevanja. To zmanjšanje je vzrok za kristalizacijo z nastankom velikih stebrastih kristalnih zrn ob površini ingota ali brame jekla. Taka strjevalna mikrostruktura ima majhno preoblikovalnost pri visoki temperaturi. (M. Torkar)
11. Dognano je bilo, da se hitrost deformacije z lezenjem poveča za 4,5-krat v jeklu, iz katerega so izdelani najbolj vroči deli termoelektrarn, če se izvrši notranja rekristalizacija popuščene martenzita in postanejo izločki karbidov vrste M_xC_y enakomerno porazdeljeni v feritni matici. Logičen sklep je, da bo jeklo bolj odporno proti deformaciji z lezenjem, če se zagotovi stabilnost porazdelitve karbidnih izločkov vrste M_xC_y . (J. Žvokelj)
12. Na podlagi termodinamične aktivnosti je bilo izračunano, da je v jeklu z 0,1 % C, 0,1 % Nb in 0,1 % V pri temperaturi 600 °C aktivnost vanadija v trdni raztopini v feritu okoli 70-krat nižja, aktivnost niobija pa več kot 500-krat nižja od masne koncentracije. Ker je difuzijski tok sorazmeren gostoti atomov topljenca v trdni raztopini, je bil logičen sklep, da so NbC bolj stabilni pri temperaturi uporabe jekla.
13. Dognano je bilo, da parcialna premena, ki jo utrpi maloogljično mikrolegirano konstrukcijsko jeklo v več varkovnih zvarih pri nanosu vsakega naslednjega varka, zelo zniža zarezno žilavost, če je pri nanosu prejšnjega varka avstenit prej premenil v spodnji bainit kot v martenzit. Zato je premena avstenita v spodnji bainit v toplotni coni zvarov bolj škodljiva za žilavost nekaterih konstrukcijskih jekel kot premena v martenzit z večjo trdoto. (G. Kosec)
14. Dognano je bilo, da pri platiranju visoko legiranega orodnega jekla na konstrukcijsko jeklo nastane med njima trdna zveza že po prvem stisku med

- vročim valjanjem, če je vzorec pripravljen tako, da se prepreči vdor kisika med obe jekli med ogrevanjem pred valjanjem. (D. Kmetič, n.)
15. Dognano je bilo, da se relativna količina sulfidnih vključkov in s tem heterogenost v lastnostih jekla v različnih smereh valjanca zelo poveča, če se zniža temperatura vročega valjanja, ali če pri valjanju ni statične rekristalizacije avstenita. Zaradi tega je škodljiv vpliv enake količine sulfidnih izločkov na izotropnost v lastnostih jekel tem večji, v čim tanjše proizvode se jeklo izvalja v vročem. (M. Gabrovšek)
 16. Dokazano je bilo, da se deformacijsko staranje maloogljiknih z aluminijem pomirjenih jekel (to so vsa sodobna konstrukcijska jekla) pojavi, če se hladno deformirano jeklo segreje do temperature zaznavne difuzije atomov ogljika v intersticijski trdni raztopini v feritu. Pri tem se močno poveša temperatura krhkega preloma, druge inženirske lastnosti pa se ne spremenijo. Dokazano je bilo, da je vzrok krhkosti pri tem staranju segregacija atomov ogljika v dislokacije, katerih lega v prostoru se ujema z lego cepilnih kristalnih ploskev ferita. (B. Breskvar)
 17. Določena sta bila koncentracijsko področje spinodalne razgradnje trdne raztopine v zlitinah Fe-30 % Cr in od 5 % do 20 % Co in kinetika izotermne rasti spinodalnih faz. Spinodalna razgradnja je pomembna, ker elastične notranje napetosti, ki jih generira, omogočajo, da zlitina ohranja magnetne lastnosti po magnetenju v zunanjem polju. (J. Žvokelj)
 18. Za jeklo z mikrostrukturo iz feritne matice in enokomerno porazdeljenih izločkov iz karbidov kroma, vanadija in niobija z velikostjo pod 1 μm , iz katerega so vitalni deli termoelektrarn, je bila določena odvisnost med hitrostjo počasne deformacije pri 580 °C in mejo plastičnosti pri sobni temperaturi. To omogoča, da se oceni stopnja iztrošenosti jekla po določenem času uporabe v visokotlačnem parnem kotlu in oceni njegova preostala trajnostna doba s preizkusom pri sobni temperaturi. Za povezanost obeh lastnosti je bila razvita analitična povezava, ki izhaja iz fizikalno-metalurških značilnosti obeh lastnosti in načina preizkušanja.
 19. Hitrost deformacije z lezenjem se pri jeklu, iz katerega so izdelani najbolj vroči deli termoenergetskih naprav, pri enaki velikosti karbidnih izločkov, ki zavirajo premik dislokacij, poveča za skoraj 10-krat, ko porazdelitev izločkov iz nizov po mejah in podmejah popuščenelega martenzita preide v enakomerno. (D. A. Skobir)
 20. Dognano je bilo, da se energija, potrebna za prelom preizkušanca z zarezo, v zlitinah Fe-NiCrMo z mikrostrukturo iz avstenita in δ -ferita zmanjšuje zaradi spinodalne razgradnje trdne raztopine elementov niklja in kroma v feritu. Pri neki trdoti ferita se energija, potrebna za prelom, pri sobni temperaturi zmanjša za nekajkrat, vendar se zmanjša trikrat manj pri temperaturi obratovanja. (J. Vojvodič - Tuma)

21. Z upoštevanjem parametrov in fizikalnih konstant, od katerih je odvisna hitrost procesov v trdni kovini, je bila izračunana hitrost rasti izločkov karbidov $(\text{CrFeMo})_{23}\text{C}_6$ in VC z velikostjo od $0,005 \mu\text{m}$ do $0,5 \mu\text{m}$ v jeklu, odpornem proti deformaciji z lezenjem v temperaturnem razponu od $650 \text{ }^\circ\text{C}$ do $800 \text{ }^\circ\text{C}$. Izračunana hitrost $1,31 \cdot 10^{-26} \text{ m}^3/\text{s}$ se pri $800 \text{ }^\circ\text{C}$ razlikuje za 11 % od eksperimentalno izmerjene.
22. Izračunana je bila debelina plasti stearatnega maziva na ploskvah mejnega trenja na suho vlečeni jekleni žici. Debelina ustreza približno eni plasti molekul maziva, ki so zaradi polarnosti usmerjene tako, da se njihov pozitivni pol dotika negativne površine kovine.
23. Duktilen prelom konstrukcijskih jekel pri udarnem upogibnem preizkusu preizkušanca z zarezo se izvrši v štirih fazah. V drugi in tretji fazi se energija porablja za plastično deformacijo kovine na oddaljenosti do nekaj milimetrov na obeh straneh prelomne površine. Nad neko kritično velikostjo razpoke, pa se energija porabi za plastično deformacijo kovine do oddaljenosti okoli $0,03 \text{ mm}$ na obeh straneh razpoke. Na osnovi rezultatov preizkusa je bila izračunana energija za nastanek duktilne prelomne površine. (B. Arzenšek)
24. Pri nekaterih preizkusih je jeklo obremenjeno s triosnim napetostnim stanjem. Z analizo oblike prelomne površine v vrstičnem elektronskem mikroskopu je bilo ugotovljeno, da razpoka v triosnem napetostnem stanju napreduje z zaporedjem faz duktilnih normalne in strižne dekohezije.
25. Zlitine železa z nikljem, kromom in molibdenom imajo dvofazno mikrostrukturo. Pri temperaturi uporabe se povečujeta trdota in krhkost ferita, medtem ko se ne spremenijo lastnosti avstenita, ki obsega okoli $\frac{3}{4}$ prostornine. Zmanjšanje Charpyjeve žilavosti je razloženo z zmanjšanjem energije, porabljene za plastično deformacijo pri upogibu preizkušanca z zarezo zaradi zmanjšanja prostornine plastične deformacije. Zato je skupna energija preloma pri zlitini zmanjšana na nivo blizu energije krhkega preloma konstrukcijskih jekel, čeprav je tudi pri tej energiji prelom večinske faze avstenita popolnoma duktilen.

Dosežki razvojnega in tehnološkega pomena

(navedeno deloma po spominu, ker je mnogo dokumentacije izgubljene)

1. Za jeklo z 1,5 % Cr in 1 % C sta bila določena temperaturni interval in hitrost nastanka karbidne mreže pri temperaturi tik nad premeno avstenita. To dognanje je bila podlaga za izbiro postopka ohlajanja gredic po končanem vročem valjanju, ki je preprečil nastanek karbidne mreže.
2. Ugotovljeno je bilo, da v rodnih jeklih s srednjim in visokim ogljikom, ki so legirana s kromom in molibdenom, pri počasnem ohlajanju po vročem valjanju ali kovanju nastane po mejah avstenitnih zrn mreža karbida, ki zmanjšuje žilavost in preoblikovalnost v hladnem. Mreža se ponovno raztopi le pri

segrevanju na temperaturo, ki je nad kalilno. Zato je treba gredice in kovance iz takih jekel hitro ohladiti skozi temperaturno področje od 800 °C do 600 °C. (L. Kosec, n.)

3. S spremembo toplotnega režima ogrevanja bram od 7 t do 10 t iz pomirjenih konstrukcijskih jekel je bil zelo zmanjšan obseg napak na površini, nastalih pri vročem valjanju in kovanju ter povečan izkoristek valjanja in kovanja od okoli 40 % na okoli 80 %. (J. Arh, n.)
4. Dokazano je bilo, da kemijske nehomogenosti, ki nastanejo pri strjevanju jekla, ni mogoče zmanjšati, ne glede na temperaturo in trajanje žarjenja za homogenizacijo, pod neko stopnjo zato, ker se vzpostavi ravnotežje aktivnosti elementov ogljika in kroma med področji v jeklu, ki so se kristalizirala pri različnih temperaturah. Krom in ogljik v trdni raztopini v avstenitu zmanjšujeta medsebojno aktivnost, zato se vzpostavi ravnotežje aktivnosti pri neenakomerni sestavi jekla. Kemijska nehomogenost ustvari razlike v trdoti jekla po kaljenju in zmanjša kakovost proizvoda. Edini gospodarski način zmanjšanja kemijske nehomogenosti jekla je stroga prilagoditev temperature litja solidusni temperaturi vsake šarže.
5. Ugotovljeno je, da je za premajhno duktilnost jeklene litine odgovoren nastanek evtektika Fe-AlN pri strjevanju zaradi neustreznega načina preprečevanja nastanka poroznosti litine. Predlagani so bili ukrepi za izboljšanje duktilnosti. (A. Rodič)
6. Določen je bil interval končne temperature valjanja trakov za neorientirane mehkomagnetne pločevine, ki zagotovi zadostno preoblikovalnost, da je mogoče trakove hladno valjati na komercialno debelino brez žarjenja, ki ga je predpisovala licenca. (D. Kmetič, n.)
7. Razvit je bil postopek pri izdelavi električnih kontaktov iz psevdozlitine AgCdO. Kontakti so se proizvajali do leta 1990 za Jugoslovanske železnice in proizvajalce električnih viličarjev ter za druge naprave, kjer je kontaktor prekinjal velike tokove. (L. Kosec, n.)
8. Ugotovljeno je bilo, da pri vročem valjaju aluminijeve žice nastajajo poškodbe površine zaradi vpliva staljenega evtektika Al-Fe. Poškodbe je mogoče preprečiti z znižanjem temperature valjanja pod tališče evtektika ali z zmanjšanjem vsebnosti železa v aluminiju. (B. Breskvar, n.)
9. Kakovost livarske predzlitine aluminij-titan je bila nezadostna kljub zadostni vsebnosti titana, ker je bilo preveč titana vezanega v oksidu. Ta oksid se pri legiranju standardne zlitine aluminij-titan ni raztopil v staljenem aluminiju in zlitina ni imela predpisanih lastnosti kljub zadostni vsebnosti titana. (B. Breskvar, n.)
10. Ko so začeli v valjarni uporabljati pri valjanju profilov lite valje z izboljšano upogibno trdnostjo, se je kakovost površine valjancev zmanjšala pod mejo, še sprejemljivo za kupce. Ugotovljeno je bilo, da ima površina valjancev vdolbine

zato, ker se jeklo v kalibrnih lepilo na delovno površino valjev, nalepki pa so se nato odtiskovali na površino valjanca pri nadaljevanju valjanja. Kemijska sestava litine za valje je bila spremenjena tako, da je pri strjevanju litine nastalo več grafita. Ta je deloval kot mazivo in preprečeval lepljenje jekla na površino valjev in kakovost površine valjanca ni bila več problem. (D. Kmetič)

11. Kakovost površine jeklenih palic za utopno kovanje delov za avtomobilske motorje se preverja s poizkusom vročega krčenja, pri katerem se valjast vzorec (del palice) skrči na tretjino višine. Na izbočeni površini tako skrčnega valja ne sme biti nobenih napak. V valjarni niso dosegali dovolj kakovostne površine tudi potem, ko so vpeljali visokotlačno odstranjevanje škaje. Sistematična raziskava je pokazala, da je vzrok za napake prosto širjenje gredic pri valjanju v prvih kalibrnih. Stanje površine se je izboljšalo, ko je bila spremenjena kalibracija valjev. (F. Haller)
12. Rezultati laboratorijske raziskave so pokazali, da je mogoče doseči lastnosti, ki so predpisane za nekatere izkovke za dele avtomobilskih motorjev, ki se izdelujejo s kovanjem v utopih, brez poboljšanja s kaljenjem in popuščanjem. Izvršen je bil industrijski preizkus in skovano je bilo nekaj deset ojníc iz programa za evropskega proizvajalca avtomobilskih motorjev. Potrjeno je bilo, da se s kontrolo temperature kovanja, s pravilno obliko utopa in s kontroliranim ohlajanjem dosežejo lastnosti, ki napravijo ojnice primerne za uporabo brez poboljšanja. Strošek izdelave ojníc se je s tem pomembno zmanjšal, zelo pa se je tudi povečala obdelovalnost izkovkov z odrezovanjem. (S. Jurca)
13. Občasno je nastala premajhna preoblikovalnost z vlečenjem žice za varjenje v zaščitni atmosferi. S preizkusom med vročim valjanjem take žice smo dokazali, da je mogoče preprečiti notranjo oksidacijo in doseči mnogo boljšo preoblikovalnost, če se nekaj 100 kg težki kolobarji žice ohladijo v velikih valjastih posodah, ki so jih sicer v valjani uporabljali za druge namene. Tako ohlajeno 5,5 mm debelo žico je bilo mogoče s hladnim vlečenjem potegniti do debeline 0,6 mm brez vmesnega žarjenja. Strošek izdelave se zmanjša s takim ohlajanjem, ker začetno in vmesno žarjenje za izboljšanje preoblikovalnosti v hladnem nista bila več potrebna.
14. Pri žarjenju hladno vlečene varilne žice za avtomatsko varjenje, ki je potrebno, da je mogoče z vlečenjem izdelati končne debeline, so nastajale poškodbe površine zaradi notranje oksidacije, čeprav se je žarjenje izvajalo v varovalni atmosferi iz dušika in vodika. Spremenjen je bil režim žarjenja tako, da se je povečala storilnost peči, dosežena zahtevana kakovost površine in ni bila več potrebna zaščitna atmosfera. (M. Gabrovšek)
15. Zlitina AlNiCo za permanentne magnetne je bila kontinuirno ulita v palice z debelino 10 mm. Projekt se je končal pri tem dosežku, ker naročnik ni imel interesa za financiranje nadaljevanja, katerega cilj je bil razrez lite palice iz zelo krhke zlitine Alnico na velikost magnetov za uporabo. (B. Breskvar)

16. Neenakomernost hitrosti rasti kristalnih zrn avstenita pri cementaciji je bila ena od neželenih značilnosti jekel za cementacijo. Dokazano je bilo, da se neenakomernost hitrosti rasti deduje iz mikrostrukture, ki nastane z rekristalizacijo in premeno avstenita na koncu vročega valjanja jekla. Enakomernost zagotovi le valjanje, pri katerem se statična rekristalizacija avstenita izvrši nad temperaturo nastanka ferita. (A. Rodič)
17. Za zlitino železa z 28 % Cr in 10 % Co je bila določen vpliv stopnje hladne deformacije z vlečenjem na anizotropijo v magnetnih lastnostih. Oboje, magnetna nasičenost in koercitivnost, raste s stopnjo deformacije. Za to zlitino je bilo ugotovljeno, da se da preoblikovati s hladnim vlečenjem le, če se je vroče valjanje izvršilo tako, da po zadnji deformaciji med valji rekristalizacija ali poprava nista v celoti sprostila deformacijske energije. (D.Gnidovec)
18. Razvit je bil postopek za izdelavo žice z jedrom iz zlitine invar, s plaščem iz bakra in plastjo stekla na površini, ki je namenjena za vtaljevanje v mehko steklo. V ISKRI Žarnice je bilo iz žice izdelanih več deset žarnic. Žica se je pokazala za primerno za uporabo, za katero je bil razvita. (L. Kosec)
19. Kot uvod v projekt zamenjave kislinskega luženja z mehničnim odstranjevanjem škaje s površine vroče valjane jeklene žice, iz katere se izdelujejo matice, vijaki, verige, vzmeti in drugi proizvodi, je bila izvršena raziskava obrabe votlic in karbidne trdine pri suhem vlečenju obeh vrst žice z debeline 5,5 mm na debelino 3 mm. Pri intenziteti obrabe votlic ni bilo izmerljive razlike med obema vrstama izhodne žice do časa povprečne trajnosti votlic.
20. Za proizvodnjo kakovostne jeklene žice je bil odkrit dodatek za kislinsko luženje, ki je zmanjšal hitrost usedanja plasti bakra na žico in izboljšal oprijemnost in zveznost bakrene prevleke na žici. (M. Šimnic)
21. Uvoženo ohišje peči iz nerjavnega jekla za taljenje odpadkov cinka in zlitin je bilo zamenjano z doma ulitim iz sive litine, ki je bilo cenejše in bolj vzdržljivo. (B. Breskvar)
22. Pri pregledu neprekinjeno litih jeklenih gredic iz konstrukcijskih in cementacijskih jekel so bile v bližini površine mehanskega reza na valjalniško dolžino odkrite številne interkristalne razpoke, ki so se pri vročem valjanju gredic spremenile v nesprejemljive površinske napake, zaradi katerih je bil izkoristek valjanja za približno 4 % manjši. Predlagana je bila zamenjava mehanskega rezanja z drugačnim, in po realizaciji se je izkoristek povečal. Ugotovitve iz tega dela so bile podlaga za razlago mehanizma, kaj pri zadostni vsebnosti aluminija in dušika v staljenem jeklu zmanjša vročo preoblikovalnost nekaterih jekel. (F. Haller)
23. Ugotovljeno je bilo, da je vzrok za nastanek razpok na magnetnih zrcalih iz zlitine AlNiCo za trajne magnetne in na obodu mazalnih odprtih površinsko kaljenih ležajnih delov ročičnih gredi uporaba neutreznih brusov, ne pa

neustrezne lastnosti brušenca. Nastanek razpok je bil zelo zmanjšan z zamenjavo brusov.

24. Dokazano je, da se temperatura jeklenih gredic pred vročim valjanjem lahko zniža do 100 °C brez nevarnosti za kakovost izvaljanega jekla in varnost dela valjarniške naprave. Znižanje temperature je prihranilo energijo za segrevanje in zmanjšalo izgube jekla zaradi škajanja površine gredic. (F. Vizjak)

Izvedenska dela

(navedeno večinoma po spominu, ker je ohranjene malo dokumentacije)

1. Dokazano je, da so netesnosti na ceveh pregrevalnika v visokotlačnem parnem kotlu nastale zaradi alkalne napetostne korozije. Odgovornost je prevzel dobavitelj in montažer, ki je predpisal, da se med vročim luženjem iz cevi izparela lužina nadomešča s svežo, zaradi česar je koncentracija alkalij v lužini zrastle nad kritično vrednost. Dobavitelj je zamenjal uparjalnik na svoje stroške.
2. Dokazana je prisotnost kisikove napetostne korozije na ceveh pregrevalnika v termoelektrarni, ki je bila posledica pomanjkljivega čiščenja kotlovske vode. Korozija je povzročila nastanek dolgih razpok v steni cevi.
3. Dokazano je, da je zaradi nepravilnega dodajanja zraka pri zamenjavi lignita z rjavim premogom prišlo do hudih poškodb na stenah jeklenih izparilnih cevi parnega kotla termoelektrarne zaradi sulfidizacije njihove površine v reduktivni zgorevalni atmosferi.
4. Dokazano je, da je elektromotor moči okoli 1000 kW za mlin za lignit pregorel zato, ker toplotna varovalka ni bila postavljena tam, kjer se je pri zagonu razvilo največ toplote. Zato se je temperatura kletke rotorja dvignila nad tališče bakrove zlitine, iz katere je bila izdelana.
5. Dokazano je, da je bila toplotna obdelava parovoda sveže pare zgrešena in neposreden vzrok, da so pri zagonu nastale razpoke v parovodu. Kriv je bil dobavitelj, vendar pa tudi domači in tuji prevzemalec, ki nista vedela, kakšna je prava toplotna obdelava jekla, iz katerega je bil cevovod.
6. Dokazano je, da je nizkotlačno stopnjo turbine razneslo zato, ker lotanje stabilizacijske žice za turbinske lopatice ni bilo prav izvršeno. Previsoka temperatura med lotanjem je zelo povečala krhkost jekla v delu lopatice, ki je bil segret v dvofazno polje ferit + avstenit in se je zato zmanjšala odpornost proti utrujanju. (L. Kosec)
7. V termoelektrani je bil med obratovanjem razdejan termoblok z močno 300 MW. Gred s premerom okoli 400 mm se je prelomila na treh mestih, ležaji so bili uničeni, ohišji srednjega in nizkega tlaka ter generator so bili poškodovani, vzbujalnik pa je odneslo več kot deset metrov daleč. Po natančnem ogledu razdejanja in večdnevem iskanju sta bili najdeni dve zlomljeni lopatici iz

nizkotlačnega dela turbine s poškodbami zaradi napetostne korozije. Analiza prelomne površine in lopatic je pokazala, da so v nogi lopatic nastale korozijske zajede zaradi kapljic kondezata onečiščenih s sulfatom. Jeklo okoli zajed se je nasitilo z vodikom, ki je nastajal pri procesu korozije, povečala se je njegova krhkost in zaradi dinamične obremenitve lopatice so nastale razpoke, ki so rastle zaradi vibracij ležaja med stopnjama srednjega in nizkega tlaka turbine. Laboratorijske preiskave so pokazale, da so bile lopatice in jekla s Charpyjevo žilavostjo komaj nad 15 J, kar je mnogo premalo. Termoblok je bil že zunaj garancijske dobe. Dobavitelj pa je zaradi naše ekspertize brezplačno dobavil lopatice za nov termoblok enake moči. (B. Ule)

8. V rafineriji so se pojavile razpoke na še neuporabljenih kroglastih rezervoarjih s prostornino okoli 1 200 m³. Preiskava je pokazala, da so razpoke v zvarih, ki niso bili izvršeni po predpisani tehnologiji. Pazljiva analiza poškodb je pokazala, da so razpoke nastale zaradi napetostne korozije, ki se je pojavila zaradi spleta varilnih napetosti, majhne žilavosti dela toplotne zone zvarov in sledov vodikovega sulfida v atmosferi.
9. V hidroelektrarni je prišlo do hude poškodbe lopatic rotorja turbine. Preiskava je pokazala, da poškodba ni nastala zaradi slabih lastnosti jeklene litine, iz katere so bile lopatice, ampak je bil njen vzrok eksogen.
10. Neko podjetje je uvozilo injekcijske igle za enkratno uporabo, izdelane iz avstenitnega nerjavnega jekla. Zaradi sterilnosti je bila vsaka igla v posebni plastični embalaži. V neki ambulanti so odkrili korozijo na novih iglah. Pazljiva analiza korodiranih igel je pokazala dva vzroka za korozijo: sledove vlage in sledove klora, ki jih je sproščala polivinilna embalaža. Dobavitelj je krivdo priznal in na svoje stroške igle zamenjal.
11. V lopaticah uvoženega rotorja velike centrifugalne črpalke so iz avstenitnega nerjavnega jekla že po kratkem obratovanju nastale razpoke, zaradi katerih ni bil več uporaben. Ugotovljeno je bilo, da so vzrok za premajhno odpornost rotorja proti dinamičnim obremenitvam elastične napetosti, nastale pri toplotni obdelavi rotorja. Predlagan je bil način, kako te napetosti zmanjšati na sprejemljiv nivo, s kakšno zlitino se lahko nadomesti dražje nerjavno jeklo in katero podjetje v Sloveniji tak rotor lahko izdelata. (R. Celin)
12. Pojasnjen je mehanizem hitrega nastanka netesnosti reda velikosti 1 cm v dnu zelo velikega rezervoarja za tekoče energente. (J. Vojvodič - Tuma)
13. Na delu pivovarniške naprave iz tanke pločevine iz avstenitnega nerjavnega jekla so nastale netesnosti, ki so zavrle proizvodnjo. Preiskava je pokazala, da so poškodbe posledica napetostne korozije, ki so jo povzročile napetosti zaradi preoblikovanja pločevine v cevasto obliko, in sledovi klorida v tekočini, s katero je bila pločevina v stiku.
14. Razložen je bil nastanek korozijskih poškodb na stenah cevi parnega kotla, ki so nastale, ko se je kotel ohladil. Specifičen proces začetka korozije je bil

- posledica omočenja površine cevi s kondenzno vodo, ki je izpirala vodotopni sulfat iz šamotne obloge.
15. Za podjetje proizvajalca aluminijevih ulitkov je bil pojasnjen nastanek oprha na površini ulitkov iz aluminijeve zlitine, zaradi katerega jih je naročnik odklonil.
 16. Pojasnjeno je bilo, da je neodpornost vložka za kontrolo inkontinence posledica korozije zaradi neustrezne izdelave kapsule iz nerjavnega jekla, izdelane s struženjem. Opozorjeno je bilo, da mora imeti ohišje fino polirano površino in pred uporabo žarjeno za sprostitev notranjih napetosti zaradi izdelave, ki močno zmanjšajo odpornost nerjavnega jekla proti koroziji.
 17. Pojasnjeno je bilo, da je vzrok okvare električnega priključka neprimerna zlitina, občutljiva za posebno obliko korozijskega pokanja, imenovano »season cracking,« in predlagana je bila uporaba druge zlitine. Občutljivost za pokanje je posledica absorpcije na površino kovine, najprej vlage, nato pa še korozijsko aktivnih spojin iz atmosfere, v kateri je priključek deloval.
 18. Poškodba notranje ognjevzdržne obloge peči za žganje cementnega klinkerja je bila razložena s sulfidizacijo zaradi plamena, v katerem najprej s kisikom reagira vodik, nato ogljik in nazadnje žveplo. V območju zgorevanja vodika in ogljika žveplove pare in njegove neoksidne spojine reagirajo z ognjevzdržno oblogo in jo močno poškodujejo.
 19. Nekemu podjetju so dobavili več metrov dolge jeklene odkovke za gredi s premerom okoli 200 mm. Ultrazvočna preiskava je odkrila, da imajo odkovki puhlo sredino zaradi vodikovih kosmičev. Taki kosmiči nastanejo, če je pri ohlajanju v jeklu več vodika, kot ga ostane raztopljenega v feritu. Kosmiči so nevarni, ker zmanjšajo odpornost jekla proti utrujenosti. Kosmičev ni mogoče odstraniti iz jekla in so posledica dejstva, da je naročnik predpisal kemijsko sestavo jekla, ni pa omejil vsebnosti vodika.

KOPIJE ČLANKOV IZ RAZLIČNIH OBDOBIJ DELA, KI SO BILI TISKANI V RAZLIČNIH DRŽAVAH IN V RAZLIČNIH JEZIKIH

(Vrstni red je po letih tiskanja, vsebina pa je iz različnih področij raziskovalnega in strokovnega dela.)

MÉTALLOGRAPHIE. — *Étude quantitative de l'enrichissement superficiel en arsenic au cours de l'oxydation dans un alliage de fer faiblement allié en cet élément.* Note (*) de MM. FRANC VODOPIVEC et ANDRÉ KOHN, transmise par M. Georges Chaudron.

La dissolution électrolytique par couches successives d'échantillons de fer à 0,075 % As chauffés dans une atmosphère oxydante, puis irradiés dans un réacteur nucléaire, a permis une étude quantitative de la répartition de l'arsenic au voisinage de l'interface métal-oxyde. Les courbes obtenues sont différentes suivant que l'oxydation a été réalisée en phase α ou γ .

L'emploi de la méthode autoradiographique avait permis de constater que la plupart des éléments d'alliage et impuretés contenus dans les aciers se concentraient à la surface du métal lorsque celui-ci s'oxydait par chauffage dans une atmosphère oxydante. L'emploi d'une technique radioactive, qui a déjà permis d'étudier quantitativement cet enrichissement dans le cas du soufre (1), a été reprise ici pour l'arsenic; en effet, les techniques variées employées par d'autres auteurs pour étudier ce phénomène n'ont pas permis jusqu'à présent de faire des déterminations quantitatives très précises (2), (3).

Conditions des essais. — Les essais ont été effectués sur des échantillons cylindriques d'un alliage de fer à 0,075 % As; ceux-ci, après avoir été chromés sur leur surface latérale et leur face inférieure, ont été oxydés à 800 ou 1000°C dans une atmosphère hydrogène-vapeur d'eau.

Examen micrographique et autoradiographique. — Les autoradiographies effectuées sur des échantillons découpés suivant un plan perpendiculaire à la face oxydée ont confirmé l'existence d'une couche enrichie en arsenic à l'interface oxyde-métal. L'examen micrographique révèle également l'existence de cette couche qui est séparée du métal de base par un joint nettement visible dans les échantillons oxydés à 1000°C, et par un bord un peu moins bien marqué dans les échantillons oxydés à 800°C. L'épaisseur de cette couche est sensiblement uniforme tout le long de l'interface; on observe cependant des variations faibles, mais nettes, de cette épaisseur entre deux grains consécutifs et une pénétration du métal enrichi en arsenic le long des joints de grains existant pendant le traitement d'oxydation.

Le profil de l'interface métal-oxyde est très régulier sur les échantillons oxydés à 1000°, alors qu'il présente de nombreuses irrégularités sur les échantillons oxydés à 800°, (on distingue des proéminences de l'oxyde dans le métal et des flots de métal encastrés dans l'oxyde).

Étude de l'enrichissement. — La détermination de la variation de la teneur en arsenic dans la pellicule d'oxyde et la couche externe du métal a été effectuée en dissolvant, par attaque anodique dans un bain Jacquet, des couches successives d'environ 1 μ . d'épaisseur sur les échantillons préalablement irradiés dans un réacteur nucléaire (formation d'arsenic

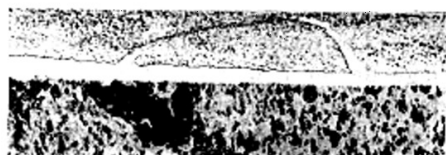
radioactif 76 de période 26 h), et en mesurant l'activité du sulfure d'arsenic recueilli après précipitation dans les solutions d'attaque.

Les résultats obtenus par cette méthode, et confirmés par quelques mesures ponctuelles effectuées à la microsonde de Castaing, montrent une différence sensible de la répartition de l'arsenic dans la couche enrichie entre les échantillons oxydés à 800°C et les échantillons oxydés à 1000°C. Cette différence qui est en rapport avec les différences observées dans l'aspect micrographique des couches enrichies, s'explique par le mécanisme différent de leur formation. Lorsque l'oxydation s'effectue à 800°C en phase α , l'arsenic, malgré son augmentation de concentration, demeure



Métal de base
Couche enrichie en As
Oxyde de fer

Fig. 1. — Oxydation à 800°C.



Métal de base
Couche enrichie en As
Oxyde de fer

Fig. 2. — Oxydation à 1000°C.

en solution solide dans la ferrite; la répartition dans la zone enrichie est représentée par la courbe *a* de la figure 3. Lorsque l'oxydation a lieu dans le domaine γ , l'enrichissement en arsenic atteint rapidement une valeur telle que l'austénite se transforme en ferrite dans la zone externe de la couche enrichie; la répartition de l'arsenic est représentée, dans ce cas, par la courbe *b* de la figure 3. La courbe théorique en tirets représente plus vraisemblablement la répartition réelle que la courbe en traits pleins déterminée d'après les valeurs moyennes mesurées sur une surface comprenant des nombreux grains où la cinétique de l'enrichissement n'est pas identiquement la même pour tous.

La répartition de l'arsenic présente, dans ce cas, une variation brusque qui se situe à l'endroit du joint visible au microscope, où se trouvait la limite entre la ferrite riche en arsenic et l'austénite à teneur plus faible en cet élément.

Cinétique de l'enrichissement. — Nous avons mesuré au microscope l'épaisseur de la couche enrichie en arsenic : l'épaisseur de la pellicule d'oxyde a été déterminée d'après l'augmentation de poids des échantillons. En utilisant les valeurs ainsi obtenues, on a calculé la teneur

moyenne en arsenic de la couche enrichie en admettant qu'elle contenait tout l'arsenic provenant de l'épaisseur de métal oxydé.

La valeur de cette teneur moyenne augmente lorsqu'on augmente la vitesse d'oxydation (atmosphère plus riche en vapeur d'eau); elle varie peu au cours du temps lorsque l'oxydation est effectuée à 800°, mais augmente lorsque l'oxydation a lieu à 1000°C.

Nous avons, par ailleurs, constaté que, dans les deux cas, la couche enrichie croît en épaisseur suivant une loi parabolique en fonction du temps.

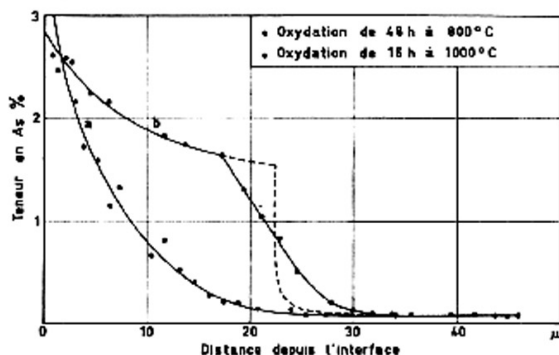


Fig. 3. — Courbes de répartition de l'arsenic au voisinage de l'interface métal-protoxyde après oxydation dans une atmosphère à 30 % d'hydrogène et 70 % de vapeur d'eau.

Conclusions. — L'étude quantitative de la répartition de l'arsenic dans des échantillons d'alliage à 0,075 % As, chauffés à 800 ou 1000°C dans une atmosphère oxydante, a montré que la pellicule d'oxyde était pratiquement dépourvue de toute trace de cet élément. En raison de la faible vitesse de diffusion dans le fer, l'arsenic s'accumule au voisinage de l'interface où sa teneur peut atteindre, après quelques dizaines d'heures, une valeur 30 à 40 fois plus élevée que sa concentration initiale. Les teneurs ainsi obtenues sont cependant insuffisantes pour provoquer la formation d'arséniure de fer ou d'une phase liquide aux températures où ont été effectuées les oxydations.

Les courbes de répartition de l'arsenic dans les échantillons oxydés à 800°C ont la forme régulière de courbes de diffusion en phase homogène. Les courbes relatives aux échantillons oxydés à 1000°C présentent une brisure correspondant à la limite de séparation entre la phase α formée par suite de l'enrichissement, et la phase γ existant à cette température dans le métal de base.

(*) Séance du 10 juillet 1961.

(1) C. DE BEAULIEU et M. GAGNET, *Comptes rendus*, 250, 1960, p. 539.

(2) P. I. KOULESHOV et I. I. TCHAIKA, *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 7, n° 1, 1959.

(3) D. S. KAZARNOVSKII et T. M. RAVITSKAIA, *Isvetzia Acad. Nauk S. S. S. R.*, n° 4, 1959, p. 15-27.

(Institut de Recherches de la Sidérurgie, Saint-Germain-en-Laye.)

Comptes rendus des séances de l'Académie des Sciences,
t. 253, p. 448-450, séance du 17 juillet 1961.

GAUTHIER-VILLARS & C^{ie}.
55, Quai des Grands-Augustins, Paris (6^e),
Éditeur-Imprimeur-Libraire,
159955

Imprimé en France.

ÉTUDE DE L'USINABILITÉ DES ACIERS DE DÉCOLLETAGE AU MOYEN D'OUTILS RADIOACTIFS

F. VODOPIVEC
V. SENCAR
J. HODNIK

INSTITUT DE MÉTALLURGIE DE LJUBLJANA (YUGOSLAVIE)

INTRODUCTION

Bien que l'usure des outils de coupe ne soit pas vraiment représentative de l'usinabilité des aciers, la détermination de l'usure est à la base de plusieurs méthodes couramment utilisées pour la détermination de l'usinabilité des aciers. Ces méthodes comportent cependant certains inconvénients. Les essais nécessitent, en particulier, une quantité considérable de métal sous forme de barres de diamètre important, et pour réduire la durée des essais, il faut les effectuer à des vitesses qui dépassent considérablement les vitesses normales d'usinage, ce qui diminue la valeur pratique des résultats. Il est possible d'éviter tous ces inconvénients en évaluant l'usure au moyen d'outils radioactifs. Ces essais, qui ne demandent qu'une petite quantité de métal en barres de diamètre quelconque, s'effectuent aux vitesses normales d'usinage et leur durée est brève, de l'ordre de quelques secondes à une minute au plus. Par contre, l'utilisation d'outils radioactifs présente des inconvénients. En particulier, il faut avoir à sa disposition un appareillage de mesure de la radioactivité et il est nécessaire de prendre certaines précautions en vue de se protéger de l'action des radiations ionisantes.

Compte tenu des avantages et des inconvénients, les frais de réalisation des essais à l'aide d'outils radioactifs ne dépassent pas la moitié des dépenses nécessaires à l'exécution des essais suivant les méthodes classiques (1), (2), (3).

CONDITIONS DES ESSAIS

Les données bibliographiques permettent de dégager des indications générales sur les mesures nécessaires à la détermination de l'usure au moyen d'outils radioactifs. Il est préférable d'utiliser un acier riche en éléments ayant une section efficace élevée à l'absorption des neutrons, c'est-à-dire en éléments qui s'activent rapidement pendant l'irradiation dans un réacteur nucléaire. Tels sont : le cobalt,

le chrome, le tungstène, le molybdène, le tantale et le manganèse. La longue période du cobalt peut devenir en certains cas un inconvénient. Pour éviter que la dispersion des mesures ne soit trop importante, il faut utiliser des outils de coupe, dont l'activité spécifique est dans l'intervalle de 1 à 10 mCi/g (1), (4), (5), (6), (7), (8), (9), (10). Il est aussi nécessaire de récupérer tous les copeaux, afin d'éviter la contamination de la machine-outil, en prêtant une attention particulière aux copeaux fins (poussière), particulièrement radioactifs.

Nous avons utilisé des outils en acier rapide à 0,8 % C, 17,5 % W et 12 % Cr de dureté 66 Rc. Les outils avaient la forme de plaquettes $12 \times 12 \times 3$ mm et pesaient 4 g environ. L'activité spécifique du métal était de 0,5 à 1 mCi/g et l'activité totale de 2 à 4 mCi. Il y a lieu de remarquer qu'en travaillant avec beaucoup de soins, nous avons pu déterminer l'usure au moyen d'outils dont l'activité spécifique ne dépassait pas 0,2 mCi/g. L'activité totale relativement faible des outils a permis d'effectuer les essais d'usinage en ne prenant que des mesures de protection relativement simples, tout en donnant une précision satisfaisante.

Les plaquettes étaient fixées dans un porte-outil, montré sur la figure 1. Elles avaient été affûtées à l'état non actif d'après les prescriptions allemandes (11). Le rayon du bec de l'outil était de 0,2 mm. Au début de l'usinage avec des outils nouvellement affûtés, l'usure est anormalement élevée (1), (4), (5). On peut remédier à cet effet par un affûtage particulier de l'outil ou par une usure préalable de celui-ci. Nous avons adopté cette dernière solution et effectué, avec les outils nouvellement affûtés, un usinage de 20 mm environ à vitesse peu élevée.

Pendant l'usinage sur le tour, les outils n'étaient pas refroidis; ceci a permis d'éviter la contamination de la machine-outil par les copeaux fins entraînés par le liquide de refroidissement. Les copeaux étaient recueillis dans une

Revue de Métallurgie - Mai 1966

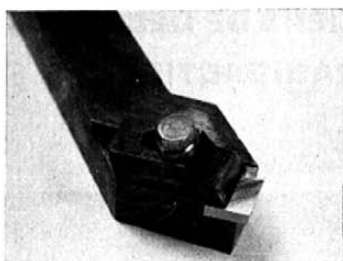


Figure 1. — Porte-outil avec plaquette en acier rapide (outil).

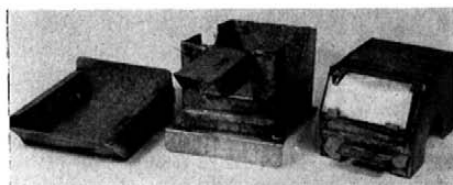


Figure 2. — Boîte à copeaux démontée.

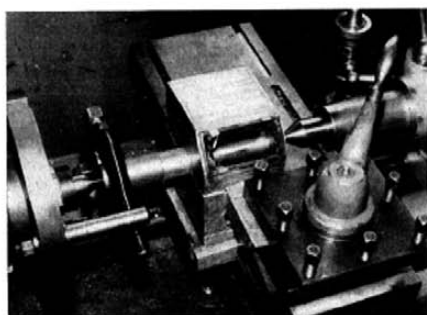


Figure 3. — Boîte à copeaux sur le tour au cours de l'usinage.

boîte en tôle (fig. 2 et 3). Le couvercle de la boîte était muni d'une plaque en verre au plomb de 10 mm d'épaisseur, qui permettait l'observation du bec de l'outil au cours de l'usinage.

Des essais préliminaires ont permis de constater que, parmi les différentes conditions d'usinage, examinées au cours d'essais antérieurs sur l'usinabilité des aciers de décolletage (13), les meilleurs résultats étaient obtenus pour des profondeurs de passe de 1 mm et une avance de 0,12 mm/tr. La vitesse d'usinage variait de 27 à 150 m/mn. Cette vitesse était déterminée par la vitesse de rotation de la machine-outil (tour de série du type TS 3, fabriqué par l'Usine Prvomajska, Zagreb), sur laquelle les essais ont été effectués. Tous les essais ont été réalisés dans l'ate-

lier de l'Institut sans que le travail normal de l'atelier en soit dérangé. La seule précaution particulière prise au cours du travail avec les outils radioactifs a été la délimitation des zones de rayonnement intense autour de la machine-outil. La dose maximale de radioactivité, enregistrée à l'aide d'un dosimètre à film porté par le tourneur, a été de 90 mR pour une série de 200 essais.

L'activité des copeaux a été mesurée avec un compteur à scintillations. Le cristal de ce compteur comportait un orifice cylindrique, dans lequel était placé un bécier contenant une quantité déterminée de copeaux radioactifs. Le rapport du taux de comptage de ces copeaux et du taux de comptage d'un gramme d'acier provenant de l'outil représente la perte réelle en poids de l'outil, donc son usure.

Les différents auteurs qui ont étudié l'usure des outils au moyen de méthodes radioactives ont remarqué que l'usure est proportionnelle à la durée de l'usinage. Nous avons d'abord vérifié cette loi de proportionnalité pour différentes vitesses de coupe, par des séries de six essais, effectuées pendant des durées de 10 s à 1,5 mn. Comme on peut le voir sur la figure 4, les résultats obtenus permettent effectivement de tracer des droites à partir des points expérimentaux : les dispersions observées, qui ne dépassent pas $\pm 15\%$, sont inférieures à celles que l'on peut constater par les méthodes classiques rapides de détermination de l'usure (1) (3) (6). On a calculé les taux d'usure en mg/mn d'usinage ou mg/g de copeaux pour différentes vitesses d'usinage à partir des pentes de ces droites.

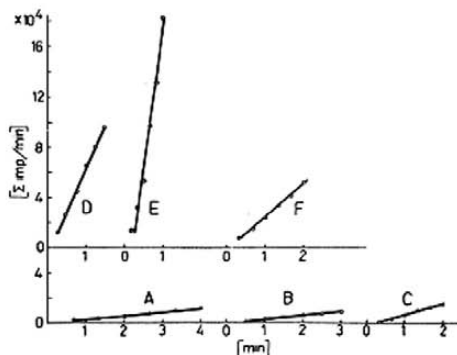


Figure 4. — Augmentation de l'usure de l'acier X avec la durée d'usinage. Vitesse d'usinage : A = 27,5 m/mn ; B = 38,5 m/mn ; C = 54,5 m/mn ; D = 77,5 m/mn ; E = 110 m/mn ; F = 54,5 m/mn (outil endommagé).

La comparaison des essais C et F, effectués à la même vitesse, est intéressante. La différence résulte du fait que l'essai F a suivi l'exécution de l'essai à vitesse élevée (essai E). Au cours de cet essai, l'usure avait été tellement intense qu'un petit cratère est apparu sur la surface d'affûtage de l'outil. L'usure de l'outil endommagé est environ

TABLEAU 1 : Composition des aciers étudiés.

Acier	Dimensions de la billette ou barre	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	Cr (%)	Cu (%)	Al _t (%)
A	50 x 50	0,14	0,22	0,96	0,008	0,227	0,09	0,24	0,06
B	*	0,18	0,35	1,30	0,032	0,23	n.d.	n.d.	0,082
C	*	0,19	0,26	1,20	0,05	0,23	0,23	0,12	0,055
D	*	0,15	0,34	0,80	0,025	0,20	0,03	0,10	0,084
G	90 x 90	0,19	0,28	1,35	0,043	0,246	0,03	0,12	0,054
H	*	0,18	0,29	1,20	0,033	0,223	0,05	0,10	0,029
K	*	0,16	0,27	1,00	0,034	0,243	0,07	0,08	0,059
L	65 x 65	0,20	0,24	1,25	0,05	0,238	0,04	0,09	0,04
M	75 x 75	0,18	0,20	1,11	0,028	0,22	0,04	0,14	0,043
R	90 x 90	0,16	0,22	1,18	0,027	0,224	0,03	0,09	0,018
Y	∅ 39	0,17	0,24	1,20	0,025	0,273	0,05	0,08	0,048
S	∅ 20	0,18	0,25	0,78	0,045	0,226	0,04	0,14	0,051
T	∅ 20	0,14	0,16	0,16	0,025	0,188	0,03	0,12	0,040
E	30 x 50	0,07	0,04	0,40	0,029	0,197	0,02	0,06	0,02
N	30 x 90	0,10	0,09	0,64	0,027	0,235	0,04	0,09	0,059
O	65 x 65	0,09	0,04	0,64	0,047	0,247	0,05	0,16	0,025
X	∅ 39	0,08	0,021	0,57	0,03	0,244	0,06	0,13	0,036
U	∅ 20	0,13	n.d.	0,97	0,07	0,27	n.d.	n.d.	0,001
C	∅ 20	0,13	n.d.	0,68	n.d.	0,22	n.d.	n.d.	0,001
S	65 x 65	0,48	0,24	0,78	0,092	0,207	0,04	0,08	0,007

Note: n.d. : teneur non déterminée.

Al_t : teneur totale en aluminium.

trois fois plus élevée que l'usure de l'outil intact, mais elle est quand même proportionnelle à la durée de l'usinage. Ceci indique qu'il est possible de continuer les essais d'usinage avec le même outil jusqu'à ce que des traces d'usure macroscopiques apparaissent sur l'outil. En prolongeant l'usinage jusqu'à une heure à la vitesse de 55 m/mn, nous avons vérifié que l'usure augmente de façon linéaire avec la durée d'affûtage de l'outil.

Tous nos essais ont été effectués sur des aciers de découpe, dont la composition est présentée dans le tableau 1. La plupart des aciers ont été utilisés sous forme de barres ou billettes laminées à chaud, d'épaisseur de 20 à 90 mm.

INFLUENCE DE LA VITESSE D'USINAGE SUR LE TAUX D'USURE

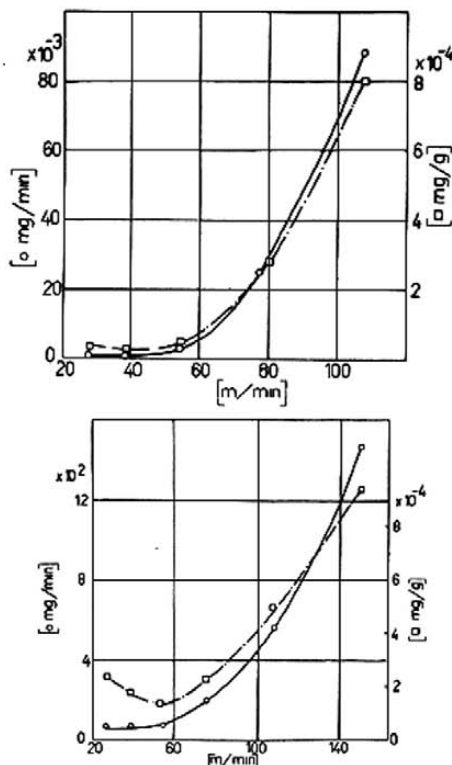
Les figures 5 et 6 montrent l'augmentation du taux d'usure en fonction de la vitesse d'usinage pour deux aciers différents. La courbe de la figure 5 a été tracée à partir des taux d'usure déterminés par les droites de la figure 4. Le taux d'usure s'accroît au-dessus de 55 m/mn environ, en fonction de la vitesse d'usinage suivant une loi parabolique du type :

$$U = K \cdot v^n$$

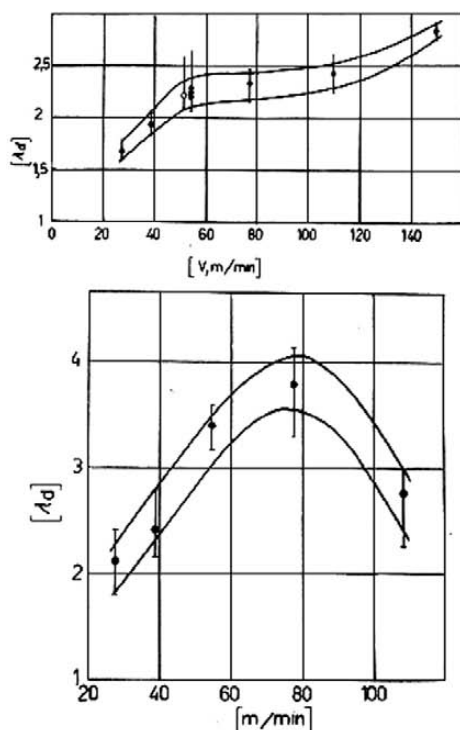
U = taux d'usure (mg/mn ou mg/g)

v = vitesse d'usinage (m/mn).

On peut calculer les grandeurs de l'exposant n et de la constante K de l'équation précédente à partir des droites obtenues en traçant la courbe représentative des variations du taux d'usure en fonction de la vitesse d'usinage en coordonnées bilogarithmiques. Le rapport entre la durée de coupe indiquant la résistance à la détérioration du bec de l'outil par suite de l'échauffement et la vitesse d'usinage suit une loi hyperbolique (14). Il en résulte qu'il n'y a pas de rapport simple entre le taux d'usure et la résistance du bec à l'action de l'usure et de l'échauffement.



Figures 5 et 6. — Augmentation du taux d'usure en fonction de la vitesse d'usinage des aciers X et Y.



Figures 7 et 8. — Variation du taux de déformation des copeaux en fonction de la vitesse d'usinage des aciers X et Y.

En diminuant la vitesse d'usinage au-dessous d'environ 55 m/min, le taux d'usure change peu. L'usure spécifique définie comme le rapport du poids du métal arraché à l'outil au poids des copeaux s'accroît légèrement dans le cas de l'acier. Nous n'avons pas trouvé une explication satisfaisante à cet accroissement, compte tenu du fait que l'influence des sulfures des aciers de décolletage sur le frottement entre les copeaux et l'outil ne dépend pratiquement pas de la vitesse d'usinage (15).

Le taux de déformation des copeaux λ_d est une mesure de l'écoulement plastique des copeaux. Il est défini comme le rapport de l'épaisseur réelle e_r à l'épaisseur théorique e_t des copeaux, c'est-à-dire :

$$\lambda_d = \frac{e_r}{e_t} \text{ et } e_r = a \cdot \sin x$$

a = avance (mm/tr)
 x = angle de direction.

Les figures 7 et 8 montrent les variations du taux de déformation des copeaux en fonction de la vitesse d'usi-

nage pour les deux aciers X et Y. La comparaison de ces deux graphiques avec les graphiques des figures 5 et 6 montre qu'il n'y a pas de rapport simple entre le taux d'usure et le taux de déformation des copeaux à l'usinage des aciers de décolletage. Il est aussi intéressant de noter que le taux d'usure de l'acier à teneur en carbone la plus basse est plus faible aux petites vitesses. Par contre, l'usure à l'usinage de cet acier aux vitesses élevées est sensiblement plus importante que celle de l'acier plus riche en carbone.

COMPARAISON DES TAUX D'USURE A L'USINAGE DE DIFFÉRENTS ACIERS DE DÉCOLLETAGE

Le but de ces essais est de déterminer s'il existe un rapport entre le taux d'usure et les différentes caractéristiques des aciers, comme leur composition chimique dans les limites de tolérances des producteurs, leurs propriétés mécaniques et leur microstructure, notamment la forme des inclusions de sulfure (16). La composition des aciers étudiés est présentée dans le tableau I. Tous les aciers ont été usinés avec le même outil. Pour cette raison, l'usinage a été effectué à la vitesse relativement faible de 54,6 m/min. Nous avons vérifié par des examens macroscopiques périodiques l'absence de traces visibles d'usure de l'outil, susceptibles de diminuer la reproductibilité des essais, comme nous l'avons précédemment exposé. L'état de l'outil a été également vérifié, en intercalant dans les usinages des différents aciers, des usinages d'un même acier (acier Y).

Dans 14 cas, sur le nombre total des 20 aciers étudiés, on a enlevé deux passes consécutives de la même barre ou bille, afin de déterminer s'il y avait sur la surface usinée d'importantes particules de l'outil apportées à la suite du frottement du bec sur cette surface. Si ces résidus n'existaient pas, on pourrait déterminer l'usure totale avec une seule passe d'usinage. Par suite de la diminution du diamètre, la deuxième passe s'effectuait à une vitesse d'usinage inférieure à la première de 2 à 6 %.

Pour tous les aciers étudiés, l'usure a été proportionnelle à la durée de l'usinage et à partir de six points expérimentaux, il a été possible de déterminer le taux d'usure. Nous allons expliquer plus loin l'origine des discontinuités sur les droites représentant l'augmentation du taux d'usure dans les cas des aciers Y, et E de la figure 9. La figure 10 montre les taux d'usure des différents aciers, déterminés à partir de la figure 9 ainsi que les taux de déformation des copeaux. Dans dix cas, l'usure a été plus élevée à la première passe ; en quatre cas, ce fut le contraire. La différence des taux d'usure entre les deux passes a atteint dans trois cas 17 % ; dans onze cas, elle était au plus d'environ 10 %, donc dans les limites admissibles de dispersion de la méthode d'essais. Il semble donc que la quantité des particules arrachées à l'outil et encastrées dans la surface usinée est en moyenne négligeable par rapport à la quantité des particules emportées avec les copeaux. Il est donc possible de déterminer l'usure totale en effectuant une seule passe d'usinage pour chaque échantillon.

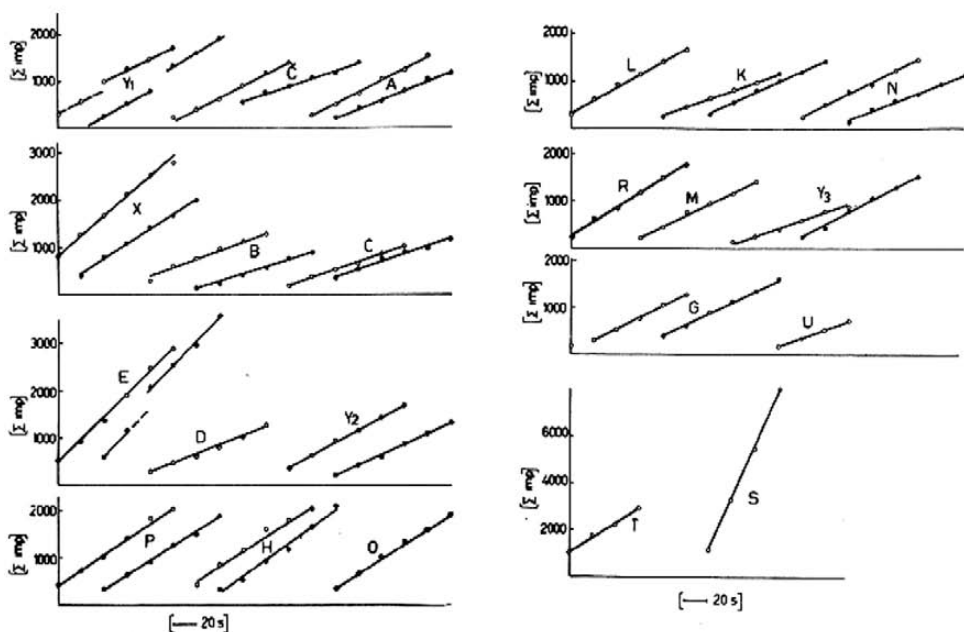


Figure 9. — Augmentation de l'usure avec la durée de l'usinage de différents aciers de décolletage à la vitesse de 54,5 m/min. Cercle vide, première passe ; cercle plein, deuxième passe.

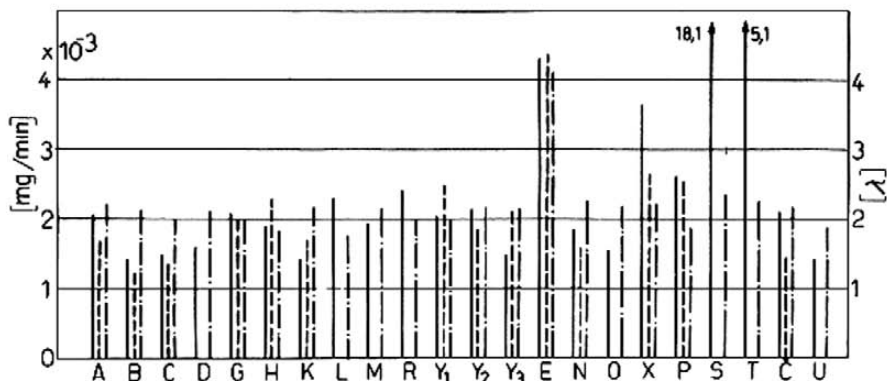
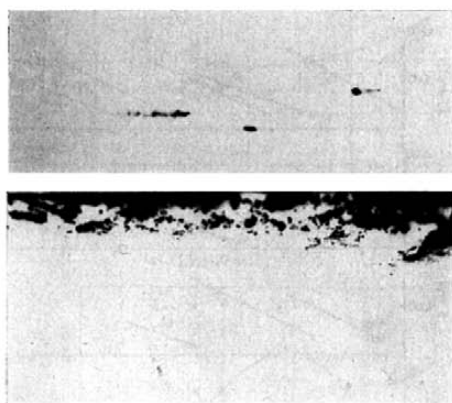


Figure 10. — Taux d'usure et taux de déformation des copeaux pour les aciers de la figure 9. Trait plein : taux d'usure première passe. Trait en tirets : taux d'usure de la deuxième passe. Trait en points et tirets : taux de déformation des copeaux.

Nous avons cependant mis en évidence, par autoradiographie, que des particules de métal arrachées de l'outil sont encastrées localement dans la surface usinée (fig. 11). Ces particules sont plus nombreuses dans le voisinage

immédiat du point de la surface usinée où le bec de l'outil s'est détérioré sous l'influence de l'échauffement intense produit à une vitesse d'usinage d'environ 150 m/min (fig. 12).



Figures 11 et 12. — Autoradiographie de la surface usinée. Echelle 4/5.

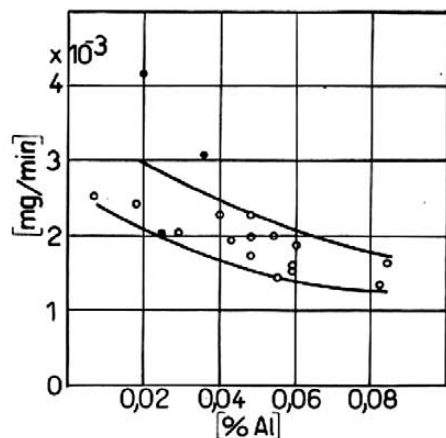
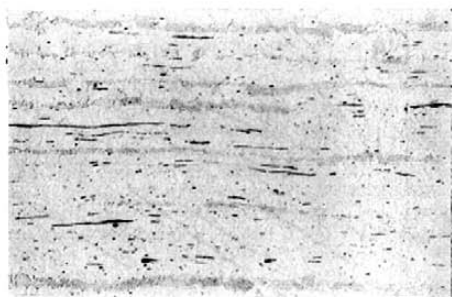


Figure 13. — Relation entre le taux d'usure et la teneur totale des aciers en aluminium.

TABLEAU II.

Acier	Diamètre ou épaisseur de la barre ou billette (mm)	Dureté Brinell	Taux d'usure (mg/mm × 10 ⁻²)
G	50 × 50	137	1,52
G	90 × 90	135	2,08
Y	39	160	1,96
S	20	134	18,10
T	20	135	5,10
U	18	168	1,44



Figures 14, 15 et 16. — Inclusions de sulfure dans les aciers U, C et S. Attaque légère au nital. × 100

Le tableau II indique les duretés Brinell, le taux d'usure et les épaisseurs des barres ou billettes pour six aciers.

A l'exception de l'acier U, tous ces aciers ont été laminés à chaud. L'acier U a le plus faible taux d'usure, bien que sa dureté soit la plus élevée. L'examen micrographique montre que les inclusions de sulfure dans cet acier sont les plus grosses (fig. 14). Les inclusions dans les aciers C, G et Y sont moins grosses et plus allongées (fig. 15), alors que dans les aciers T et S, et spécialement dans ce dernier, les inclusions sont très minces et allongées (fig. 16).

Ces particules de métal, augmentant considérablement le taux de comptage des copeaux, expliquent la présence des discontinuités dans les cas des aciers Y₁ et E de la figure 9. La pente de la droite est la même des deux côtés de la discontinuité, aux erreurs expérimentales près. L'usure spécifique est donc la même. La présence de ces décalages, provoqués par des arrachements, est donc fortuite et elle n'a pas de rapport avec l'usure normale de l'outil.

On n'a remarqué aucune relation entre les propriétés mécaniques, résilience comprise, et le taux d'usure des aciers. Le taux d'usure ne dépend pas des variations de la teneur des différents éléments des aciers dans les limites données par le tableau 1, exception faite de l'aluminium. Le taux d'usure diminue, en effet, très légèrement avec l'augmentation de la teneur totale d'aluminium entre 0,01 et 0,08 % (fig. 13). Notons que des observations antérieures avaient montré que la durée de coupe des outils diminuait fortement quand les aciers de décolletage avaient été calmés à l'aluminium (17). Dans cette série d'essais, nous n'avons pas non plus trouvé de rapport entre le taux d'usure et le taux de déformation des copeaux.

Le taux d'usure des aciers de décolletage dépend donc très sensiblement de la forme, et avant tout de la grosseur des inclusions de sulfure. Il augmente sensiblement lorsque la dimension de ces inclusions est inférieure à une certaine valeur, que nous n'avons pas pu déterminer avec précision, mais qui doit être de l'ordre d'une dizaine de microns. L'indice d'usure des billettes d'acier laminées à chaud jusqu'à une épaisseur de 39 mm est relativement faible. Il augmente sensiblement lorsque le laminage à chaud est poursuivi jusqu'à une épaisseur de 20 mm. Il en résulte que la diminution critique de la grosseur des inclusions a lieu au cours du laminage à chaud des billettes entre 40 et 20 mm d'épaisseur. L'indice d'usure des aciers de décolletage ne dépend donc pas seulement de la composition chimique de ces aciers, mais aussi des conditions de laminage.

CONCLUSIONS

1. Au moyen d'outils radioactifs, il est possible de déterminer l'usure au cours de l'usinage et d'évaluer l'usinabilité des aciers, par des essais de courte durée. Avec des outils ayant une activité spécifique de 0,5 à 1 mCi/g, on peut, dans des conditions relativement simples, obtenir une bonne précision (dispersion inférieure à $\pm 15\%$). Tout le métal arraché de l'outil en acier rapide est pratiquement entraîné par les copeaux, ce qui permet de déterminer l'usure totale des outils en n'effectuant qu'une seule passe sur chaque échantillon.

2. Le taux d'usure s'accroît, en fonction de la vitesse d'usinage, suivant une loi parabolique à partir de la vitesse de 55 m/mn environ. Au-dessous de cette vitesse, la vitesse d'usinage des aciers de décolletage a peu d'influence sur l'usure d'outils en acier rapide.

3. Nous n'avons pas observé de relation entre le taux d'usure et les propriétés mécaniques des aciers de décolletage, le taux de déformation des copeaux, ou la variation de la teneur en éléments d'alliage dans l'acier à l'intérieur des limites de tolérance du producteur, exception faite de l'aluminium.

4. Le taux d'usure des aciers examinés diminue légèrement lorsque leur teneur totale en aluminium s'accroît de 0,01 à 0,08 %. Le taux d'usure des aciers de décolletage est nettement plus élevé si la dimension des inclusions de sulfure dépasse une valeur critique (de l'ordre d'une dizaine de microns).

Ce travail a été effectué avec l'aide de l'usine « Zelezarna Jesenice ». Les auteurs remercient la Direction de cette usine qui en a aimablement permis la publication.

BIBLIOGRAPHIE

- MERCHANT (M.E.), KRABACHER (E.J.). — *J. Applied Physics*, 22 (1952), 12.
- MERCHANT (M.E.), KRABACHER (E.J.). — *Trans. ASME*, 75, n° 4 (mai 1953), 549.
- MERCHANT (M.E.), ERNST (H.), KRABACHER (E.J.). — *Nucleonics* 14, n° 5 (1956), 55.
- COLDING (B.), ERWALL (L.G.). — *Nucleonics* 11, n° 2 (1953), 96.
- HAKE (O.). — *Industrie-Anzeiger* (juin 1955), 627.
- KAZAKOV (I.F.). — *Izv. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Techn. Nauk* (janvier 1954), 41.
- HAKE (O.). — *Industrie-Anzeiger* 70, n° 63 (1956), 950.
- COLDING (B.). — *Acta Polytechnica Scandinavica, Mechanical Engineering Series* (1958), n° 2.
- HAKE (O.). — *Industrie-Anzeiger*, n° 27 (1958), 385.
- OPITZ (H.), HAKE (O.). — *Forschungsberichte des Wirtschafts- und Verkehrs-Ministeriums Nordrhein-Westfalen* (1958), n° 386, Ed. Westdeutscher Verlag, Cologne.
- Stahl-Eisen-Prüfblatt 1161-52, Ed. Stahl-Eisen-Verlag, Düsseldorf (1952).
- VODOPIVEC (F.), SENCAR (L.), HODNIK (J.). — *Comptes Rendus du 2^e Colloque sur l'utilisation des radioéléments*. Hercegovi (mai 1965).
- VODOPIVEC (F.), ZVOKELJ (J.), KALAN (A.). — *Rapport intérieur de l'Institut de Métallurgie, Ljubljana* (janvier 1963).
- KERKELER (K.). — *Die Zerspanbarkeit der metallischen und nicht metallischen Werkstoffe*, Ed. Springer-Verlag, Berlin (1952).
- BOULGER (F.W.), MORHED (H.A.), GAWERY (T.M.). — *Iron Age*, 167 (mai 1937), 90.
- VODOPIVEC (F.), SENCAR (L.), HODNIK (J.F.). — *Rudarsko-Metalurški Zbornik, Ljubljana* (à paraître).
- WEIDTMANN (O.). — *Stahl Eisen* (juillet 1936), 790.

Revue de Métallurgie - Mai 1966

Ursachen der Porigkeit von Oxydschichten auf Eisen

Von Franc Vodopivec und Ladislav Koscec in Ljubljana (Jugoslawien)

An einer Eisen-Bor-Legierung mit 0,08% B Durchführung von Oxydationsversuchen bei 900 bis 1100 °C. Metallographische Untersuchung der Oxydschichten. Folgerungen über die Bedeutung des Bors für die Porigkeit der Oxydschichten. Vergleich mit früheren an einer Eisen-Phosphor-Legierung mit 0,09% P erhaltenen Ergebnissen. Erörterung des Bildungs- und Wachstumsvorganges von Poren in Zunderschichten.

Causes of the porosity of oxide layers on iron. Oxidation experiments at 900 to 1100 °C on an iron-boron alloy with 0,08% B. Metallographic examination of the oxide layers. Conclusions regarding the importance of boron for the porosity of the oxide layers. Comparison with results obtained on an iron-phosphorus alloy with 0,09% P. Discussion of the process of formation and growth of the pores in scale layers.

Causes de porosité des couches d'oxydes sur le fer. Exécution d'essais d'oxydation entre 900 et 1100 °C sur un alliage fer-bore à 0,08% B. Etude métallographique des couches d'oxydes. Conclusions sur l'importance du bore pour la porosité des couches d'oxydes. Comparaison avec les résultats précédemment obtenus sur un alliage fer-phosphore à 0,09% P. Discussion du processus de formation et de croissance des pores dans les couches de calamine.

Bei Oxydationsversuchen an Eisen mit niedrigem Phosphorgehalt wurde festgestellt¹⁾ 2), daß die Anwesenheit flüssiger Phosphoroxide in der Grenzschicht Metall-Oxyd eine erhebliche Porigkeit der Oxydschicht bewirkt. Die Ergebnisse legen die Frage nahe, ob der Einfluß des Phosphors verallgemeinert werden kann, so daß eine derartige Porigkeit auch durch andere Begleitstoffe des Eisens hervorgerufen wird, und ob ein Unterschied im Einfluß des zugefügten Stoffes dahingehend besteht, daß seine Oxydationsprodukte fest oder flüssig sind. Zur Klärung dieser Frage wurden folgende Versuche an Eisen durchgeführt, dem geringe Mengen Bor zugefügt waren.

Versuchsdurchführung

Die chemische Zusammensetzung der untersuchten Eisen-Bor-Legierung ist in *Tafel 1* angegeben. Weiter wurden Vergleichsversuche an einer Eisenlegierung mit 0,024% C, einer Eisenlegierung mit 0,07% Mo und an reinem Eisen durchgeführt (siehe *Tafel 1*). Alle Legie-

Tafel 1. Chemische Zusammensetzung der untersuchten Eisenlegierungen

Legierung	% C	% O	% Sonstige
Eisen-Bor	0,005	n. b. 1)	0,08 B
Eisen-Phosphor	0,03	0,001	0,09 P
Eisen-Kohlenstoff	0,024	0,001	—
Reines Eisen	0,001	0,02	—
Eisen-Molybdän	0,001	0,023	0,071 Mo

1) Nicht ermittelt.

rungen wurden durch Umschmelzen von reinem Elektrolytisen im Vakuum-Induktionsofen hergestellt, so daß der Grad der Verunreinigungen 0,001% je Begleitstoff nicht überstieg. Es kann daher vorausgesetzt werden, daß bei den Versuchen der Einfluß derjenigen Elemente ausgeschlossen wurde, die nicht absichtlich dem Eisen zugegeben wurden. Diese Voraussetzung muß erfüllt sein, da sich während der Oberflächenoxydation an der Grenzfläche Oxyd-Metall viele Elemente anreichern und somit den Oxydationsvorgang stark beeinflussen können.

Die Oxydation wurde im elektrisch beheizten Röhrenofen bei Temperaturen von 900, 1000 und 1100 °C durchgeführt, und zwar unter Gas aus rd. 70 Vol.-% Wasserdampf und 30 Vol.-% Wasserstoff. Zur Herstellung dieses Gasgemisches wurde Wasserstoff durch destilliertes Wasser mit

einer Temperatur von 90 °C ± 0,1 grad geleitet. Die plättchenförmigen (12 × 12 mm²) oder walzenförmigen (12 mm Dmr., 10 mm Dicke) Proben wurden in den auf die Versuchstemperatur erwärmten Ofen mit dem Versuchsgas eingesetzt.

Die Querschliffe der Proben wurden in Bakelit oder Araldit eingefaßt und unter dem Mikroskop untersucht. Auch bei sorgfältigstem Schneiden, Schleifen und Polieren konnten Beschädigungen in der Oxydschicht zahlreicher Proben nicht vermieden werden. Doch konnten die aus der Probenvorbereitung hervorgehenden Fehler ohne Schwierigkeiten von den Fehlern unterschieden werden, die während der Oxydation in den Oxydschichten entstanden waren.

Versuchsergebnisse

Die Untersuchungen zeigten, daß bei allen drei Versuchstemperaturen die Oxydhaut aus zwei Schichten zusammengesetzt ist. Die äußere Schicht besteht aus Wüstit und ist bedeutend dicker als die zweiphasige innere Schicht. Diese ist aus Wüstit und einer Phase zusammengesetzt, deren Aussehen und Verteilung von der Oxydationstemperatur abhängt. Vergleichend mit den Versuchsergebnissen an der Eisenlegierung mit Phosphor^{1) 2)} wird angenommen, daß die zweite Phase aus Eisenborat oder einem Borat-Wüstit-Eutektikum besteht. Dieses bildete sich nur dann, wenn die Oxydationstemperatur höher war als der Schmelzpunkt des Eutektikum im binären System Wüstit-Borpenoxyd.

Nach der Oxydation bei 900 °C wurden in der dikkeren, äußeren Wüstitschicht und in der zweiphasigen inneren Schicht nur vereinzelte Poren ungleichmäßiger Form und Größe beobachtet. Zwischen Oxyd und Metall oder im Oxyd nahe des Metalles zeigten sich häufig Risse, die ungefähr parallel zur Grenzlinie der beiden Unterschichten verliefen (*Bild 1a*). Es kann nicht entschieden werden, ob die Risse während der Abkühlung der Proben oder bereits während der Oxydation entstanden. Das Aussehen der Oxydschicht war dem der Eisenlegierung mit Phosphor ähnlich, die den gleichen Oxydationsbedingungen bei 800 oder 900 °C ausgesetzt war²⁾. Es war schwierig, aus den bei 900 °C oxydierten Proben Schliffe herzustellen, die zur mikroskopischen Untersuchung geeignet waren.

Nach der Oxydation bei 1000 °C war die Oxydschicht ebenfalls aus zwei Schichten aufgebaut (*Bild 1b*). Die innere Schicht war wiederum aus Boratkörnern und Wüstit als

1) Vodopivec, F.: Rudarsko-metalurški Zbornik, 1963, Nr. 1, S. 15/31; Min. Metallurg. Quart. 1963, Nr. 1, S. 21/38 (engl. Übersetzung).

2) Vodopivec, F., A. Kohn, J. Philibert u. J. Manenc: Mém. sci. Rev. Metallurg., 60 (1963) S. 801/18.

Grundmasse zusammengesetzt, sie hatte eine etwas größere Dicke. In der gesamten Schicht wurden aber auch zahlreiche Poren von mehr oder minder gleichmäßiger Form und Größe beobachtet. Die durchschnittliche Größe der Poren nahm von der Metalloberfläche nach außen zu. Eine ähnliche Form, allerdings bei höherer Porenzahl, zeigte auch die Oxidschicht, die bei der gleichen Temperatur an der Legierung mit Phosphor entstanden war (Bild 2).

mit Bor kann festgestellt werden, daß die Form, die Verteilung und die Zusammensetzung des zweiten Oxidationsproduktes keinen Einfluß auf die Entstehung der Poren haben.

An Eisen mit 0,024% C entstand bei den gleichen Oxidationsbedingungen nahezu eine vollkommen kompakte Oxidschicht mit wenigen kleinen Poren (Bild 4a) an der Metalloberfläche, wobei die Schicht an den beiderseitig

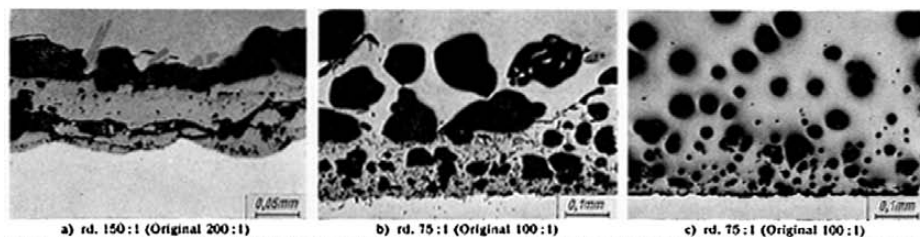


Bild 1. Ausbildung der Zunderschicht und der darin gebildeten Poren an Proben einer Eisenlegierung mit 0,08% B nach der Oxidation bei a) 900°C 10 h, b) 1000°C 10 h, c) 1100°C 10 h

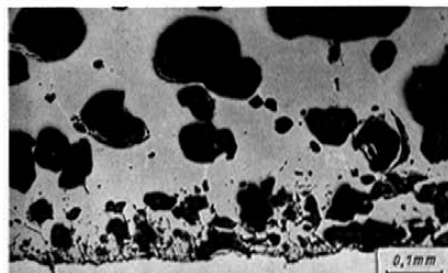


Bild 2. Ausbildung der Zunderschicht und der darin gebildeten Poren an der Probe einer Eisenlegierung mit 0,09% P nach der Oxidation bei 1000°C 24 h (100:1)

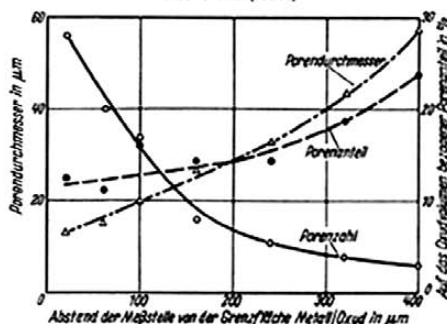


Bild 3. Durchmesser der Poren (Mittelwert), Porenzahl und auf das gesamte Oxidvolumen bezogener Porenanteil in Abhängigkeit von der auf die Grenzfläche Metall/Oxid bezogenen Entfernung. (Die Auswertung erfolgte durch Planimetrieren der Mikroaufnahmen des oberen Teiles der Probe des Bildes 1c)

Nach der Oxidation bei 1100°C war die Boratphase an den Grenzen der Wüstitkristalle in der inneren Unterschicht und an der Metalloberfläche verteilt. Diese Form deutet darauf hin, daß die Phase bei der Oxidationstemperatur im geschmolzenen Zustand vorlag. Im Oxid sind zahlreiche kugelförmige Poren (Bild 1c) eingelagert. Die Porenzahl verringert sich bei steigender durchschnittlicher Größe von der Metalloberfläche nach außen (Bild 3).

Auf Grund des Vergleiches der Beobachtungen an der Eisenlegierung mit Phosphor³⁾ und an der Eisenlegierung

oxydierten Rändern die größte Porenzahl aufwies. Noch kompakter war die Wüstitschicht an der Legierung mit Molybdän (Bild 4b), an der lediglich zahlreiche Poren an den beiderseitig oxydierten Rändern beobachtet wurden (Bild 4c). Ähnliche Erscheinungen deuteten bereits J. Morou und M. Cagnet⁴⁾ als Folge spezifischer geometrischer Verhältnisse, die an den Probenrändern während der Oxidation vorliegen.

Die Gleichmäßigkeit und Ebenheit der Grenzfläche Oxid-Metall nimmt von Bor über Kohlenstoff zu Molybdän als Legierungselement zu. Während der Oxidation reichert sich das Molybdän im Metall an der Grenzschicht Oxid-Metall an. Somit beeinflusst diese Anreicherung nicht die Kompaktheit der Oxidschicht, wohl aber die Form der Trennfläche Oxid-Metall, was theoretisch C. Wagner⁵⁾ erklärt und I. Maldy⁶⁾ an Eisenlegierungen untersucht hat.

Die Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchungen führen damit zu folgenden Schlußfolgerungen.

- Bereits kleine Mengen sekundärer Phasen in Form von Oxidationsprodukten des Phosphors oder Bors an der Grenzfläche Oxid-Metall führen zu einer deutlichen Porenbildung in der Oxidschicht während der Oxidation von festem Eisen. Wahrscheinlich haben auch die Oxidationsprodukte anderer Legierungselemente, die eine größere Affinität zum Sauerstoff haben als das Eisen, einen ähnlichen Einfluß. Elemente, die sich zufolge der geringeren Affinität zum Sauerstoff an der Grenzfläche im Metall anreichern, führen nicht zu Porenbildung.
- Die durch Oxidation des Legierungselementes entstandene Phase hat im festen wie im flüssigen Zustand den gleichen Einfluß.
- Je höher die Oxidationstemperatur ist, desto runder ist die Porenform.
- Bei niedriger Oxidationstemperatur entstehen keine Poren. Die kritische Temperatur der Oxidation von Eisen in einem Wasserdampf-Wasserstoff-Gemisch liegt zwischen 900 und 1000°C.

Folgerungen über den Mechanismus der Porenbildung

Während der Oberflächenoxidation des festen Eisens entstehen an der Grenzfläche Gas-Wüstit Kationen-Fehl-

³⁾ Rev. Metallurg., 56 (1958) 8, 1091/1109.
⁴⁾ J. Electrochem. Soc., 59 (1952) 8, 369/80.
⁵⁾ Maldy, I.: Paris 1965, Université, Thèse.

stellen im Wüstitkristallgitter. Die Fehlstellen diffundieren vom Gas gegen die Metalloberfläche. In entgegengesetzter Richtung bewegt sich die entsprechende Menge zweiwertiger Eisenionen. Wenn die Fehlstellen an die Grenzfläche gelangen, gehen sie vom Oxyd zum Metall über, wo sie resorbieren. Es gibt mehrere Ansätze zur Deutung der Resorptionsart. Am wahrscheinlichsten ist die Erklärung von D. A. Vermilyea⁶⁾, wonach sich die Fehlstellen an die

Gase an der Grenzfläche Oxyd-Metall Bläschen an den Stellen bilden, wo die Berührung zwischen Metall und Oxyd durch die Fremdphasen unterbrochen ist. Dieser Erklärung steht jedoch entgegen, daß bei der Oxydation einer reinen Eisen-Kohlenstoff-Legierung keine merkliche Porigkeit auftritt. Es besteht jedoch die Wahrscheinlichkeit, daß sich in bereits vorhandenen Poren gasförmige Entkohlungsprodukte ansammeln.

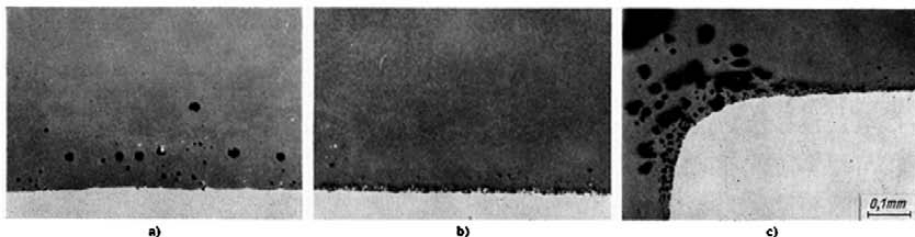


Bild 4. Porenbildung in der Zunderschicht nach der Oxydation bei 1000 °C 10 h an einer Eisenlegierung mit
a) 0,024 % C, b) 0,07 % Mo, c) 0,07 % Mo, Probenrand (rd. 75 : 1, Original 100 : 1)

Versetzungsstufen der Metalloberfläche binden und dann durch Kriechen der plastischen Oxydschicht resorbieren. Doch zeigen einige Versuchsergebnisse, daß auch andere Resorptionsarten möglich sind, nach denen die Fehlstellen in das Metall übergehen können^{7) 8)}. Die Ursache für das Fehlen von Poren in der an reinem Eisen entstandenen Wüstitschicht ist in der quantitativen Resorption der Fehlstellen zu suchen.

Es fragt sich jedoch, ob die Fehlstellenresorption auch dann wirksam ablaufen kann, wenn sich an der Grenzfläche nicht unmittelbar Wüstit und Eisen berühren, sondern wenn an einigen Stellen eine fremde Phase zwischengelagert ist, wie sie z.B. bei der Phosphor- oder Boroxydation gebildet wird. Es ist sehr wahrscheinlich, daß die Poren durch Kondensation der Kationen-Fehlstellen an der Grenzfläche Oxyd-Metall entstehen, wie das bereits A. Dravnieks und H. J. McDonald⁷⁾ vermuteten, weil die Fremdphase deren Resorption mehr oder weniger stark behindert.

Zur Entstehung der Porigkeit ist neben der Wirkung der fremden Phase noch ein Faktor notwendig. Es wurde bereits erwähnt, daß eine ausgesprochene Porigkeit nur dann auftritt, wenn die Legierungen bei 1000 oder 1100 °C oxydierten, nicht jedoch bei einer Oxydation im gleichen Gas bei 800 oder 900 °C. Es ist nicht zu erwarten, daß der Resorptionsmechanismus der Kationen-Fehlstellen während der Oxydation bei 900 °C anders abläuft als bei 1000 °C. Infolge der Temperaturerhöhung verändert sich jedoch die Plastizität der Oxydschicht. Man darf also annehmen, daß eine ausgesprochene Porigkeit nur dann auftritt, wenn der Grad an Plastizität der Wüstitschicht unter den spezifischen Bedingungen der Oxydation eine bestimmte kleinste Größe übersteigt, andernfalls entstehen lediglich Risse.

Eine wichtige Rolle bei der Porenbildung spielt auch die Oberflächenenergie des Wüstits. Dieser ist es am wahrscheinlichsten zuzuschreiben, daß die Porenform um so gleichmäßiger und runder ist, je höher die Oxydationstemperatur ist.

Da während der Eisenoxydation auch die Entkohlung abläuft, darf man annehmen, daß ein bestimmter Zusammenhang zwischen den dabei gebildeten Gasen und der Porigkeit in dem Sinne besteht, daß die bei der Entkohlung gebildeten

Obwohl sich die Poren nur an der Grenzfläche Oxyd-Metall bilden, sind sie über den gesamten Querschnitt der Oxydschicht verteilt. Es findet demnach eine Wanderung der Poren statt, die zwangsläufig mit einem Stofftransport von der Gasseite auf die Metallseite verknüpft ist. Bild 3 ist zu entnehmen, daß gleichlaufend mit dem Anwachsen der kleineren Poren der auf das Gesamtvolumen des Oxydes bezogene Anteil der Poren von der Grenzfläche Metall-Oxyd zur Gasseite hin steigt. Diese Erscheinung kann nicht erklärt werden, vielleicht resorbieren in den Poren Kationen-Fehlstellen, die von der Grenzfläche Oxyd-Gas kommen und zu einer erhöhten Instabilität des Wüstits führen.

Die Resorption der Fehlstellen allein kann aber keine Porenbewegung, sondern nur deren Anwachsen gegen die Gasseite bewirken. Eine solche Bewegung würde nur dann entstehen, wenn die Fehlstellen auf der Metallseite der Poren wieder in das Oxyd übergehen und schließlich an der Metalloberfläche resorbiert würden, was sehr unwahrscheinlich ist.

Als wahrscheinlich dagegen ist eine Stoffübertragung in den Poren durch einen Übergang des Sauerstoffes von der dem Gas auf die dem Metall zugekehrte Seite der Poren anzusehen. Hierfür sind folgende Übertragungsmöglichkeiten in Betracht zu ziehen.

Übertragung durch Oberflächendiffusion, Übertragung des durch die Wüstitzersetzung entstehenden Sauerstoffes durch Gasdiffusion und die Übertragung über die durch die Entkohlung gebildeten Kohlenmonoxyd-Kohlendioxyd-Gasgemische.

Für die Oberflächendiffusion des Sauerstoffes finden sich im Schrifttum keine Angaben, die eine quantitative Auswertung dieser Übertragungsart für den vorliegenden Fall ermöglichen würden. Das Anionennetz des Wüstits ist aber so vollkommen und fest, daß es sehr fraglich erscheint, ob auf der Porenoberfläche eine bedeutende Sauerstoffdiffusion von der Gas- zur Metallseite verlaufen kann.

Die Übertragung des durch die Wüstitzersetzung entstehenden Sauerstoffes durch Gasdiffusion soll an dem Beispiel einer 10 µm dicken Pore in einer 500 µm dicken Wüstitschicht erörtert werden. Nach Bild 5 hat das Oxyd auf der dem Gas zugekehrten Seite der Pore einen Zersetzungsdruck von $5,04 \cdot 10^{-15}$ atm, auf der dem Metall zugekehrten Seite aber nur $4,82 \cdot 10^{-16}$ atm. Im Schrifttum finden sich keine Angaben über die Kinetik der Subli-

⁶⁾ Acta metallurg., New York, 5 (1957) 8, 492/95.

⁷⁾ Dravnieks, A., u. H. J. McDonald: Trans. electrochem. Soc. 94 (1948) S. 129/64 u. 882/83.

mation oder Dissoziation von festem Wüstit, so daß keine Aussagen über die Geschwindigkeiten, mit der diese Vorgänge ablaufen, getroffen werden können. Unter der Voraussetzung, daß sich die Sauerstoffpartialdrücke im Gas innerhalb der Poren mit denen des Wüstits im Gleichgewicht befinden, würde dieser geringe Unterschied zwischen den beiden Drücken jedoch eine so große Sauerstoffübertragung durch Gasdiffusion bewirken, daß damit die beobachtete Porenverteilung gedeutet werden könnte. Diese Übertra-

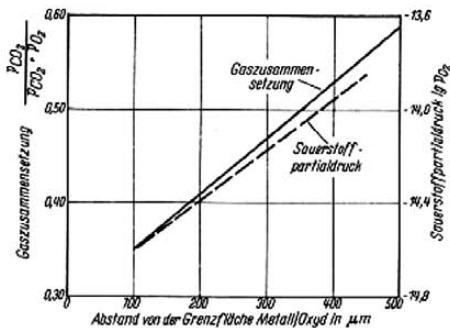


Bild 5. Zusammensetzung des CO_2 - CO -Gasgemisches im Gleichgewicht mit Wüstit sowie Dissoziationsdruck des Wüstits in Abhängigkeit von der auf die Grenzfläche Metall/Oxyd bezogenen Entfernung

gungsmöglichkeit würde den Verhältnissen in porigen Sulfidschichten auf Kupfer oder Silber entsprechen, wie sie von S. Mrowec und T. Werber⁹⁾ gefunden wurden.

Bei Anwesenheit von Kohlenmonoxyd-Kohlendioxyd-Gasgemischen in den Poren, wie sie durch die Oxydation des Kohlenstoffs in den Proben vorausgesetzt werden kann, dürfte jedoch die Übertragung des Sauerstoffs durch diese Gasgemische die wahrscheinlichste Form der Übertragung sein¹⁰⁾. Diese Übertragungsmöglichkeit wird auch durch die Beobachtungen von C. E. Birchenall¹¹⁾ unterstrichen, der festgestellt hat, daß im porigen Teil der Oxydschicht der Konzentrationsgradient größer als im kompakten Teil der Schicht ist. Im folgenden sollen die einzelnen Schritte, die zu dieser Übertragung des Sauerstoffes in den Poren durch Kohlenmonoxyd-Kohlendioxyd-Gasgemische notwendig sind, untersucht werden.

Absehung der Reaktionsgeschwindigkeit bei einer Stoffübertragung durch Kohlendioxyd-Kohlenmonoxyd-Gasgemische

Das Kohlendioxyd-Kohlenmonoxyd-Gasgemisch, das infolge der Entkohlung des Stahles entsteht, ist mit dem Wüstit in Berührung und daher von dessen Zusammensetzung abhängig. Der Eisengehalt wächst linear mit der Entfernung vom Gas zum Metall¹²⁾. Wenn man voraussetzt, daß das Gasgemisch mit dem Wüstit im Gleichgewicht ist, kann dessen Zusammensetzung mit allgemeinen thermochemischen Formeln berechnet werden. Die für diese Rechnungen notwendigen Angaben finden sich in den Arbeiten von J. F. Elliott und M. Gleiser¹³⁾ sowie A. Muan und E. F. Osborn¹⁴⁾. Bild 5 zeigt die Abhängigkeit der Zusammensetzung des Gasgemisches vom Sauerstoff-

partialdruck des Wüstites, dessen Zusammensetzung sich von der Gasseite in Richtung zur Metalloberfläche in einer 500 μm dicken Schicht ändert. Diese Schicht entstand z. B. durch eine Oxydation von 10 h des Eisens bei 1000 °C in der Gasmischung aus 70 Vol.-% Wasserdampf und 30 Vol.-% Wasserstoff. Der Gleichgewichtsgehalt des Kohlendioxydes fällt linear von der Gasseite gegen das Metall, während in derselben Richtung der Gehalt an Kohlenmonoxyd wächst. Der Unterschied im Kohlendioxydgehalt zwischen der Gasseite und der Metallseite der Poren wächst linear mit der Porengröße.

Es ist nicht zu erwarten, daß im Wachstumsablauf der Wüstitschicht und der Porenbewegung die Zusammensetzung des Gasgemisches dem Gleichgewicht mit dem Oxyd entspricht. Man kann aber annehmen, daß die unterschiedliche Wüstitzusammensetzung zu einem gewissen Unterschied in der Zusammensetzung des Gasgemisches führt, der die Übertragung beider Gase durch Diffusion zwischen der Gas- und Metallseite der Poren bewirkt. Durch die Reduktion des Kohlendioxydes des Gasgemisches in Berührung mit dem Wüstit an der Metallseite und der Oxydation des Kohlenmonoxydes an der Gasseite der Pore erfolgt die Übertragung des Sauerstoffes vom Gas auf die Metallseite der Poren. Die entsprechenden Reaktionen sind in Bild 6 schematisch dargestellt. An der Metall-

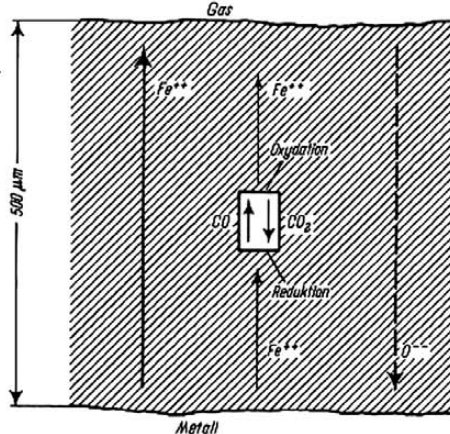


Bild 6. Schematische Darstellung der Reaktionen im Wüstit und in der Pore während der Oxydation

seite der Poren reagieren von der Metalloberfläche kommende Eisenionen mit dem Kohlendioxyd. Auf der Gasseite der Pore wandern die durch die Reduktion frei gewordenen Eisenionen zum Gas und reagieren dort mit dem gasförmigen Sauerstoff. Während der Reduktion und Oxydation an den entsprechenden Seiten der Pore bildet sich keine neue Phase, wohl aber kommt es zur Anreicherung oder Verarmung des Wüstits an Sauerstoff.

Beim Übertragungsvorgang des Sauerstoffes in den Poren laufen demnach folgende vier Reaktionen ab: Wüstitreduktion durch Kohlenmonoxyd, Kohlendioxyd- und Kohlenmonoxydübertragung durch die Gasmischung in der Pore, Wüstitoxydation durch Kohlendioxyd und Zufluß von Fe^{2+} -Ionen an die Metallseite der Pore durch Diffusion durch den Wüstit. Als Beispiel für die Berechnung dieser vier Reaktionen wird eine walzenförmige Pore mit einer Höhe von 10 μm , die in der Mitte der 500 μm dicken Wüstitschicht liegt (Bild 6), angenommen.

⁹⁾ Vodopivec, F.: Rudarsko-metalurški Zborn. 1964, Nr. 1, S. 89/43; Min. Metallurg. Quarz. 1964, Nr. 1, S. 43/48 (engl. Übersetz.).

¹⁰⁾ Fizika Metalurški Metalovedeni 10 (1960) S. 672/80.

¹¹⁾ Rahmel, A., W. Jäger u. R. Korn: Arch. Eisenhüttenwes. 34 (1963) S. 279/90.

¹²⁾ J. electrochem. Soc. 103 (1956) S. 619/24.

¹³⁾ Engell, H. J.: Acta metallurg., New York, 6 (1958) S. 439/45.

¹⁴⁾ Elliott, J. F., u. M. Gleiser: Thermochemistry for steelmaking. Vol. 1. Reading/Mass. 1960.

¹⁵⁾ Muan, A., u. E. F. Osborn: Phase equilibria among oxides in steelmaking. Reading/Mass. 1965.

Gasdiffusion in der Pore

Die Menge des übertragenen Kohlendioxydes, N_{CO_2} , durch Gasdiffusion in der Pore, berechnet nach A. P. Colburn und R. L. Pigford¹⁵⁾, beträgt $N_{CO_2} = 9,1 \cdot 10^{-5}$ mol/cm² s. Dies entspricht einer Wüstitschicht gleichmäßiger Dicke von $y = 3,9$ cm/h. In den Rechnungen wurde das spezifische Gewicht des Wüstits mit $\gamma = 5,7$ g/cm³ nach F. Marion¹⁶⁾, die Diffusionskonstante mit $D_{CO_2} = 1,58$ cm²/s nach Angaben von L. S. Darken und R. W. Gurry¹⁷⁾, umgerechnet für den Druck von 1 atm und ein Gasgemisch von 50 Vol.-% CO₂ und 50 Vol.-% CO, angenommen. Die Rechnung zeigt, daß der Druck in den Poren und die Porendurchmesser theoretisch keinen Einfluß auf die Menge des übertragenen Kohlendioxydes ausüben.

Wüstitreduktion durch Kohlenmonoxyd

J. Gerlach, H. Probst und D. Neuschütz¹⁸⁾ haben festgestellt, daß die Reduktionsgeschwindigkeit des sauerstoffreichen Wüstits mit Kohlenstoffmonoxyd zu sauerstoffärmeren Wüstit dem Kohlenmonoxyd-gehalt des reduzierenden Gases proportional ist. Die Rechnung auf der Grundlage ihrer Angaben ergibt bei den angenommenen Verhältnissen eine Reaktionsgeschwindigkeit von $N = 8,4 \cdot 10^{-6}$ mol O₂/cm² s, was der Dicke einer gleichmäßigen Wüstitschicht von $7,2 \cdot 10^{-3}$ cm/h entspricht. Durch die Änderung des Druckes in der Pore vergrößert oder vermindert sich auch der Kohlenmonoxyd-gehalt des Gases. Dementsprechend muß sich proportional zum Druck auch die Schicht des reduzierten Wüstites vergrößern oder vermindern.

Wüstitoxydation durch Kohlendioxyd

Die Geschwindigkeit der Oxydation des Wüstits durch Kohlendioxyd kann aus den Angaben von K. Hauffe und H. Pfeiffer¹⁹⁾ berechnet werden. Bei einem Verhältnis von $p_{CO_2}/p_{CO} = 0,435$, das für die vorliegende Untersuchung als Gleichgewichtsbedingung auf der Metallseite der Pore angenommen wird, und bei einer Temperatur von 1000 °C beträgt die Oxydationsgeschwindigkeit des Wüstites im linearen Teil der Kurve, wo die Reaktionsgeschwindigkeit allein von der Zusammensetzung des Gases abhängt, $N = 7,1 \cdot 10^{-8}$ O₂/cm² s. Das entspricht der Dicke einer gleichmäßigen Wüstitschicht von $y = 6,1 \cdot 10^{-3}$ cm/h.

Diffusion der Eisenionen

Man kann die Größe der Diffusionsgeschwindigkeit der Eisenionen mit Hilfe der Oxydationskinetik des Eisens

in Wasserdampf-Wasserstoff-Gemischen berechnen²⁾). Diese Diffusionsgeschwindigkeit entspricht für die vorliegenden Verhältnisse der Dicke einer gleichmäßigen Wüstitschicht von $y = 4,8 \cdot 10^{-3}$ cm/h.

Die Berechnung der Übertragungsgeschwindigkeit durch die Gasdiffusion muß als die unsicherste angesehen werden. Da jedoch diese Geschwindigkeit die der übrigen Reaktionen um etwa zwei Größenordnungen übersteigt, darf angenommen werden, daß die Gasdiffusion für die Geschwindigkeit des Stofftransportes in den Poren sowie für deren Bewegung in der Oxydschicht nicht maßgebend ist. Die berechneten Geschwindigkeiten der übrigen Reaktionen sind zuverlässig, weil sie auf Grund experimentell ermittelter Größen bestimmt sind.

Die Diffusion des Eisens durch den Wüstit zum sauerstoffreicheren Wüstit verläuft demnach am langsamsten. Es ist daher wahrscheinlich, daß gerade diese Reaktion die Geschwindigkeit der Stoffströmung in den Poren und damit auch die Bewegung der Poren bestimmt. Ihre Geschwindigkeit ist genügend groß, um eine Verteilung der Poren wie sie an den Probenquerschnitten gefunden wurde, zu bewirken.

Zusammenfassung

An einer Eisen-Bor-Legierung mit 0,08% B wurden Oxydationsversuche bei 900, 1000 und 1100 °C in einem Gasgemisch aus 30 Vol.-% Wasserstoff und 70 Vol.-% Wasserdampf durchgeführt und die gebildeten Zunderschichten metallographisch untersucht. Zum Vergleich dienten die Ergebnisse von Versuchen an Eisenlegierungen mit 0,024% C oder 0,07% Mo und an reinem Eisen sowie die Ergebnisse einer früheren Untersuchung an einer Eisen-Phosphor-Legierung mit 0,09% P.

Es wurde festgestellt, daß bei 1000 und 1100 °C gebildete Oxyde des Bors und Phosphors Ursache für das Entstehen sehr poriger Wüstitschichten sind, wobei es ohne Bedeutung ist, ob die Oxydverbindungen im flüssigen oder festen Zustand vorliegen. An reinem Eisen und den Legierungen mit Molybdän oder Kohlenstoff wurden in der Wüstitschicht keine Poren beobachtet.

Die Versuchsergebnisse führen zu der Annahme, daß die gebildeten Oxydverbindungen die Resorption von Kationen-Fehlstellen im Metall stark hemmen und damit die Porenbildung erzwingen. Bedingungen für das Wachsen und die Bewegung der Poren in der Zunderschicht sind genügend hohe Plastizität der Wüstitschicht und die Stoffübertragung durch Kohlenmonoxyd-Kohlendioxyd-Gase in den Poren; diese Feststellung wurde durch rechnerische Ansätze belegt.

¹⁵⁾ Colburn, A. P., u. R. L. Pigford: In: Chemical engineering handbook. New York, London 1950, S. 524/59.

¹⁶⁾ Marion, F.: Contribution à l'étude du protoxyde de fer. Nanay 1955, Université, Thèse.

¹⁷⁾ Darken, L. S., u. R. W. Gurry: Physical chemistry of metals. New York, London 1953.

¹⁸⁾ Arch. Eisenhüttenwes. 36 (1965) S. 549/47.

¹⁹⁾ Z. Metallkde. 44 (1953) S. 27/36.

Raziskave intergranularne krhkosti jeklne litine*

F. Vodopivec¹, S. Lenasi², A. Rodič²,
E. Štruč², V. Strahovnik² in M. Kmetič

Ploščice alumunijevega nitrída po mejah dendritnih zrn zmanjšujejo plastičnost jeklne litine. Metalografske in kemijske raziskave kažejo, da nastanejo ploščice neposredno iz taline tik pred popolnim strjenjem litine. Krhkosti se je mogoče izogniti z omejitvijo količine aluminija in dušika v litini in z vezavo aluminija z močnejšim nitridotvorcem, kot je aluminij. Zadnja možnost je tehnološko najbolj primerna.

1. UVOD

Pri proizvodnji ogljikove in maloalegirane jeklne litine se pojavlja kdaj pa kdaj izmeček zato, ker nima litina zadostne plastičnosti; lom trgalnih, žilavostnih in upogibnih preizkušancev pa ima značilen interkristalen ali mešan potek, v katerem so različni deleži transkristalne, krhke in interkristalne površine ter često manjši otoki žilave površine (sl. 1). Iz videza prelomnih površin, predvsem po smeri zlivanja grebenov, ki združujejo različne ravnine poteka makrorazpoke, je mogoče opredeliti, da se litina preje prelomi tam, kjer je prelom intrakristalen in krhek ter kasneje tam, kjer je prelom interkristalen, in razumljivo, najkasneje tam, kjer je prelom žilav. V literaturi je poznano, da interkristalno krhkost povzročijo v jekleni litini najbolj pogosto aluminijev nitrid (ref. 1 do 7), lahko pa tudi vanadijev nitrid (8). Krhkost razumljivo lahko povzroča vsaka faza, ki je krhka in obdaja primarna ali sekundarna zrna, torej tudi

cementit in često niobjev karbonitrid. Ta se kot eutektična komponenta izoblikuje po dendritnih mejah v maloogljicnih mikrolegiranih jeklih (9, 10).

2. Raziskovalno delo

Iz redne proizvodnje železarne Ravne smo izbrali primerne vzorce za identifikacijo krhkosti; njeno poreklo in način odprave pa smo preverili na sintetičnih talinah, ki so bile izdelane v indukcijski peči. Sestave litin, na katerih je bila identificirana krhkost, so prikazane v tabeli 1, v tabeli 2 pa so mehanske lastnosti litin.

Podatki v prvi tabeli kažejo, da imajo litine sestavo, ki je predpisana po JUS standardu za posamične kvalitete in da imajo vse visoko količino aluminija, dušika in alumunijevega nitrída. Krhkost se pojavlja, kot smo že omenili v uvodu, v zmanjšani deformacijski sposobnosti jeklne litine, nima pa zaznavnega vpliva na mejo plastičnosti in na trdnost.

Drugi elementi, ki so tudi prisotni v litini, ne kažejo nobene logične povezave s krhkostjo. Iz podatkov v tabelah 1 in 2 ni mogoče razločiti, pri kateri količini alumunijevega nitrída se krhkost pojavi. Velja le, da je krhka že litina, v kateri je 0,0063 % dušika vezano v alumunijevem nitridu.

Pazljivo opazovanje pri nekajkratni povečavi pokaže, da je interkristalna prelomna površina oblikovana iz drobnih ravnih teras, ki s stopničastimi prehodi iz ene v drugo oblikujejo razmerno zaobljene izbokline posameznih kristalnih zrn.

¹ SZ Metalurški inštitut Ljubljana

² SZ Železarna Ravne

* Predavanje na 5. kongresu livarjev Jugoslavije, Split, 1977.



(a)



(c)



(b)



(d)

Slika 1

Pov. 5 ×. Posnetki prelomov preizkušancev iz jeklene litine z interkristalnim prelomom (a), z žilavim in interkristalnim prelomom (b), s krhkim in interkristalnim prelomom (c) in z vsemi tremi oblikami preloma (d)

Fig. 1

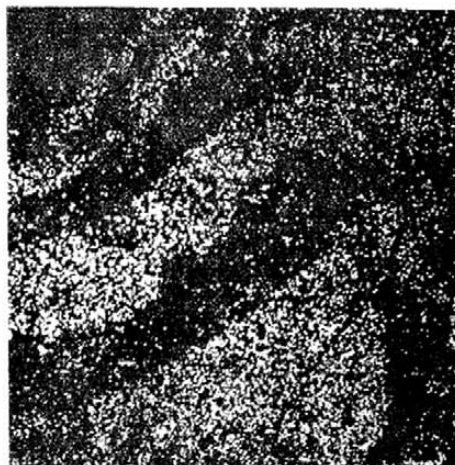
Mag. 5 ×. Pictures of fractures of cast steel samples with intercrystalline fracture (a), tough and intercrystalline fracture (b), brittle and intercrystalline fracture (c), and with all the three forms of fracture (d)

Ce opazujemo pri večji povečavi, se ta terasasta oblika pokaže zelo jasno (sl. 2), vidi pa se tudi, da nastane v stopničkah, ki terase združujejo, prelom žilavega značaja. To je razlaga, zakaj ima interkristalna prelomna površina večjo žilavost kot krhka transkristalna površina, kljub temu da ploščice aluminijevega nitrida, ki pokrivajo posa-

mezne terase, nimajo pravzaprav nobene deformacijske sposobnosti. Analiza v elektronskem mikroanalizatorju pokaže, da je na površini nekaterih teras mnogo aluminijskega, mnogo več, kot ustreza povprečni sestavi jekla. Vendar pa ni mogoče določiti tudi v mikroanalizatorju lokalne koncentracije aluminijskega, ker so ploščice zelo tanke in jih snop

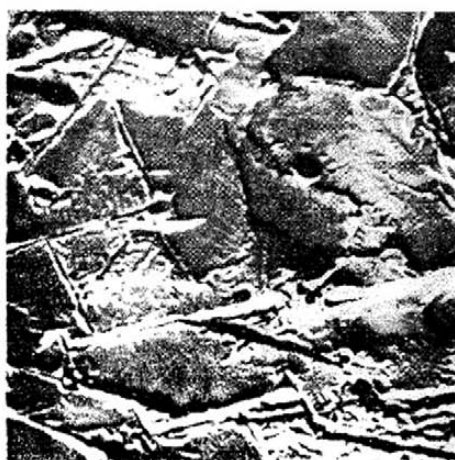


(a)



(b)

Slika 2
 Pov. 150 \times . Interkristalna površina v litini 15; a) topografija in b) porazdelitev Al na površini
 Fig. 2
 Mag. 150 \times . Intercrystalline surface of sample 15; (a) topography, and (b) distribution of Al on the surface



(a)



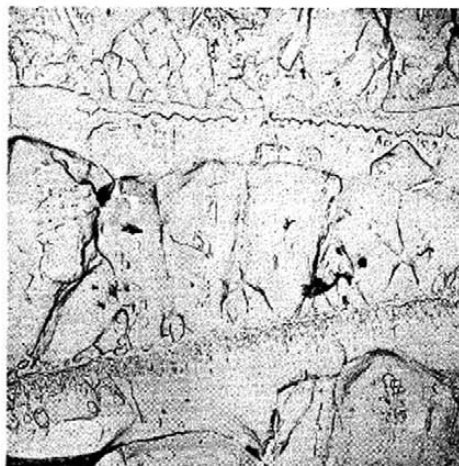
(b)

Slika 3
 Interkristalna površina v litini 15; a) topografija, b) porazdelitev Al na površini
 Fig. 3
 Intercrystalline surface of sample 15; (a) topography, (b) distribution of Al on the surface

elektronov, s katerimi v mikroanalizatorju poteka analiza, prebije in vzbuja osnovo pod njimi.

V mikroskopu je bilo na nekaterih delih interkristalne površine, oz. mikroterasah lepo razločiti drobne dendrite, katerih površina je bila bogatejša z aluminijem kot okolica (sl. 3). Obstoj takih

dendritnih tvoril in delc duktilnega preloma med njimi je pokazalo tudi opazovanje v transmisijskem elektronskem mikroskopu (sl. 4). Moremotaorej sklepati, da se izloča aluminijev nitrid, ki krhkost povzroča, lahko tudi v obliki dendritnih tvoril ali pa tako obliko privzema pri nastanku.



(a)



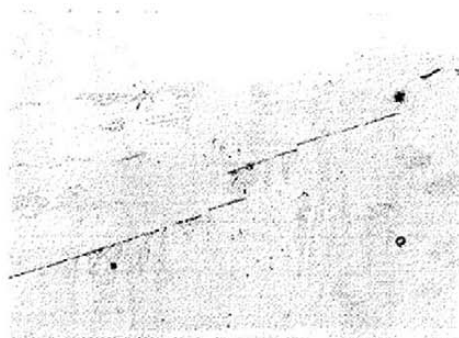
(b)

Slika 4

Pov. 5800 X. Indirektne replike vzorcev 7 in 15; a) žilavil pasovi med interkristalnimi področji, b) dendritska razporeditev lamel AlN

Fig. 4

Mag. 5800 X. Indirect replicas of samples 7 and 15; (a) tough belts between intercrystalline regions, (b) dendritic distribution of AlN lamellae



Slika 5

Pov. 500 X, jedkano z nitalom. Terasasta porzdelitev ploščic AlN, ki so vzporedne s primarno kristalno mejo

Fig. 5

Mag. 500 X, etched with Nital. Distribution of AlN plates in cascades parallel with primary grain boundary



Slika 6

Pov. 500 X, jedkano z nitalom. Ploščice AlN so pod različnimi koti na kristalno mejo

Fig. 6

Mag. 500 X, etched with Nital. AlN plates are oriented under various angles to the grain boundary

V optičnem mikroskopu je bilo razločiti tri značilne oblike razporeditve lamel krhke faze po primarnih mejah. Ena je bila zaporedje ravnih tankih ploščic, ki so stopničasto prehajale iz terase v teraso (sl. 5) in tako sledile zaobljeni primarni kristalni meji. Drugi tip pa je bila razdelitev ploščic po kristalnih mejah tako, da je bila dolga os ploščic pod večjim ali manjšim kotom glede na ravnino primarne kristalne meje (sl. 6). V po-

samičnih primerih smo opazili velike kolonije takih izločkov (sl. 7), med njimi pa bolj goste nekovinske vključke kot drugod. Očitno gre za zadnje strjene meddendritne prostore. V obeh primerih je bila debelina ploščic približno enaka in je bila vedno približno 0,5 mikrona, dolžina pa je dosegla do 60 mikronov. Prva oblika lege ploščic krhke faze daje prelome take oblike, kot jih kaže sl. 3, druga in tretja oblika pa prelomno površino



Slika 7

Pov. 100 \times . Porazdelitev ploščic AlN okoli manjšega primarnega avstenitnega zrna

Fig. 7

Mag. 100 \times . Distribution of AlN plates around a small primary austenitic grain



Slika 8

Pov. 150 \times . Razčlenjen prelom na mestih, kjer decohezijska razpoka poteka po primarnih mejah, na katerih so lamele AlN postavljene kot na sl. 6 in 7

Fig. 8

Mag. 150 \times . Branched fracture on the spots where decohesion crack passes along primary boundaries with precipitated AlN lamellae as in Figs. 6 and 7

z obliko, kot jo vidimo na sliki 8. Lega ploščic krhke faze glede na ravnino primarne kristalne meje vpliva na plastičnost litine ter razlaga, zakaj imajo nekateri vzorci litine večji raztezek in kontrakcijo kljub večji količini aluminijevega nitrida.

V normalizirani litini ležijo ploščice aluminijevega nitrida neodvisno od komponent sekundarne

mikrostrukture. Najdemo jih na meji med perlitnimi in feritnimi zrnji ter v notranjosti zrn ene in druge faze. To pomeni, da nimajo intergranularne ploščice nobenega vpliva na dogajanja v mikrostrukturi pri normalizaciji litine.

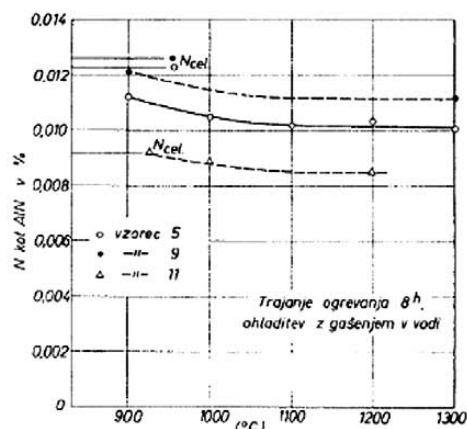
3. Stabilitet aluminijevega nitrida pri ogrevanju litine in mehanizem nastanka krhkosti

Izmed litin v tabeli 1 smo izbrali tri vzorce in jih 8 ur ogrevali pri temperaturah 900, 1000, 1100, 1200 in 1300 $^{\circ}\text{C}$. Na sliki 9 vidimo, da ostaja koncentracija aluminijevega nitrida stalna v vsem temperaturnem intervalu po rahlem padcu med temperaturama 900 in 1000 $^{\circ}\text{C}$. Topnostni produkt za AlN v avstenitu ima obliko

$$\log(\text{Al}) \times (\text{N}) = \frac{A}{T} + B \quad (11).$$

V izrazu so: (Al) in (N) masne koncentracije obeh elementov v trdni raztopini v avstenitu, T absolutna temperatura in A in B konstanti. Sprememba količine AlN v litini, ki jo kaže slika 9, tej odvisnosti ne ustreza, saj ne opazimo nobenega zmanjšanja količine AlN z naraščanjem temperature ogrevanja litine.

Mikroskopska opazovanja so pokazala, da prihaja pri ogrevanju pri visoki temperaturi nad 1100 $^{\circ}\text{C}$ do delne koagulacije ploščic AlN po mejah, zato se ploščice razdelijo v zaporedje podolgovatih

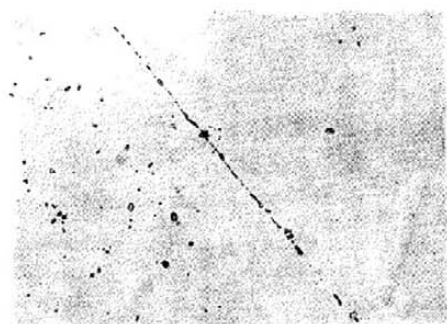


Slika 9

Vpliv temperature 8-urnega ogrevanja različnih litin na količino AlN v njih

Fig. 9

Temperature influence of 8-hour annealing of various cast steel on the amount of AlN

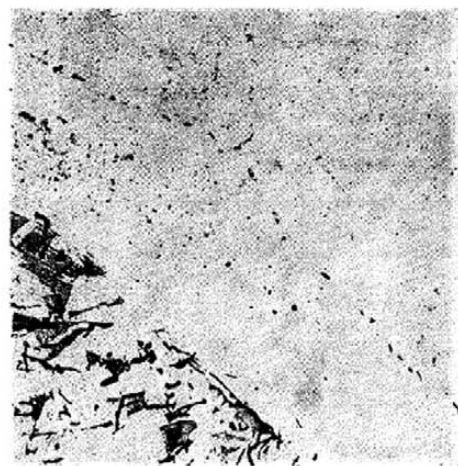


Slika 10
Pov. 500 \times , jedkano z nitalom, AlN po primarnih mejah po 8-urnem žarjenju litine pri 1300 $^{\circ}$ C

Fig. 10
Mag. 500 \times , etched with Nital. AlN on primary boundaries after 8-hour annealing at 1300 $^{\circ}$ C

zaobljenih delov (sl. 10). Ni mogoče pričakovati, da bi lahko ta sprememba oblike krhke faze pomembno vplivala na plastičnost litine, zato je razumljivo, da krhkosti z ogrevanjem ni mogoče odpraviti. Enako ugotovitev najdemo tudi v nekaterih citiranih virih.

Preiskava na ekstrakcijskih replikah v elektronskem mikroskopu je pokazala, da so v litini poleg ploščic AlN, ki jih je mogoče razločiti v optičnem mikroskopu, še drobnejši poliedrični, večinoma kockasti izločki (sl. 11), katerih velikost



Slika 11
Pov. 4400 \times , ekstrakcijska replika. Perlit in drobni AlN izločki po primarnih mejah in v notranjosti avstenitnih zrn

Fig. 11
Mag. 4400 \times , extraction replica. Pearlite and fine AlN precipitates on primary boundaries and in the interior of austenite grains

je v intervalu med 0,03 in 0,1 mikrona. Te velikosti so izločki AlN, ki jih dobimo v jeklih, pomirjenih z aluminijem in katerim pripisujemo zadrževanje rasti kristalnih zrn in doseganje drobnozrnate feritno perlitne mikrostrukture pri normalizaciji. Lahko rečemo, da je v njih zbran aluminijev nitrid, ki ima pozitiven vpliv na jeklo. Pri ogrevanju nad 1100 $^{\circ}$ C so nekateri drobni izločki zrastle v večje, termodinamično bolj stabilne delce, ki se razločijo v optičnem mikroskopu.

Analiza v elektronskem mikroanalizatorju je pokazala, da v normalizirani litini ni gradienta koncentracije Al ob ploščicah AlN, ki bi bil dokaz za zaznaven difuzijski prenos aluminija iz notranjosti kristalnih zrn na meje. Koncentracija AlN ostaja konstantna do kristalne meje, tu pa zraste na količino, ki ustreza količini aluminija v AlN.

Do nastanka ploščic AlN po kristalnih mejah lahko pride na dva načina: eden je tvorba neposredno iz taline, drugi pa je tvorba iz prenasičenega avstenita pri počasnem ohlajanju ulitkov v pečeni formah.

Sodeč po produktih topnosti se kaže popolnoma logična možnost, da ploščice AlN nastanejo z izločanjem iz prenasičenega avstenita. Ta način pojava krhkosti litine zagovarjajo avtorji v virih 2, 5 in 7. S to razlago pa se ne ujemajo naslednje empirične ugotovitve:

— do tvorbe meje prihaja le po mejah nekaterih od mnogih primarnih zrn;

— ploščice ležijo lahko v ravnini kristalne meje, torej tako, kot bi pričakovali, če so nastale iz prenasičenega avstenita; često pa ležijo pod velikim kotom na to mejo in v vzporednih snopih ali skupinah;

— ob ploščicah AlN ni opaziti skoraj nobenega difuzijskega gradienta za aluminij;

— v nekaterih primerih je lega ploščic izrazito interdendritna;

— med zrnji AlN v notranjosti kristalnih zrn, ki so nastala z izločanjem iz prenasičenega avstenita, in ploščicami po mejah je velika razlika v linearni velikosti. Še večja razlika je v prostornini, saj dosega nekaj redov velikosti. V notranjosti kristalnih zrn zrastejo izločki na primerljivo velikost šele po nekajurnem ogrevanju pri 1300 $^{\circ}$ C. Takih pogojev za rast izločkov, kot so med tem ogrevanjem, ni med normalnim ohlajanjem prilitih preizkušancev.

Torej je bolj verjetno, da se lamele AlN izoblikujejo že v talini in se nato odlagajo v meddendritne prostore, kar razlaga njihovo specifično porazdelitev na nekaterih vzorcih. Pri naših raziskavah nismo našli nobenega znaka, ki bi zanikal možnost nastanka iz taline, pač pa preje našete ugotovitve lahko razlagamo le, če sprejmemo, da so ploščice AlN nastale iz taline.

Pri peritektični reakciji pri nastanku avstenita se talina bogati z aluminijem in dušikom zato, ker je topnost obeh elementov v avstenitu in v

Tabela 1 — *Kemijske sestavine litin z intergranularno krhkostjo*

Ozna-ka	Kvali-teta	Sarža	Št. pre-izku-šanc	C	Si	Mn	P	S	Al topni %	N celo-kupni %	N kot AlN %	N v razto-pini %	Delež ¹ N vezan v AlN %
5	Cl. 0501		0771	0,23	0,43	0,70	0,017	0,026	0,20	0,0125	0,0098	0,0027	78
6	Cl. 4730	62959	0893	0,22	0,46	0,69	0,015	0,023	0,22	0,0102	0,0088	0,0014	86
7	Cl. 1330	48767	R-156	0,21	0,44	0,75	0,018	0,022	0,13	0,0105	0,0086	0,0019	82
8	Cl. 4730	62976	0900	0,22	0,42	0,71	0,019	0,026	0,23	0,0128	0,0108	0,0020	84
9	Cl. 0600	61859	0459	0,30	0,40	0,76	0,021	0,028	0,21	0,0123	0,0088	0,0035	72
10	Cl. 0501	61946	0478/1	0,22	0,60	0,65	0,019	0,021	0,22	0,0109	0,0091	0,0018	83
11	Cl. 0501	54442	0609	0,27	0,36	0,94	0,023	0,020	0,29	0,0092	0,0063	0,0029	61
12	Cl. 0501	61947	0479	0,29	0,39	0,82	0,021	0,029	0,19	0,0098	0,0079	0,0019	80
13	Cl. 0501	61937	0470/1	0,23	0,47	0,67	0,017	0,021	0,20	0,0117	0,0106	0,0011	91
14	Cl. 0500	19118	0491	0,30	0,48	0,74	0,008	0,017	0,12	0,0099	0,0086	0,0013	86
15	Cl. 0600	61859	0459	0,30	0,40	0,76	0,021	0,028	0,21	0,0100	0,0066	0,0034	66

¹ V razmerju s celotno količino N v jeklu, oz. s teoretično možno količino AlN

Tabela 2 — *Mehanske lastnosti litin z intergranularno krhkostjo*

Ozna-ka	Kvaliteta	Sarža št.	Štev. preizku-šanca	Vrsta preizku-šanca	Meja plastič-nosti kp/mm ²	Trdnost	Raztezek %	Kontrak-cija %
5	Cl. 0501				ni podatkov			
6	Cl. 4730	62959	0893	"	51,0	74,5	11,7	17,8
7	Cl. 1330	48767	R-156	"	35,1	53,6	16,0	20,2
8	Cl. 4730	62976	0900	"	51,5	68,8	10,0	11,6
9	Cl. 0600	61859	0459	"	40,5	71,9	12,5	12,8
10	Cl. 0501	61946	0478/1	"	34,0	51,3	6,2	7,3
11	Cl. 0501	54442	0609	"	34,0	41,9	2,8	2,4
12	Cl. 0501	61947	0479	"	32,9	59,0	17,3	24,9
13	Cl. 0501	61937	0470/1	"	33,7	53,8	5,8	7,3
14	Cl. 0500	19118	0491	"	31,0	57,5	20,0	24,9
15	Cl. 0600	61859	0459	"	40,3	70,6	10,2	10,5

feritu manjša od topnosti v talini. Istočasno se v talini bogati tudi ogljik. Vse to znižuje tališče preostale taline. V zadnjih ostankih taline doseže koncentracija Al in N tako velikost, da iz nje kristalizirajo neposredno ploščice AlN. Te nato napredujoča kristalizacija potisne na površino kristalov, oz. v meddendritne meje tudi tam, kjer prihaja do izrazite tvorbe dendritov jekla. S tem se ustvari vtis, kot da so kristalizirali dendriti AlN. Vprašljivo je, če ni nastanek AlN po dendritnih mejah, posebno tam, kjer najdemo skupine lamel AlN, ki ležijo pod ostrim kotom na kristalno mejo in pod različnim kotom ena na drugo (sl. 7), povezan z neke vrste evtektično reakcijo, podobno kot velja za nastanek evtektične oblike niobijeva karbonitrida med kristalizacijo mikrolegiranih jekel, ki imajo podobno osnovno sestavo kot jeklena litina, vsebujejo pa še do 0,05 % Nb (9, 10).

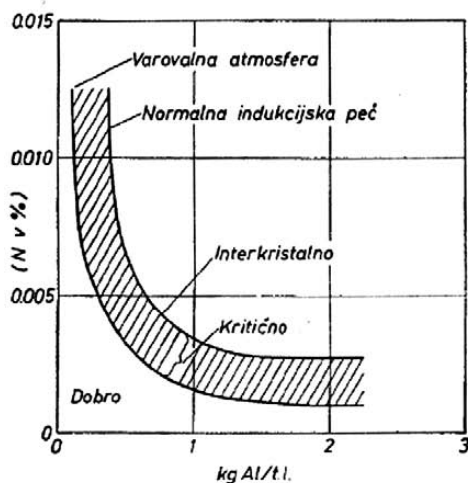
Pri ohlajanju jeklenih ulitkov se na ploščice, nastale iz taline, odlaga AlN, ki nastane s precipitacijo iz prenasičenega avstenita. To se dogaja le, če je ohlajanje litine primerno počasno, da se more izvršiti prenos dušika in predvsem prenos aluminija z difuzijo na površino kristalnih zrn. Ta dvojni način nastanka AlN po mejah bi lahko razložil, zakaj so razni avtorji uporabili tako različne načine za povzročitev krhkosti, na primer: izotermno zadržanje na visoki temperaturi po ohladitvi s temperature vlijanja (2, 3), zelo počasno ohlajanje litine v peči (5) in vlijanje v vroče forme (4). Takih pogojev ni pri ohlajanju jeklene litine, še posebej jih ni pri ohlajanju prilitih preizkušancev, na katerih smo krhkost zasledili mi. Ne more veljati trditev, da pride do krhkosti pri ponovnem ogrevanju litine pri 900 °C (3). Pri tem ogrevanju pride, kot tudi sicer pri normalizaciji,

do tvorbe drobnih izločkov, ki imajo afinacijski učinek na kristalna zrna. Do takega izločanja pride tudi v valjanih in kovanih jeklih s podobno sestavo, kot jo imajo jeklene litine v tabeli 1.

4. Vpliv sestave litine na krhkost

Pri isti količini Al in N je litina tem bolj nagnjena k interkristalni krhkosti, čim bolj je trda (3), zato krhkost narašča z naraščanjem količine mangana v litini. Fosfor je brez zaznavnega vpliva, naraščanje žvepla pa krhkost zmanjšuje zaradi vpliva porazdelitve sulfidnih vključkov na začetek in potek interkristalnega preloma.

V tehničnih jeklenih litinah pride do krhkosti pri približno 0,1 % Al in 0,01 % N (4), priporočljivo pa je, naj pri 0,006 do 0,01 % N, količina Al ne prekorači 0,07 %, da ostaja neka varnostna rezerva (7). V vzorcih, ki so bili počasi ohlajeni v peči, je do krhkosti prišlo že pri 0,06 Al in 0,004 N (5).



Slika 12

Vpliv razmerja med količino Al in N v jekleni litini na pojav interkristalnega preloma (po viru 5)

Fig. 12

Influence of the Al/N ratio in the cast steel on the inter-crystalline fracture (ref. 5)

V tem delu pa niso bile opravljene nobene preiskave mikrostrukture, zato je do krhkosti lahko prišlo tudi iz drugih razlogov, na primer zaradi tvorbe cementita po mejah. Pač pa je ta avtor potrdil že preje poznano hiperbolično odvisnost med količino Al in N ter pojavom krhkosti (sl. 12).

5. Ukrepi za preprečitev nastanka krhkosti

Viri 2 do 7 soglašajo v mnenju, ki ga potrjujejo tudi naša opazovanja, da z žarjenjem ulitkov krhkosti ni mogoče odpraviti.

Aluminij se dodaja v talino zaradi dezoksidacije, afinacije kristalnih zrn, za preprečitev staranja in končno za preprečitev nastanka mehurčkov v jeklenih ulitkih. Krhkosti se lahko izognemo z majhnim dodatkom aluminija v talino, z zmanjšanjem količine dušika v talini in končno s tem, da se prepreči vezava dušika z aluminijem.

Vsebnost 0,05 % Al zadostuje, da se prepreči mehurčavost ulitka, problematična pa postane stvar, če mora litina ostati v ponovci dalj časa. Pri tem zadržanju lahko aluminij iz litine odgori in znova postane mogoč nastanek mehurčkov. Strah pred to nevarnostjo je glavni razlog, da najdemo v litini preveliko količino aluminija.

Pri izpiranju jeklene taline z argonom se količina dušika v talini ne spremeni (12, 13), pri vakuumiranju pa pade količina dušika za 60 do 80 % (14). To je zadosti, da se prepreči nevarnost tvorbe AlN po mejah primarnih zrn, vendar prihaja vakuumiranje v poštev le v posebnih primerih. Intenzivno kuhanje taline v žilavilni periodi zmanjša količino dušika v talini, vendar je težko doseči vsebnost pod 0,01 % (7). Jeklena talina, ki je bogata z aluminijem, pa absorbira dušik in je zato težko ohraniti nizko vsebnost tega elementa pri daljšem stanju.

Tako toraj ni onostavne možnosti, da se zmanjša količina N v talini, zato ostaja kot najbolj primerna možnost, da se veže dušik z elementom, ki je močnejši nitridotvorec od aluminija. Najprimernejši tak element je titan (3, 4, 5). Titan pobere iz taline najprej dušik, nato se veže s kisikom in končno se veže tudi z žveplom, medtem ko nastaja titanov karbid le s precipitacijo iz avstenita. Dodatek titana nekoliko zmanjša mehanske lastnosti litine, podoben učinek ima tudi cirkonij (4). Isti vir navaja, da imajo pozitiven vpliv tudi cer in mišmetal, vendar ju je potrebno zelo pazljivo dozirati. V večji množini lahko povzročita drugo obliko interkristalne krhkosti. Njun nedostatek je tudi v tem, da se zelo energično vežeta s kisikom in žveplom, zato je težje precizno doziranje.

Tabela 3 — Količine nekaterih sestavin v preizkusnih litinah (%)

Vzorec	Al	N _{ost}	T _{tal}	O	N kot AlN	Delež N, vezan v AlN
1A	0,16	0,012	—	0,0068	0,0109	90
1B	0,17	0,0124	—	0,0082	0,0093	75
2A	0,30	0,0126	—	0,0064	0,0108	85
2B	0,33	0,0127	—	0,0061	0,0099	72
3A	0,26	0,0154	0,065	0,0070	0,0017	11
3B	0,27	0,0152	0,075	n. d.	0,0011	7
4A	0,078	0,0158	0,030	0,057	0,0045	28
4B	0,032	0,0196	0,028	0,023	0,0056	28

n. d. — ni določen

Tabela 4 — Mehanske lastnosti preizkusnih litin

Vzorec	Meja plastičnosti kp/mm ²	Trdnost kp/mm ²	Raztezek %	Kontrakcija %	Žilavost ¹ kp/cm ²	Upogib
1A	32,9	56,1	13,7	15,6	3,7	90°
1B	32,9	57,2	16,5	16,7	5,1	80°
2A	32,8	56,3	10,8	10,5	4,4	80°
2B	31,7	55,8	12,4	14,2	4,4	90°
3A	34,5	56,3	20,8	30,8	3,7	180°
3B	33,4	57,1	19,7	27,2	2,9	180°
4A	34,1	56,2	22,0	33,8	5,1	180°
4B	30,6	47,6	25,2	35,8	7,2	180°

¹ Žilavost je aritmetično povprečje treh preizkušancev

V vlni 2 najdemo trditev, da je cirkonij brez vpliva na interkristalno krhkost, drugod so podatki, da dodatek cirkonija povzra žilavost (15), vendar dosegamo najboljši učinek z obdelavo jeklene litine s kompleksnim dezoksidantom, ki ugodno vpliva tudi na obliko in porazdelitev oksidnih in sulfidnih vključkov.

Če razmimo vse te podatke, pridemo do sklepa, da je pričakovati največji uspeh od obdelave taline s titanom. Zato smo učinek titana tudi praktično preverili. Pripravili smo 4 vzorce jeklene litine, kvalitete Č. 0501. Količina aluminija, dušika, titana in AlN je navedena v tabeli 3, v tabeli 4 pa mehanske lastnosti litin. Pri trdnosti in plastičnosti ni razlike, ki bi bila lahko v zvezi z različno količino aluminija. To potrjuje podatke iz industrijskih talin in podatke iz literature. Povečani aluminij nekoliko zmanjša raztezek in kontrakcijo, četudi ne povzroči pomembnih razlik v količini AlN. To je znak, da gre za učinek utrditve ferita z raztopljenim aluminijem. Z dodatkom titana samega ali v kombinaciji s CaSi pa dosežemo povečanje kontrakcije za več od 100 %, povečanje raztezka za tretjino do dveh tretjin in zagotovimo upogib 180°. Zanimivo je, da dodatek titana žilavost nekoliko zmanjša, v kombinaciji s CaSi pa žilavost poveča. Mogoče je to posledica spremembe oblike ali porazdelitve vključkov. To ugotovitev, ki je lahko obetajoča s stališča žilavosti, bi bilo potrebno preveriti.

Pri mikroskopski preiskavi smo v vzorcih 1 in 2 opazili značilne ploščice AlN po kristalnih mejah, v vzorcih 3 in 4 pa značilna, večinoma kockasta zrna titanovega nitrida rožnate barve.

Če iz tega poizkusa povzamemo ugotovitve, ki so pomembne za tehnološko prakso, lahko ugotovimo, da s čakanjem v ponovci raste količina dušika v litini, istočasno pa pada količina aluminija. Vežavo dušika v titanov nitrid lahko dosežemo le pri dodatku, ki presega teoretično potrebnega. Ker je v industrijskih jeklenih litinah največ približno 0,013 % N, se je mogoče izogniti interkri-

stalni krhkosti z dodatkom 0,05 do 0,06 % Ti, vendar je kljub temu potrebno litino dezoksidirati z aluminijem.

ZAKLJUČEK

Z metalografsko in kemijsko preiskavo preizkušancev, ki so imeli interkristalni prelom, smo ugotovili, da imajo litine nezadostno plastičnost zaradi prisotnosti aluminijevega nitrida po mejah dendritnih zrn. Iz porazdelitve ploščic AlN v litini, iz njihove lege na dendritnih mejah in iz velikosti sklopamo, da nastajajo neposredno iz taline. Trdno jeklo je vedno siromašnejše z dušikom in aluminijem kot preostala talina. Bogatenje taline doseže med strjevanjem litine tako stopnjo, da je preokračena topnost v talini in neposredno iz nje nastajajo ploščice AlN. Te se odlagajo v ugodnih pogojih v meddendritne prostore, zato imajo včasih na prelomih dendritno porazdelitev.

Pri dolgotrajnem ogrevanju litine pri temperaturi do 1300 °C prihaja do koagulacije ploščic aluminijevega nitrida po mejah zrn. Koagulacija pa je v tehnoloških pogojih žarjenja premajhna, da bi se krhkost odpravila.

Interkristalna krhkost se da preprečiti z zmanjšanjem količine dušika in aluminija v litini ali pa z vezavo dušika z močnejšim nitridotvorcem, kot je aluminij. Količino dušika je mogoče zmanjšati le z vakuumiranjem litine, kar pride v poštev le v posebnih primerih. Zaradi nevarnosti poroznosti je težko doseči, da bo v litini največ 0,05 % Al, pri čemer ni nevarnosti za pojav interkristalne krhkosti. Zato je najprimernejša vezava dušika z nitridotvorcem, močnejšim od aluminija. Preizkusi so pokazali, da se da interkristalna krhkost preprečiti z dodatkom 0,05 do 0,06 titana v litino, ki je bila pred tem zadostno dezoksidirana z aluminijem.

Literatura:

1. C. H. Lorig in A. R. Ewans: Trans. Am. FS 55, 1947, 160 do 174, Loc. cit. ref. 5
2. B. C. Woodfine in A. G. Quarrell: Effect of Aluminum and nitrogen on the occurrence of intergranular fracture in steel castings containing aluminum and nitrogen; Journal of ISI 195, 1960, 400—414
3. J. A. Wright in A. G. Quarrell: Effect of chemical composition on the occurrence of intergranular fracture in plain carbon steel castings; Journal of ISI 200, 1962, 299—307
4. F. K. Nauman in K. Engler: Muschiger Bruch beim Stahl, seine Ursachen und Bildungsbedingungen; Stahl und Eisen 82, 1962, 610—621
5. V. Cristina: Muschelbruchbildung beim vergüteten Chrom-Nickel-Molibden Stahlguss; Giesserei 50, 1962, 802—807
6. M. T. Leger: Diagnostic et remèdes de la fragilisation par precipitation de nitride d'aluminium dans une pièce en acier; Fonderie 359, 1976, 107—108
7. V. G. Fedorov: Pričini pojavljanja mrežkristaliških treščin v stalnih otlivkah; Litejinoje Proizvodstvo, 1972, št. 7, 7—10

8. F. K. Nauman: Beitrag zur Frage der Bildung von Mischlicher Bruch in Stahlguss; Archiv Eisenhüttenwesen 35, 1964, 1009—1010
9. F. Vodopivec, M. Gabrovšek in B. Ralič: Solution of eutectic niobium carbonitride in austenite in mild steel; Metall Science 9, 1975, 324—326
10. F. Vodopivec, M. Gabrovšek in M. Kmetič: O vzroku stabilnosti eutektičnega niobijevega karbonitrida pri ogrevanju varivega jekla; Zvezarski zbornik 10, 1976, 193—198
11. P. König, W. Scholz in H. Ulmer: Stickstoff in Aluminium beruhigten mit Vanadin und Stickstoff legierten schweisbaren Baustählen mit rd 0,2 % C und 1,5 % Mn; Archiv Eisenhüttenwesen 32, 1961, 541—556
12. H. Bächtold in W. Waldvogel: Erfahrungen in der Stahlgießerei beim Spülen von Schmelzen mit Argon in der Giesspfanne; Giesserei 56, 1969, 313—318
13. J. Arh: Uvajanje preplihovazja jeklene taline v ponvi s plinastim argonom; Zvezarski zbornik 6, 1972, 1—9
14. A. Prešern: Uvajanje vakuumске metalurgije; Zvezarski zbornik 4, 1970, 247—257
15. G. A. Feljkov, A. A. Serstjuk in V. A. Feljkov: Kompleksnoje modifizirovanie litoj stali; Metall. Term. Obrab. Metallov. 1975, št. 12, 49—51

ZUSAMMENFASSUNG

Durch die metallographische und chemische Untersuchungen der Proben mit einem interkristallinen Bruch haben wir festgestellt, dass die ungenügende Plastizität des Stahlgusses der Anwesenheit von Aluminiumnitrid an den Grenzen der dendritischen Körner zuzuschreiben ist. Aus der Verteilung der AlN Plättchen im Stahlguss, aus ihrer Lage an den dendritischen Grenzen und aus der Grösse kann geschlossen werden, dass diese unmittelbar aus der Schmelze entstehen. Der erstarrende Stahl ist immer ärmer an Stickstoff und Aluminium als die verbleibende Schmelze. Die Anreicherung der Schmelze während der Erstarrung des Stahles erreicht einen solchen Grad, dass die Lösbarkeit von AlN in der Schmelze überschritten wird und die AlN Plättchen werden unmittelbar aus der Schmelze ausgeschieden. Diese lagern sich bei günstigen Bedingungen in die zwischen dendritischen Plätze, so haben diese manchmal auf den Bruchflächen eine ausgeprägte dendritische Verteilung.

Bei der langzeitigen Erwärmung des Stahlgusses auf der Temperatur von 1300 °C koagulieren diese Aluminiumnitridplättchen an den Korngrenzen. Diese Koagulation ist bei den technologischen Glühungsbedingungen zu klein um die Sprödigkeit abzubauen.

Die interkristalline Sprödigkeit kann durch die Verminderung des Stickstoff- und Aluminiumgehaltes im Stahlguss, oder durch die Bindung von Stickstoff mit einem stärkeren Nitridbildner als Aluminium vermindert werden. Der Stickstoffgehalt ist vom Stahlerzeugungsverfahren abhängig. Wegen der Gefahr der Volumenporosität ist es schwierig einen genügend kleinen Aluminiumgehalt von 0,050 % Al zu halten, womit die Gefahr der interkristallinen Sprödigkeit beseitigt würde. Es ist zweckmäßiger den Stickstoff an einen stärkeren Nitridbildner als Aluminium zu binden. Die Untersuchungen zeigten, dass die interkristalline Sprödigkeit mit dem Zusatz von 0,05 bis 0,06 % Titan im Stahlguss, wenn diese mit Aluminium genügend desoxydiert wird, verhindert werden kann.

SUMMARY

Metallographic and chemical investigation of samples with intercrystalline fracture revealed that cast alloys exhibit insufficient plasticity due to the presence of aluminium nitride on the boundaries of dendritic grains. Distribution of AlN plates in the cast steel, their position on the boundaries of dendrites, and their sizes suggest that they are formed directly from the melt. The solidified steel is always poorer on nitrogen and aluminium than the rest melt. Enrichment of these elements in the melt during solidification reaches such a degree that the solubility limit is exceeded and thus AlN plates are precipitated directly from the melt. They precipitate in favourable conditions in the interdendritic spaces therefore they exhibit sometimes pronounced dendritic distribution on the fractures.

Long annealing of cast steel at 1300 °C causes coagula-

tion of aluminium nitride plates on the grain boundaries. Coagulation in technological conditions of annealing is too small to remove the embrittlement.

The intercrystalline embrittlement can be prevented by the reduced amounts of nitrogen and aluminium in the melt or by binding nitrogen to stronger nitride-forming elements than aluminium. The amount of nitrogen can be reduced only by vacuum-treating of the melt which can be used only in special cases. Due to danger of porosity, it is difficult to keep aluminium below 0,05 % which would prevent the intercrystalline embrittlement. Thus only binding nitrogen to stronger nitride-forming elements remains as a suitable measure. Experiments showed that addition of 0,05 to 0,06 % titanium to the melt can prevent the intercrystalline embrittlement. But the melt must be previously sufficiently deoxidized by aluminium.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании химического анализа и металлогрифического исследования образцов с межкристаллическим изломом установлено, что недостаточную пластичность показали образцы литой стали у которых по границам дендритных зерен обнаружены нитриды алюминия. По распределению пластинок алюминиевых нитридов в литом, расплавленном по границам дендритов и по их величине заключаем, что эти пластинки образовались непосредственно из расплава стали. Закристаллизованная сталь содержит всегда меньше азота и алюминия чем остаточный расплав, но их величина достигает во время кристаллизации литой такой степени, что получается превышение степени способности растворимости в расплаве, и из расплава непосредственно выделяются пластинки AlN. Эти пластинки отпадают при благоприятных условиях в промежуточном дендритном пространстве, из-за чего имеют изломы иногда типично дендритное распределение. При продолжительном стальном отпуске при t-ax до 1300° происходит коагуляция

пластинок алюминиевых нитридов по границам зерен, но для устранения хрупкости эта коагуляция при технологических условиях нагрева неадекватна. Межкристаллическую хрупкость можно избежать с уменьшением количества азота и алюминия в расплаве, или же соединением азота с более сильным нитридообразующим элементом чем алюминий. Количество азота можно уменьшить только вакуумированием литого, но это возможно лишь в отдельных случаях. Из-за опасности пористости литого достигнуть содержания алюминия не более 0,05 % Al представляет затруднение, хотя при таком содержании алюминия нет опасности появления межкристаллической хрупкости. Поэтому предпочтается связь азота с более сильным нитридообразующим элементом чем алюминий. Исследования показали, что межкристаллическую хрупкость можно также избежать с добавкой 0,05—0,06 % титана в расплав, который был предварительно хорошо раскислен с алюминием.

Značilnosti kvantitativne metalografske analize s sprego raster-elektronskega mikroskopa in naprave za analizo slike

UDK: 620.187
ASM/SLA: Tsh

F. Vodopivec in M. Jakupovič

Opis značilnosti naprave in njenih prednosti pred napravami, ki analizirajo optično sliko vzorca. Analiza dosegljive natančnosti dela naprave in njene ločljivosti. Analiza subjektivnih analitskih napak. Razprava o obsegu analize, ki da realno sliko analiziranega vzorca.

UVOD

Lastnosti kovinskih gradiv so odvisne od sestave in mikrostrukture. S pomočjo različnih postopkov za kemično analizo se določa količina posamičnih elementov v gradivih, po posebnih metodah tudi količina posamičnih faz, npr. nekovinskih vključkov, karbidov in podobno. Tako dobljene številčne vrednosti se uporabljajo kot parameter pri iskanju korelacij z uporabnimi in predelovalnimi lastnostmi gradiv.

Metalografija se je dolgo časa razvijala predvsem v smeri kvalitativnega spoznavanja mikrostrukture kovin. Velika raznovrstnost mikrostruktur tudi pri enaki osnovni sestavi kovinskih gradiv je bila vzrok, da se razmeroma dolgo časa niso razvile rutinske metode za kvantitativno ovrednotenje mikrostrukture. Zadovoljevali smo se s tem, da smo s pomočjo optičnega mikroskopa (OM) ovrednotili najbolj značilne parametre mikrostrukture (velikost zrn, količina in velikost vključkov, trakavost in podobno) po primerjalni metodi in pri tem uporabljali etalone, ki so najbolj popolni v ASTM in GOST standardih. Ta način ovrednotenja mikrostrukture je subjektiven, zato ima za posledico precejšnje razlike pri oceni istega vzorca v različnih laboratorijih; razlika je celo med oceno, ki jo izvršijo različne osebe v istem laboratoriju. Rudlestone in sodelavci navajajo na osnovi BISRA izkušenj¹, da subjektivna napaka onemogoča, da bi se izboljšale sedanje primerjalne metode, zato nima pravega smisla naprej razvijati take metode. Pred leti so v okviru UJZ (Udruženje jugoslovenskih železarov) v 11 laboratorijih v Jugoslaviji določili količine vključkov v 11 identičnih vzorcih jekla. Rezultati so se razlikovali za 50 % od

aritmetičnega povprečja pri ovrednotenju sulfidnih vključkov². To potrjuje angleške izkušnje.

Zato je razvoj metod za kvantitativno analizo mikrostrukture (kvantitativna metalografija — KM) usmerjala potreba po numeričnem ovrednotenju in potreba po večji točnosti in ponovljivosti. KM seveda ni nič novega. V preteklosti so bile poznane in z uspehom uporabljene tudi pri nas različne metode za kvantitativno ovrednotenje posamičnih parametrov mikrostrukture. Naj navedemo nekaj primerov: raziskava raztapljanja in tvorbe karbidov v jeklu za kroglične ležaje³, dogajanja pri ogrevanju dinamo jekla⁴, korelacija med količino sulfidnih vključkov in lastnostmi jekla^{5,6,7}, dogajanja pri rekristalizaciji in normalizaciji mikrolegiranega jekla^{8,9}, kinetika premene avstenita v mikrolegiranih jeklih^{10,11}, raziskave statične in dinamične rekristalizacije feritnih in avstenitnih jekel¹² in drugo.

Vendar je razširjenje metod za KM omogočil šele razvoj avtomatičnih naprav za analizo slike. Historiat razvoja teh naprav, od intergracijskih mizic do sodobnih naprav, najdemo v delu J. Rodiča¹³, ki poroča tudi o uporabljenih izkušnjah pri raziskavah ledeburitnega jekla z 1,5 % C in 12 % Cr¹⁴. Obe razpravi sta lahko dostopni, zato njune vsebine ne bomo ponavljali.

Za kvantitativno ovrednotenje mikrostrukture so potrebni naslednji podatki: volumski delež posamičnih sestavnih faz (vključki, karbidi itd.), povprečna velikost kristalnih zrn matriksa, povprečna velikost zrn sestavnih faz, histogram porazdelitve velikosti zrn teh faz in enakovrednost v porazdelitvi posamičnih komponent v mikrostrukturi (izceje, trakavost itd.).

Osnova za moderno KM so naprave za analizo slike. O napravah, ki delujejo na osnovi OM, je poročal J. Rodič, zato bomo le na kratko povzeli njihovo zgradbo. Televizijska kamera posname sliko OM ali posnetek, televizijska slika se nato diskriminira v odvisnosti od svetilnosti posamičnih faz, nato se avtomatično preštejejo in izmerijo zrna teh faz, podatki se vodijo v računalnik, ki jih uredi, računsko obdela in odtipka rezultate ali jih pokaže na zaslonu v odvisnosti od vrste programa, začetnih pogojev in posebnih vprašanj.

Natančnost dela IMA naprave (naprave za analizo slike) je odvisna od kontrasta posamičnih faz

dr. Franc Vodopivec, dipl. inž., je samostojni raziskovalec na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

M. Jakupovič, met. tehn., je sodelavec na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

lizi računalnik prešteje število impulzov, ki ustrezajo diskriminirani fazi in jih razvrsti v razrede. Na zahtevo operaterja podatke, zbrane z enega ali več vidnih polj, računsko obdela in jih prikaže po navodilih operaterja in programu analize. Slika 2 prikazuje napravo na metalurškem inštitutu. Na sliki 3 vidimo, kako se normalna (analogna) slika pretvori z diskriminacijo naprej v binarni signal (črno-belo sliko), nato se ta s pomočjo ure digitira in spravi v obliko, ki jo lahko sprejme računalnik. Računalnik ima posebne logične enote, ki obdelujejo zaporedje prihoda signalov ter omogočajo pravilno ovrednotenje točk, ki oblikujejo ravninsko sliko določene mikrostrukturne faze.

Diskriminator ima dva nivoja. Na diskriminirani sliki se pojavi le faza, ki ustreza določeni intenziteti elektronov, v OM bi rekli določeni svetilnosti.

Na MI je naprava opremljena s standardnimi programi: za količino posamičnih faz, za histogram velikostne porazdelitve zrn po dolžini teline, za histogram velikostne porazdelitve po površini in za medlamelarno razdaljo. V pogosti uporabi so predvsem prvi trije. Pred analizo operater vstavi v računalnik tudi posebne zahteve in podatke: mikroskopsko povečavo; najmanjše zrno, ki ga je potrebno še upoštevati; interval porazdelitve v histogramih in drugo.

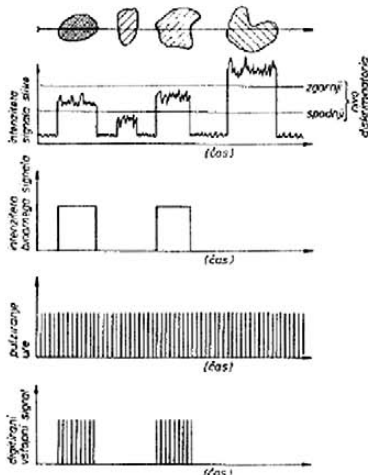
Za tvorbo slike in njeno analizo na zaslonu je na voljo 250000 točk, ne glede na povečavo, zato je ločljivost IMA naprave odvisna od povečave in ločljivosti mikroskopa. Po podatkih proizvajalca dosega ločljivost naprave eno točko na zaslonu. To seveda ne pomeni, da je taka tudi realna ločljivost naprave. Površina zrn različnih faz, ki oblikujejo mikrostrukturo gradiva, se ne ujema s celim številom slikovnih točk. Iz čim več točk je ta slika sestavljena, tem manjša je napaka zaradi nepopolnega prekrivanja točkovne (binarne) slike in realne slike in tem manjša je tudi napaka operaterja pri nastavitvi nivojev diskriminacije.

Točnost rezultatov in ločljivost sta odvisna od kvalitete in stabilnosti naprave, predvsem elektrone in precej tudi od dela operaterja. Vpliv operaterja se kaže v kvaliteti pripravljenega vzorca, v fokusiranju REM in v nastavitvi diskriminacije. Ločljivost je seveda odvisna predvsem od fokusiranja mikroskopa. Premer snopa v REM mora biti pod 0,01 μm , sicer ne moremo pričakovati dobre slike in velike ločljivosti. Iz podatkov, katere navaja že omenjeni Ruddlestone, je razvidno, da so podobni problemi tudi pri uporabi sprege OM + IMA.

METODOLOSKE ZNACILNOSTI DELA S SPREGO REM + IMA

Točnost analize

Analize zmogljivosti bi ocenili najlaže, če bi imeli na voljo primerjalne etalone. Teh ni, zato ta možnost odpade. Druga možnost je primerjava



Slika 3

Shematičen prikaz pretvorbe analogne slike v binarno in digitiranja binarne slike z visokofrekvenčno uro

Fig. 3

Schematic presentation of the transformation of the analog image into a binary one, and digitizing binary image by a high-frequency counter

z drugimi aparaturami z analizo identičnih vzorcev. Tega ni bilo mogoče uresničiti, zato se opiramo pri razpravi o točnosti analize in ločljivosti naprave (sposobnosti, da pokaže v realni velikosti tudi najmanjše delce) na večkratno analizo istih vzorcev na osnovi dveh metod za oblikovanje slike vzorca: sekundarnih in odbitih elektronov (SE in BE).

Pred razpravo o ločljivosti, ki je eden od kazalcev kvalitete vseh IMA naprav, moramo oceniti napako zaradi nepopolne stabilnosti elektrone in subjektivno napako operaterja.

Večkratne analize istih vzorcev so pokazale, da je ponovljivost meritev relativno zelo dobra. V jeklu za avtomate se ca. 2 % vključkov MnS je relativno odstopanje pri analizah istega mesta manjše od 0,5 %. Podobno velja za jeklo s ca. 7,4 % karbida M_6C . Odstopanje zraste preko 1 %, če se diskriminacijski nivoji ohranijo nedotaknjeni več kot 5 minut. Ponovljivost 1 % zaradi nestabilnosti aparature je zelo dobra. Pri 2 % vključkov MnS v jeklu za avtomate je absolutno odstopanje 0,04 %, kar je mnogo manj od razlik v količini vključkov v posamičnih mikroskopskih vidnih poljih. Ta odstopanja so prikazana v tabeli 1. Kljub temu se nam zdi, da ne bi bilo umestno, da se analiza zadostnega števila vidnih polj, ki je potrebna, da bi se opredelilo zanesljivo povprečje, izvrši, ne da bi operater občasno nastavil diskriminacijske nivoje.

Pri zelo kratkotrajnih analizah je večja subjektivna napaka operaterja pri delu, kot napaka zaradi nestabilnosti naprave. To napako smo pre-

Tabela 1: Količina vključkov MnS v jeklu za avtomate in količina karbidov tipa M_6C v brzoreznem jeklu (v %)

Polje	Jeklo za avtomate a			Brzorezno jeklo b	
	pov. 300 ×	pov. 1200 ×		BE pov. 4000 ×	SE
1	1,336	0,658	3,258	8,203	7,070
2	1,986	0,705	1,677	7,390	8,265
3	2,198	1,980	1,892	9,565	7,178
4	1,987	1,587	2,123	5,755	7,210
5	2,017	1,233	1,900	7,700	6,576
6	1,869	1,969	2,853	5,229	7,870
7	2,736	2,495	1,441	5,953	11,943
8	2,457	1,600	0,706	6,010	5,914
9	2,207	2,470	1,632	9,726	8,393
10	1,886	1,521	1,177	5,277	8,376
11	2,040	3,469	1,491	9,407	5,208
12	1,463	1,489	1,432	7,476	9,526
13	2,408	4,095	2,266	2,887	6,268
14	1,537	2,263	2,306	7,844	7,588
15	2,105	0,825	1,377	5,923	6,768
16	2,750	0,360	0,228	6,908	3,726
17	1,958	2,227	4,648	6,891	11,575
18	1,794	2,298	1,160	7,287	7,385
19	1,451	0,795	1,261	5,501	8,185
20	1,859	3,154	1,898	10,501	6,381
21	1,424	1,627	1,592	6,216	7,815
22	1,499	1,862	1,887	8,066	4,990
23	1,245	1,827	0,542	8,196	8,573
24	2,258	1,808	0,794	7,181	7,095
25	1,876	0,881	2,679	9,509	7,856
arit. pop. stan. dev.	1,934 0,410	1,808 0,902	1,769 0,928	7,380 1,500	7,510 1,800

a — serija meritev

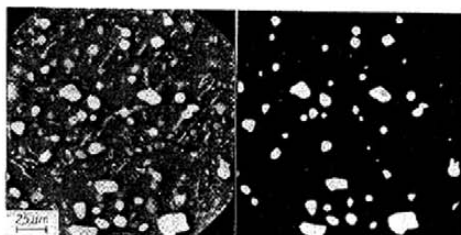
b, c — analizirano na osnovi slike sekundarnih in odbitih elektronov

verili s ponavljanjem analize karbidov tipa M_6C v istem vidnem polju. Operater je po vsaki analizi ponovno nastavljal ostrino slike in diskriminacijska nivoja. Relativno odstopanje pri 10 zaporednih analizah, ki so bile izvršene v serijah ob različnih datumih, je bilo v povprečju pod 5%. Če upoštevamo, da ima jeklo v povprečju 7,4% karbidov tipa M_6C , je torej absolutna napaka 0,37%. Napaka je bila dvakrat manjša pri analizi količine vključkov MnS v jeklu za avtomate zaradi večjega kontrasta slike in ostrejših kontur vključkov. Lahko zaključimo razpravo o točnosti analize z ugotovitvijo, da relativna napaka ne presega 5% pri dobrem operaterju in standardni stabilnosti elektronike. Odstopanje se zdi veliko, vendar je majhno, če ga primerjamo z razlikami v količini karbidov in vključkov med različnimi vidnimi polji. Te razlike dosegajo pri karbidnih 50%, pri vključkih pa celo 100%. Analitska napaka je tem večja, čim manjši je kontrast med ana-

lizirano fazo in matriksom, zato se mora operater pri izbiri načina oblikovanja slike vzorca ravnati po največjem dosegljivem kontrastu. To se seveda ne sme zgoditi na račun ločljivosti slike. Vir 17 navaja podatek, da je pri spreji OM + IMA subjektivno odstopanje 10%.

Geometrična ločljivost

Geometrično ločljivost sprege REM + IMA smo preverili na brzoreznem jeklu, v katerem so bila relativno drobna zrna karbida tipa M_6C , pa tudi drobna karbidna zrna tipa M_7C . Meritve so bile časovno premaknjene za ca. 6 mesecev. Prve so bile izvršene kmalu po montaži, druge po presledku ca. 3 mesecev in tretje po ponovnem podobnem presledku. Analize smo izvršili pri enotni povečavi 4000 na osnovi SE in BE slike.

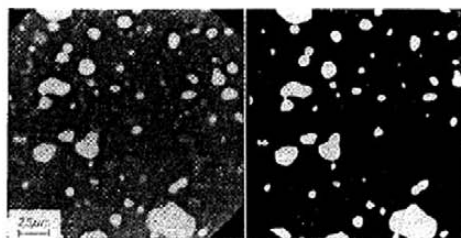


Slika 4

Posnetek karbidov v brzoreznem jeklu s pomočjo sekundarnih elektronov. Karbidna zrna tipa M_6C so diskriminirana na desni sliki

Fig. 4

Image of carbides in high-speed steel taken by secondary electrons. M_6C carbide grains are discriminated on the right side of the picture



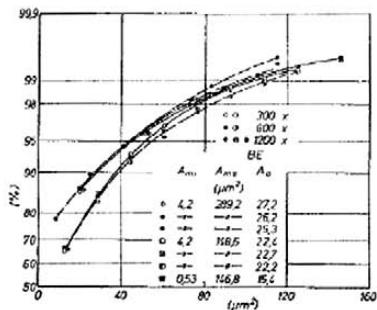
Slika 5

Posnetek karbidov s pomočjo odbitih elektronov v istem jeklu kot. sl. 5

Fig. 5

Image of carbides taken by reflected electrons in the same steel as in Fig. 4

Sliki 4 in 5 prikazujeta normalno in diskriminirano SE in BE sliko karbidov v jeklu. Karbidi tipa M_6C so bogati z volframom, zato močneje odbijajo elektrone in so na slikah svetlejši. Drugi karbidi so tipa M_7C in po kontrastu relativno malo odstopajo od matriksa.



Slika 9
Histogrami velikostne porazdelitve vključkov manganovega sulfida na prečnem prereku jekla na sl. 9

Fig. 9
Size distribution curve of manganese sulphide inclusions on the transverse section of steel in Fig. 8.

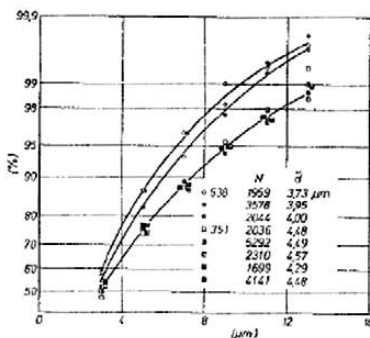
spremeni, ko se spremeni zgornja ali spodnja meja velikosti vključkov, ki so bili upoštevani pri analizi.

Obseg potrebne analize:

Pri rutinskem delu ni mogoče posvetiti analizi enega vzorca toliko časa, da bi dobili idealno porazdelitev. V skoraj nobenem primeru tudi ni mogoče iz eksperimentalnih razlogov analizirati vključkov in karbidnih zrn v vsem intervalu velikosti, v katerem so prisotni v jeklu, zato je pri analizi potrebno najti optimum, da je mogoče izvršiti analizo v razumnem času in pri tem dobiti zadosti objektivno ovrednotenje vzorca. Rezultati, ki so prikazani na slikah 6 in 9, kažejo, da je mogoče dobiti sliko o velikostni porazdelitvi zrn posamične faze v jeklih, če analiziramo 1000 do 1500 zrn te faze. Porazdelitev zrn posamičnih faz v kovinskem matriksu ni enakomerna, zato je na različnih mestih površine istega obruska različno število in površina zrn analizirane faze. Zato je

potrebno določiti količino te faze v tem več poljih, čim bolj je porazdelitev neenakomerna, če hočemo dobiti realno povprečje.

Na jeklu za avtomate smo izvršili serijo analiz, na osnovi katerih lahko približno odgovorimo, koliko vidnih polj mikroskopa je potrebno analizirati, da dobimo zadovoljivo povprečje. Povprečna količina vključkov je zadovoljivo definirana, če analiziramo 25 vidnih polj pri povečavah 300 × ali 1200 × na istem vzorcu. Vidno polje ima pri povečavi 300 × 16-krat večjo površino, kot pri povečavi 1200 ×. Zato je v prvem primeru povprečna količina določena z analizo približno 2300 vključkov, v drugem primeru pa le z analizo 140 vključkov. Kljub tako veliki razliki med številom izmerjenih vključkov, oz. veliki razliki med analizirano povr-



Slika 11
Histogrami porazdelitve vključkov po debelini na dveh jeklih za avtomate. Porazdelitve je bila določena z neodvisnimi analizami na osnovi različnega števila vključkov: N — število izmerjenih vključkov, d — povprečna debelina izmerjenih vključkov

Fig. 11
Size distribution curves of inclusions in the thickness direction for two free-cutting steel. The distribution was determined by independent analyses based on various amounts of inclusions: N — number of measured inclusions, d — average thickness of measured inclusions



Slika 10
Vključki manganovega sulfida na vzdolžnem prereku jekla za avtomate. Analize, katerih rezultati so na slikah 11 in 12, so bile izvršene na jeklih s podobnimi vključki

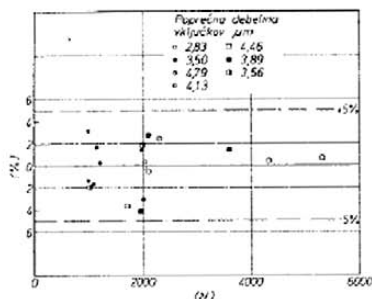
Fig. 10
Manganese sulphide inclusions on the longitudinal section of free-cutting steel. Analyses which results are presented in Figs. 11 and 12 were made with steel having similar inclusions

šino, se povprečni vrednosti zadovoljivo ujemata. Lahko torej sklepamo, da zadostuje pri serijskem delu podobne narave, kot so nekovinski vključki v jeklu, analiza toliko polj, da je celotno izmerjeno število vključkov najmanj 200. V tem primeru bomo dobili povprečje, ki ne bo pomembno odstopalo od povprečja, ki ga dobimo z meritvijo površine, na kateri je desetkrat več vključkov. Analizirana polja morajo biti enakomerno porazdeljena po vzorcu, če le ni izrazite neenakomernosti, na primer: analiza pločevine, v kateri so zaradi dvoplastnosti verige znatih oksidnih vključkov. Ta ugotovitev omogoča, da se opredeli čas za analizo vzorca v odvisnosti od točnosti, s katero naj bo definirana povprečna vrednost.

Izvršili smo več paralelnih serij meritev povprečne debeline sulfidnih vključkov v 7 različnih jeklih za avtomate s ciljem, da preverimo, koliko

meritev je potrebnih, da bi opredelili s sprejemljivo napako povprečno debelino vključkov, ki so debelejši od $2\ \mu\text{m}$. Vključki so bili podobni tistim, ki jih prikazuje sl. 10. Rezultati teh meritev so prikazani v slikah 11 in 12. Na sliki 11 so za dve šarži histogrami kumulativne pogostosti, ki so bili določeni z neodvisnimi analizami, ki so zajemale od 1699 do 5292 vključkov. Iz povprečja vseh neodvisnih meritev smo določili povprečno debelino vključkov, nato pa definirali kot relativno napako odstopanje povprečne vrednosti posamičnih neodvisnih meritev od te povprečne debeline. Rezultati teh meritev so prikazani v grafikonu na sliki 12.

Relativna odstopanja v posamičnih razredih histogramov na sl. 11 so v intervalu 5 %, neodvisno od števila vključkov, na osnovi katere je bila določena debelinska porazdelitev. Enako drži za re-



Slika 12

Na abscisi je število sulfidnih vključkov, katerih debelina je bila izmerjena v vsaki neodvisni seriji. Na ordinati je relativno odstopanje med rezultatom vsake analize in debelino, določeno kot povprečje vseh analiz na istem vzorcu

Fig. 12

Number of sulphide inclusions is plotted on the abscissa. Their thickness was measured in each independent series. Relative deviation of results of each analysis and of thickness determined as an average of all the analyses in the same sample was plotted on the ordinate

lativno odstopanje pri opredelitvi povprečne debeline, na osnovi analize 1000 do 5292 vključkov. Velja torej, da je mogoče pričakovati od avtomatične določitve debeline točnost $\pm 5\%$ že tedaj, ko analiza zajema ca. 1000 vključkov.

V brzorezncem jeklu smo izvršili več analiz količine karbidov M_7C na osnovi BE in SE slike. Rezultati so prikazani v tabeli 1. Povprečji iz 25 analiziranih polj se razlikujeta med seboj za manj kot 4 %. Vse primerjalne meritve so pokazale, da so razlike med neodvisnimi analizami istih vzorcev v intervalu $\pm 5\%$, ob pogoju seveda, da je izvršena analiza toliko polj, ki zagotavlja objektivno povprečje, pri povprečnih vzorcih je to ca. 25 polj. V poglavju **Točnost analize** smo omenili, da je napaka zaradi netočnosti in nestabilnosti aparature manjša od 1 %, subjektivna napaka operaterja pa je v intervalu $\pm 5\%$. Podobna so odstopanja pri

paralelnih meritvah. Zato je logično sklepati, da je točnost in reproduktibilnost analize odvisna predvsem od subjektivne napake operaterja. To opravičuje zahtevo, da je za kvaliteto delo s sprejo REM + IMA potreben dober operater.

ZAKLJUČEK

Na kratko smo opisali zgradbo sprege raster elektronskega mikroskopa in naprave za analizo slike in razpravljali o prednostih, ki jih nudi pred sprejo med optičnim mikroskopom in napravo za analizo slike. Zaradi večje ločljivosti rasterskega elektronskega mikroskopa je mogoče doseči večjo ločljivost. Uporaba sekundarnih elektronov in odbitih elektronov za tvorbo slike omogoča, da se laže kot v optičnem mikroskopu razločijo posamične faze od matriksa. Čeprav je naprava avtomatizirana, pa je potreben dober operater za uspešno delo z njo. V tem primeru je mogoče določiti povprečno količino posamične faze, histogram velikostne porazdelitve zrn te faze in povprečno velikost zrn te faze z napako, ki ni večja od 5 % pri geometrični ločljivosti $0,2\ \mu\text{m}$ kar pa ni spodnja meja zmogljivosti naprave. Da bi dobili realne histograme za velikostne porazdelitve in realne povprečne vrednosti pri analizi vključkov in karbidov v jeklih, zadostuje analiza 1000 do 1500 delcev. Že na osnovi analize najmanj 200 vključkov pa je mogoče z zadovoljivo natančnostjo opredeliti količino sulfidnih vključkov v jeklu, kjer ni segregiranja in pretirane neenakomernosti v porazdelitvi vključkov.

Literatura:

1. R. Ruddleson, J. D. Thornton in M. D. Bowers: *Metals Technology* 3, št. 9, 422–432, 1976
2. Vodopivec F.: Interno poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, junij 1974
3. Vodopivec F.: *Archiv Eisenhüttenwesens* 42, 1971, št. 4, 1971
4. Vodopivec F., Arh J. in Ralič B.: *Zelezarski zbornik* 9, 1975, št. 3, 167–179
5. Vodopivec F., Arh J., Ralič B. in Lavrič T.: *Revue de Metallurgie*, v tisku
6. Vodopivec F., Gabrovšek M., Rak I., Ralič B. in Zvoček J.: *Zelezarski zbornik* 12, 1978, št. 1, 1–16
7. Vodopivec F. in Ralič B.: *Zelezarski zbornik* 8, 1974, št. 3, 165–169
8. Vodopivec F. in Gabrovšek M.: *Härtereitechnische Mitteilungen* 31, 1976, št. 4, 183–187
9. Vodopivec F., Gabrovšek M. in Kmetič M.: *Zelezarski zbornik* 11, 1977, št. 1, 13–28
10. Vodopivec F., Gabrovšek M. in Kmetič M.: *Härtereitechnische Mitteilungen* 32, 1977, št. 6, 284–291
11. Kmetič M., Vodopivec F. in Gabrovšek M.: *Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani* 492/1976
12. Kveder A.: disertacija na Univerzi v Ljubljani
13. Rodič J.: *Zelezarski zbornik* 9, 1975, št. 2, 89–106
14. Rodič J.: *Zelezarski zbornik* 9, 1975, št. 4, 217–238
15. Groffen K.: Disertacija na Univerzi v Hannoverju, 1971, Citirano po ref. 13
16. N. N.: *JEOL News* 11, 1973, št. 1, 1–12
17. Rose A., Mathesius H. A. in Hougardy H. O.: *Archiv Eisenhüttenwesen* 40, 1969, št. 4, 323–331

ZUSAMMENFASSUNG

Bei der Zusammensetzung eines Rasterbildes, welches in dem empfangsteil mit den elektronischen Bedienungseinrichtungen für die automatische Bildanalyse analysiert wird, hat die Anwendung des Rasterelektronenmikroskops einige Vorteile im Vergleich mit dem Lichtmikroskop.

Die laterale Punktauflösung von Rasterelektronenmikroskop ist grösser, die Elektronenintensität, die Intensität der rückgestreuten Elektronen ist aber von der chemischen Zusammensetzung der analysierten Phase abhängig. Das bedeutet, dass es möglich ist am Bild Phasen zu unterscheiden, welche sich in der chemischen Zusammensetzung von der Matrix unterscheiden obwohl keine optische Kontraste da sind.

Ein zweiter Vorteil ist in dem, dass unmittelbar das Primärbild der Probe analysiert wird. Es sind mehrere Vergleichsanalysen gemacht worden um die Auflösung des REM, die Analysenreproduzierbarkeit, die Fehler wegen der Unstabilität, der subjektiven Fehler des Operateurs zu bestimmen und schliesslich den Umfang der Analyse zu bewerten deren Durchschnittswerte eine noch annehmbare Genauigkeit haben können.

Diese Vergleichsuntersuchungen zeigten, dass der Fehler wegen der Unstabilität der Anlage kleiner als 1% beträgt, der subjektive Fehler des Operateurs bei der Bild-

analyse mit genügendem Kontrast bewegt sich in einem Intervall von 5% vom Durchschnitt. Eine mehrfache Analyse der Karbide an einem Werkzeugstahl hat mit Hilfe des Bildes der sekundären und rückgestreuten Elektronen eine durchschnittliche Karbidgrösse von $0.6 \mu\text{m}^2$ mit einer Abweichung kleiner als 5% ergeben, wobei die untere Grösse bei der Analyse berücksichtigten Körner $0.2 \mu\text{m}^2$ betragen hat. Die Histogramme der Verteilung der Karbidkörnergrösse zwischen 0.2 und $3.2 \mu\text{m}^2$ weichen gegenseitig um weniger als 5% ab. In Automatenstählen hat die Abweichung der durchschnittlichen Einschlussgrösse und der Histogramme der Einschlussgrössenverteilung nicht grösser als 5% betragen, wenn die Analyse auf Grund von 1000 oder 5000 Einschlüssen durchgeführt worden ist. Die Abweichung des Volumenanteils der Einschlüsse war nicht grösser als 5%, wenn dieser auf Grund der Analyse einer solchen Feldzahl bestimmt worden ist, dass original ca 150 Einschlüsse und das nächstmal ca 1500 Einschlüsse berücksichtigt worden sind. Dieses bedeutet, dass es möglich ist eine Genauigkeit im Intervall von $\pm 5\%$ zu erreichen, welche dem subjektiven Fehler des Operateurs entspricht, mit verhältnismässig kurz dauernden Analysen der Proben in welchen die Verteilung der einzelnen Phasen nicht zu ungleichmässig ist.

SUMMARY

Scanning electron microscope has some advantages over the optical microscope in formation of the image which is analyzed by the automatic image analyzer. Scanning electron microscope has higher resolving power and the electron intensity especially that of reflected electrons depends on the chemical composition of the analyzed phase. It means that phases on the image can be resolved if they have different chemical composition than the matrix though their optical contrast is the same. The second advantage is that primary image of the sample is directly analyzed. Numerous comparative analyses were made in order to determine the resolving power of the analyzer, the reproducibility of analyses, the errors due to the instability, the subjective error of the operator, and finally to estimate the extent of analysis which gives average results with acceptable accuracy. It was found that the error due to the instability of the analyzer is less than 1% while the subjective error of the operator analysing images with

sufficient contrast is about 5% of the average values. In analysis of carbides in tool steel the average carbide size of $0.6 \mu\text{m}^2$ was determined by repeated analyses and by taking images with secondary and reflected electrons. Deviation was less than 5% while the lower size of considered grain was $0.2 \mu\text{m}^2$. Particle size distribution curves of carbide grains with the sizes between 0.2 and $3.2 \mu\text{m}^2$ varied for less than 5%. Particle size distribution curves and the average size did not vary more than 5% in free-cutting steel if the analysis was made with 1000 to 5000 inclusions. The volume portion of inclusions deviate less than 5% if it was determined by the analysis of such a number of fields that once about 150 and then 1500 inclusions were taken in account. It means that the accuracy in the $\pm 5\%$ range can be obtained which corresponds to the subjective error of the operator while analyses are relatively short, and distribution of single phases in the samples was not extremely ununiform.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При образовании фазового портрета, анализ которого выполняется в приборе автоматического анализа растрового изображения, применение растрового электронного микроскопа имеет при сравнении с применением оптического микроскопа некоторые преимущества. Растровый электронный микроскоп имеет более лучшую способность разрешения интенсивности электронов. При этом надо иметь во внимание, что интенсивность отклоненных электронов зависит от химического состава анализируемой фазы. Это означает, что можно различать фазы, которые отличаются от химического состава матрицы не смотря на то, что изображение не различается по касаете оптической контрастности. Следующее преимущество в том, что анализ первичного изображения образца выполняется непосредственно. Выполнен целый ряд сравнительных анализов с целью, чтобы определить: способность прибора разрешения интенсивности электронов, воспроизводимость анализа, погрешности вследствие нестабильности, субъективную погрешность оператора и, наконец, общую оценку анализа, средние результаты которого находятся в пределах приемлемой точ-

ности. Оказалось, что погрешность из-за нестабильности прибора не превышает 1%, а субъективная погрешность оператора при анализе фазового портрета с достаточным контрастом находится в пределах 5-ти % среднего значения. При анализе карбидов в инструментальной стали, при помощи фазового портрета вторичных и отклоненных электронов определен среднюю величину карбидов, которая составляет $0.6 \mu\text{m}^2$ с погрешностью, которая не превышает 5-ти %, при чем, как нижний предел взяты зерна величины $0.2 \mu\text{m}^2$. Гистограммы градаций по размерам зерен величинами в пределах между 0.2 и $3.2 \mu\text{m}^2$ различались между собой не более, чем на 5%. Объемная доля включений также не отклонялась более чем на 5%, когда это определение было основано при анализе такого количества полей, что отвечало в одном случае 150-ти, а в другом случае проб. 1500 включением. Это значит, точность определения можно получить в интервале 5-ти % с сравнительно непродолжительными анализами образцов, в которых распределение отдельных фаз не слишком неравномерно.

relation entre la teneur en soufre de différents aciers et l'anisotropie des propriétés mécaniques des feuillards laminés à chaud

F. Vodopivec,
Institut de Métallurgie, Ljubljana (Yougoslavie)

J. Arh,
Acierie Jesenice, Jesenice (Yougoslavie)

T. Lavric, B. Ralic,
Institut de Métallurgie, Ljubljana (Yougoslavie)

Communication présentée aux " Journées Métallurgiques d'Automne 1977 " organisées par la Société Française de Métallurgie.

BUT DU TRAVAIL ET MÉTHODES D'ESSAIS

Au cours d'essais sur la désoxydation d'aciers pour feuillards, il a été observé que la quantité d'inclusions de sulfure de manganèse de longueur supérieure à 0,01 mm et l'anisotropie des feuillards laminés à chaud étaient différentes dans des aciers de types différents ayant la même teneur en soufre (1). Nous avons examiné ici en détail cette observation et essayé de déterminer, pour des aciers de types différents, les relations entre la teneur en soufre, la quantité d'inclusions de sulfure de manganèse et l'anisotropie des propriétés mécaniques des feuillards. Le comportement des inclusions au cours du laminage et la formation de la microstructure en bandes dans les feuillards sont aussi discutés.

Les inclusions de sulfure de manganèse diminuent les propriétés mécaniques des tôles fortes dans le sens travers et en épaisseur (2 à 5). La striction d'éprouvettes usinées avec l'axe de traction dans le sens de l'épaisseur diminue proportionnellement à la longueur projetée des inclusions de sulfure de manganèse mesurée sur une coupe longitudinale des tôles (6).

Par suite de la faible épaisseur des feuillards, il est pratiquement impossible d'évaluer l'influence des inclusions de sulfure sur les propriétés mécaniques de l'acier en utilisant des méthodes semblables à celles des essais sur tôles fortes, par exemple micro-éprouttes ou éprouvettes avec têtes rapportées par soudage.

La striction d'éprouvettes plates avec axe de traction perpendiculaire à la direction du laminage est très sensible à la présence d'inclusions de sulfure de manganèse dans les feuillards. Pour éviter des erreurs, les propriétés mécaniques des feuillards ont été déterminées sur des éprouvettes de dimensions $100 \times 20 \times 3$ mm indépendamment de l'épaisseur des feuillards.

Le type d'acier, les teneurs limites des divers éléments et l'intervalle d'épaisseur des feuillards sont indiqués tableau 1. Quatre types d'aciers ont été choisis pour les essais dans la production courante du laminage réversible pour feuillards : acier doux calmé à l'aluminium (A), acier de composition analogue, mais sans addition d'aluminium (B), acier à bas carbone et à manganèse élevé (C) et acier dur (D). Trois feuillards en acier effervescent ont été examinés à titre de comparaison. Dans la première partie, les essais ont été effectués à l'état laminé et à l'état normalisé. Aucune influence de la normalisation sur l'anisotropie n'a été enregistrée.

Pour cette raison, les essais ont été effectués par la suite seulement à l'état laminé. Les échantillons ont été prélevés environ au milieu des bobines dans la direction du laminage et en travers. La densité (nombre d'inclusions par unité de surface) et la longueur des inclusions de sulfure ont été déterminées au microscope métallographique. Seules, les inclusions de longueur supérieure à 0,01 mm ont été prises en considération. Dans le cas où les inclusions faisaient partie d'alignements, où l'éloignement des inclusions individuelles était inférieur à 0,01 mm, la ligne entière

Revue de Métallurgie - Décembre 1978

TABLEAU 1: Composition des aciers et caractéristiques des feuillards.

Type de l'acier	Nombre de coulées	Épaisseur des feuillards (*) (mm)	Intervalle de teneurs (en %)						
			C	Si	Mn	P	S	Al	O ₂
A	6	3 à 4,3	0,04-0,08	0,18-0,32	0,26-0,45	0,007-0,029	0,006-0,025	0,004-0,030	0,003-0,005
B	4	3 à 5	0,05-0,06	0,17-0,26	0,33-0,40	0,008-0,041	0,026-0,034	0,002	0,008-0,015
B'	3	3 à 3,5	0,06	—	0,28-0,35	0,007-0,009	0,027-0,032	—	0,021-0,038
C	5	4 à 5	0,15-0,17	0,28-0,41	1,10-1,21	0,011-0,025	0,006-0,022	0,01-0,06	0,003-0,006
D	6	3,5 à 4,5	0,60-0,77	0,28-0,39	0,65-0,72	0,013-0,032	0,004-0,018	0,014-0,07	0,003-0,005

B' : aciers offerevents.

(*) Les feuillards ont été laminés à partir de plats (slabs) de la même épaisseur et dans le même intervalle de température.

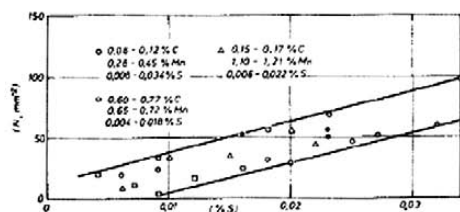


Figure 1. — Relation entre la teneur en soufre des aciers et la densité d'inclusions de sulfure de manganèse dans les feuillards (N). Les points noirs représentent sur cette figure et les figures suivantes les aciers offerevents.

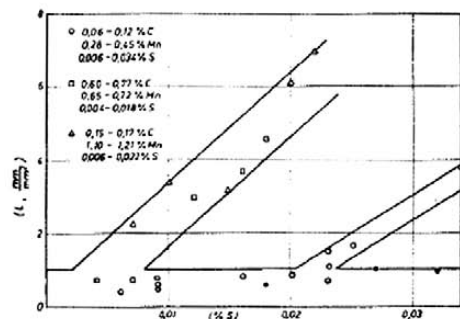
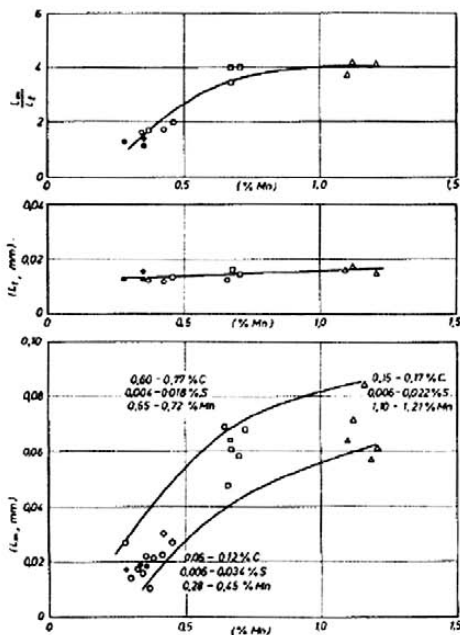


Figure 2. — Relation entre la teneur en soufre des aciers et la longueur d'inclusions de sulfure de manganèse par unité de surface de la coupe longitudinale des feuillards (L).

Figure 3. — Relation entre la teneur en manganèse des aciers, la longueur moyenne (L_m) et la largeur moyenne (L) des inclusions de sulfure de manganèse dans les feuillards et valeur du rapport L_m/L .

a été retenue comme une inclusion. L'épaisseur des inclusions était souvent inférieure à 0,001 mm et, très souvent, l'épaisseur d'une inclusion était très irrégulière. Ceci ne permettait pratiquement pas de déterminer une épaisseur moyenne significative. Pour cette raison, l'épaisseur des inclusions a été négligée. Les observations au microscope ont été faites sur coupe longitudinale des feuillards au voisinage immédiat du prélèvement des échantillons pour les essais mécaniques. Dans quelques cas, la largeur des inclusions a été déterminée sur la coupe transversale des feuillards. Sur chaque feuillard, la quantité d'inclusions a été déterminée sur une surface d'environ 3 cm². La densité d'inclusions et leur longueur moyenne ont été déterminées d'abord. La valeur du produit (densité x longueur moyenne) a été désignée comme longueur totale d'inclusions par unité (mm²) de surface. La teneur moyenne en fer des inclusions de sulfure de manganèse a été déterminée au micro-analyseur à sonde électronique. Enfin, la teneur en soufre a été déterminée dans l'acier et dans le résidu d'isolation galvanostatique des aciers.

RÉSULTATS, PRÉSENTATION ET DISCUSSION

Inclusions de sulfure de manganèse : densité, longueur moyenne et comportement pendant le laminage des feuillards.

La densité et la longueur des inclusions par mm² de la coupe longitudinale des feuillards augmentent en première approximation avec la teneur en S des aciers (fig. 1 et 2). Les feuillards en aciers C et D présentent, à teneur en soufre égale, sensiblement plus d'inclusions que les feuillards en aciers A et B. La longueur moyenne des inclusions augmente avec la teneur en Mn des aciers (fig. 3). La largeur des inclusions, déterminée sur coupe transversale des feuillards, étant peu influencée par la teneur en manganèse, il en résulte que le rapport longueur/largeur des inclusions croît avec la teneur en manganèse des aciers. La valeur du rapport (teneur en soufre des aciers/longueur totale d'inclusions par mm² de la coupe longitudinale) diminue quand la teneur en Mn des aciers augmente jusqu'à environ 0,6-0,7 % Mn (fig. 4). Au-delà de cette limite, la valeur du rapport demeure constante. Rappelons que la longueur seule a été retenue comme critère de prise en considération des inclusions au comptage et que la totalité du soufre présent dans les aciers est sous forme d'inclusions de sulfure (fig. 5). De ce fait, la relation (fig. 4) signifie que l'épaisseur moyenne des inclusions diminue jusqu'à environ 0,6-0,7 % Mn. Ceci est confirmé aussi par l'aspect des inclusions dans les feuillards de type différent, présentées figure 6. Les aciers à teneur en manganèse intermédiaire diffèrent sensiblement, pour la teneur en carbone, des autres aciers étudiés. Ceci n'est pas sans influence sur l'indice de plasticité relative des inclusions (7). Pour cette raison, la relation (fig. 4) doit être

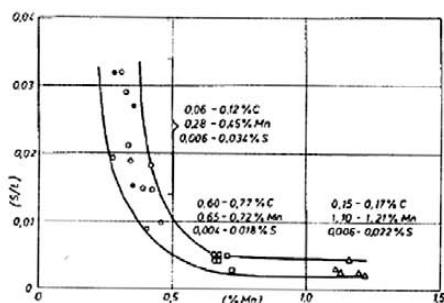


Figure 4. — Relation entre la teneur en manganèse des aciers et la valeur du rapport teneur en soufre des aciers/longueur d'inclusions de sulfure par unité de surface de la coupe longitudinale des feuillards.

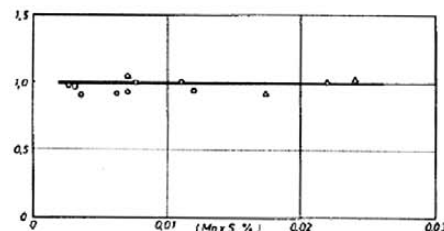


Figure 5. — Relation entre la valeur du produit (Mn x S) dans les aciers et la valeur du rapport (teneur en soufre du résidu d'isolation galvanostatique/teneur en soufre de l'acier).

considérée comme une tendance globale, dont il conviendrait d'analyser séparément les divers facteurs (taille moyenne, taux de corroyage, plasticité de la matrice). Toute limite réelle devrait être déterminée sur des aciers de même composition de base et à teneur en manganèse variable.

Deux coulées d'acier du type C ont été traitées avec 0,03 % Ti. Les inclusions de sulfure dans ces feuillards ne différaient pas des inclusions dans les aciers du même type non traités au titane. Cet élément a été repéré seulement dans des inclusions granulaires de carbonitride. Le manque d'effet du titane résulte très probablement de la trop faible addition (8).

L'examen au micro-analyseur a montré une teneur en fer de 5 à 8 % dans les inclusions de sulfure de tous les aciers calmés et sans relation logique avec la teneur en manganèse des aciers. Ceci ne confirme pas une observation montrant que la teneur en manganèse des inclusions de sulfure augmentait sensiblement lorsque la teneur en Mn des aciers augmentait de 0,4 à 1,2 % (9).

La faible teneur en fer des inclusions de sulfure de manganèse ne modifie pas la déformabilité des inclusions (10). Le rapport de la déformabilité des inclusions et de la matrice métallique est inférieur à 1 pour tous les types d'inclusions de sulfure de manganèse (11) (12). Ce rapport, appelé aussi indice de plasticité relative des inclusions, augmente en fonction

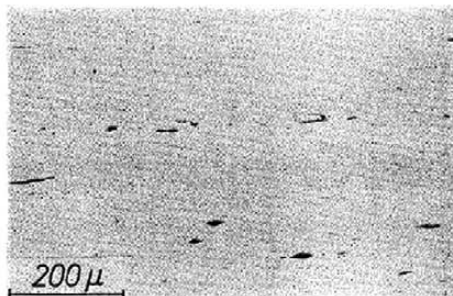


Figure 6a. — Type A.

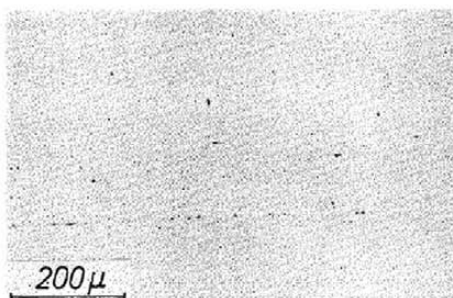


Figure 6b. — Type C.

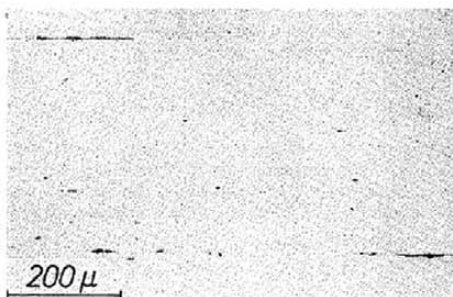


Figure 6c. — Type D.

Figure 6. — Inclusions de sulfure de manganèse dans les feuillets des types A, C et D.

de la diminution de la température de laminage des aciers (11) (12).

Dans les aciers A, C et D, l'influence de la température de déformation sur la plasticité relative des inclusions de sulfure a été déterminée par des essais de laminage dans l'intervalle de température 1 200-790 °C (7). Ces essais ont donné les résultats suivants :

- la plasticité relative des inclusions est à toute température de laminage, inférieure à 1. Ceci confirme des observations antérieures (11) (12). Cependant, la plasticité relative est à toute température de laminage sensiblement plus faible dans l'acier du type A que dans les aciers des types C et D;
- la plasticité relative des inclusions augmente sensiblement dans les aciers C et D au-dessous de la température où la recristallisation de l'austénite n'est pas complète entre les passes consécutives de laminage;
- la plasticité relative des inclusions diminue sensiblement dans les aciers A et C à la température de laminage à laquelle l'austénite est partiellement transformée en ferrite pendant la transformation à chaud.

Tout ceci nous permet de conclure que la différence de longueur des inclusions entre les feuillets des types A, C et D résulte de la différence de plasticité relative des inclusions de sulfure de manganèse dans les trois aciers. Cette différence de plasticité est une conséquence de l'aptitude différente des aciers à la recristallisation pendant le laminage à chaud et à la formation de ferrite dans les aciers pendant la déformation. Ces différences résultent de l'influence du manganèse et du carbone sur les propriétés de déformation des aciers.

On a observé, dans les feuillets de type A, de la cémentite ou de la perlite allongée en traits vermiculaires le long des joints des grains de ferrite parallèles à la direction du laminage (fig. 7). Cette microstructure montre que la déformation à chaud de l'acier

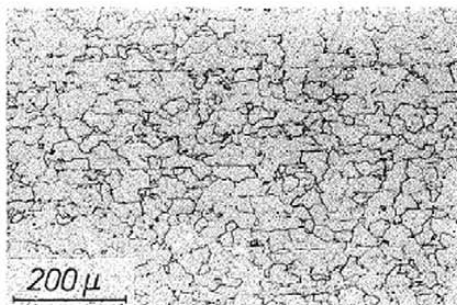


Figure 7. — Feuillelet du type A. Microstructure à l'état laminé.

s'est effectuée en partie dans le domaine de coexistence de l'austénite et de la ferrite (7).

Microstructure en bandes.

La microstructure en bandes dans les feuillards laminés à chaud peut avoir plusieurs origines :

- une homogénéisation incomplète des ségrégations interdendritiques conservant dans l'acier des zones d'austénite de stabilité différente;
- une répartition de la ferrite et de l'austénite en couches par suite du laminage de l'acier dans le domaine biphasé;
- les conditions de transformation particulières lors du refroidissement lent en bobines.

Il est évident que l'influence du laminage dans le domaine biphasé et du refroidissement lent est d'autant plus marquée que l'homogénéité de l'acier est imparfaite. On ne peut pas, en principe, diminuer de manière notable la structure en bandes par un traitement de normalisation dans le cas où cette répartition est causée par la présence de ségrégations dans l'acier.

Les bords des inclusions de sulfure de manganèse sont des endroits de germination et de croissance préférentielles de la ferrite (12). On pourrait par conséquent supposer que, dans des feuillards du même type, la microstructure en bandes soit d'autant plus marquée que la quantité d'inclusions de sulfure, ou plus exactement la longueur d'inclusions par unité de surface, est plus élevée. L'examen micrographique des feuillards montre que cette supposition n'est pas tout à fait justifiée et que l'influence d'autres facteurs peut l'emporter sur celle des inclusions. En effet, souvent des feuillards avec moins d'inclusions de sulfure présentent une structure en bandes plus marquée. Un exemple en est donné sur les figures 8 et 9. Les conditions de transformation de l'austénite peuvent alors avoir un effet plus important sur la structure en bandes que les inclusions de sulfure.

L'examen au micro-analyseur a montré, dans les aciers des figures 8 et 9, une teneur en manganèse de 12 et 11 %, plus élevée dans les couches de perlite que dans les couches de ferrite. Les différences dans la teneur en silicium étaient de 3 et 1 % respectivement (moyenne arithmétique de 25 comptages ponctuels), donc dans la limite de l'erreur de l'analyse. Dans l'acier coulé, les inclusions de sulfure sont situées de préférence dans les endroits où la ségrégation des éléments en solution solide a lieu aussi (13). Par contre, dans les aciers examinés, la teneur en manganèse est plus élevée dans les couches de perlite, donc hors des zones riches en inclusions de sulfure. Ceci montre que la différence de teneur en manganèse entre les couches de perlite et de ferrite ne provient pas des ségrégations formées à la solidification des aciers. Il semble donc raisonnable de supposer que, pendant le refroidissement de l'acier, l'austénite s'est enrichie en manganèse provenant du métal transformé auparavant

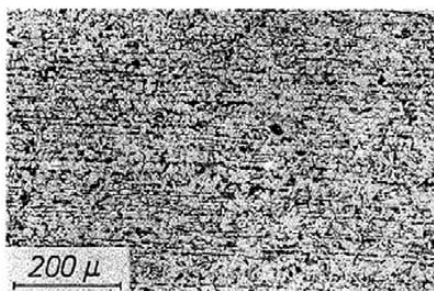


Figure 8. — Acier du type C. Microstructure à l'état laminé. Quantité d'inclusions : 3,5 mm/mm² de surface de la coupe longitudinale du feuillard.



Figure 9. — Acier du type C. Microstructure à l'état laminé. Quantité d'inclusions : 7,1 mm/mm² de surface de la coupe longitudinale du feuillard.

en ferrite. Cet enrichissement augmente la stabilité de l'austénite et pourrait ainsi favoriser la formation de bandes. Un enrichissement analogue a été constaté dans un acier à 0,035 % C, 1,96 % Si et 0,22 % Mn au cours d'essais de décarburation dans l'intervalle de température 780-915 °C (14).

Propriétés mécaniques et anisotropie des feuillards.

Les propriétés mécaniques des feuillards sont très différentes par suite de la composition différente des aciers. Pour faciliter une comparaison de l'ensemble des feuillards examinés, les propriétés mécaniques sont présentées sous forme de rapport entre les propriétés dans la direction perpendiculaire au sens du laminage et dans le sens du laminage. Ce rapport a été désigné comme indice d'anisotropie des feuillards.

La limite d'élasticité et la résistance à la rupture sont peu sensibles à l'augmentation de la teneur en soufre des aciers et à la quantité d'inclusions de sulfure (fig. 10 et 11). L'anisotropie se manifeste surtout

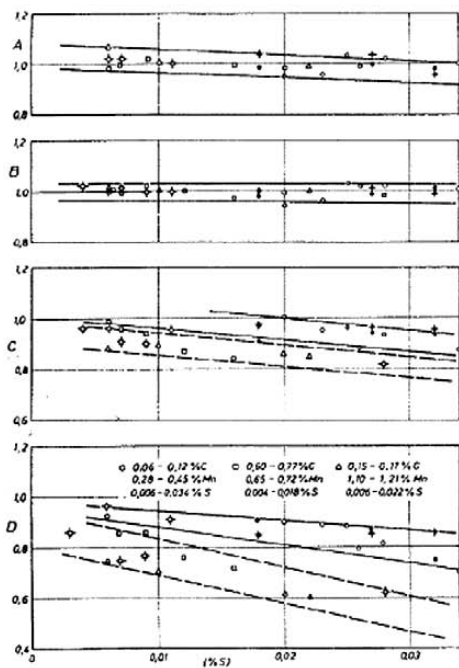


Figure 10. — Relation entre la teneur en soufre des aciers et le rapport des propriétés mécaniques en travers et dans le sens du laminage :

- A = Résistance à la traction.
 B = Limite d'élasticité.
 C = Allongement.
 D = Striction dans le sens de l'épaisseur des feuillards.

dans les propriétés de ductilité, l'allongement et, tout particulièrement, dans la striction dans le sens de l'épaisseur des feuillards. Cette propriété est importante du point de vue de l'aptitude de l'acier à l'emboutissage. Sur la figure 10, les points représentant les feuillards en aciers différents sont groupés dans deux familles et dans une famille seulement sur la figure 11. Ceci montre qu'à teneur en soufre égale, l'anisotropie est plus marquée dans les feuillards C et D que dans les feuillards A et B. Cette différence est logique étant donné qu'à teneur en soufre égale dans l'acier, la longueur projetée d'inclusions de sulfure de manganèse de plus de 0,01 mm de longueur est plus élevée dans les feuillards C et D que dans les feuillards A et B. La comparaison des figures 10 et 11 conduit aussi à la conclusion que la longueur d'inclusions de sulfure par unité de surface représente de manière plus objective l'anisotropie des feuillards que la teneur en soufre des aciers.

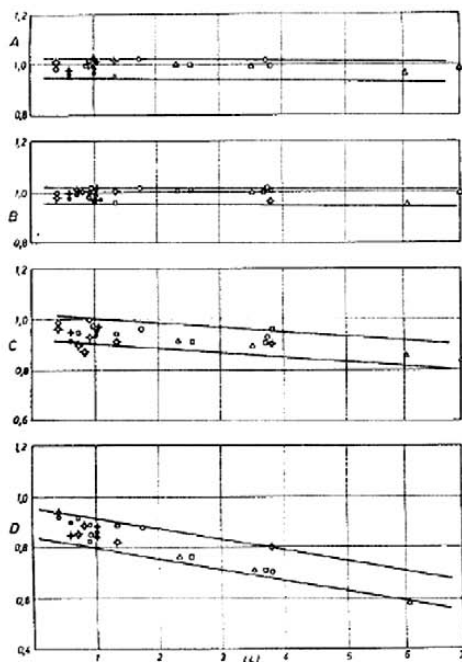


Figure 11. — Relation entre la longueur d'inclusions de sulfure par mm² de la surface de la coupe longitudinale des feuillards et le rapport des propriétés mécaniques en travers et dans le sens du laminage :

- A = Résistance à la traction.
 B = Limite d'élasticité.
 C = Allongement.
 D = Striction dans le sens de l'épaisseur des feuillards.

Sur les surfaces de rupture des feuillards dans le sens du laminage et en travers, on peut observer l'influence des inclusions sur la décohésion de l'acier. Sur la rupture d'éprouvettes ayant l'axe de traction dans la direction du laminage, on observe une surface ductile à cupules et des trous ainsi que de courts sillons aux points de fissuration ou d'arrachement des inclusions de sulfure (fig. 12). Sur les surfaces de rupture d'éprouvettes ayant l'axe de traction perpendiculaire à la direction de laminage, on observe de longs sillons séparés par des bandes de cupules (fig. 13). Les sillons sont d'autant plus nombreux et longs que le nombre d'inclusions est plus élevé et la longueur des inclusions plus grande. L'observation de nombreuses cassures au microscope électronique à balayage a montré que la différence de composition des aciers et les différentes propriétés qui en résultent n'ont pas d'influence notable sur l'action des inclusions dans la propagation de la rupture.

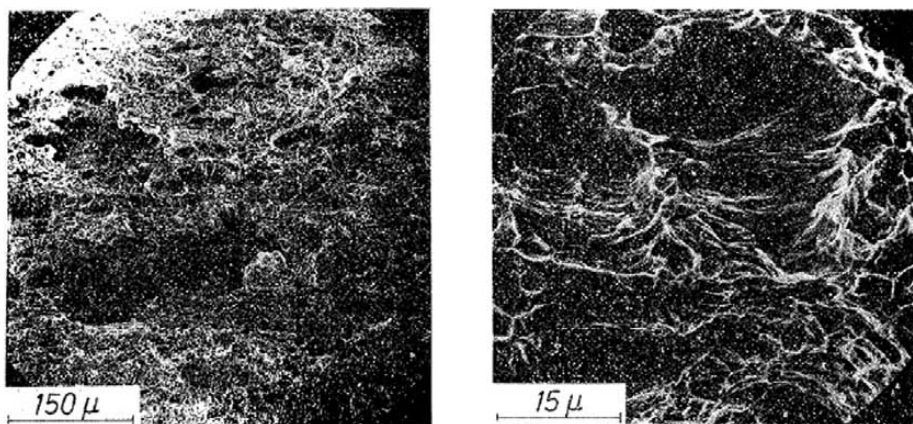


Figure 12. — Acier du type A. Surface de rupture d'un échantillon de traction avec l'axe dans le sens du laminage.

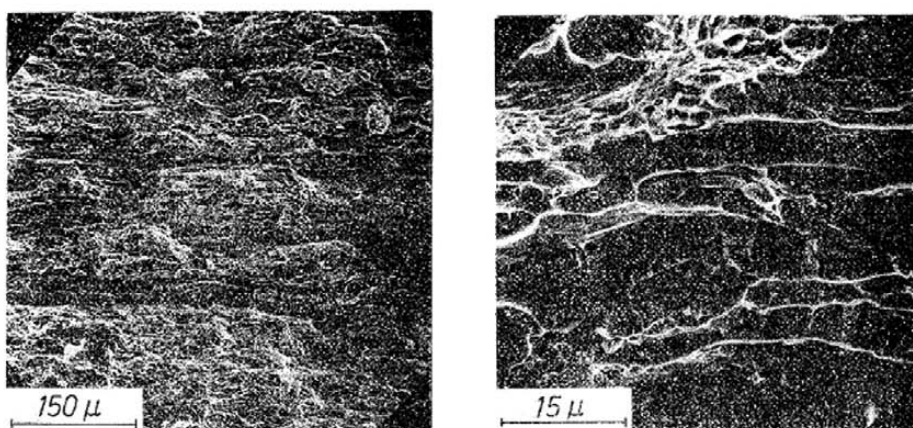


Figure 13. — Même acier que sur la figure 12. Surface de rupture d'un échantillon de traction avec axe perpendiculaire au sens de laminage.

Les essais effectués sur les feuillets parallèlement à l'état laminé et à l'état normalisé ainsi que les observations au microscope électronique à balayage montrent aussi que l'anisotropie des feuillets et leur faciès de rupture sont peu sensibles à la microstructure en bandes de l'acier. On peut en définitive admettre que l'anisotropie des feuillets laminés à chaud sur un laminoir réversible dépend en premier lieu de la longueur des inclusions de sulfure de manganèse par unité de surface de la coupe longitudinale des feuillets.

CONCLUSIONS

Les résultats des essais effectués sur des feuillets d'aciers de différentes provenances permettent de formuler deux conclusions principales :

1. Dans les feuillets laminés à chaud, la longueur d'inclusions de sulfure de manganèse par unité de surface de la coupe longitudinale dépend, pour une même teneur en soufre, de la composition de l'acier.

Les feuillets en acier doux contiennent, pour une même teneur en soufre, moins d'inclusions que les feuillets en acier au carbone ou les feuillets en acier à haut manganèse. L'anisotropie dans l'allongement et particulièrement dans la striction des feuillets augmente de manière linéaire avec la longueur des inclusions par unité de surface. Il en résulte que les feuillets en acier au carbone et les feuillets en acier à manganèse élevé présentent, pour une même teneur en soufre de l'acier, une moindre anisotropie que les feuillets en acier doux.

2. Le nombre d'inclusions de sulfure de manganèse par unité de surface de la coupe longitudinale des feuillets augmente approximativement de manière linéaire avec la teneur en soufre des aciers. On observe cependant des inclusions de longueur moyenne plus

élevée dans les feuillets en acier au carbone et les feuillets en acier à manganèse élevé que dans les feuillets en acier doux. Ceci résulte en partie de l'influence du manganèse et du carbone qui augmentent l'indice de plasticité relative des inclusions de sulfure de manganèse et partiellement de la diminution de la déformabilité de ces inclusions par suite du laminage de l'acier dans le domaine de température de coexistence de l'austénite et de la ferrite.

Le laminage des aciers dans ce domaine de température et la vitesse de refroidissement des feuillets à travers le domaine de température de la transformation de l'austénite ont une influence plus importante sur la formation de la microstructure en bandes que la quantité d'inclusions de sulfure et les ségrégations dans l'acier.

bibliographie

- 1 VODOPIVEC (F.), ARH (J.), RALIC (B.). — *Zelezarski Zbornik*, 9, n° 3 (1975), 167.
- 2 SCOTT (R.). — *Metals Technology*, 3, n° 2 (1976), 71.
- 3 DAHL (W.), HENGSTEMBERG (H.), DÜREN (C.). — *Stahl Eisen*, 88, n° 8 (1968), 364.
- 4 SPETZLER (E.), WENDORF (J.). — *Radex Rundschau*, n° 1 (1976), 595.
- 5 CIAMPI (F.), MOLARONI (A.). — *La Metallurgia Italiana*, n° 7-8 (1976), 373.
- 6 BERNARD (G.), GRUMBACH (M.), MOLIEXE (F.). — *Metals Technology*, 2, n° 11 (1975), 512.
- 7 VODOPIVEC (F.). — *Rapport de l'Institut de Métallurgie, Ljubljana* (1977), 604.
- 8 MEYER (L.), ARNCKEN (G.), SCHRAPE (U.), HEISTERKAMP (F.). — *Stahl Eisen*, 96, n° 17 (1976), 833.
- 9 MEYER (L.), BÜHLER (H. E.), HEISTERKAMP (F.). — *Thyssen-forschung*, 3, n° 1-2 (1971), 8.
- 10 MAUNDER (P. J. H.), CHARLES (J. A.). — *Journal of ISI*, 206, n° 7 (1968), 705.
- 11 BAKER (T. J.), CHARLES (J. A.). — *Journal of ISI*, 210, n° 9 (1972), 680.
- 12 BAKER (T. J.), CHARLES (J. A.). — *Journal of ISI*, 211, n° 3 (1972), 187.
- 13 WAHLSTER (M.), FORCH (K.), HEIMBACH (H.). — *Stahl Eisen*, 91, n° 19 (1971), 1080.
- 14 VODOPIVEC (F.), RALIC (B.). — *Zelezarski Zbornik*, 8, n° 3 (1974), 165.

**ТЕХНОЛОГИЯ И ОБОРУДОВАНИЕ
КУЗНЕЧНО-ШТАМПОВОЧНОГО ПРОИЗВОДСТВА**

Соборская ул. рубрика 55,16 Рубрика 101
Редактор серии В.И.Масленни

Реформа 177-182 № 39 14 октября 1991 г.

ОБЪЕМНАЯ ШТАМПОЧКА

УДК 681.73.009.6
**177. ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА АУСТЕНИТА НА
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И РАЗРУШЕНИЕ ПОДКОЖ**
ИЗСТАЛ С 0,18%С И 1,2%Мп

Vedovic F., Jurga S., Zvolbel J., Pilipov K., Kuznetsov K.
*Influence of austenite grain size on mechanical properties and fracture of low-
alloy steel with 0,18%С and 1,2%Мп. "Hot Working and Form. Process. Int.
Conf. Sheffield, 1979". London 1980. 221-227. Вязьма. 229-230*

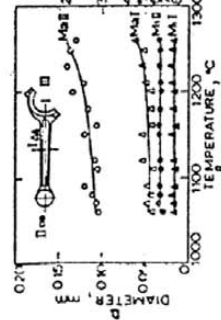
Компьютерное охлаждение от температуры штамповки мартенсита холодно из стали с 0,18%С, 1,2%Мп и 0,2%Сп приводит к получению микроструктур, состоящих из аморфных зерен мартенита с прослойкой феррита по границам коллоидных осевых зерен. Помимо большой ферритной структуры прерывания мартенсита по границам зерен. Однако, обычно зерна мартенита на протяжении всей структуры, образующихся при деформации, имеют в своем составе аустенитные зерна. Так, в процессе мартенсита не имеет плавного обрыва в области, подвергнутой деформации, а мартенсита, выходящей из области деформации, в зернах мартенита, зерна аустенита формируются в тех областях, где деформация мартенита и аустенита только растет зерно. Микроструктура показывает, что деформация по области штампа мартенсита происходит из-за разницы в скорости мартенита, мартенсита для коллоидных осевых зерен.

Для определения влияния температуры штамповки на мартенсид (М₁) и максимален (М₂) размер осевых зерен зерна аустенита при деформации осевыми эспериментами. Для этого мартенсид из стали с составом 0,39%С, 0,78%Мп и 0,38%Сп. Температуру штамповки мартенсита по мартенситу в диапазоне 1050-1260°С. Показано, что при деформации на высоте с мартенсита в направлении штамповки, аустенитные зерна имеют форму эллипса, а мартенсидные зерна аустенита. Результаты экспериментов показывают, что при деформации мартенсита, аустенитные зерна имеют форму эллипса.

1. Размер М₁ растет медленнее, а М₂ быстрее с увеличением температуры штамповки.
2. При одинаковой температуре штамповки мартенсид М₁ и М₂ имеют одинаковую структуру.

© ВНИИТИ. 1081

177-9 ТОН 34 1



3. Ра. на между M_1 и M_2 величина M_1 быстрее при температуре выше 1200°C .
 4. Расстояние между M_1 и M_2 составляет 2,5 балла по методу ASTM после выдержки при 1250°C , как показано на рис. 1, 10% обозначено: а — диаметр зерна, мм; б — размер зерна по ASTM; в — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; г — диаметр зерна, мм; д — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; е — диаметр зерна, мм; ж — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; з — диаметр зерна, мм; и — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; к — диаметр зерна, мм; л — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; м — диаметр зерна, мм; н — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; о — диаметр зерна, мм; п — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; р — диаметр зерна, мм; с — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; т — диаметр зерна, мм; у — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; ф — диаметр зерна, мм; х — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; ц — диаметр зерна, мм; ч — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; ш — диаметр зерна, мм; щ — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; ъ — диаметр зерна, мм; ы — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; ь — диаметр зерна, мм; э — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки; ю — диаметр зерна, мм; я — расстояние между осями дисперсных зерен при выдержке на воздухе за три часа после обработки.

Рис. 1

Увеличение деформации при последнем ударе показало даже обратный ход результатов. Показано, что увеличение мезоформы дисперсных зерен в колющих, охлажденных непосредственно с колющей микротрубки не убавила. Были проведены исследования влияния размера зерна аустенита на способность стали к структурированию, близкой к той, которая образуется в процессе штамповки, непосредственно охлаждением с колющей микротрубки.

Экспериментальная часть. Исследования проводили на образцах из стали с 0,14% С, 1,2% Mn, 0,30% Cr. Образцы деформировали при степени обжима 20% и температурах 1050–1300°C на молоте и охлаждали для получения структуры ладночного зерна с простоями фибры на границах зерен. Статистическая регистрация осуществлялась экспоненциальным росом зерна при различных температурах деформации, как показано на рис. 2, где обозначено: а — размер зерна, мм; б — размер зерна по ASTM; в — температура, °C.

Экспериментальная часть исследования показала, что статистическая регистрация в несколько раз увеличивает значения для статистической регистрации — значения в несколько раз больше, чем значения для статистической регистрации. Исследования можно считать с различными значениями деформации. Данные исследования мезоформы деформации обеспечили получение информации о мезоформе деформации при различных температурах деформации и размерах зерен.

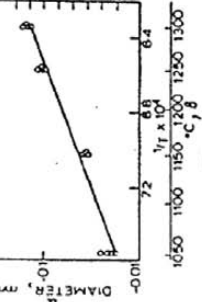


Рис. 2

Линия, что прочность при

расплавлении (МПа) в зернистой ИВ (рис. 3) до 1200°C и ниже — в основном за счет дисперсных зерен, а не зерна как пластичности, ударная вязкость и прочность на прокол. Увеличение прочности (рис. 4 и 5). Анализ зависимости между прочностью, что больше — между пластичностью и ударной вязкостью проведены, когда температура нагрева превышает 1200°C .

Рис. 3

Соблюдая нормализованной стали могут быть получены эквивалентные свойства стали, деформированной и обработанной контролируемой охлаждением, учитывая разницу в величине зерна аустенита. Различия в свойствах между нормализованной сталью и деформированной при температуре ниже 1200°C составляют менее 10%, за исключением ударной вязкости и относительного сужения. Термическая обработка стали имеет повышенный на 55% предел текучести, а для большей ударной вязкости, но различия в других свойствах составляют менее 10%.

Измещение пределов выносливости штамповки производится на рис. 6, где обозначено: 1 — число циклов; 2 — нагрузка, кН; ES — экспериментальная; CS — обычные.

Предел выносливости экспериментальной штамповки на 40% ниже, чем в обычных, а для пределов выносливости это различие составило около 10%. Эти данные соответствуют наблюдаемым различиям между мезоформами обработки стали и деформированной при температуре ниже 1200°C .

Исследования влияния температуры на прочность стали при деформации и обработке. Образцы, подверженные мезоформе деформации на расстоянии 200 мм от поверхности, в основном состоят из зерен с небольшим количеством дисперсных зерен. Мезоформы деформации и обработки, включая ударную вязкость и относительное сужение, значительно выше, чем у обычной стали. Нормализованная сталь имеет ударную вязкость и относительное сужение, значительно выше, чем у обычной стали. Нормализованная сталь имеет ударную вязкость и относительное сужение, значительно выше, чем у обычной стали.

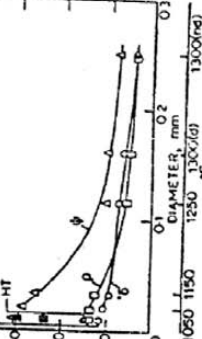


Рис. 4

линия была найдена в участке

5756 ТУ/И/ 38

Uticaj parametara termičke obrade na žilavost i prelom čelika sa 0,4 C, 5 Cr, 1,3 Mo i 0,4 V za vruće alate

FRANC VODOPIVEC, L. KOSEC, SZ — Metalurški institut, Ljubljana, A. RODIĆ i J. RODIĆ, SZ — Želzarna Ravne

Originalni naučni rad

YU ISSN 0350-2627
UDC: 669.15'26'28'292-194-431.4:620.174/.178-861

1. METODIKA ISPITIVANJA

Istraživanje je izvršeno na više čelika sa sastavom u tabl. 1. Čelici su iskovani iz industrijskog bloka u šipke 12 x 12 mm, iz kojih su izrađene potrebne probe u aksijalnom pravcu. Time se izbegao uticaj segregacija, koje mogu značajno da utiču na osobine te vrste čelika [1, 2]. Termička obrada je izvršena u sledećim uslovima: temperatura austenitizacije 900 do 1050 °C, trajanje austenitizacije 1 i 4 časa, kaljenje na zraku, temperatura otpuštanja 350 do 650 °C i trajanje otpuštanja 1 i 6 časova odnosno 456 časova.

Tabl. 1 — Sastav upotrebljenih čelika

	Element u %							
	C	Cr	Mo	V	Mn	Si	P	S
A	0,38	5,27	1,28	0,41	0,48	0,86	0,028	0,009
B	0,38	5,0	1,33	0,38	0,38	1,07	0,017	0,01
C	0,37	5,37	1,22	0,46	0,42	0,92	0,002	0,011

Jedna serija uzoraka je kaljena sa zadržavanjem od 1 časa kod 400 °C, gdje je po TTT dijagramu austenit stabilan [3]. Žilavost je određena na standardnim probama sa U zarezom na instrumentiranom Charpyu. Izmerene su sila, trajanje i energija loma (u daljem tekstu žilavost). Mikrostruktura je ispitivana u optičkom i u raster elektronskom mikroskopu (REM-u), gde je izvršeno i mikrofraktoGRAFSKO ispitivanje. Količina i sastav karbida određeni su elektrolitskom izolacijom i mokrom mikroanalizom.

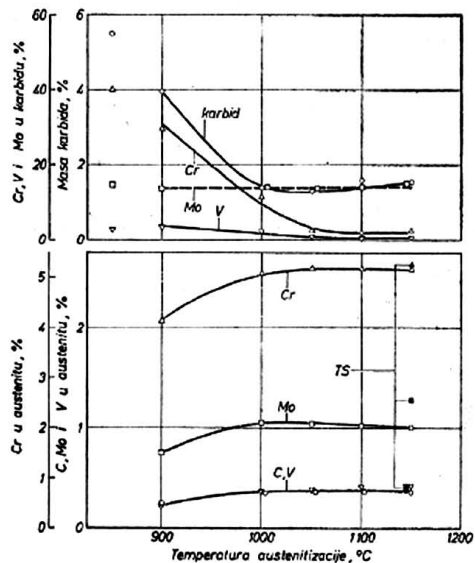
2. REZULTATI ISTRAŽIVANJA

2.1. Rastvaranje karbida kod austenitizacije čelika

Uzorci su žareni u intervalu temperature između 700 i 1200 °C i kaljeni na zraku. Na sl. 1 prikazan je uticaj temperature na količinu karbidnog izolata, na sadržaj glavnih legirnih elemenata u izolatu i na izračunati sadržaj istih legirnih elemenata u čvrstom rastvoru u austenitu. Sadržaj ugljika u rastvoru je izračunat sa pretpostavkom da izolat sadrži 6% C, dakle, da je karbidna masa uglavnom

iz karbida vrste Cr₂₃C₆ [4]. Ta pretpostavka nije potpuno tačna jer po podacima iz literature meko žareni čelik te vrste sadrži i karbide M₂₃C₆ i MC [4], ali je dovoljno tačna za orijentacijski izračun. Naime, i da uzmemo u obzir manje količine karbida drugih vrsta, koji se mogu očekivati u čeliku, izračunati sadržaj ne bi bio značajno drukčiji.

Na sl. 1 vidimo da se količina izolata smanjuje kod povećanja temperature austenitizacije do 1000 °C. Iznad te temperature ostaje rezidualna količina izolata, koja se ne menja praktično do temperature 1200°. Sadržaj hroma i vanadija u karbidnoj masi



Sl. 1 — Čelik A. Uticaj temperature austenitizacije na sadržaj nerastvorenih karbida, na sadržaj legirnih elemenata u tim karbidima i na sadržaj legirnih elemenata u rastvoru u austenitu (donja polovina slike). Trajanje austenitizacije 1 čas

Adresa autora: prof. Franc Vodopivec, SZ — Metalurški institut, Ljubljana, Lepi pot 11
Članak primljen 9. IX 1983. god.

smanjuje se povećanjem temperature austenitizacije do 1050°C, zatim ostaje praktično konstantan. Sadržaj molibdena u karbidnom izolatu je nezavisan od temperature austenitizacije.

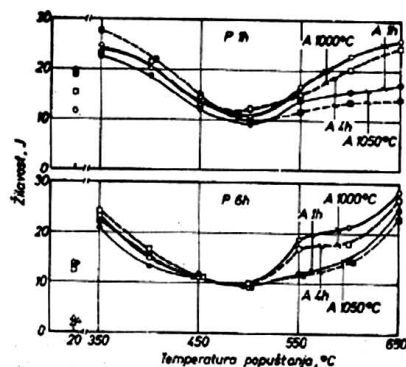
Za kaljivost čelika značajan je sadržaj elemenata u čvrstom rastvoru u austenitu prikazanom na donjem delu sl. 1. Već kod temperature austenitizacije 1000°C postignut je sastav austenita, koji se ne menja više kod povećanja temperature. Posle austenitizacije kod 900°C u rastvoru u austenitu je 0,24% C, 0,75% Mo, 4,1% Cr i 0,38% V, to znači oko 60% ugljika, molibdena i vanadija te 80% hroma od ukupne količine tih elemenata u čeliku. Na isti način se izračuna da je posle austenitizacije kod 1000°C u rastvoru u austenitu više od 93% ugljika, vanadija i hroma te 80% molibdena.

Karbidna masa posle mekog žarenja je, dakle, iz karbida, koji se praktično kvantitativno rastvori u austenitu posle zagrevanja kod 1000°C. Manji dio karbidne mase je vezan u karbid, koji se ne rastvori u austenitu i posle austenitizacije kod 1200°C. U tom karbidu je vezano oko 20% molibdena i zamenjarive količine drugih legiranih elemenata. Taj karbid ne saraduje u procesima termičke obrade jer odzima austenitu deo molibdena i ugljika.

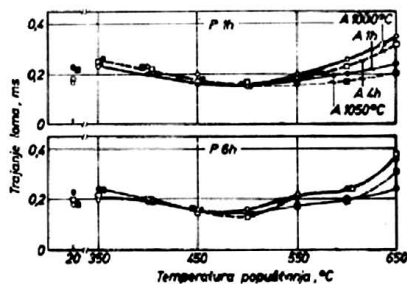
2.2. Žilavost i tvrdoća

U prvoj fazi rada ispitivan je uticaj temperature austenitizacije 1000 i 1050°C. Te temperature su izabrane zato, što se najčešće primenjuju za kaljenje te vrste čelika. U sledećoj fazi ispitivanje je u smanjenom opsegu prošireno do temperature od 900°C. Temperaturni interval otpuštanja od 350°C do 650°C je izabran jer je ocenjeno da pokriva sa dovoljnom rezervom interval radne temperature različitih alata izrađenih iz čelika te vrste. Kasnije su ispitivanja žilavosti izvršena i kod niže temperature otpuštanja od 200°C.

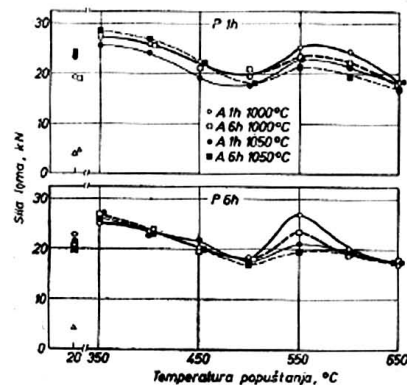
Na sl. 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 i 9 prikazan je uticaj temperature otpuštanja na žilavost, trajanje loma, silu loma i tvrdoću čelika. Žilavost čelika ravnomerno pada kod povećanja temperature otpuštanja nad 350°C, kod 500°C je minimum a zatim žilavost ponovo postepeno raste, da bi kod 650°C postigla otprilike istu vrednost kao posle otpuštanja kod 350°C. Ispod minimuma kod 500°C uslovi austenitizacije ne utiču sistematski na žilavost iznad minimuma žilavost je veća posle austenitizacije kod 1000°C i posle kraće austenitizacije. Uticaj temperature austeni-



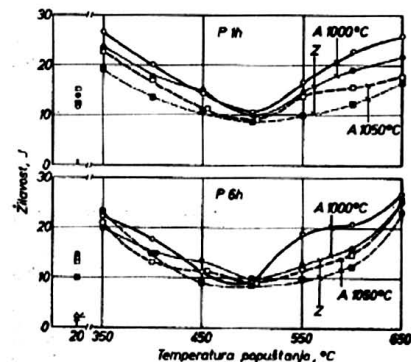
Sl. 2 — Čelik A. Uticaj temperature otpuštanja (P) u trajanju 1 i 6 časova na žilavost. Temperature austenitizacije (A) 1000 i 1050°C, trajanje 1 i 4 časa



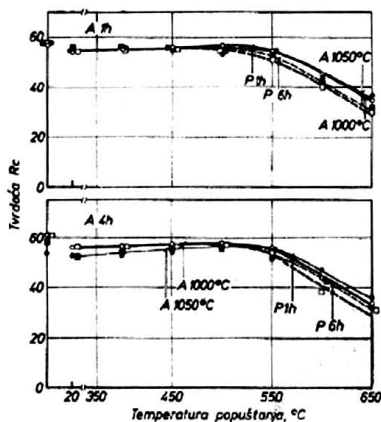
Sl. 3 — Čelik A. Uticaj temperature otpuštanja (P) u trajanju 1 i 6 časova na trajanje loma. Temperature austenitizacije (A) 1000 i 1050°C, trajanje 1 čas



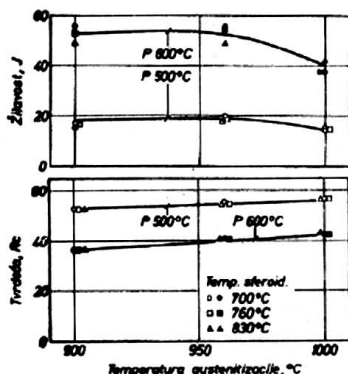
Sl. 4 — Čelik A. Uticaj temperature otpuštanja (P) u trajanju 1 i 6 časova na silu loma. Temperature austenitizacije (A) 1000 i 1050°C, trajanje 1 i 4 časa



Sl. 5 — Čelik A. Uticaj temperature otpuštanja (P) u trajanju 1 i 6 časova na žilavost. Čelik je posle austenitizacije (A) 1 i 4 časa kod 1000°C kaljen sa i bez zadržanja (Z)



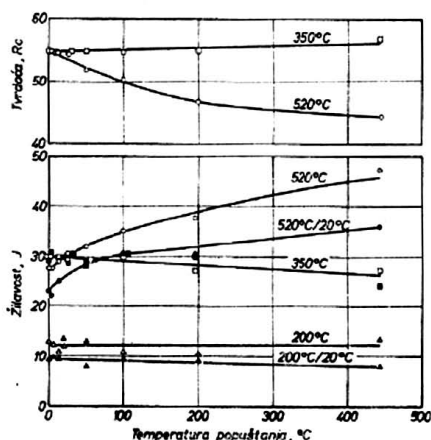
Sl. 6 — Čelik A. Uticaj temperature otpuštanja (P) na tvrdoću čelika posle austenitizacije 1 i 4 časa od 1000 i 1050°C te otpuštanja u trajanju 1 i 6 časova



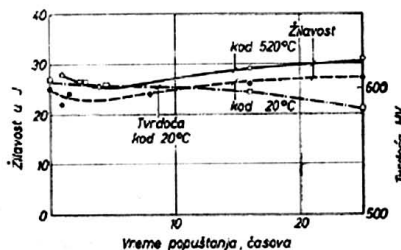
Sl. 7 — Čelik C. Uticaj temperature kaljenja na žilavost i tvrdoću posle otpuštanja od 1 časa kod 500 i 600°C. Pre kaljenja čelik je meko žaren kod triju temperatura

tizacije nije zanemariv; posle kaljenja sa 1050°C je žilavost za oko 40% manja nego posle kaljenja sa 1000°C a kod otpuštanja iznad 550°C.

Žilavost je manja ako je kaljenje izvršeno sa zadržavanjem kod 400°C (sl. 5). Trajanje loma (sl. 3) evoluira u zavisnosti od temperature otpuštanja na sličan način kao žilavost. Trajanje loma se ravnomerno smanjuje do minimuma žilavosti kod 500°C, zatim postepeno raste, da bi kod 650°C bilo u proseku nešto duže nego posle otpuštanja kod 350°C. Iznad minimuma žilavosti kod 500°C sistematičan je nepovoljan uticaj više temperature austenitizacije 1050°C. Temperatura otpuštanja ima nešto drukčiji uticaj na silu loma nego na žilavost. Porastom temperature otpuštanja sila loma se smanjuje, postigne kod 500°C minimum, zatim relativno brzo poraste do maksimuma između 550 i 600°C i ponovo se smanjuje kod daljeg povećanja temperature. Posle dužeg otpuštanja maksimum sile loma je kod



Sl. 8 — Čelik B. Uticaj otpuštanja do 456 časova kod 200, 350 i 520°C na žilavost i tvrdoću čelika. Žilavost je određena na temperaturi otpuštanja i na sobnoj temperaturi. Za temperaturu 520°C nije prikazana tačna evolucija žilavosti i tvrdoće za otpuštanje do 25 časova



Sl. 9 — Čelik B. Detalj sl. 8. Evolucije žilavosti tvrdoće kod otpuštanja kod 520°C za trajanje do 25 časova

niže temperature 550°C. Zadržavanje kod kaljenja pokazuje i kod trajanja i sile loma uglavnom nepovoljan uticaj, slično kao kod žilavosti.

Tvrdoća čelika lagano raste kod povećanja temperature otpuštanja do 500°C, sporo se smanjuje do temperature 550°C, a zatim brzo opada kod daljeg povećanja temperature. Uticaj parametara termičke obrade je praktično neprimetiv ispod temperature 500°C. Iznad ove temperature tvrdoća je nešto manja posle niže temperature kaljenja i dužeg trajanja otpuštanja.

U drugoj seriji interval temperature kaljenja je proširen na niže temperature do 900°C, otpuštanje je izvršeno kod 500 i 600°C, a pre austenitizacije čelik je meko žaren kod temperatura 700, 760 i 830°C. Rezultati na sl. 7 pokazuju da temperatura prethodnog mekog žarenja nema primetno uticaja. Žilavost je praktično ista posle kaljenja sa 900 i 950°C i niža posle kaljenja sa 1000°C. Temperatura austenitizacije ne utiče na silu i na trajanje loma čelika otpuštanog kod 500°C, dok se trajanje loma smanjuje posle otpuštanja kod 600°C paralelno sa porastom temperature kaljenja od 900 na 1000°C. Tvrdoća ravnomerno raste povećanjem temperature kaljenja

od 900 na 1000°C, razlika je oko 4 HRe. Tvrdoća je razumljivo veća posle otpuštanja kod 500°C, a trajanje loma je veće posle otpuštanja kod 600°C.

Teća serija je namenjena ispitivanju uticaja veoma dugog trajanja otpuštanja do 456 časova na žilavost i tvrdoću. Žilavost je određena na probama na temperaturi otpuštanja i posle hlađenja na temperaturu ambijenta. Rezultati su prikazani na sl. 8 i 9. Tvrdoća sporo i ravnomerno raste kod temperature 350°C, kod 200°C je praktično konstantna, dok se kod 520°C smanjuje po paraboličnom zakonu, dakle, brže u početnoj periodu žarenja.

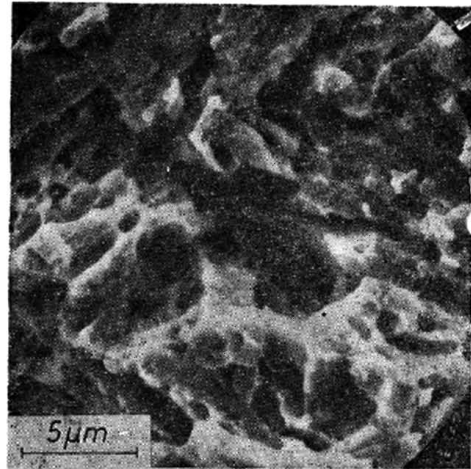
Interesantna je evolucija žilavosti. Početna žilavost je najveća posle kratkovremenog otpuštanja kod 350°C. Produžetkom otpuštanja kod ove temperature žilavost se sporo i linearno smanjuje na oko 80% početne vrednosti posle 456 časova. Žilavost je niža kod 200°C i praktički nezavisna od trajanja otpuštanja. Kod 520°C žilavost se smanjuje u početnoj periodu otpuštanja, zatim parabolično raste. Posle 25 časova žarenja približno je ista kod temperatura 520 i 350°C. Interesantno je upoređenje žilavosti određenih kod temperature otpuštanja i kod temperature ambijenta. Žilavost na temperaturi ambijenta je značajno manja nego na temperaturi otpuštanja posle otpuštanja kod 520 i 200°C, dok nema značajnih razlika kod otpuštanja na 350°C. Kod 520 i 200°C razlika je nezavisno od trajanja otpuštanja, što je znak da je njezin izvor od procesa otpuštanja nezavisan faktor.

2.3. Mikrostruktura i prelom

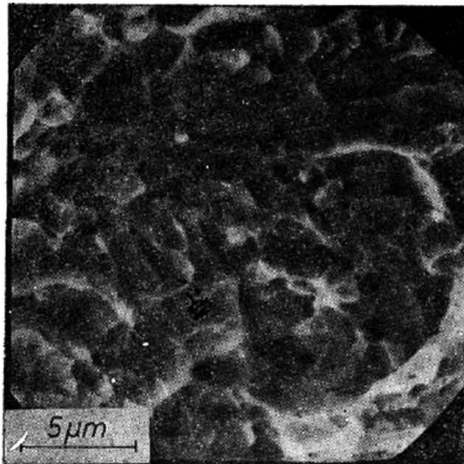
Mikrostruktura je ispitana u optičkom mikroskopu i u REMu. Između kaljenog čelika i čelika otpuštenog na 550°C nisu se mogle zapaziti nikakve razlike, mada su se u ovom temperaturnom intervalu izvršili različiti procesi taloženja (oni će biti spomenuti kasnije) i ne utiču na morfologiju martenzita. Kod temperature iznad 550°C taloženje je bilo moguće opaziti prvo u REMu a od 600°C na više i u optičkom mikroskopu. Prelom kaljenog čelika je bio morfološki isti kao posle popuštanja do 500°C. Bio je transkristalan i intimna mešavina zo-

na cepanja i zona duktilnosti (sl. 10 i 11). Ponekad su pronađene i zone gde nije bilo moguće tačno opredeliti krte i duktilne dekohezije; takav oblik preloma se često označava kao quasiclevage (sl. 12). Često je krt prelom sledio martenzitnim lamelama, dok su duktilne zone nastale na mestima gde je dekohezija preskočila iz jedne krte mikrozone u sledeću kroz rezidualni austenit. U duktilnim zonama jamice su sitne i kako će se videti, zato relativno malo pridonose žilavosti čelika.

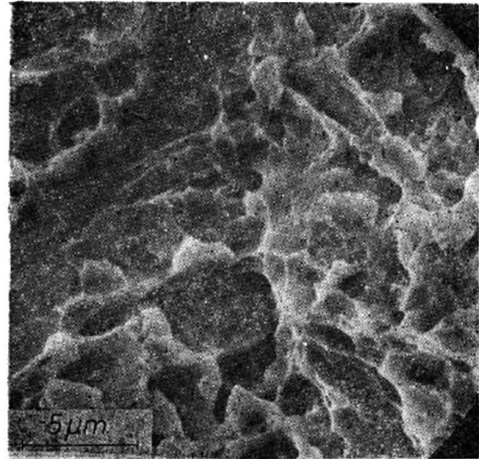
Posle otpuštanja kod 550°C u transkristalnom prelomu pojavljuju se značajne zone glatke interkristalne površine (sl. 13 i 14), znak, da se u čeliku razvila interkristalna krtost. Kod daljeg povećanja



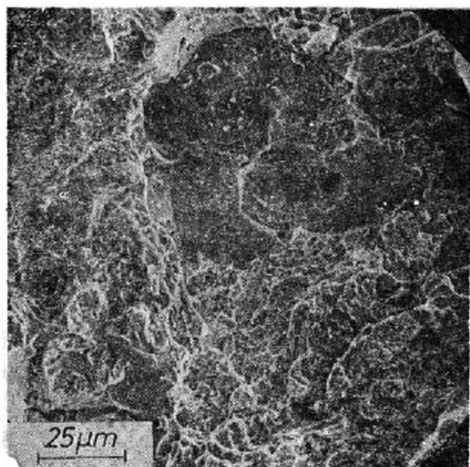
Sl. 11 — Čelik A. Prelom posle otpuštanja 1 čas kod 500°C. Transkristalno, duktilno i krto



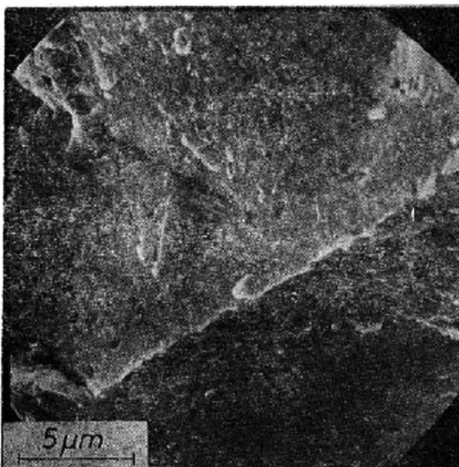
Sl. 10 — Čelik A. Prelom kaljenog i neotpuštenog čelika. Transkristalno, duktilno i krto



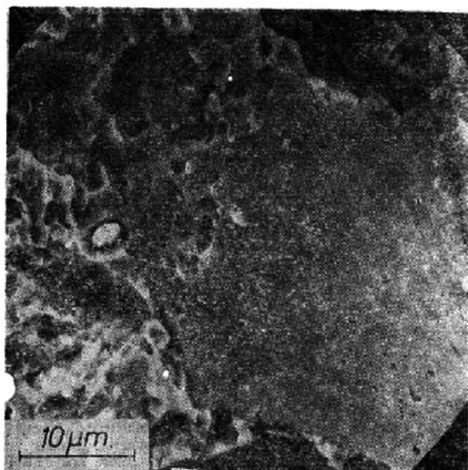
Sl. 12 — Čelik A. Prelom posle otpuštanja 1 čas kod 550°C. Transkristalno, kvaziduktilno, krto i sitni duktilni detalji



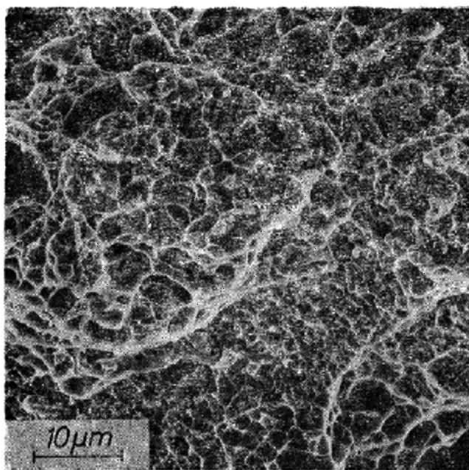
Sl. 13 — Čelik A. Prelom posle otpuštanja od 1 časa kod 550°C. Interkristalno bez deformacije te transkristalno slično kao na snimku 12



Sl. 15 — Čelik A. Interkristalan prelom posle otpuštanja od 1 časa kod 650°C



Sl. 14 — Čelik A. Detalj interkristalnog preloma



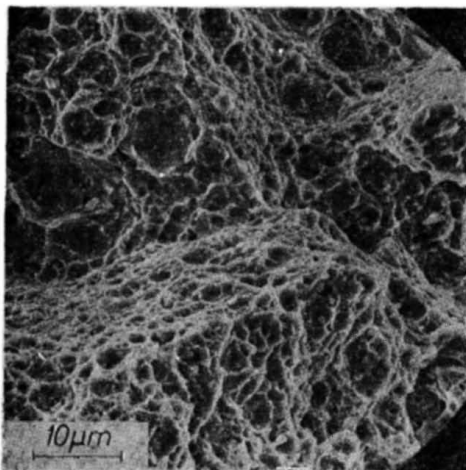
Sl. 16 — Čelik C, kaljen i otpuštan 96 časova kod 200°C. Prelom kod 200°C. Interkristalno i transkristalno, duktilno

temperature otpuštanja prelom je postao isključivo interkristalan i paralelno je površina zrna postala hrapavija, delimično od utisaka karbidnih zrna, delimično od cepanja metala kod dekohezije (sl. 15). I na prelomu čelika otpuštenog kod 600°C pronađeni su manji transkristalni delovi, morfološki slični, kao posle otpuštanja kod nižih temperatura.

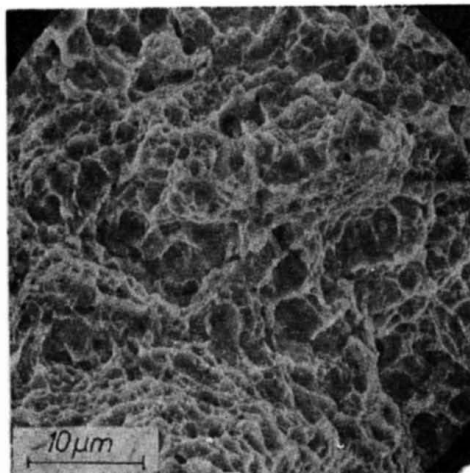
Interkristalne površine kod 550°C bile su češće posle kaljenja čelika sa 1050°C i posle dužeg otpuštanja. Prelom čelika na temperaturama otpuštanja je bio većinom sitno jamičastog oblika, dakle, duktilan (sl. 16, 17 i 18), često interkristalan, naročito ako je bila površina pod uglom na ravan makro preloma. Na čeliku prelomljenom kod 200°C pronađene su i kvaziduktilne zone. Prelom dugo otpu-

štenog čelika kod temperature ambijenata je bio kvaziduktilan ili mešavina krte i duktilne dekohezije, slično kao na sl. 10, 11 i 12.

Količina zaostalog austenita i tetragonalnost martenzita određene su difrakcijom rendgenskih zraka u čeliku kaljenom sa 1000°C i otpuštenom u različitim uslovima. Prikazane su u tabl. 2 i pokazuju da se kod otpuštanja na 200°C smanjuje tetragonalnost martenzita. To je znak, da se ugljenik taloži iz rastvora, a time se smanjuju naponi u rešetki. Količina rezidualnog austenita se ne menja do temperature 500°C i manja je posle ponovnog otpuštanja na 500°C. Kod viših temperatura dolazi do pojava otpuštanja u martenzitu i u austenitu taloženjem karbida. Proces taloženja karbida nije



Sl. 17 — Čelik C, kaljen i otpuštan 48 časova kod 350 °C. Prelom na temperaturi otpuštanja. Interkristalno i transkristalno, duktilno



Sl. 18 — Čelik C, kaljen i prelomljen na temperaturi 520 °C. Transkristalno i delimično interkristalno, duktilno

Tabl. 2 — Sadržaj zaostalog austenita i tetragonalnost martenzita u čeliku C

Temperatura kaljenja °C			Otpuštanje					
			Prvo			Drugo		
1000	A ¹⁾	4,8%	500 °C 1 čas	A	4,4%			
	Te ²⁾	$0,80 \cdot 10^{-3}$		Te	0			
	T ³⁾	57		T	56			
1000	A	4,9%	200 °C 6 časova	A	4,9%	500 °C	A	1,3%
	Te	$0,75 \cdot 10^{-3}$		Te	$0,16 \cdot 10^{-3}$	6 časova	Te	0
	T			T	55,5	500 °C	A	4,1%
1000	A	4,6%	200 °C 1 čas	A	4,6%	1 čas	Te	0
	Te	$0,80 \cdot 10^{-3}$		Te	0,8		T	56
	T	56,5		T	56			

¹⁾ Sadržaj zaostalog austenita u vol. %.

²⁾ Tetragonalnost martenzitne čelije.

³⁾ Tvrdoca HRC.

eksperimentalno ispitani jer je poznat na osnovu podataka iz bibliografije, koji će biti analizirani u sledećoj tački.

3. RASPRAVA

Rezultati istraživanja pokazuju, da je evolucija žilavosti u zavisnosti od temperature otpuštanja nezavisna od uslova austenitizacije. Žilavost se kod žarenja na 350 °C povećala u usporedbi sa kaljenim stanjem, zatim se smanjuje kod povećanja temperature, postigne kod 500 °C minimalnu vrednost u svim kombinacijama, zatim iznova postepeno raste, da bi bila u proseku ista posle otpuštanja kod 650, kao kod 350 °C.

Uslovi austenitizacije, temperatura i trajanje, trajanje otpuštanja i zadržavanje kod kaljenja utiču na žilavost kod temperatura iznad minimuma, dok kod nižih temperatura nema sistematičkih razlika i sve izmerene vrednosti se uklapaju i inter-

val disperzije. Kod povećanja temperature kaljenja iznad 950 °C žilavost čelika se smanjuje. Sličan je uticaj produžetka vremena austenitizacije kod 1000 i 1050 °C od 1 na 4 časa i produžetka trajanja otpuštanja od 1 na 6 časova.

Uticaj različitog trajanja vremena austenitizacije i otpuštanja je relativno mali i pokriva se sa intervalom disperzije kod merenja pojedinih proba (žilavost je određena kao prosek triju proba), ali je sistematičan i zato realan. Mnogo značajniji je nepovoljan uticaj više temperature koji nije zanemarljiv i u praktičnom radu.

Slično nije često, sa stanovišta osobina, povoljan uticaj zadržavanja kod kaljenja, mada, razumljivo, može da bude veoma koristan kod praktičnih kaljenja, jer se zadržavanjem smanjuje gradijent temperature na preseku kaljenog komada i tako smanjuju unutarnji napomi kaljenja.

Ispitivanje je dalo niz originalnih saznanja o tom čeliku. Na osnovu tih saznanja i podataka iz literature, te određenih pretpostavki moguće je ob-

razložiti zavisnosti između parametara termičke obrade i žilavosti.

Kod povećavanja temperature i produžetka vremena austenitizacije smanjuje se žilavost iznad temperatura minimuma, uzimajući u obzir interkristalni lom, logičan je uzrok u povećanju veličine austenitnih, odnosno martenzitnih zrna. Relativna razlika između uticaja temperature, koji je izrazitiji, i trajanja austenitizacije to tumačenje podupire, jer je očekivati i veću razliku u veličini zrna zbog povećanja temperature nego od produžetka vremena zadržavanja na temperaturi. Pitanje je zašto se uticaj različite veličine zrna ne pokazuje kod temperatura otpuštanja pod minimumom žilavosti. I kod čisto kratkog preloma veličina zrna ferita ima određen uticaj na žilavost, jer dekohezija cepanjem troši veću energiju za prelaz preko granice zrna nego za put kroz zrno.

Postoje dva moguća objašnjenja zašto uticaj veličine zrna nije primećen na temperaturama otpuštanja, koje prouzrokuju intrakristalnu dekoheziju. Po prvom je razlika u žilavosti mala, zato se krije u statističkim varijacijama merenja žilavosti, po drugom uticaj granica zrna ne dolazi do izražaja, jer je prelom smese krte i duktilne dekohezije unutar austenitnog zrna. Kao jedinica krte dekohezije to ne nastupa martenzitno zrno kao celina, nego po pojedine lamele ili snopovi lamela martenzita unutar istog zrna. Mikromorfologija preloma to objašnjenje potvrđuje.

Iz podataka u literaturi za čelik slične vrste i bogatijih podataka za čelike sa 12% Cr te 0,1 do 0,2% C je moguće opredeliti procese taloženja karbida kod otpuštanja. Mada u morfologiji martenzita nema primetljivih promena, taloženje karbida iz martenzita pojavljuje se već kod veoma niske temperature. Kod najniže temperature počinje taloženje epsilon karbida, ali se i cementit M_7C_3 pojavljuje već kod temperature oko 200°C [4].

Kod povećanja temperature prvo karbid M_3C zameni epsilon karbid, zatim se sam delimično pretvara u karbid M_2C , ili ova vrsta karbida samostalno precipitira iz rastvora [4, 5, 6, 7, 8]. Taj proces prouzrokuje sekundarno povećanje tvrdoće čelika. Kod viših temperatura iznad 500°C, po istim i još drugim referencama karbid M_3C pretvara se u karbid tipa $M_{13}C_4$ [9, 10] ili se prvi karbid rastvara i taloži se drugi.

Kod još viših temperatura dolazi i do taloženja karbida tipa M_7C_3 u čelicima sa vanadijem i karbida M_2C u čelicima legiranim molibdenom. Iznad temperature 550°C difuzivnost metala je tolika da dolazi do promene morfologije martenzita, koja se završava na oko 600°C [4]. Na osnovu tih podataka može se objasniti evolucija žilavosti u zavisnosti od temperature otpuštanja na sledeći način. Do temperature 350°C ugljik se istaložio iz martenzita u obliku karbida. Time su smanjeni unutrašnji naponi i povećana je žilavost kod nepromenjene morfologije preloma. Tvrdoća se nije smanjila zbog očvršćenja koje je rezultat taloženja stihl karbidnih čestica u feritu. Maksimum žilavosti je postignut u trenutku smanjenja unutrašnjih napona na minimum i pre početka sledeće faze procesa otpuštanja, dakle, formiranja karbida M_2C .

Nepromenja na morfologija loma do temperature otpuštanja 500°C pokazuje da se proces preobrazba martenzita i taloženja karbida ne odražava na mikromorfologiju preloma. Nasuprot tome žilavost posle otpuštanja na 350 značajno je veća nego u kaļevom stanju i kod minimuma žilavosti kod 500°C. Iz toga se može zaključiti da žilavost nije zavisna samo od energije potrebne za formiranje prelomne površine, nego i kod energije upotrebljene za deformaciju čelika pre starta makrodekohezije [11].

Proces taloženja karbida M_2C prati smanjenje žilavosti i sekundarno povećanje tvrdoće, jer iztaložene čestice blokiraju kretanje dislokacija i time sprječavaju plastičnu deformaciju i deformativno učvršćavanje. Velika gustoća dislokacija, koje su nastale kod kaļjenja, omogućuje nukleaciju i širenje dekohezije bez potrebe po energiji za plastičnu deformaciju [4, 12]. Napredovanjem procesa taloženja karbida M_2C u martenzitu žilavost se smanjuje zbog porasta unutrašnjih napona. Na temperaturi otpuštanja 500°C iztaloženo je u čeliku najviše karbida M_2C i sačuvana je velika gustoća dislokacije iz kaļljenog čelika [4]; rezultat je minimum žilavosti.

Kod povećanja temperature moguće je više procesa: povećanje veličine čestica karbida M_2C , direktno preobraženje tog karbida u novi karbid $M_{13}C_4$, rastvaranje karbida M_2C u feritu i samostalna nukleacija te rast čestica karbida $M_{13}C_4$. Veći precipitanti M_2C gube koherentnost a time i sposobnost stvaranja unutrašnjih napona, te sposobnost za blokiranje dislokacija; time se povećavaju sposobnost čelika za plastičnu deformaciju i deformativno učvršćenje ferita. Sličan je uticaj preobrazba karbida, bilo da nastaju zbog više temperature veće čestice karbida M_2C , da se karbid te vrste ne taloži koherentno, ili da ima manju per se sposobnost za blokiranje dislokacija.

Kod nižih temperatura proces otpuštanja je relativno brz i značajno povećanje vremena izotermnog zadržavanja nema kod 200°C uticaja na žilavost. Kod 350°C dolazi kod dužeg otpuštanja do smanjenja žilavosti zbog formiranja karbida M_2C , slično kao kod povećanja temperature, ali u manjem obimu. Kod 520°C difuzivnost je veća, pa je zato trajanje otpuštanja značajniji faktor. To se vidi iz evolucije tvrdoće i žilavosti čelika kod dugotrajnog zarenja. Tvrdoća ostaje u početnoj fazi nepromenjena, zatim parabolično pada sa vremenom držanja, žilavost se smanjuje do ca 25 časova otpuštanja, zatim parabolično raste.

Očito je, da je prva faza produžetak procesa taloženja karbida M_2C u obliku koji sprječava kretanje dislokacije i zato smanjuje žilavost čelika, dok su u drugoj fazi povećava deformabilnost čelika. Iz kinetike evolucije žilavosti kod 520°C može se zaključiti da je uzrok povećanja deformabilnosti čelika taloženje karbida $M_{13}C_4$, a ne rast čestica karbida M_2C .

Jednostavnim izračunavanjem je, naime, moguće ustanoviti da kinetiku evolucije žilavosti određuje difuzivnost ugljika. Kinetička kriva se, naime, veoma dobro pokriva sa krivom koju je moguće izračunati pomoću izraza $y = k(Dt)^{1/2}$ a na osnovu konstantne difuzivnosti D za ugljik kod 520°C [13], uzimajući kao početak merenja vremena momenat infleksije žilavosti. Iz svega toga je moguće zaključiti da povećanje žilavosti nije rezultat rasta čestica karbida M_2C . U tom slučaju, u zavisnosti od trajanja otpuštanja, žilavost ne bi bila infleksijska tačka nego bi rasla od početka otpuštanja. Dalje se može zaključiti da do obrazovanja karbida $M_{13}C_4$ ne dolazi u situ transformacijom karbida M_2C nego nukleacijom i rastom novih karbidnih čestica. Da nije tako kinetiku evolucije žilavosti ne bi određivala kinetika difuzije ugljika u feritu.

Logično je očekivati da bi se žilavost čelika morala povećavati povećavanjem temperature otpuštanja, jer kod tog povećavanja dolazi do veće brzine u procesu preobrazba karbida M_2C u karbid $M_{13}C_4$, nego kod držanja na 520°C. Razlog za sporiji rast žilavosti je da, nezavisno od procesa intrakristalnog popuštanja martenzita, kod temperature od 550°C i više, dolazi do pojave interkristalne krstosti. Kod te temperature ferit ima već određenu plastičnost, zato bismo u slučaju, da je prelom posledica obogaćenja površina zrna karbidnim česticama, očekivali

sitno jamičastu površinu. Interkristalna površina je kod 550 °C potpuno glatka ili se na njoj vidi morfologija prilagodavanja martenzitnim lamelama u različitim zrnima austenita. Tek kod više temperature zapažaju se ofisci sitnih karbidnih čestica te plastična i krta mikro iščupanja [14]. Iz morfologije interkristalnog preloma moguće je zaključiti, da se u čeliku razvija reverzibilna otpusna krutost zbog segregacije nečistoća, u prvom redu fosfora, na kristalnim granicama austenitnih zrna [8, 15, 16, 17].

U literaturi podaci da prisutnost molibdena smanjuje osetljivost čelika za taj oblik interkristalne krutosti i za čelik sa 0,22% C, 2,3% Cr je optimum molibdena kod 0,7%. Kod povećanja molibdena preko tog sadržaja njegov se povoljni uticaj smanjuje približno na isti način kao kod smanjenja do te količine [17, 18]. Rezultati u tom radu pokazuju da je čelik osetljiv za reverzibilnu interkristalnu krutost, i da se osetljivost sadrži verovatno čak do 650 °C, koja je za ovaj oblik krutosti relativno visoka.

Nepovoljan uticaj povećanja trajanja otpuštanja na žilavost iznad temperature minimuma žilavosti tumačimo kao kinetičan efekt: duže vreme zadržavanja na temperaturi povećava koncentraciju nečistoća na granicama i zato smanjuje koheziju između zrna. Osim toga, kod dužeg zadržavanja na temperaturi otpuštanja, više molibdena veže se u karbide, manje ga ostaje u čvrstom rastvoru u feritu, a samo taj molibden sprečava razvoj otpusne reverzibilne krutosti [17, 18]. To znači da je žilavost tog čelika kod temperatura iznad 500 °C, a posredno i otpornost protiv termičkog zamaranja, ako maksimalna temperatura dopire u područje pojave reverzibilne interkristalne krutosti, zavisna od sadržaja fosfora i drugih nečistoća u čeliku. Veći sadržaj fosfora po granicama, naime, smanjuje broj opterećenja do pojave pukotine [10].

Kod sobne temperature prelom čelika otpuštenog do 500 °C je intrakristalan i smesa krutih i duktilnih mikrodetalja ili kvaziduktilan, dok je prelom na temperaturama otpuštanja potpuno žilav ili mešan duktilan — kvaziduktilan. Na temperaturi od 200 °C prelom je preko ili uzduž martenzitnih lamela duktilan i kvaziduktilan, dok je na temperaturi 350 °C potpuno duktilan.

Po obliku i veličini jamica nije moguće razlikovati martenzitne zone od zona rezidualnog austenita. Pošto tvrdoća čelika kod 350 °C nije značajno drugačija nego kod sobne temperature, moguće je zaključiti da je za duktilan prelom preko martenzita potrebna u prvom aproksimaciji relativno mala energija, nekoliko džula. To znači i da je ukupna energija koja se potroši kod napredovanja dekohezije preko preseka probe, relativno mala i samo dio izmerene energije loma, čak energije loma u kašnjenom stanju i posle otpuštanja kod 500 °C, kad je žilavost čelika minimalna. Većina energije se, dakle, potroši za makrodeformaciju čelika pred prelomom i nukleaciju pukotine. To je indirektan dokaz za hipotezu koju smo formulisali ranije, da je razlika u žilavosti zbog temperature otpuštanja do 500 °C verovatnije posledica energije potrošene do momenta početka loma nego za njegovo napredovanje preko preseka probe [11].

ZAKLJUČCI

Ispitan je uticaj parametara toplotne obrade na žilavost, tvrdoću i prelom čelika. Na osnovu dobitnih rezultata i uzimajući u obzir podatke iz literature, moguće je postaviti sledeće zaključke:

1. Proces rastvaranja karbida u austenitu je veoma brz i već posle 1 časa austenitizacije kod 1000 °C

karbidna masa je rastvorena u austenitu. Iznimak je dio molibdena, oko 20% molibdena ostaje vezano u karbidu, koji se ne rastvara u austenitu ni kod 1200 °C.

2. Evolucija žilavosti u zavisnosti od temperature otpuštanja je nezavisna od parametara kaljenja. Žilavost je visoka posle otpuštanja kod 350 °C, zatim ravnomerno pada, postigne minimum kod 500 °C, zatim postepeno raste, da bi kod 650 °C postigla sličnu vrednost kao kod 350 °C. Slična je evolucija trajanja loma u zavisnosti od temperature otpuštanja, dok sila loma pokazuje maksimum kod 550—600 °C. Tvrdoća čelika lagano raste povišenjem temperature otpuštanja do 500 °C, lagano pada do temperature 550 °C, a zatim brže povišenjem temperature otpuštanja.

3. Parametri toplotne obrade ne utiče na žilavost i tvrdoću čelika posle kratkotrajnog (do 6 časova) otpuštanja na temperaturama ispod 500 °C. Iznad ove temperature nepovoljan je uticaj povećanja temperature kaljenja, produžetka austenitizacije, produžetka otpuštanja i zadržavanja na 400 °C, a naročito je nepovoljan uticaj temperature austenitizacije 1050 °C. Optimalna žilavost se postigne posle kaljenja kod 950 °C, ali je u tom slučaju očekivati za oko 3 — 4 HR nižu tvrdoću.

4. Mikromorfologija preloma je transkristalna i krto-duktilna te ostaje praktično nepromenjena u temperature otpuštanja od 500 °C. Iznad ove temperature pojavljuje se i interkristalan lom zbog razvoja reverzibilne otpusne krutosti.

5. Kod otpuštanja do oko 500 časova tvrdoća i žilavost čelika se ne menjaju kod temperature 200 °C; kod temperature 350 °C tvrdoća lagano raste, a žilavost lagano pada; kod temperature 520 °C tvrdoća parabolčno pada a žilavost parabolčno raste.

6. Evolucija parametara žilavosti i mikromorfologije preloma je povezana sa fizičkim procesima, koji se razvijaju u mikrostrukтури čelika u zavisnosti od temperature otpuštanja i drugih parametara termičke obrade.

Izolaciju karbida izvršila je T. Lavrič sa saradnicima, mikrofraktografska snimanja M. Jakupović, a rendgenska ispitivanja dr. F. Grešovnik sa saradnicima.

LITERATURA

- [1] Kulmburg A., Stuhl J. in Stromberger H., Proceeding of the 2 nd International Congress of Heat Treatment of Materials of IFHT, Florence, Associazione Italiana di Metallurgia, 1982.
- [2] Kosec L., Kossel F. in Vodopivec F., Proceedings of the 4 th E. G. F. Conference, Leoben, Austrija, sept. 653, 1982.
- [3] Zvokelj J., Izveštaj Metalurškog instituta u Ljubljani, br. 775, 1969.
- [4] Banerjee R. B. Journal of ISI, 166, januar 1965.
- [5] Irwin J. K., Grove J. D. i Pickering B. F., Journal of ISI 195, 386, 1960.
- [6] Norström A. L. i Ohlberg N., Metals Technology 8, 22, 1981.
- [7] Prabhu-Gaunkar V. G., Huntz A. M. i Lacombe P., Metals Science 14, 241, 1980.
- [8] Lemblé P., Pineau A., Castagné J. L., Dumoulin Ph. i Guttmann M., Metals Science 13, 496, 1979.
- [9] Berry G. i Brook R., Metals Science 9, 467, 1975.
- [10] Berry G., Brook B., Metals Science 10, 286, 1976.
- [11] Rodič J., Režič A. i Vodopivec F., Proceedings of the 4 th E. G. F. Conference, Leoben, Austria, 314, sept. 1982.
- [12] Cottrell H. A., Transactions of AIME, 192, Lo. cit. ref. 4, 1958.
- [13] East J. B. i Verrill B. M., Journal of JSJ, 24, januar 1954.
- [14] Guttman M. i Krahe P., Memoires Scient. Rev. Metal. 70, 657, 1973.
- [15] Guttman M., Zvezdarski Zbornik 15, 125, 1981.
- [16] Dumoulin Ph. i Guttman M., Zvezdarski Zbornik 15, 151, Erhart H. i Grabke J. H., Zvezdarski Zbornik 15, 143, 1981.
- [17] Dumoulin Ph., Guttman M., Foucault M., Palmier M., Wayman M. i Biscondi M., Metals Science 14, 1, 1980.
- [18] Guillou R., Guttman M. i Dumoulin Ph. Metals Science 15, 63, 1981.

Interpass recrystallization of austenite in some steels during rolling

F. Vodopivec
M. Gabrovšek
M. Kmetič
A. Rodič

Various steels were rolled using several passes, and the resulting microstructures, precipitation of AlN and NbC, and mechanical properties were investigated. Below a certain critical temperature, interpass recrystallization does not occur completely following the first pass. The volume fraction of unrecrystallized austenite initially increases rapidly, but then decreases gradually as the rolling temperature is lowered. The amount of AlN and NbC precipitation does not appear to be related to the fraction of unrecrystallized austenite. It is proposed that the cause of incomplete recrystallization is the recovery substructure present in austenite grains which, because of their coarse size, do not recrystallize after the first pass. The incomplete interpass recrystallization produces a duplex microstructure, giving the steel a deformation anisotropy. MT/979

© 1984 The Metals Society. Manuscript received 30 March 1983; in final form 27 April 1984. The authors are at the SZ Institute of Metallurgy, Ljubljana, Yugoslavia.

The physical metallurgy of the rolling of high-strength low-alloy (HSLA) steels is fairly well understood, and a rich bibliography exists on the subject. On the other hand, experimental data relating to microstructural evolution during the rolling of other steels, a process that represents an important part of the production schedule, are rather scarce. The general trend towards lower rolling temperatures makes it important to know the consequences of this on the resulting microstructure and properties, especially for reversing rolling, in which the finishing temperature can be rather low, interpass recrystallization of austenite frequently being incomplete. It was decided for this reason to investigate the influence of rolling temperature on the microstructures and properties of steels having the compositions given in Table 1. These steels were selected in order to discern the influence of carbon, manganese, and aluminium on the softening of austenite. An HSLA steel was also considered to facilitate comparison with published data, and case-hardening steels were included to obtain additional quantitative data on the microstructures of the as-rolled steels.

Experimental

The soaking temperature was 1200 or 1250°C; rolling was then initiated at these temperatures or after air cooling to the rolling temperature. Billets or slabs ~20 kg in weight and 60 mm thick were rolled to plates in six or seven passes, the total reduction being ~75%. The rolling time was 75 s and the interpass time 10–12 s. The reduction per pass was 15–22%, which is above the value required to initiate recrystallization in austenite;^{1–3} however, the

interpass time was too short to allow complete recrystallization at the lower temperatures. At still lower initial rolling temperatures, ferrite was formed during rolling, and recrystallization did not initiate because the reduction per pass was too low.^{4,5}

The rolled plates were air cooled on a refractory bed, although some of them were water quenched. Measurements were then made of the linear-intercept grain size of the as-rolled steels, and the aluminium nitride (AlN) and niobium carbonitride (NbC) contents were determined by wet analysis using a method based on the original Beeghly halogen ester extraction method;^{6,7} finally, selected mechanical properties in the rolling direction were measured.

At the applied soaking temperature, AlN was dissolved in the austenite in steels A, B, C, and F, and the NbC was completely in solution in steel G. An important fraction of the AlN and NbC was left undissolved in steel D. The measured contents of undissolved AlN and NbC are given in Table 1, and correspond well to values calculated from solubility products.^{8,9} The mean intercept austenite grain sizes for steels quenched after soaking are also presented in Table 1.

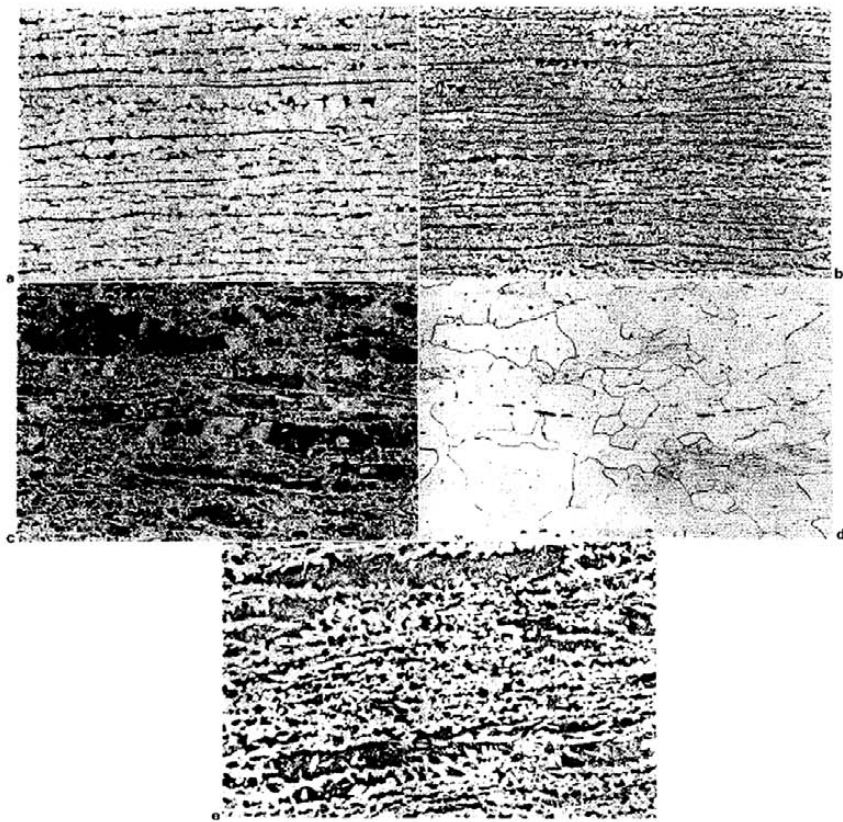
Incomplete recrystallization of austenite was detected from the microstructures of the as-rolled steels. Elongated and very coarse pearlite, bainite, and ferrite grains, as well as lenticular clusters of ferrite, and pearlite grains noticeably coarser than those in the surrounding matrix, were formed on transformation of the unrecrystallized austenite grains. On the other hand, recrystallized austenite gave as a transformation product a regular, polygonal matrix. By evaluating the number and shape of elongated bainite grains, it was possible to determine the influence of rolling temperature on the volume fraction of unrecrystallized austenite.

Table 1 Composition and austenite grain sizes of investigated steels

Steel	Composition, wt-%										AIN*	NbC*	AGS, μ m
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	N	Nb	V			
A Base	0.14	0.22	0.5	0.01	0.034	...	0.052	0.0051	0.0024	...	97
B Manganese	0.16	0.33	1.24	0.017	0.027	...	0.026	0.0054	0.0021	...	95
C Carbon	0.48	0.24	0.62	0.013	0.009	...	0.026	0.0093	0.003	...	105
D Niobium	0.14	0.42	1.46	0.005	0.008	...	0.050	0.011	0.051	0.07	0.016	0.0176	42
E Low carbon	0.06	0.006	0.36	0.031	0.034	0.003
F Case hardening	0.16	0.25	1.10	0.018	0.026	0.98	0.025	0.0095	0.002	...	124
G Case hardening	0.14	0.26	1.0	0.015	0.019	0.85	...	0.0078	0.02	115
H Case hardening	0.17	0.30	1.22	0.014	0.04	0.96	0.019	0.0097
I Case hardening	0.16	0.26	1.23	0.01	0.01	1.01	0.037	0.01

*Content of AlN or NbC after quenching following soaking for 1 h at 1200°C.

†Mean intercept grain size of austenite after soaking for 1 h at 1200°C.



a steel A, rolling temperature 900–780°C, $\times 100$; b steel B, rolling temperature 1000–830°C, $\times 200$; c steel C, rolling temperature 950–830°C, $\times 200$; d steel E, rolling temperature 900–750°C, $\times 200$; e steel F, rolling temperature 900–760°C, $\times 100$

1 Microstructures of various as-rolled steels; compositions given in Table 1

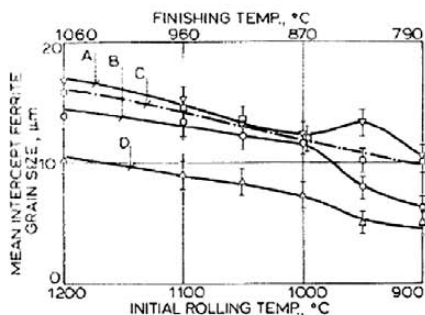
Results and discussion

MICROSTRUCTURE OF AS-ROLLED STEELS

In the base steel, steel A, the ferrite grains observed were polygonal and homogeneous over the whole rolling-temperature interval. For initial temperatures below 1000°C, two peculiarities are observed: lenticular clusters of ferrite and pearlite grains coarser than those in the surrounding matrix; and continuous layers of pearlite, up to 1 mm in length, sometimes associated with columnar ferrite grains (Fig. 1a). It will be shown below that the clusters originate from the transformation of elongated unrecrystallized austenite grains. Ferrite is formed and elongated during rolling, and then grows, rejecting carbon into the adjoining residual austenite, until, finally, carbon is concentrated in a layer of austenite of eutectoid composition, which transforms to lamellar pearlite. If the initial orientation is favourable, ferrite grains grow in a columnar shape on cooling after rolling. The local maximum in the intercept-grain-size-rolling-temperature curve in Fig. 2 at an initial rolling temperature of 950°C corresponds to the optimal balance between ferrite

quantity and rolling temperature, and will be explained below when the low-carbon steel is discussed.

In the manganese steel, steel B, a homogeneous, polygonal ferrite pearlite microstructure, produced by the transformation of recrystallized austenite, is observed at high rolling temperatures. When the initial rolling temperature drops below $\sim 1000^\circ\text{C}$, an increasing number of lenticular clusters of ferrite-pearlite grains coarser than those in the surrounding matrix are observed (Fig. 1b). Comparison with the microstructure of the same steel quenched from the finishing temperature shows clearly that clusters originate from the transformation of coarse, elongated unrecrystallized austenite grains, while the fine-grained matrix results from the transformation of recrystallized austenite. The difference in grain size between the clusters and the matrix is connected with the difference in initial austenite grain size, and with the higher transformation temperature of strained austenite.^{10,11} Rows of fine ferrite grains in the interior of elongated austenite grains show, as has been reported previously,^{10,12} that transformation initiates along deformation bands. It has been reported^{11,12} that, for similar austenite grain sizes, finer ferrite grains are produced by the transformation of strained austenite than by that of recrystallized austenite.



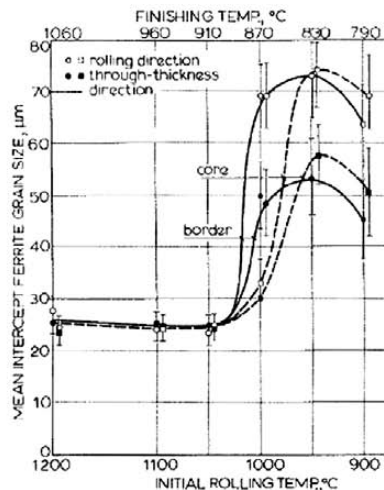
2 Variation of mean intercept ferrite grain size with rolling temperature for various experimental steels; compositions given in Table 1

Evidently, in the steel investigated here, the higher ferrite nucleation rate in elongated grains could not counteract the initial difference in grain size between the unrecrystallized and recrystallized austenite grains.

Compared with the manganese steel, the niobium steel, steel D, showed a basically similar microstructural evolution. However, two important differences were observed: the grain size is considerably finer for the same rolling temperature, and clusters of coarser grains in a fine-grained matrix appear at a higher initial rolling temperature, 1050°C. Above this temperature, a microstructure of polygonal grains is produced.

The carbon steel, steel C, showed a similar microstructural evolution to the three steels discussed above - homogeneous and polygonal grains after rolling at high temperature, and a fine-grained ferrite-pearlite matrix with coarse, elongated pearlite grains at lower temperatures (Fig. 1c). These elongated grains were first observed at an initial rolling temperature of 1050°C.

In the low-carbon steel, steel E, homogeneous and polygonal ferrite grains were observed at high rolling temperatures. Small pearlite grains are rare, being more frequent in the cores of plates. The differences in intercept length observed at high rolling temperatures between the ferrite in the base and low-carbon steels is partly caused by the difference in pearlite contents. Comparison of the two microstructures shows that the ferrite grains are in fact coarser in the low-carbon steel. This could result from several factors, such as a coarser interpass austenite grain size, whether caused by coarser recrystallized grains or their faster growth, or coarser ferrite grains produced by a higher transformation temperature. The actual explanation was not determined. When the initial rolling temperature is lowered to 1000°C, the ferrite grain size was greatly increased and the grains became elongated. The formation of ferrite during rolling limits interpass recrystallization to the residual austenite. Ferrite does not recrystallize,^{4,5,13} but rather recovers, and grain growth occurs via strain-induced boundary migration.⁵ To obtain interpass recrystallization of ferrite, a much higher deformation per pass than that presently applied would be necessary.⁵ Evidence of the presence of ferrite during rolling was observed in the cores of plates of steel E at lower rolling temperatures, owing to the higher transformation temperatures of steels depleted in carbon. The maximum grain size is obtained at the rolling temperature at which an optimal quantity of ferrite is combined with a temperature that is sufficiently high to promote a high rate of grain-boundary migration and, therefore, rapid strain-induced grain growth. After air cooling from the finishing



3 Anisotropy of mean intercept ferrite grain size and its variation with rolling temperature for low-carbon steel, steel E

temperature, ferrite grains with clear recovery substructures and shapes indicating that they are being devoured by more stable neighbours were frequently observed in the steel (Fig. 1d). It is interesting to note that virtually no lamellar pearlite was found in the low-carbon steel rolled at final rolling temperatures below 870°C. Cementite was found in strings of different size and form, sometimes located in the interior of grains.

On air cooling the case-hardening steels from the finishing temperature, unrecrystallized austenite grains transformed to coarse, elongated bainite grains (Fig. 1e). At higher rolling temperatures, the microstructures were similar to those of steel B, except that polygonal grains of fine bainite were observed as well as ferrite and pearlite.

GRAIN SIZES OF AS-ROLLED STEELS

In Figs. 2 and 3 the relationship between rolling temperature and mean intercept ferrite grain size is shown. Only ferrite and pearlite grains formed from austenite recrystallized before transformation were considered in assessing the mean intercept lengths for steels A-D (see Table 1), while all grains were considered in the low-carbon steel, steel E. In the 0.14C-0.5Mn-0.05Al base steel, steel A, it was impossible to distinguish ferrite formed during rolling from that formed after rolling. The intercept lengths were similar in the base, manganese, and carbon steels, until the initial rolling temperature dropped below 1000°C. The niobium steel exhibits a significantly smaller grain size at the same rolling temperature, as has frequently been reported.^{10,14,15} This difference results from the effect niobium has on the recrystallized austenite grain size,^{1,10} on the austenite → ferrite transformation temperature, and in inhibiting the growth of newly formed ferrite grains.

In the base steel, a small increase in grain size is observed for an initial rolling temperature of 950°C. As discussed above, this increase is connected to the formation of ferrite during rolling; further lowering the rolling temperature again diminished the grain size. For initial rolling temperatures below 1000°C, a faster decrease of intercept length was observed in the manganese and niobium steels than in the base steel. This phenomenon will

be discussed below. In the carbon steel, the grain size decreased linearly with decreasing rolling temperature.

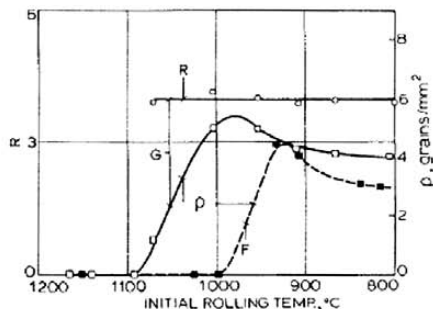
For the same rolling temperature, the intercept length was significantly greater in the low-carbon than in the base steel. The difference was still more pronounced at low rolling temperatures, at which a maximal grain size was observed in the low-carbon steel and an increased grain size in the base steel. The difference in intercept lengths for rolling temperatures of 1050°C and above, when the interpass recrystallization of austenite is complete, should, therefore, be ascribed to other factors: to the higher transformation temperature of austenite and the greater degree of ferrite coarsening after transformation, to the absence of pearlite, and, probably mainly, to the coarser interpass austenite grain size, whether produced by recrystallization or by growth. When the initial rolling temperature was decreased to below 1050°C, a large increase in intercept length resulted, and differences exceeding the experimental uncertainty were observed in the shapes of grains and between their sizes in the core and at the surface of plates. Maximum grain sizes were obtained when the initial rolling temperature was 950°C. The width/length ratio of the grains remained virtually constant, even on further decreasing the rolling temperature, whereupon intercept length was again decreased.

At high rolling temperatures, in all the steels, intercept length was virtually equal (within the limits of experimental accuracy) in the rolling direction and perpendicular to it, both in the core and at the surface of plates, with the exception of a 0.2–0.3 mm thick decarburized layer. When the initial rolling temperature of the low-carbon steel was lowered to below 1050°C, a difference in intercept length exceeding the experimental inaccuracy was observed between lengths parallel to the rolling direction and those perpendicular to it. The increase in grain size and the shape anisotropy are both connected to the formation of ferrite during rolling and the suppression of interpass recrystallization,^{4,5,16} as stated above. The formation of ferrite during rolling occurs at a lower temperature in the core of plates than at the surface, because the core is richer in carbon, owing to segregation. Higher carbon contents lower the transformation temperature of a steel and shift the temperature at which ferrite is formed nearer to that of the base steel. At still lower temperatures, when ferrite predominates in the steel during rolling, the difference between the surface and core grain sizes decreased to a level below the limit of experimental accuracy.

Incomplete interpass recrystallization of austenite

Grain size affects the recrystallization of austenite.^{1,10} For otherwise identical conditions, a higher strain is necessary to initiate recrystallization in coarse-grained austenite than in fine grained. The data in Table I show that the grain size after soaking was similar in steels A, B, and C, but smaller in the niobium steel, steel D. This difference will be neglected, and the behaviour of steels during rolling will be discussed on the supposition that differences in recrystallization behaviour are caused mainly by alloying elements. It is clear, however, that in every steel, interpass recrystallization was delayed more in coarse than in fine austenite grains, and, therefore, the hindering effect of grain size will be lowest in the niobium steel.

Incomplete interpass recrystallization was observed in all aluminium-killed steels. Compared with the base steel, the initial temperature at which incomplete recrystallization is first observed was increased by additions of carbon,



4 Variation of length/width ratio R and density ρ of unrecrystallized austenite with rolling temperature for case-hardening steels F and G

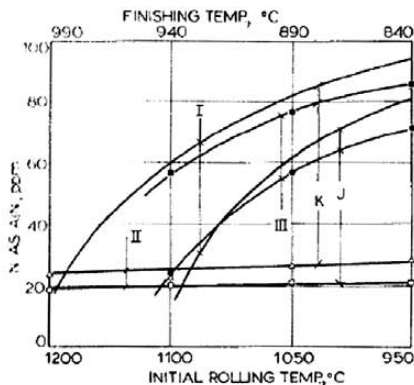
manganese, and, most effectively, niobium, as is generally known.

The fact that manganese and carbon produce a similar effect^{17–19} supports the opinion that the effects of niobium are derived from solid-solution modifications,²⁰ rather than from precipitation effects. When the rolling temperature was lowered, the number of unrecrystallized grains increased rapidly below a certain critical temperature, both in the aluminium-killed and niobium case-hardening steels (steels F and G, respectively, see Fig. 4), then decreased gradually as the rolling temperature was further decreased. In the niobium case-hardening steel, the critical temperature was higher, and so unrecrystallized austenite grains were more numerous at similar rolling temperatures. The shape of these unrecrystallized grains indicates that they originated from the first rolling pass (Fig. 1c and e). This is confirmed by the curves in Fig. 4, which show that the length/width ratio R of the unrecrystallized grains is independent of the initial rolling temperature, and that it corresponds well, within the limits of experimental accuracy, to the thickness reduction ratio of the rolled plate, 3.8.

In steel F, the precipitation of AlN during rolling was not checked; it was thought that it should not differ noticeably from that in steels H and I rolled in a similar manner, data for which are shown in Fig. 5. The amount of precipitation was relatively small, and increased only slightly when the rolling temperature was diminished, behaviour similar to that of steels A, B, and C (Fig. 6).

Comparison of Figs 4 and 5 shows no connection between the precipitation of AlN and the volume fraction of unrecrystallized austenite during rolling. It may be seen from Fig. 6 that the amount of NbC precipitated during rolling was increased at lower rolling temperatures. A similar pattern of NbC precipitation was observed in steel G.²¹ A comparison of Figs 4 and 6 shows that the maximum quantity of unrecrystallized austenite is not observed at the minimum rolling temperature, at which the greatest amount of NbC is precipitated. This seems to exclude the possibility of a direct connection between the absence of recrystallization and the precipitation of NbC during rolling, and confirms the similar conclusion relating to the precipitation of AlN and the absence of recrystallization.

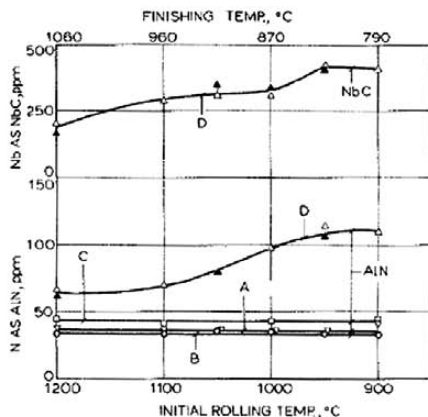
Two of the hypotheses that have been advanced to explain the presence of unrecrystallized austenite grains in steel^{10,22} are considered here. The first²² proposes that unrecrystallized austenite grains are strain hardened, and therefore do not undergo sufficient deformation during subsequent passes to initiate recrystallization. The



5 Variation of AIN content with rolling temperature for case-hardening steels J and K; I content calculated using solubility product in Ref. 9; II content in steels soaked at 1250°C, then rolled at this temperature or air cooled to lower initial rolling temperature; III content in steels soaked at initial rolling temperature

second¹⁹ maintains that precipitates formed by strain-induced precipitation pin subgrain boundaries formed during the recovery preceding recrystallization. The first explanation is not confirmed by the mean length/width ratio of the unrecrystallized grains, which shows that unrecrystallized grains undergo the average rolling elongation.

Neither is the second explanation confirmed by the findings of this investigation as the primary cause for retarded recrystallization. In the aluminum-killed case-hardening steel, no modification in the quantity of precipitated AIN that would correspond to the increase in the number of unrecrystallized austenite grains was observed. In the niobium steel G, the number of such grains was actually increased at a temperature at which an increase in NbC precipitation during rolling was observed. However, when the temperature was further decreased, the quantity of unrecrystallized austenite gradually decreased, accompanied by a gradually increasing amount of NbC precipitation during rolling. A possible new explanation is that the resistance of strained austenite grains to interpass recrystallization is related to the recovery or polygonized substructure formed during the period between the first and second rolling passes. When, in the following pass, new lattice defects are generated, these could be absorbed into the dense network of subgrain boundaries. This diminishes the lattice strain below that required to produce complete recrystallization in the available interpass time. Pinning by fine precipitates would further increase the resistance to recrystallization. This explanation is tenable because the rate of precipitation in strained austenite is much higher than that in unstrained or recrystallized austenite,^{23,24} and only coarse NbC particles do not affect the recrystallization of austenite during the hot working of steel.²⁵ The proposed explanation also explains the relationship between the rolling temperature and the number of unrecrystallized grains below the maximum in Fig. 4. When the rolling temperature is decreased to below that corresponding to the maximum, the rate of interpass recovery is diminished. Therefore, strain energy could accumulate in the deformed grains until the level necessary for recrystallization is attained in the interpass time, thus reducing the number of such grains. The effect of different



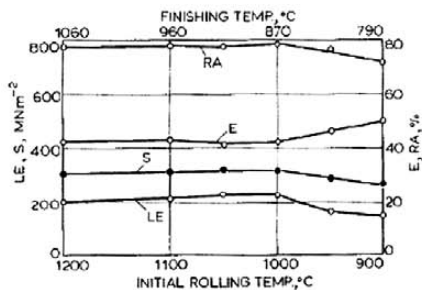
6 Variation of AIN and NbC contents with rolling temperature for various steels in air-rolled condition: open symbol indicates air cooling from finishing temperature, closed symbols quenching; steel compositions given in Table 1

elements on the recrystallization kinetics depends on the rolling temperature. This means that for a given steel, interpass time, and initial austenite grain size, the number of austenite grains left unrecrystallized after the first pass will depend upon the initial rolling temperature. The form in which recrystallization-hindering elements are present may change because of the rolling process or because of the temperature alone. Such is the case for niobium: the precipitation of NbC during rolling decreases the amount of niobium in solid solution, which in turn diminishes the hindrance to austenite recrystallization; hence the resistance of the steel to interpass recrystallization approaches that of the base steel, which depends, as stated above, on the quantity of alloying elements in solution in the austenite.

The increased number of unrecrystallized grains produces strain hardening of the steel during rolling. An indirect confirmation of this hardening is provided by the increase in the relative plasticity of manganese sulphide inclusions at temperatures at which incomplete interpass recrystallization of austenite is observed.¹⁹

Austenite that did recrystallize after the first pass also recrystallized after the following passes. The explanation of this is related to the effect of grain size on the recrystallization of austenite.^{1,10}

As stated above, and as may be seen in Fig. 2, in the manganese and niobium steels the intercept length decreased more rapidly at initial rolling temperatures below 1000°C than at higher rolling temperatures. Close observation established that both these steels showed, when rolled at the lowest rolling temperatures, a slightly higher inhomogeneity in ferrite grain size for those grains that were assumed, because of their small size, to originate from recrystallized austenite. In some locations, very small ferrite grains were observed, and it is thought that the finest microstructures are derived from austenite that did recrystallize following the initial passes at the higher initial rolling temperatures, but did not do so after the later passes at the lowest temperatures. This would agree with the observation advanced above that finer ferrite grains are formed by the transformation of strained austenite than by that of recrystallized austenite, if the initial grain sizes are similar in both cases.^{11,12}



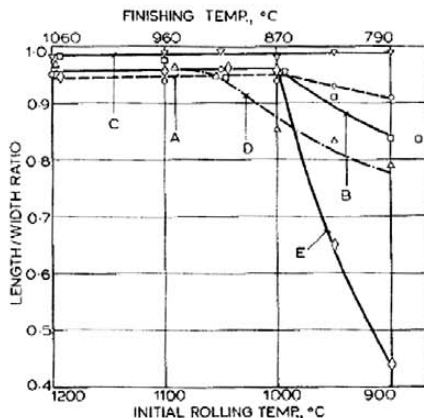
7 Variation of mechanical properties of as-rolled low-carbon steel, steel E, with rolling temperature; LE yield strength, S rupture strength, E elongation to failure, RA reduction of area to failure

Precipitation during rolling

The possible sources of inaccuracy in determining the content of precipitates in the steels shown in Fig. 6 will now be considered. In the niobium steel, the quantity of AlN and NbC is, within the limit of accuracy of wet analysis ($\pm 0.0005\%$ N as AlN and $\pm 0.002\%$ Nb), the same in steel air cooled or quenched from the finishing temperature, which shows that a negligible part of the AlN and NbC found in steel D was precipitated when the steel was cooled after rolling. As stated above, AlN was almost completely in solution after soaking, in the base, manganese, and carbon steels, a fact confirmed by the data in Table 1 which show that the AlN content of these steels, quenched after soaking at 1200°C, was below the measurement threshold attainable using wet analysis. It can, therefore, be concluded that any AlN found in these steels originated from precipitation during rolling. In the niobium steel, the niobium, aluminium, and nitrogen contents were high; for this reason, part of the AlN and NbC remained undissolved after soaking at 1200°C. The remnant of AlN and NbC determined by wet analysis and given in Table 1 corresponds acceptably to the values calculated from solubility products. Only that part of both precipitate phases which exceeds the remnant in Table 1 can precipitate during rolling.

The influence of rolling temperature on the AlN and NbC contents of steels is different for the niobium steel than for the base, manganese, and carbon steels. In these latter steels, the content of AlN increases gradually and very slightly as the rolling temperature is lowered, which confirms findings from tests on the chromium-manganese case-hardening steels rolled at similar temperatures (Fig. 5). However, the rolling temperature substantially affects the AlN and NbC contents of the niobium steel. In this steel, the quantity of AlN and NbC precipitated during rolling increases with decreasing rolling temperature in a similar way, and below an initial temperature of $\sim 1000^\circ\text{C}$ virtually all of the available AlN and 80% of the NbC precipitated during rolling.

Published data^{23,24} show that the rate of strain-induced precipitation could be several orders of magnitude higher than the rate of precipitation in recrystallized or unstrained austenite. This fact, together with the small increase in the quantity of AlN at decreasing rolling temperatures, shows that the fraction of austenite that remained unrecrystallized between passes in the base, manganese, and carbon steels was too small to affect the precipitation significantly. In other words, the increased precipitation produced by the



8 Variation of length/width ratio of elliptical fracture surface with rolling temperature for various as-rolled steels; compositions given in Table 1

increased volume fraction of unrecrystallized austenite between passes, was, in these niobium-free steels, approximately sufficient to balance the diminution of precipitation rate caused by the decrease in the diffusion rates at lower temperatures. For that reason, the relation between the rolling temperature and the AlN content of the case-hardening steels in Fig. 5, as also for the base, manganese, and carbon steels in Fig. 6, is merely an indication of the true relationship, which could not be determined precisely because of the limited accuracy of wet analysis.

In the niobium steel, the higher rate of strain-induced precipitation during rolling was sufficient to balance the reduced diffusivity of niobium and aluminium. This shows that the quantity of austenite remaining unrecrystallized between passes was substantially greater in the niobium steel than in the base, manganese, and carbon steels.

At the two lowest rolling temperatures, $\sim 0.01\%$ Nb remained in solid solution in the austenite. This level was sufficient to delay recrystallization. In the case-hardening steel, steel G, the niobium content in solution in the austenite ($\sim 0.005\%$) produced a resistance to interpass recrystallization similar to that of the niobium-free steel of the same type.

Mechanical properties

The mechanical properties of the steels have been discussed in more detail elsewhere.²⁶ In the present paper, only a short comment with emphasis on the deformation anisotropy of the steels will be given. The presence of a duplex microstructure, a fine-grained matrix, and lenticular clusters of coarser grains did not affect the strength or ductility of the carbon, base, manganese, and niobium steels. Such a microstructure is, however, related to the elliptical fracture of steel specimens, the long axes being in the transverse direction and the short axes in the through-thickness direction.

The strength of the low-carbon steel was lowered when low processing temperatures led to the formation of ferrite during rolling (Fig. 7). This shows that recovery softening is very efficient in reducing strain hardening, and that the influence of grain coarsening, which diminishes the strength

properties was not, therefore, balanced. Below the temperature at which ferrite forms during rolling, elongation was increased and reduction of area lowered as the rolling temperature was decreased.

The form of fracture obtained for the low-carbon steel was similar to that of the manganese and niobium steels, i.e. long axis in the transverse direction and short axis in the through-thickness direction of the plates, as has already been observed.²⁷ The deformation anisotropy produced by rolling in the ferrite range makes the steel less deformable within the rolling plane than perpendicular to it.

The dependence of the short-axis/long-axis ratio of elliptical fracture specimens on the rolling temperature is shown in Fig. 8. The carbon steel shows no anisotropy, the fracture remaining circular over the whole rolling-temperature interval. In the base steel, a small degree of anisotropy is observed at the lowest rolling temperatures; this probably results more from the presence of ferrite during rolling than from the rare clusters of coarser grains. The anisotropy is more marked in the manganese and niobium steels, being stronger and appearing at higher rolling temperatures in the latter, although the sulphur content is lower, and both steels are subject to similar influences of sulphide inclusions on deformability.²⁸ It could, therefore, be concluded that the anisotropy is, at least partially, connected with the presence of lenticular clusters of medium-size ferrite and pearlite grains, together with that of coarse, elongated bainite grains, rather than entirely with that of sulphide inclusions. It is not clear whether the anisotropy should be ascribed to the flattened and elongated shape of the clusters and bainite grains or to the rolling texture inherited from unrecrystallized austenite.²⁹

In the low-carbon steel, a constant small degree of anisotropy was observed after rolling at temperatures above that at which ferrite appears, while at lower temperatures the anisotropy increased strongly with lower rolling temperatures. In this case, the anisotropy is caused by texture originating from the recovery of ferrite during hot rolling.^{5, 27}

Conclusions

It is possible from the work described above to define some factors relevant to interpass recrystallization. These can be summarized as:

1. When the rolling temperature was lowered, the as-rolled grain size was decreased in all the steels studied in a similar way, provided that the strain energy was eliminated from the steel by interpass recrystallization. The grain size depends on the composition of the steel, the smallest occurring in the niobium microalloyed steel and the coarsest in the low-carbon unalloyed steel. The various different contents of manganese, carbon, and aluminium influence the as-rolled grain sizes of the steels relatively little.

2. Below a certain critical initial rolling temperature, part of the austenite present after soaking does not recrystallize after the first pass, and remains unrecrystallized until rolling is finished, whereas, once recrystallized, the austenite will undergo interpass recrystallization after each pass when rolling is continued. Unrecrystallized austenite grains transform on cooling to lenticular clusters, of coarser mean grain size than those in the matrix produced by the transformation of recrystallized austenite, or to coarse, elongated bainite. This produces a deformation anisotropy in the steel and lowers the deformability within the rolling plane.

3. Manganese, carbon, and, especially, niobium increase the temperature at which the interpass recrystallization of

austenite becomes complete, while aluminium and AlN seem to be neutral in their effects. The interpass stability of unrecrystallized austenite is probably related to the recovery substructure formed between the first and second rolling passes. It is proposed that the subgrain boundaries absorb lattice defects produced by subsequent deformation and that the strain in coarse, unrecrystallized austenite grains is thereby reduced below the level necessary to produce recrystallization during the interpass period. At still lower temperatures, the rate of recovery is reduced, and the strain energy remaining in austenite that is left unrecrystallized following the first interpass period may increase and reach the level required to produce interpass recrystallization. For this reason, the quantity of unrecrystallized austenite is gradually decreased as the rolling temperature is lowered below a given critical value.

4. If, during rolling, a small quantity of ferrite is produced, the microstructure is only slightly altered, and the mechanical properties of the steel are not significantly influenced. In ferrite formed during rolling, the strain is reduced by interpass recovery, while grains are coarsened by strain-induced grain-boundary migration. For steels with high quantities of such ferrite, the mechanical properties are modified, and a deformation texture is produced, which decreases the deformability of the steel within the rolling plane in comparison to that perpendicular to it.

5. The quantity of AlN precipitated during rolling depends little on the rolling temperature, and is independent of the manganese and carbon contents of a steel. In the niobium steel, the quantity of AlN and NbC precipitated during rolling is greatly increased when the rolling temperature is lowered. The reason for this is the substantial increase in the volume fraction of strained austenite in which strain-induced precipitation can take place, because of the substantial decrease in interpass recrystallization.

References

1. T. TANAKA, N. TABATA, T. HATAMURA, and C. SHIGA: in 'Microalloying '75', 107-119; 1977, New York, Union Carbide Corporation.
2. W. B. MORRISON: *J. Iron Steel Inst.*, 1972, **210**, 618-623.
3. C. M. STELARS and J. A. WHITEMAN: *Met. Sci.*, 1979, **13**, 187-194.
4. J. L. DILLAMORE, R. F. DEWSNAP, and M. G. FROST: *Met. Technol.*, 1975, **2**, 294-302.
5. S. GOHDA, K. WATANABE, and Y. HASHIMOTO: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 1981, **12**, 6-15.
6. H. F. BEGGLEY: *Anal. Chem.*, 1949, **21**, 1513-1519.
7. A. OSOJNIK, T. LAVRUC, and E. VODOPIVEC: *Željezarski Zbornik*, 1980, **14**, 87-93.
8. T. GLADMAN and F. B. PICKERING: *J. Iron Steel Inst.*, 1967, **205**, 653-664.
9. T. GLADMAN, D. DULREU, and I. D. MAYOR: in 'Microalloying '75', 32-58; 1977, New York, Union Carbide Corporation.
10. I. KOZASU, C. OUCHI, T. SAMPEI, and T. OKITA: in 'Microalloying '75', 120-135; 1977, New York, Union Carbide Corporation.
11. W. ROBERTS: *Scand. J. Metall.*, 1980, **9**, 13-20.
12. T. M. HOOGENDOORN and M. J. SPANRAFT: in 'Microalloying '75', 75-89; 1977, New York, Union Carbide Corporation.
13. R. BLONDEAU, G. PONT, and B. VIELLARD-BARON: *Rev. Metall.*, 1979, **76**, 157-169.
14. K. J. IRVINE, T. GLADMAN, J. ORR, and F. B. PICKERING: *J. Iron Steel Inst.*, 1970, **208**, 717-726.
15. A. LE BON: *Rev. Metall., Cah. Inf. Tech.*, 1980, **77**, 245-258.
16. E. RÄSÄNEN, P. ALASAMELA, and K. KIELITYNEM: *Met. Technol.*, 1977, **4**, 509-519.
17. R. A. P. DIAIC and J. J. JONAS: *J. Iron Steel Inst.*, 1972, **210**, 256-261.
18. R. A. PETKOVIĆ, M. J. LUTON, and J. J. JONAS: *Can. Metall. Q.*, 1975, **14**, 137-145.

19. F. VODOPIVEC and M. GABROVŠEK: *Met. Technol.*, 1980, **7**, 186-191.
20. A. Le BON, J. ROFFES-VERNIS, and C. ROSSARD: *Met. Sci.*, 1975, **9**, 36-40.
21. F. VODOPIVEC et al.: Proc. 2nd Int. Conf. on 'Steel rolling', Düsseldorf, 1984, Verlag Stahleisen, Paper F12.
22. J. D. JONES and A. B. ROTHWELL: in 'Deformation under hot-working conditions', 78-82, 1968, London, The Iron and Steel Institute.
23. J. J. JONAS and I. WEISS: *Metall. Trans.*, 1980, **11A**, 403-410.
24. J. J. JONAS and I. WEISS: *Met. Sci.*, 1979, **13**, 238-245.
25. C. ROSSARD: *Rev. Métall.*, 1968, **65**, 181-188.
26. F. VODOPIVEC, M. GABROVŠEK, and J. ŽVOKELI: *Železarski Zbornik*, 1984, **18**, 17-31.
27. D. N. HAWKINS: *Met. Technol.*, 1978, **5**, 37-44.
28. F. VODOPIVEC et al.: *Železarski Zbornik*, 1978, **12**, 1-6.
29. H. INAGAKI: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 1977, **17**, 166-173.

Effects of Finish-rolling Temperature and Carbon Content on Microstructure and Mechanical Anisotropy of 0.04~0.13 % C Steels*

By Franc VODOPIVEC,** Marin GABROVŠEK** and Janez ŽVOKELJ**

Synopsis

Steels with carbon content from 0.13 to 0.04 %, were rolled in temperature range 1 220 to 750 °C and subsequently air cooled. The microstructure as well as mechanical properties were investigated. The grain size in steels is first gradually decreased with lowering rolling temperature, and then it is fastly increased with further lowering of rolling temperature down to ferrite range. The microstructure is the more coarse and heterogeneous the less completed was the interpass recrystallisation of austenite and the more ferrite was present in steel during the rolling. The rolling in ferrite range produces a strong anisotropy in tensile ductility.

Key words: low-carbon steels; hot rolling temperature; microstructure; recrystallization and recovery; grain size; mechanical properties; anisotropy in tensile ductility.

I. Introduction

The microstructure of steel evolves during the rolling of steel frequently in a way, which can not be extrapolated on the basis of single pass rolling. The cause is in the fact that interpass recrystallisation, recovery and grain growth are connected from one pass to the following and may be interlaced also with strain induced precipitation.¹⁾ In low carbon steel rolled at temperature below the transformation point of austenite during the rolling ferrite is introduced as additional factor of influence. While static recrystallisation of austenite is initiated at straining near 10 %, ²⁾ the recrystallisation of ferrite would require a per pass deformation of above 60 %. ³⁾ The accumulation of straining in more passes rolling does not attain the required value because of the very fast interpass recovery of ferrite. In an earlier work in which several steels were investigated, it was found that the evolution of grain size in as rolled steel is very different in low carbon steel than that in steel with approx. 0.15 C. ⁴⁾ The aim of this work was to investigate in detail the influence of rolling temperature in range of carbon content from 0.04 to 0.13 %, where an important part of hot rolling would be performed also in ferrite range.

II. Experimental

The composition of investigated steels is given in Table 1. All steels were of industrial heats. The soaking temperature was of 1 220 °C and sufficient to ensure the solution of aluminium nitride in austenite. ⁴⁾ After soaking, part of the specimens was rolled with the initial temperature of 1 220 °C and part was air cooled to lower temperatures and then rolled according to the same deformation schedule. The finish-

rolling temperature was in the range between 1 032 and 750 °C. The drop of temperature of steel during the rolling reached approx. 160 °C at high initial temperature and approx. 120 °C at low initial temperature. The rolling of 55 mm slabs to 11 mm plates was carried out in 7 passes with an average per pass deformation of above 20 %. That is sufficient for the recrystallisation of austenite in interpass time of approx. 8 s at high temperature, ²⁾ insufficient for the completed recrystallisation of austenite at intermediate temperature and too low for interpass recrystallisation of ferrite. ³⁾ In specimens air cooled from finish-rolling temperature the evolution of microstructure was much more evident than in those water quenched. For that reason all investigations were performed on steels air cooled from finish-rolling temperature. The investigation consisted of the assessment of the linear intercept grain size, the evaluation of microstructure and the determination of mechanical properties in rolling and transverse directions. For the determination of mechanical properties standard specimens of 8 mm of diameter, 60 mm of gauge length and with screwed head were used.

III. Microstructure of As Rolled Steels

I. General Observations

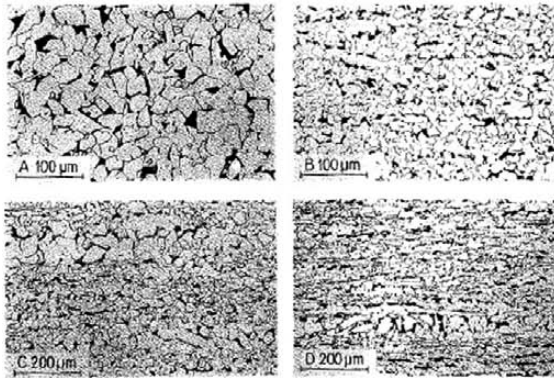
After rolling at high finish-rolling temperature the microstructure consists of polygonal and regular grains of ferrite and pearlite in all steels, pearlite being less with the decrease of carbon content in steel. Examples of microstructure obtained at high rolling temperature are given in micros. A and B in Figs. 1 to 3. Below an initial rolling temperature (approx. 950 °C in steels with 0.12 C) lenticular clusters of grains with size and form different than those in the matrix were observed (Figs. 1(C) and 1(D)). Such clusters were reported earlier⁴⁾ and explained as

Table 1. Composition of investigated steels.

Steel	Element (wt%)						
	C	Ma	Si	P	S	Al	N
K	0.13	0.46	0.22	0.007	0.033	0.058	0.0057
M	0.12	0.44	0.21	0.008	0.04	0.050	0.0054
T	0.12	0.41	0.28	0.011	0.04	0.10	0.0053
L	0.07	0.39	0.24	0.018	0.03	0.019	0.0052
S	0.04	0.34	0.01	0.009	0.01	0.025	0.0049
Z	0.04	0.34	0	0.007	0.02	0.003	0.0032

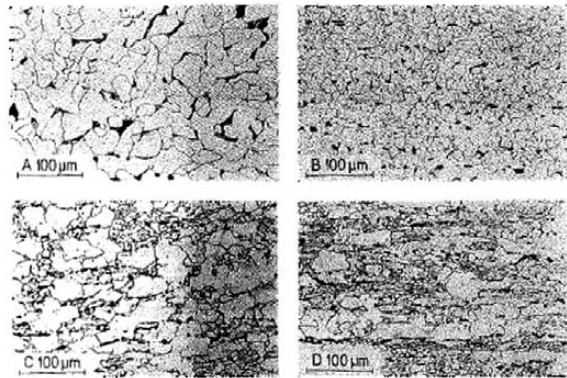
* Manuscript received on July 15, 1987; accepted in the final form on October 16, 1987. © 1988 ISIJ

** Institute of Metallurgy, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana, Yugoslavia.



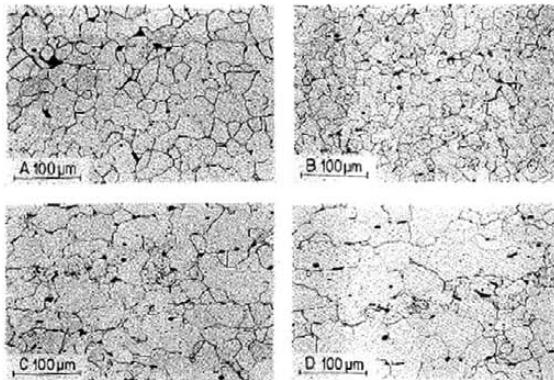
A: FT 1008°C B: FT 820°C
C: FT 790°C D: FT 774°C

Fig. 1.
Microstructure of steel K air cooled from finish-rolling temperature (FT).



A: FT 980°C B: FT 847°C
C: FT 820°C D: FT 800°C

Fig. 2.
Microstructure of steel L air cooled from finish-rolling temperature.



A: FT 946°C B: FT 867°C
C: FT 850°C D: FT 817°C

Fig. 3.
Microstructure of steel Z air cooled from finish-rolling temperature.

produced during the cooling from finish-rolling temperature by transformation of austenite grains which remained unrecrystallised over the whole process of rolling. In ferrite formed during the cooling from rolling temperature from recrystallised and unrecrys-

tallised austenite, no substructure was observed. This shows that at the transformation of austenite strain hardening and polygonisation are removed.

Below the temperature of approx. 870°C, a substantial volume fraction of ferrite appeared in some steels

during the rolling, and that strongly affected the further evolution of microstructure when the rolling was continued.

Beside ferrite grains produced by the transformation of austenite at cooling, two additional types of ferrite were observed: one is mostly in coarse and elongated grains with marked polygonisation substructure, and the other is mostly in coarse and elongated grains without substructure but having concave boundaries and many neighbours. Ferrite of these two types is shown in Figs. 1(C), 2(C), 2(D), 3(C) and 3(D). Substructure and coarse grains size indicate that ferrite appeared during the rolling did not recrystallise and eliminated the strain hardening by recovery and polygonisation. This process continued also during the cooling from finish-rolling temperature until the temperature permitted the rearrangement of dislocations and point defects introduced in the metal by the straining. The polygonisation observed in optical microscope is the more evident the lower was the rolling temperature.

A specific form of ferrite observed in steels rolled at low finish-rolling temperature is in form of coarse grains free of internal substructure and grown by deformation induced grain boundary migration⁹⁾ (DIGBM). The coarse size of these grains of ferrite and concave boundaries with many neighbours indicate that the process of DIGBM is very fast in interpass time and during the air cooling after the rolling. It is evident that ferrite without substructure was formed during the cooling from the finish-rolling temperature, while ferrite formed in interpass time developed a polygonisation substructure after the following roll pass.

DIGBM is explained as recrystallisation *in situ* with as nuclea polygonisation grains more stable than neighbours because of size, form or orientation, occurring at straining lower than that required for interpass recrystallisation of ferrite.

2. Microstructure

In steels K and M a small volume fraction of ferrite appeared during the rolling. At low rolling temperature the microstructure consists of a mixture of polygonal grains formed by transformation of recrystallised austenite, clusters of grains produced by the transformation of unrecrystallised austenite and polygonised ferrite, while no ferrite formed by DIGBM was observed. That signifies that in order to initiate the DIGBM a higher strain than that imposed in the last pass is required. By the transformation of unrecrystallised austenite grains, the greater size prevailed over the effect of straining. That explains the coarse microstructure produced at the transformation from unrecrystallised austenite. The carbon content in steel T is identical to that in steel M. In spite of this a substantial volume fraction of ferrite produced by DIGBM is observed at the lowest finish-rolling temperature in steel T. The explanation is probably in the higher content of aluminium and silicon in this steel. These higher contents shifted the austenite-ferrite transformation to a higher temperature and

caused the earlier presence of ferrite during the rolling. In the group of steels with low carbon, three compositions are involved. Steel L differs from steel K mostly in carbon, steel S in carbon, silicon and aluminium, while steel Z with the same level of carbon as steel S is unalloyed and therefore free of silicon and aluminium. At high finish-rolling temperature a similar microstructure is found in steel L as in steel K, only the quantity of pearlite is smaller. Polygonised ferrite and ferrite produced by DIGBM are found at higher finish-rolling temperatures. In steel L ferrite formed from unrecrystallised austenite is found only at very attentive observation. (That is explained in terms of erosion of coarse unrecrystallised austenite grains by the transformation advancing during the cooling during the rolling.) After the finish of rolling, the complete transformation of austenite occurred, during air cooling. At this moment the size of grains was so small to cause such a marked difference in size and morphology of ferrite and pearlite as in case of steels with higher carbon.

At high finish-rolling temperature the microstructure in steels S and Z is similar to that of steel L. At low rolling temperature the microstructure consists of polygonised ferrite and ferrite formed by DIGBM after the end of rolling (Figs. 3(C) and 3(D)). More polygonised ferrite is found after the rolling of steel at the lowest finish-rolling temperature. Pearlite which was found at triple boundary points at high rolling temperature, is found at grain boundaries and sometimes also in the interior of grains grown by DIGBM at low finish-rolling temperature.

IV. Grain Size

In Fig. 4 the relationship between finish-rolling temperature and the linear intercept grain size for ferrite grains is shown. The significance of the curve requires a careful consideration because the assessed grain size represents ferrite of different origin. After rolling at high temperature ferrite is produced by the transformation from recrystallised or unrecrystallised austenite after the rolling. In intermediate range of temperature ferrite appears during the rolling. However, the microstructure depends still mostly upon the behaviour of the predominant austenite during the rolling. At still lower rolling temperature the microstructure is produced mostly by the rolling of ferrite with recovery and DIGBM in interpass time and at the cooling of steel from finish-rolling temperature. In the range of finish-rolling temperature down to approx. 870°C in all steels the grain size is gradually decreasing in a similar way. At finish-rolling temperature of 1000°C, grains are the coarsest in unalloyed steel Z. The difference in size with respect to steel S with similar composition, except aluminium, is approx. 0.5 ASTM number. It results from the inhibition of interpass grain growth of recrystallised austenite due to the precipitation of aluminium nitride during the rolling.¹⁾ The difference between other steels is partly connected to the difference in precipitation of aluminium nitride and partly to the difference in the level of alloying elements.

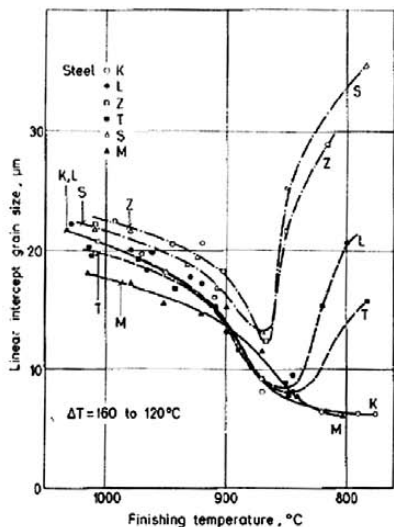


Fig. 4. Influence of finish-rolling temperature on linear intercept grain size of steels.

The minimal grain size is obtained at a temperature ensuring the most of interpass recrystallisation of austenite, a moderate volume fraction of unrecrystallised austenite and the less of ferrite appeared during the rolling. In steels K and M the formation of ferrite during the rolling is reflected by the less steep decrease of grain size, when the rolling temperature is lowered below approx. 870°C. It has been explained already that in both steels at the rolling in low temperature range, polygonised ferrite was observed. That is a reliable evidence that ferrite was present in steel before the last rolling pass. In other steels an increase in grain size, after the minimum of grain size, is obtained when the rolling temperature is further lowered. The increase is very fast, i.e. in low carbon steels S and Z the grain size is decreased by approx. 1.5 ASTM numbers when the finish-rolling temperature is lowered from 1 000 to 870°C. When the temperature is further decreased to 800°C grain size is increased by approx. 2.5 ASTM numbers. That gives a good evaluation of the rate of grain growth in deformed ferrite in interpass time and during the cooling after the end of rolling. The growth of ferrite by DIGBM is evidently much faster than the interpass growth of recrystallised austenite. Figure 5 shows that the grain size obtained by the finish-rolling at 800°C decreases proportionally to the increase of carbon content in steel. That leads to the conclusion that the grain size due to the rolling of steel in ferrite range is the coarser the more of ferrite is present in steel. The quantity of ferrite depends upon the composition of steel and upon the transformation temperature of austenite during the rolling. Additionally, it is possible, on the base of Fig. 5, to conclude that the greater

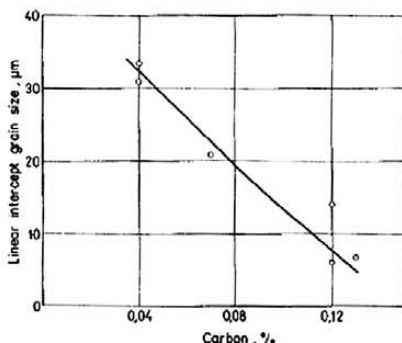


Fig. 5. Relationship between the carbon content and the linear intercept grain size of steel finish-rolled at 800°C.

was the deformation during the rolling, or more precisely, to the more passes ferrite was rolled the grain size is the coarser.

In steel T an increase in grain size is observed by rolling at the lowest temperature in spite of the identical content of carbon as in steel M. The explanation is, as already stated, in the increase of γ - α transformation temperature due to the content of alloying elements, which as silicon and aluminium counterbalance the effect of carbon. In Table 2 some examples of assessment of grain size of ferrite produced by the transformation of recrystallised and unrecrystallised austenite are presented. The difference amounts of approx. 2 ASTM numbers and it seems to be independent upon the rolling temperature. In low carbon steels such measurements were not possible. While in the microstructure of steel rolled in intermediate range, ferrite produced from unrecrystallised austenite was identified, the clusters were too small for reliable assessment of grain size. As explained earlier unrecrystallised austenite grains in low carbon steels were eroded by the advancing transformation and therefore grains did not transform as entirely when the steel was cooled from finish-rolling temperature as in the case of 0.12 C steels.

By rolling in high temperature range equiaxed grain are obtained. At rolling at low temperature ferrite grains were the more elongated the lower was the temperature (Fig. 6). That is partly due to the absence of interpass recrystallisation of ferrite and partly also to the axial growth of grains because of DIGBM. It is not clear whether the uniform growth was hindered by fine pearlite respectively austenite grains that are frequently found at ferrite grain boundaries. The small number of such grains and the fact that are observed also in the interior of ferrite grains produced by DIGBM indicates a stronger effect of rolling texture of ferrite which was already reported.^{3,21}

V. Mechanical Properties

The influence of finish-rolling temperature on mechanical properties of two steels is shown in Figs. 7 and

Table 2. Linear intercept grain size of grains formed from unrecrystallized (RA) and unrecrystallized austenite (UA) during the cooling of steel from finish-rolling temperature.

Steel	Finish-rolling temp. (°C)	Grain size (μm)		Ratio RA/UA
		RA	UA	
K	820	7.5 ± 0.7	12.4 ± 2.8	0.62
	774	6.3 ± 0.5	11.2 ± 1.2	0.55
M	803	6.1 ± 0.6	11.7 ± 2.6	0.52
T	850	8.6 ± 1.03	13.1 ± 2.1	0.66

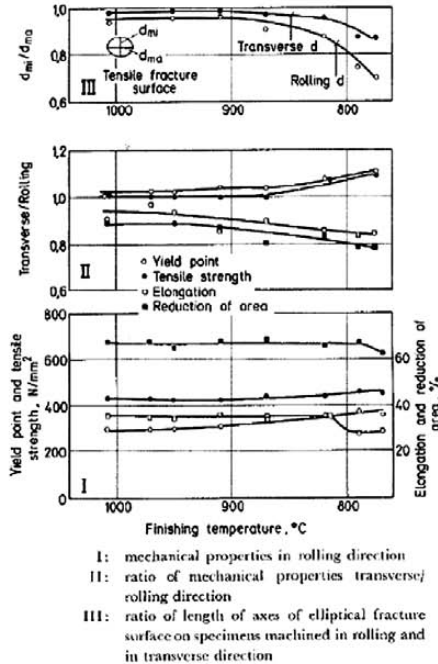


Fig. 7. Influence of finish-rolling temperature on mechanical properties of steel K.

8. The effect on properties of other investigated steel was basically similar.⁶⁾ In the lower part of both figures the properties in rolling direction are shown, in the middle the ratio of properties in transverse and rolling direction, and in the upper part the ratio of axes of fracture surface of tensile specimens. In steel K tensile strength and yield point in rolling direction are slightly increased when the finish-rolling temperature is lowered. The increase is smaller than it could be expected on the basis of the difference in grain size after the Hall-Petch equation. In steel S the tensile strength and yield point slightly decrease at low rolling temperature without connection to the evolution of grain size shown in Fig. 4. In steel K elongation and reduction of area are virtually constant in most of

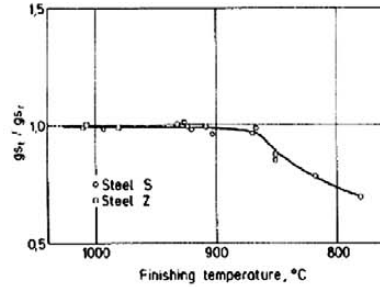


Fig. 6. Influence of finish-rolling temperature on the ratio g_{t1}/g_{t2} with g_{t1} : linear intercept grain size in through thickness direction and g_{t2} : linear intercept grain size in rolling direction.

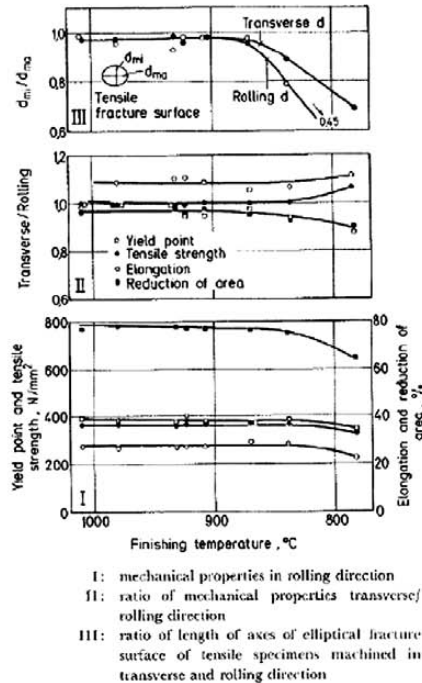


Fig. 8. Influence of finish-rolling temperature on mechanical properties of steel S.

the finish-rolling temperature range. The elongation decreases significantly only at the two lowest finish-rolling temperatures. At the lowest rolling temperature also reduction of area decreases slightly. In view of the strong anisotropy of tensile ductility at this temperature is questionable whether the decrease of reduction of area is significant. On the total the effect of finish-rolling temperature on properties in rolling

direction is small when compared to the variation of grain size which occurs in the same range of rolling temperature.

The lower than expected influence of grain size on strength properties in rolling direction is explained by the heterogeneous microstructure. It seems that at high rolling temperature the influence of coarser components of microstructure, which result from the transformation of unrecrystallised austenite, is greater than it could be expected from their volume fraction, while at low finish-rolling temperature the effect of grain coarsening due to the rolling in ferrite range is lower than expected from the variation of grain size. On some samples the hardness of polygonised ferrite and ferrite produced by DIGBM was measured. It was found that the first was harder (Table 3). It is possible to conclude at this point that the properties of steel after rolling in ferrite range are influenced by grain size and the volume fraction of ferrite of different origin in steel.

In both steels the anisotropy in mechanical properties is increased with the lowering rolling temperature. Tensile strength and yield point are increased and ductility decreased in transverse direction with respect to rolling direction. The greatest is the anisotropy in reduction of area, especially on specimens with tensile axis in rolling direction. The anisotropy in ductility can be better understood on the basis of Fig. 9, where the effect of finish-rolling temperature on anisotropy in reduction of area is shown for all

tested steels. At high rolling temperature a virtually constant nearly circular shape of the tensile fracture surface is observed independently upon the content of carbon in steel.

When the finish-rolling temperature is lowered below 870°C approx. the anisotropy is increased in all steels, however faster in steels S, T and Z in spite of the lower level of sulphur in these steels than in steels with higher carbon. On all specimens the short axis of elliptical fracture surface corresponded to the short transverse direction, i.e., the through thickness direction of rolled steel. If the effect of inclusions was predominant on anisotropy an opposite effect would be expected not only because of the effect of inclusions, but also because the relative plasticity of sulphide inclusions is higher when the steel is rolled in austenite than in ferrite range and therefore longer inclusions are obtained by the rolling in austenite range.⁷⁾

In a simplified model of planar flow for the deformation of tensile specimens localised in the reduction of area (striction) the fracture would occur when the ductility of steel in one of the axes: rolling, transverse and short transverse direction was attained. In this simple model the length of the axes of elliptical fracture surface can be taken as a qualitative measure of relative ductility. If the fracture strain is expressed as

$$S = \ln d_0/d_t$$

with d_0 : the initial diameter of tensile specimens

d_t : the axis of the elliptical fracture,

the effect of finish-rolling temperature upon the relative ductility of steel in different directions in Fig. 10 is obtained. In the evaluation of the relationship it must be considered that in every test the limit of ductility was attained only for the direction of the longer axis, which is the transverse direction on specimen machined in rolling direction and the rolling direction in transverse specimens. In both cases the limit of ductility was not attained in short transverse direction.

The connection rolling temperature relative ductility is very similar in all steels, however significant differences are observed between steels and between the direction of testing. In high finish-rolling temperature range the ductility is independent upon the temperature. Also the initial ratio of ductilities is conserved, low ductility in rolling direction, higher in transverse direction and the highest in short transverse direction. The difference between the three directions is higher in steels K, L and T than in steel S. That corresponds to the difference in the content of sulphur in steels and suggests that the anisotropy observed in steel after rolling at high temperature is due mainly to the presence of sulfide inclusions in steel. In fact no variation of relative ductility was observed at temperature when the interpass recrystallisation of austenite was uncompleted. That proves evidently that the presence of lenticular clusters of coarse grains, which are produced by the transformation from unrecrystallised austenite grains, is without significant effect on anisotropy in reduction of area. In low temperature range the relative ductility in short transverse

Table 3. Vickers hardness of polygonised ferrite (PF) and ferrite produced by DIGBM.

Steel	Finish-rolling temp. (°C)	PF	DIGBM
S	783	175	164
Z	850	143	121
	817	150	129

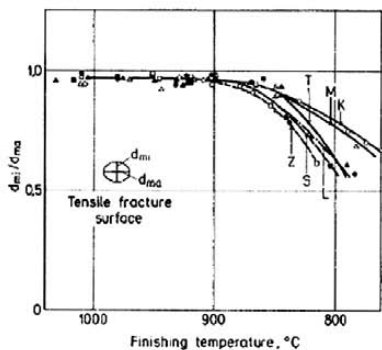


Fig. 9. The relationship between finish-rolling temperature and the anisotropy of fracture of tensile specimens machined in rolling direction. The anisotropy is defined as ratio of the short and long axes of elliptical fracture surface.

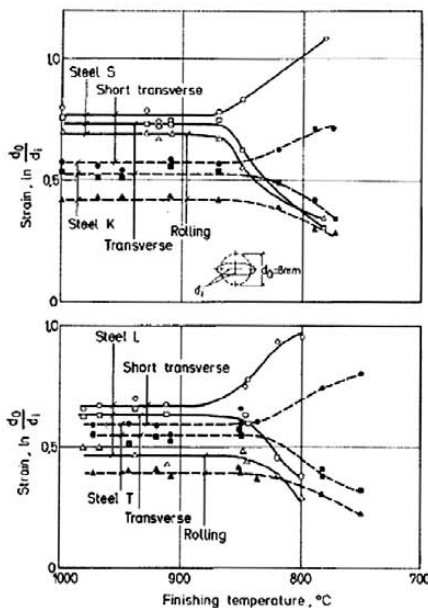


Fig. 10. The relationship between finish-rolling temperature and the relative ductility of steel in the reduction of area of tensile specimens. The relative ductility is expressed as $d = \ln d_0/d_1$ with d_1 : the corresponding axis of the fracture surface and d_0 : the initial diameter of the specimen.

direction is fastly increased with the decrease of finish-rolling temperature in comparison to that observed after rolling at high temperature in austenitic range. The rolling in ferrite range is reflected not only in grains size increase but also in an increase of ductility of steel in through thickness direction in area of striction of tensile specimens. The opposite is observed for the rolling and transverse directions, the ductility is decreased with respect to that found in steel rolled in austenitic range and by completed interpass recrystallisation. It seems logical to conclude at this point that the anisotropy in ductility of steel in phase of reduction of area of tensile specimens is connected to the microstructure and the texture produced by the rolling of steel in ferrite range in several passes. The rolling of steel with uncompleted interpass recrystallisation produces pancake shaped grains in the rolling plane, similar grains are probably obtained also by DIGBM. That would explain the similar relation between the rolling temperature and the ductility of steel in rolling and transverse directions in the striction area of tensile specimens.

The anisotropy is greater in steel S in which a predominant volume fraction of ferrite obtained by DIGBM was observed than in steel K, in which only polygonised ferrite was found. The difference in ani-

sotropy is much lower than the difference in grain size. The latter amounts to approx. 4 at a finish-rolling temperature of about 800°C, while the ratio of anisotropy is only about 1.4 between steels S and K. That suggests that the anisotropy is connected also to the texture of ferrite. At this moment no evidence is available which would permit to separate the part of anisotropy due to the microstructure from that due to the texture. Also no data on the effect of polygonisation and DIGBM texture are available.

VI. Discussion

In all steels a homogeneous and polygonal microstructure of ferrite and pearlite is obtained if the rolling is carried out in temperature range of completed interpass recrystallisation of austenite. The uncompleted interpass recrystallisation of austenite introduces in steel clusters of grains with size of approx. 2 ASTM numbers coarser and of different shape than those found in the matrix obtained by the transformation from recrystallised austenite.

From ferrite formed during the rolling the strain hardening is removed by recovery respectively polygonisation and a fast grain growth occurs because of strain induced grain boundary migration. Nuclea for this grain growth are polygonised subgrains more stable because of size, form or space orientation.

The effect of grain size on mechanical properties of steel, when the rolling is performed in austenite range, is smaller than that expected from the change in ferrite grain size in terms of the Hall-Petch equation. A strong anisotropy is introduced in steel by the rolling in presence of ferrite and it is manifested to the most in the reduction of area of tensile specimens machined in rolling direction.

The interlacing of different phenomena introduces ferrite of the following four origins in steel air cooled from finish-rolling temperature:

- 1) polygonal ferrite obtained at the transformation from recrystallised austenite,
- 2) mostly acicular ferrite obtained at the transformation of unrecrystallised austenite,
- 3) polygonised ferrite, and
- 4) ferrite produced by DIGBM from polygonised ferrite at the cooling of steel from finishing temperature.

Ferrite obtained by transformation is free of substructure, independently of the fact that it may be obtained by transformation of recrystallised and unrecrystallised austenite. Also ferrite formed by DIGBM is free of substructure and softer, while polygonised ferrite is harder. That, the different grain size, the texture of polygonised ferrite and ferrite formed by DIGBM confound the connection between grain size and the strength as well as yield point of steel, which can not be interpreted in terms of the Hall-Petch relation. The anisotropy found in steel at high temperature is due to sulphide inclusions. The anisotropy found in steel at low finish-rolling temperature, when the rolling is carried out in presence of ferrite, is connected to the microstructure as much as the texture of polygonised ferrite and ferrite obtained

by DIGBM. The relative influence of these factors was not investigated.

VII. Conclusions

(1) At high rolling temperature the interpass recrystallisation of austenite is completed and in steel a homogeneous and polygonal microstructure is observed with grain size decreasing with decreasing rolling temperature.

(2) At a definite temperature interpass recrystallisation of austenite is not completed. By transformation of unrecrystallised austenite a microstructure is produced with approx. 2 ASTM numbers coarser grain size, than that of grains produced by transformation from recrystallised austenite. The microstructure of steel rolled with uncompleted interpass recrystallisation is heterogeneous.

(3) When the rolling is carried out in presence of ferrite, strain is removed from ferrite by interpass recovery. In ferrite formed during the rolling and deformed and polygonised when the rolling is continued, a fast process of deformation induced grain boundary migration occurs. That leads to fast coarsening of ferrite grains and a microstructure which is even coarser than that obtained by the rolling at finish temperature higher over 200°C.

(4) The temperature of uncompleted interpass recrystallisation depends upon the composition of the steel. The temperature of formation of ferrite during the rolling depends mostly on the content of carbon in steel, however it is influenced also by other alloying elements.

(5) In steels containing aluminium and nitrogen, aluminium nitride is formed during the rolling. The precipitates of aluminium nitride hinders the grain growth of recrystallised austenite. That is reflected

in a difference of approx. 0.5 ASTM numbers in grain size in as rolled steel with respect to the steel without aluminium nitride.

(6) The influence of rolling temperature on mechanical properties in rolling direction is relatively small and it can not be explained in term of evolution of grains size in the same range of rolling temperature. The most plausible explanation seems to be in the heterogeneity of microstructure.

(7) When the rolling temperature is decreasing, the difference in mechanical properties between rolling and transverse direction is increased. Yield point and tensile strength increase faster in transverse direction while the increase of deformability is opposite.

(8) At rolling in ferrite range a strong deformation anisotropy is produced. The most evident measure of this anisotropy is the oval fracture of tensile specimens. The anisotropy is caused by the deformation and polygonisation of ferrite as much as deformation induced grain growth of ferrite, through grain size and shape as much as texture.

REFERENCES

- 1) F. Vodopivec, M. Gabrovšek, M. Kmeitš and A. Rodič: *Met. Technol.*, **11** (1984), 481.
- 2) T. Tanaka, T. Tabata, T. Hatomura and C. Sluga: *Microalloying 75*, Union Carbide Corp., New York, (1977), 107.
- 3) S. Gohda, T. Watanabe and J. Hashimoto: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **21** (1981), 6.
- 4) T. Gladman, D. Dujicu and I. D. McIvor: *Microalloying 75*, Union Carbide Corp., New York, (1977), 32.
- 5) D. N. Hawkins: *Met. Technol.*, **5** (1978), 37.
- 6) F. Vodopivec, M. Gabrovšek and J. Žvokelj: "The Process of Rolling of Structural Steels", Inst. of Metallurgy, Ljubljana, Rep. No. 84-026, (1984).
- 7) F. Vodopivec and M. Gabrovšek: *Met. Technol.*, **7** (1980), 186.

MAGNETIC ANISOTROPY IN A 32% Cr, 10.5% Co IRON ALLOY

F. VODOPIVEC, D. GNIDOVEC, B. ARZENŠEK, M. TORKAR and B. BRESKVAR

SŽ, Institute of Metallurgy, Lepi pot 11, 61000 Ljubljana, Yugoslavia

Received 11 January 1989

Specimens were heat treated and deformed by drawing up to a total deformation of 80%. The magnetic properties were measured in axial and in radial directions. By increasing deformation, coercitive force is increased in axial direction and decreased in radial direction. Remanence and energy product increase with the deformation up to a deformation, which depends upon the time of spinodal decomposition. The anisotropy in remanence is proportional to the elongation by drawing while the anisotropy in coercitive force is proportional to the ratio of initial and actual diameter of the deformed rod. It is concluded that the anisotropy in remanence depends upon the length of spinodal phases, while the coercitive force depends upon the diameter of these phases or more probably upon the magnitude of stresses produced by the accommodation of the lattice of spinodal phases. Only axial stresses produce a beneficial effect on magnetic properties.

1. Introduction

Iron–chromium–cobalt alloys are easy to manufacture by conventional metallurgical methods and with relatively little costs, for that reason they are considered as appropriate magnet materials for general use, especially for small diameter parts as they possess a good hot and cold workability [1–6]. The magnetic properties can be greatly improved by thermomagnetic treatment [7,8] and an axial anisotropy is obtained by combination of heat treatment and cold working [1,3,5,9]. In order to obtain good magnetic properties a high temperature annealing is necessary after hot rolling because remanence steadily increases with the temperature of annealing of hot rolled alloy [10]. However, with a high annealing temperature the alloy acquires a propensity for cold deformation by twinning [10] and that produce a low ductility at room temperature. For that reason the cold working should be carried out at a temperature when deformation by shearing occurs. Generally this temperature is above 250 °C [10].

2. Experimental work

An alloy with the following composition was manufactured by melting in an induction furnace:

32% cr, 10.5% Co, 0.01% C, 0.19% Mn and 0.7% Si. The contents of carbon and manganese are below the levels indicated as detrimental in refs. [11,12]. The ingot was rolled in the temperature interval 1200–950 °C to a 13 mm lamella. This was afterwards cut in strips, which were by turning and grinding transformed to rods and deformed by drawing at a temperature of 400 °C up to a total deformation of appr. 80%. The heat treatment was as follows: annealing 30 min at 1200 °C, quenching, heating to 680 °C, transfer in a furnace hold at 615 °C, holding for 15, 30 or 60 min, quenching, drawing, heating to 610 °C and final heat treatment (aging) by slow cooling according to ref. [4].

3. Effect of deformation on hardness

In fig. 1 the effect of deformation on hardness is shown in an as-deformed alloy and after aging. After drawing the hardness is slightly higher by longer spinodal decomposition at 615 °C (spinodal time). It increases in all cases after an initial transition period according to the general power law $H = k + k_1 \phi^n$ with H : hardness, ϕ : deformation, n : coefficient of strain hardening and k and k_1 : constants. The strain hardening coefficient is identical in the quenched alloy and after spinodal

0304-8853/89/\$03.50 © Elsevier Science Publishers B.V.
(North-Holland Physics Publishing Division)

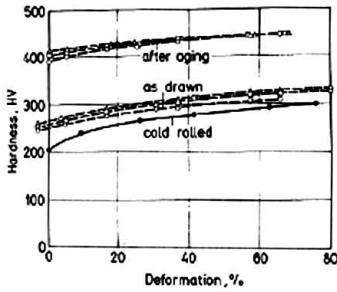


Fig. 1. Effect of deformation by drawing at 400 °C upon the hardness after deformation and after aging.

transformation. That shows that the process of deformation is not affected by the spinodal transformation. After aging the hardness is greatly increased and the difference due to a different length of spinodal decomposition is slightly diminished. The decomposition of phase α in spinodal phases α_1 and α_2 by low temperature greatly increases the hardness [13] because it increases the difference in composition between spinodal phases. This is reflected in the difference of the lattice parameters. The initial type of lattice is conserved by spinodal decomposition, for that reason both phases accommodate through elastic stresses along their boundary.

4. Magnetic properties

In fig. 2 some demagnetisation curves (loops) and in fig. 3 the effect of deformation on properties for the alloy hold 30 min at the spinodal temperature 615 °C are presented. By axial magnetisation the remanence, coercive force and energy product grow with increasing deformation and the demagnetisation loop becomes more and more square. By radial magnetisation all properties are diminished when the deformation is increased and the loop is more and more triangular. A rough representation of the squareness of the loop can be given through the ratio $B_{0.9H_c}/B_r$. This is shown in fig. 4 in dependence upon the deformation. By axial magnetisation the ratio increases up to a deformation of appr. 70%, while it de-

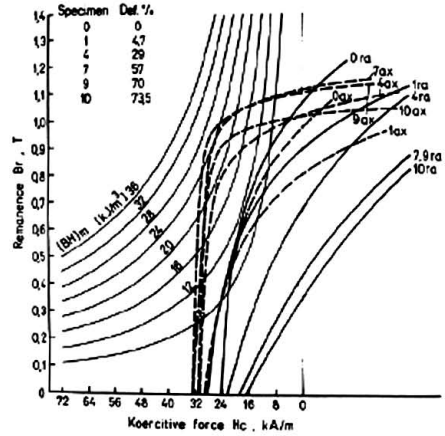


Fig. 2. Demagnetisation loops after different deformation. Thermal treatment: spinodal decomposition 30 min at 615 °C and aging.

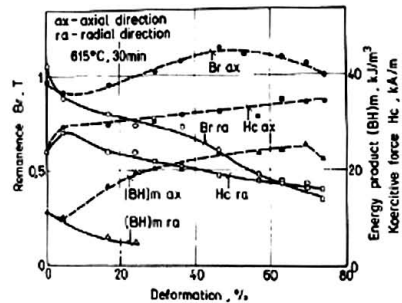


Fig. 3. Effect of deformation on magnetic properties in axial and radial directions.

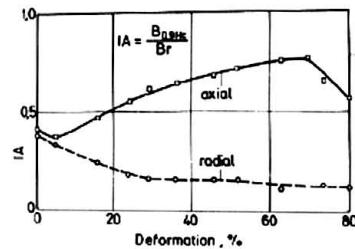


Fig. 4. Relationship deformation-index of anisotropy defined as shown in the diagram. Thermal treatment: spinodal decomposition 30 min at 615 °C and aging.

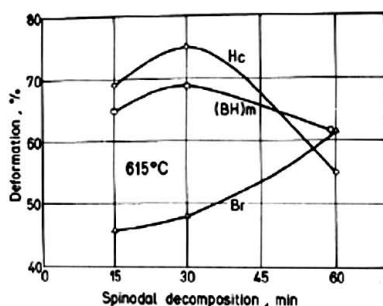


Fig. 5. Deformation by peak properties in axial direction in dependence upon the time of spinodal decomposition.

creases steadily by radial magnetisation up to a level which remains constant below appr. 30% of deformation.

By radial magnetisation all properties decrease with the increase of deformation with exception of the coercive force by deformation up to appr. 10%. By axial magnetisation the coercive force grows steadily with the deformation. A similar effect of deformation on coercive force was found also after 15 min of spinodal time, while after 60 min of spinodal time a maximum of the coercive force was found by appr. 60% of deformation. After an initial transition range up to appr. 10%, the remanence increases to a maximum by appr. 50% of deformation. A similar effect of deformation was observed also by shorter and longer spinodal decomposition, however a different maximal value was obtained by different deformation. The effect of deformation on the energy product is similar to that upon the remanence. The deformation at peak value of remanence steadily increases with the length of spinodal decomposition (fig. 5), while peak values of the coercive force and energy product are obtained by an intermediate deformation after 30 min of spinodal decomposition.

5. Anisotropy of magnetic properties

The magnetic properties depend upon the periodicity of the spinodal structure, which is proportional to the size of spinodal phases [1-6]. After

30 min of holding at spinodal temperature 615°C the size of spinodal phases attains appr. 20 nm [13] and the shape of the particles of phase α_2 is spherical. By cold deformation the shape of particles changes to rodlike [1,3,5,9] and an axial alignment is produced. Thus, parallel to the deformation which diminishes the diameter of the rod, the distance between particles of phase α_2 is decreased and the gradient of concentration between spinodal phases is increased, as phase α_1 contains more chromium and phase α_2 more cobalt than the average composition of the alloy [14]. The 2 lengthening by drawing is given by the ratio of initial and actual surface of the section of the rod, thus by the ratio d_i^2/d_a^2 with d_i the initial and d_a the actual diameter of the rod. The index of anisotropy is defined as the ratio of properties in axial and radial direction. In fig. 6 it is shown that the anisotropy in remanence increases linearly to the deformation up to a limit. The addition of chromium and cobalt to the iron does not cause a significant solid solution hardening [15,16] in comparison to the spinodal hardening [13]. It is supposed that the effect of both elements on strain hardening is similar also and that therefore the shape of spinodal phases is modified in a similar way during the deformation by drawing. This

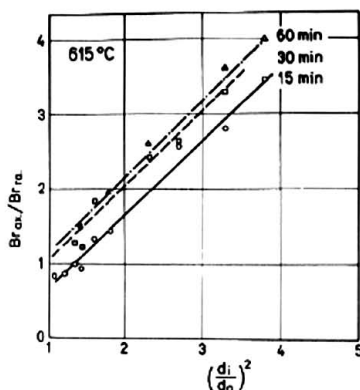


Fig. 6. Anisotropy in remanence in dependence upon the ratio of squares of initial (d_i) and actual (d_a) diameters of the deformed rod. Thermal treatment: spinodal decomposition at 615°C and aging.

supposition is confirmed by the shape of the spinodal structure presented in refs. [1,3,5,9]. Let us thus suppose that the length of spinodal phases is modified proportionally to the lengthening of the rod. Adopting this supposition it can be finally concluded that the remanence depends upon the length of spinodal phases, or more precisely, upon the length of particles of α_2 which are embedded in a matrix of phase α_1 . The proportionality between the lengthening and the anisotropy in remanence is conserved up to the limit deformation when particles of phase α_2 remain embedded in a matrix of phase α_1 . The moment when particles α_2 begin to stick together or the intermediate layer of phase α_1 is diminished beyond a thickness which is necessary to conserve to rodlike particles of phase α_2 the role of elementary magnetic domains, the effect of deformation of remanence in the axial direction starts to be deteriorating. This explanation seems to be acceptable considering also the fact that particles of phase α_2 with the corresponding envelope of phase α_1 represent elementary magnetic domains [1]. Indirectly, the proposed explanation for the effect of deformation on axial remanence is supported by the fact that the critical value of deformation, when remanence

starts to decrease, is higher by longer spinodal decomposition at 615°C, when a more coarse spinodal structure is obtained [13].

Fig. 7 shows that after an initial transition period the anisotropy in coercive force is proportional to the ratio of the initial and the actual diameter d_i/d_a and therefore to the thickness of the rod deformed by drawing. Adopting the already mentioned hypothesis that the difference in deformability between spinodal phases is negligible, the amplitude of the spinodal structure is proportional to the diameter of the rod. It can be concluded therefore that the anisotropy in coercive force is proportional to the distance between particles of phase α_2 . Probably this distance could not have a physical significance, but such significance would be expected from the gradient of concentration between spinodal phases, which is inversely proportional to the distance between particles of phase α_2 . The gradient corresponds to the misfit layer in which the lattices of phases α_1 and α_2 are accommodated, it is thus the layer in which coherent stresses are generated, as stated already. Internal stresses are generated also by deformation by drawing. In spite of this the coercive force in the radial direction decreases when the deformation is increased. By drawing deformation longitudinal internal stresses are generated. It seems justified therefore to conclude that for magnetic properties beside the amplitude also the direction of the internal stress is significant.

The specific volume of chromium is greater and that of cobalt is smaller than that of iron [17]. Considering the similarity of the atoms of the three elements it can be supposed that by insertion of chromium atoms the lattice of iron would be dilated, while the insertion of cobalt atoms would produce a contraction of the lattice. The phase rich in chromium (phase α_1) would have a greater specific volume than phase α_2 rich in cobalt, the envelope of phase α_1 would therefore tend to elongate the rodlike particles of phase α_2 . That would produce longitudinal internal stresses thus stresses in axial direction. It seems justified therefore to conclude that only internal stresses parallel to the magnetisation field have a beneficial effect on coercivity and through it a beneficial effect on the energy product.

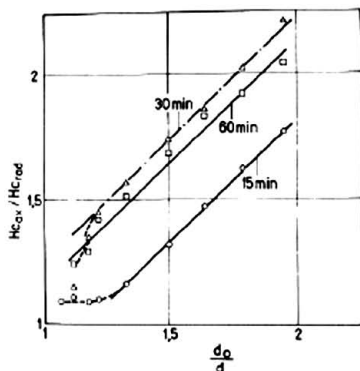


Fig. 7. Anisotropy in coercive force in dependence upon the ratio of initial (d_i) and actual (d_a) diameters of the deformed rod. Thermal treatment: spinodal decomposition at 615°C and aging.

6. Conclusions

The alloy was submitted to spinodal decomposition for different time at 615 °C, deformed by drawing at 400 °C, aged and magnetic properties determined in axial and radial direction. By increasing the deformation the coercive force is increased in axial and is diminished in radial direction. Remanence and energy product increase with the deformation up to a level, which depends upon the time of spinodal decomposition at 615 °C. The peak values are attained at a deformation, beyond which the rodlike particles of phase α_2 begin to stick mutually or the intermediate layer of phase α_1 is diminished to a thickness, which is necessary to conserve the role of elementary magnetic domains to rodlike particles of phase α_2 . The anisotropy in remanence is proportional to the lengthening, while the anisotropy in the coercive force is proportional to the ratio of the initial and the actual diameter of the alloy by drawing. It is concluded that the anisotropy depends upon the length of the spinodal phases, while the coercive force depends upon the diameter of these phases or more probably upon the magnitude of stresses produced by cold deformation and by the lattice misfit caused by accommodation of the lattices of spinodal phases. Only axial stresses produce a beneficial effect on magnetic properties.

References

- [1] H. Zijlstra, IEEE Trans. on Magn. MAG-14 (1978) 661.
- [2] G.Y. Chin, J.T. Plewes and B.C. Wonsiewicz, J. Appl. Phys. 49 (1978) 2046.
- [3] B.C. Wonsiewicz, J.T. Plewes and G. Chin, IEEE Trans. on Magn. MAG-15 (1979) 950.
- [4] S. Yin, G.Y. Chin and B.C. Wonsiewicz, IEEE Trans. on Magn. MAG-16 (1980) 139.
- [5] W. Erwens, Techn. Mitt. Krupp Forschungs Berichte 40 (1982) 109.
- [6] M. Okada, G. Thomas, M. Homma and H. Kaneko, IEEE Trans. on Magn. MAG-14 (1978) 245.
- [7] M.L. Green, R.C. Sherwood, G.Y. Chin, J.H. Wernick and J. Bernardini, IEEE Trans. on Magn. MAG-16 (1980) 1053.
- [8] S. Yin and N.V. Gayle, IEEE Trans. on Magn. MAG-16 (1980) 526.
- [9] S. Yin, N.V. Gayle and J.R. Bernardini, IEEE Trans. on Magn. MAG-16 (1980) 1050.
- [10] F. Vodopivec, D. Gnidovec, B. Arzenšek, M. Torkar and B. Breskvar, Železarski Zbornik (submitted).
- [11] T.S. Chin, C.Y. Chang and T.S. Wu, IEEE Trans. on Magn. MAG-18 (1982) 782.
- [12] T.S. Chin, C.Y. Yang, T.S. Wu, T.K. Hsu and Y.H. Chang, IEEE Trans. on Magn. MAG-19 (1983) 2035.
- [13] F. Vodopivec, M. Pristavec, J. Žvokelj, D. Gnidovec and F. Grešovnik, Z. Metallk. 79 (1988) 646.
- [14] F. Zsu, P. Haasen and R. Wagner, Acta Metall. 34 (1986) 457.
- [15] E. Hornbogen, Steel Strengthening Mechanismus (Climax Molybdenum Company, Greenwich, USA, 1970) p. 1.
- [16] C. Strassburger, Entwicklungen zur Festigkeitsteigerung von Stählen (Verlag Stahlisen, Düsseldorf, 1970).
- [17] W.B. Pearson, The Crystal Chemistry and Physics of Metals and Alloys (Wiley-Interscience, New York, 1972).

Texture and surface segregation of nonoriented electrical sheets

F Vodopivec and M Jenko, *Institute of Metals and Technologies, Ljubljana, Slovenia*
and

F Marinšek and F Grešovnik, *Slovenia Steelworks, Ljubljana, Slovenia*

Sheets of thicknesses 0.15, 0.3 and 0.5 mm were manufactured in a laboratory from steel with 1.9% Si, 0.3% Al, 0.025% C and 0.052% Sb and steel without the addition of antimony. The sheets were submitted to box annealing of 2 h at 850°C in vacuum and dry and wet hydrogen and their microstructure, magnetic properties and texture were investigated. The findings show that antimony does not affect the grain size, it increases the remanent induction, decreases the coercive force and modifies the texture. The effect of antimony depends partially upon the sheet thickness and seems to be connected with the segregation on the sheet surface.

1. Introduction

With the addition up to 0.1% Sb in nonoriented electrical sheets from silicon steels a better texture and lower energy losses are obtained^{1, 5}. Antimony segregates at grain boundaries during the annealing for recrystallization and decarburization and leads to an increase in the number of ferrite grains with soft magnetic lattice space orientation in the sheet plane. Two hypotheses were proposed with the aim of connecting the beneficial effect of antimony with its intergranular segregation^{1, 2}: a selective nucleation of grains with different space orientation and a selective hindering of the growth of recrystallization nuclei and recrystallized grains in the sheet plane. Several experimental findings and the analysis of the growth of grains with a size significantly smaller than that of the sheet thickness indicate that both hypotheses are questionable.

A similar segregation as that at grain boundaries was also observed on the surface of the sheet. Considering this segregation and the geometry of grain growth in the sheet it was proposed that the beneficial effect of antimony should be connected with the diminution of energy of grains emerging on the surface of the sheet⁶ and the resulting increased driving force for grain growth⁷. In ref 8 an ordered C (2 × 2) segregation of tin is reported for the (001) plane of α -iron. Every ordered state represents an energy minimum energy, therefore, the segregation could form only if the surface energy of the (001) plane is lowered.

The laboratory facilities at our disposal do not permit direct verification of whether the effect of antimony was surface dependent, it was therefore decided to find indirect supporting evidence. If the influence of antimony was related to the composition of the metal at the surface then a stronger effect could be expected with a smaller sheet thickness.

2. Experimental work

Two steels with approximately 1.9% Si, 0.3% Al and 0.025% C were manufactured in a laboratory induction furnace from the same base materials in order to keep the level of uncontrolled elements constant. To one of the steels 0.052% Sb was added.

Ingots of section 40 × 40 mm were hot rolled to 2.5 mm strips in the temperature range 1100–820°C. The strips were descaled and cold rolled to 1.6 mm, coiled and submitted to recrystallization annealing in a vacuum furnace for 2 h at 850°C and then cold rolled to thicknesses of 0.5, 0.3 and 0.15 mm. Specimens of both steels and all thicknesses were then box annealed for 2 h at 850°C in dry and wet hydrogen with a dewpoint of 20°C and in vacuum. In the heat-treated specimens the average grain area, magnetic properties and the texture were determined, the last by the method of the relative density of the grains with specific lattice planes in the sheet plane by X-ray diffractometry. Some tests were performed also on the steel with 0.044% Sn manufactured from the same base material and submitted to an identical hot and cold working as well as thermal treatment.

3. Microstructure and properties

The grain size is similar in antimony and in comparative steel and it increases slightly with the sheet thickness (Figure 1), while

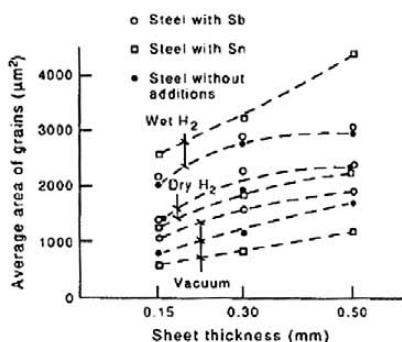


Figure 1. Average grain size of steels with and without addition of antimony and tin after 2 h of annealing at 850°C in vacuum, dry and wet hydrogen.

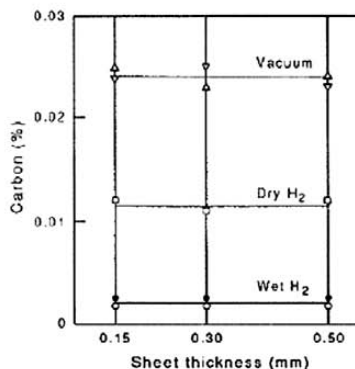


Figure 2. The content of carbon in sheets after box annealing in vacuum, dry and wet hydrogen for 2 h at 850°C, 0.3 mm sheets.

it is much greater in the tin alloyed steel. The effect of sheet thickness on the grain size is explained by deformation by the final cold rolling, which amounted to 63.6% in the 0.5 mm sheet, to 81.2% in the 0.30 mm sheet and up to 90.6% in the 0.15 mm sheet. This explanation was confirmed in a test in which sheets of all thicknesses were obtained with the same level of deformation of 62% by the final cold rolling. In the limit of accuracy of the assessment the grain size obtained in this test after wet hydrogen annealing was independent of the sheet thickness.

The grain size is, in all cases, significantly greater after annealing in wet hydrogen. As found earlier⁹, the decarburization promoted substantially the rate of growth of recrystallized grains in this type of steel. The content of carbon was virtually unchanged after vacuum annealing, it was diminished to nearly half the initial content after dry hydrogen annealing and diminished to below 0.003% after annealing in wet hydrogen (Figure 2).

The promoting effect of tin on the rate of growth of recrystallized grains was confirmed also in a systematic investigation of the grain growth kinetics in the temperature range 675–825°C¹⁰. In this work it was also established that the addition of tin makes the steel prone to abnormal grain growth because of the anisotropy in mobility of the grain boundaries¹¹. No explanation of the effect of tin on grain growth was found so far.

In Figure 3 AES depth profile analysis and in Figure 4 the intergranular segregation of antimony are shown. The diameter of the Auger primary electron beam used for the determination of segregation in Figures 3 and 4 was above 50 µm, thus greater than the size of the grains emerging from the surface of the sheet or from the intergranular fracture which was obtained by bending the 3 mm strip annealed at 850°C and quenched in liquid nitrogen. Both figures show the distribution of elements near the surface of several grains on which the segregation of antimony is not necessarily the same and the space orientation is different.

In both cases the segregation attains approximately 1 at% Sb. The segregated antimony is located in a film of approximately 2 monolayers thickness. It is useful to know that a similar segregation of tin as that of antimony was found on the sheet surface after the same annealing of the steel alloyed with tin.

The saturation induction is independent of the presence of antimony in the steel, the atmosphere of annealing and decreases

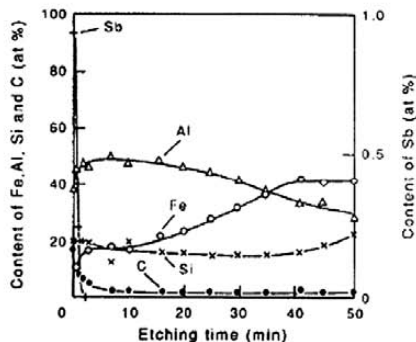


Figure 3. AES depth profile analysis of the segregation of antimony and other elements at surface of the 0.5 mm sheet from a steel with 1.9 Si, 0.3 Al, 0.02 C and 0.048% Sb box annealed for recrystallization and decarburization 2 h at 850°C in wet hydrogen. From ref 7.

slightly with an increase in the sheet thickness (Figure 5). The remanent induction is smallest after vacuum annealing, higher after annealing in dry hydrogen and highest after annealing in wet hydrogen (Figures 5 and 6). That shows naturally that by equaling other parameters the remanent induction depends strongly on the content of carbon in solution in the steel.

The remanent induction is highest after all annealings in the 0.15 mm sheet, it is significantly smaller in the 0.30 mm sheet and it is only slightly diminished when the sheet thickness is further increased to 0.50 mm. It is in all cases greater in the steel with the addition of antimony and is lowest in the tin steel with a significantly greater grain size. Thus, it seems justified to conclude that the remanent induction is not connected to the grain size.

By equal sheet thickness the coercivity is greatest after vacuum annealing, smaller after dry hydrogen annealing and smallest after wet hydrogen annealing. The coercivity is greater with greater sheet thickness after vacuum annealing, it decreases significantly with sheet thickness after dry hydrogen treatment and only slightly after wet hydrogen annealing. In all cases and especially after wet hydrogen annealing the coercivity is sig-

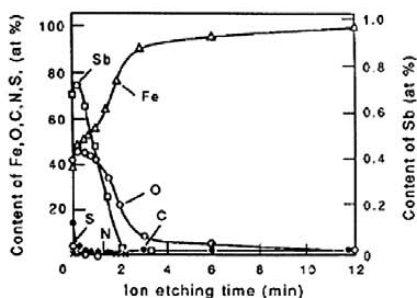


Figure 4. AES depth profile of segregated antimony and other alloying elements of the steel with 1.9 Si, 0.3 Al, 0.02 C and 0.052% Sb after 2 h annealing at 850°C. The hot rolled strip was fractured after quenching in liquid nitrogen. From ref 7.

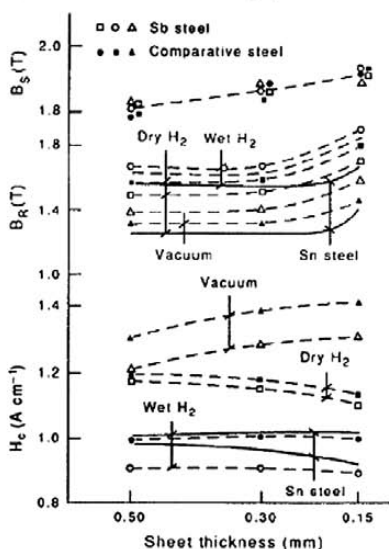


Figure 5. Magnetic properties of steels with and without antimony in sheets of different thicknesses after 2 h of box annealing in vacuum, dry and wet hydrogen at 850 C. (B_s) Saturation induction; (B_r) remanent induction; and (H_c) coercive force. Some data are given also for the steel with 0.044% Sn.

nificantly lower in the steel with the addition of antimony than in the comparative steel. In the steel with the addition of tin it attains an intermediate value and is slightly more thickness dependent. Considering the earlier presented experimental findings it is clear that the coercivity is not affected by the grain size, very slightly by the sheet thickness after wet hydrogen annealing and is very strongly affected by the carbon content, also the carbon content in solid solution since the solubility of carbon in

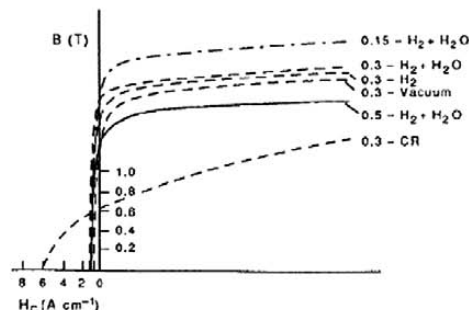


Figure 6. Part of the demagnetization loop for sheets of different thicknesses from the 0.052% Sb and the comparative steels after annealing in different atmospheres.

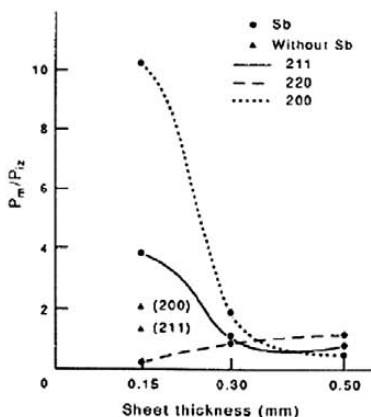


Figure 7. The relative density of poles of grains with different lattice planes in the sheet plane for sheets from with steel antimony and the 0.15 mm sheet of the steel without antimony. All specimens were box annealed for 2 h at 850 C in wet hydrogen.

a ferrite with 2% Si amounts to approximately 0.01%, thus almost to the level found in steel annealed in dry hydrogen.

It is especially important to note that by all thicknesses the coercivity was lowest after annealing in wet hydrogen, thus after the treatment which is a basic phase of the manufacturing of nonoriented electrical sheets.

Figure 7 presents the results of the X-ray diffractometry analysis in form of the relative density of grains with the indicated lattice planes in the sheet plane performed on three sheets of the antimony steel and the 0.15 mm sheet of the comparative steel. By the maximal thickness of 0.5 mm the density of all analysed planes is similar. When the sheet thickness is diminished the density of grains with (110) lattice plane in the sheet plane is diminished, while the density of (211) and (200) planes and especially the last one is increased strongly above the level in the comparative sheet of the same thickness. It is evident that the effect of antimony on the texture is stronger the smaller the sheet thickness.

X-ray diffractometry shows the space orientation of grains to the same depth and independent of the sheet thickness which is much greater than the average diameter of the grains. On sectioning of the sheets the following number of grains were counted: 7.3 by 0.15 mm, 12.7 by 0.3 mm and 20.5 by 0.5 mm. A simple calculation shows that on the surface of the sheet the following share of grains are emerging: 27.2% by 0.15 mm, 15.7% by 0.3 mm and 9.7% by 0.5 mm. Thus, the thinner the sheet the greater the number of grains emerging to the surface of the sheet that are affected by the surface segregation and the greater the share of such grains that are considered in the diffraction analysis. Indirectly the results of this analysis show that the beneficial effect of antimony on the properties of nonoriented electrical sheets is significantly connected to its segregation on the surface of the sheet.

4. Conclusions

(1) The grain size in nonoriented electrical sheets is not affected by the addition of 0.032% of antimony to the 1.9 Si 0.3 Al steel, while the addition of 0.044% of tin greatly increased the grain size through the promotion of abnormal grain growth.

(2) By using equal temperature and time of annealing the grain size is the greater in decarburized steel after annealing in wet hydrogen: the carbon in solid solution hinders the rate of growth of recrystallized grains.

(3) During the annealing a similar segregation of antimony occurs at the grain boundaries and on the surface of the sheet.

(4) The magnetic properties of nonoriented electrical sheets are affected by the annealing atmosphere through the decarburization of the steel, by the sheet thickness and by the presence of antimony in steel in the following way:

(i) the saturation inductions independent of the presence of antimony in steel and the annealing atmosphere, it is slightly increased when the sheet thickness decreases;

(ii) the remanent induction is the highest with the smallest sheet thickness of 0.15 mm, it is substantially lower in the 0.3 mm sheet and further slightly diminished in the 0.5 mm sheet. The remanent induction is slightly greater in antimony steel and it is greatest in the decarburized sheet; and

(iii) the coercivity is lowest in decarburized sheet and substantially lower in antimony than in comparative steel.

(5) After the annealing for recrystallization and decarburization in wet hydrogen the relative density of grains with the lattice plane (211) and especially (200) in the sheet plane is

strongly increased with the smaller sheet thickness. The relative density of the (200) planes is substantially greater when compared with the steel without antimony. This is considered as indirect evidence that the effect of antimony on magnetic properties of the steel is significantly connected to the effect of its surface segregation on the process of growth of recrystallized grains.

(6) The effect of antimony in steel is felt in a greater remanent induction and lower coercive force, which led to a smaller area of the demagnetization loop and to smaller inductive energy losses in nonoriented electrical sheet.

Acknowledgements

The authors would like to thank the Slovenian Science Foundation and the Slovenian Steelworks for financial support.

References

- ¹G Lyudkovsky and P K Rastogi, *Metal Trans.*, **15A**, 257 (1984).
- ²H Shimazaki, T Irie, K Matsumura and H Nakamura, *J Magn Magnet Mater.*, **19**, 63 (1980).
- ³H C Fiedler, *J Magn Magnet Mater.*, **26**, 22 (1982).
- ⁴P Marko, A Šoljon and V Frič, *J Magn Magnet Mater.*, **41**, 7 (1984).
- ⁵V Frič, J Janok and A Šoljon, *Hutnicke Listy*, No 7, 480 (1983).
- ⁶J Benard, *L'oxydation des Metaux*. Gauthier-Villard, Paris (1962).
- ⁷F Vodopivec, F Marinišek, F Grešovnik, D Gnidovec, B Praček and M Jenko, *J Magn Magnet Mater.*, **92**, 125 (1990).
- ⁸H J Grabke, *ISIJ Int.*, **29**, 529 (1989).
- ⁹F Vodopivec and F Marinišek, *Steel Res.*, **57**, 531 (1986).
- ¹⁰B Drofenik, Diploma work, University of Ljubljana (1991).
- ¹¹A D Rollett, D J Srolovitz and M P Anderson, *Acta Metall.*, **37**, 1227 (1989).

Solubility of $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{S}$ in a 3% Si steel within the temperature range 1100 to 1300°C

Franc Vodopivec, Blaženko Koroušic, Marko Lovrečič and Matjaz Torkar

By EPMA point counting the contents of sulphur and manganese in solid solution were determined after annealing in a temperature range of 1100 to 1300°C and quenching in three 3% Si steels with 0.055 to 0.38% Mn. The established solubility products are not equal and differ from published data.

Löslichkeit von $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{S}$ in einem Stahl mit 3% Si im Temperaturbereich von 1100 bis 1300°C. Mit dem Mikrosonden-Punktzählverfahren wurden die Massengehalte an Schwefel und Mangan in Mischkristallen bestimmt. Die drei untersuchten Stähle mit 3% Si enthielten 0,055 bis 0,38% Mn und wurden zuvor bei Temperaturen zwischen 1100 und 1300°C geglüht und abgeschreckt. Die erhaltenen Löslichkeitsprodukte wichen voneinander ab und differierten zudem von veröffentlichten Werten.

A prerequisite for the formation of $(011) \parallel 001$ Goss texture in oriented sheets is the inhibition of recrystallised grain growth up to a temperature above 1050°C, when the conditions for the formation of texture are achieved by annealing in dry hydrogen. The inhibition of grain growth is ensured through $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{S}$ and AlN particles [1; 2], which precipitate during hot rolling of the sheet from both compounds in solid solution in 3% Si ferrite. In order to achieve the inhibiting function precipitates must remain relatively stable up to the temperature of formation of the texture and dissolve in the matrix in sufficient quantity at the initial rolling temperature which is high and shows the poor solubility of both compounds. A sufficient stability is ensured through low solubility and small diffusivity of the compound elements in the matrix material.

The solubility of sulphur in silicon ferrite is given in several references [3...7] in form of the solubility product:

$$\log \frac{[Mn] \times [S]}{T} = \frac{A}{T} + B \quad (1)$$

with $[Mn]$ and $[S]$ as mass contents of both elements in solid solution in %, T - the temperature in K and A and B as constants. The solubility product is derived from the reaction



assuming that the precipitated phase is a pure manganese sulphide with a constant composition, thus also with a constant content of manganese and sulphur.

In this work the solubility of $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{S}$ is determined in temperature range 1100 to 1300°C by EPMA analysis of sulphur and manganese in solid solution, thus using a direct method, while solubility data published so far were determined by indirect methods [3...7], which may lead to significant inaccuracies.

In steels for oriented sheets the contents of manganese are below 0.1% and the sulphide phase is of mixed composition depending, as it will be shown later, on the contents of manganese in steel and on the annealing temperature. In [7] a modification of the solubility product is proposed with the introduction of a term f_{CS} depending on the

Table 1. Composition of steels (mass contents in %)

	C	Si	Mn	S	Al
A	0.026	3.02	0.38	0.032	0.039
B	0.014	2.91	0.105	0.033	0.027
C	0.013	2.93	0.055	0.039	0.025

contents of carbon above 0.015% in steel and the temperature. This modification of solubility product was not verified in this work and will be thus neglected.

Experimental work

By melting in a vacuum induction furnace and from the same base materials, pure relay iron, metallic silicon and sulphur, three steels with composition given in table 1 were manufactured. The steels were cast in ingots of 60mm*60mm cross-section and hot rolled to 30mm bars.

The steels differ significantly in manganese contents. In steel A the contents of this element are significantly above those in steel C and below the contents found in steel for oriented sheets, while in steel B they are nearly on a level with those found in this type of steel [8]. The contents of carbon, silicon, sulphur and aluminium are nearly on a level with those found in steels for oriented sheets but are slightly different in all three steels, however, the difference could not appreciably affect the solubility of sulphur. A high manganese content in steel A was selected because earlier results showed that in structural steels of this level of manganese a constant composition of the sulphide $(\text{Mn}_x\text{Fe}_{1-x})\text{S}$ is obtained [9]. Specimens of all three steels were first homogenised by a 16 h annealing at 1300°C, water quenched and then annealed 8, 12 or 16h at 1300, 1200 and 1100°C and water quenched.

The sulphur and manganese contents in solid solution were determined by electron microprobe analysis by 50 point countings of 100s on the specimen area of about 1.5 cm². On every specimen the background was determined by 100s countings in series of 10 points before, between and at the end of the counting on both sides of the peak K_{α} intensity for sulphur and manganese. By this method a sufficient reproductivity and a chemical resolution of

Franc Vodopivec, Blaženko Koroušic, Marko Lovrečič, Matjaz Torkar, Institute of Metals and Technologies, Ljubljana, Slovenija.

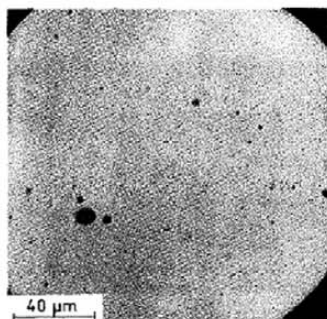


Figure 1. Inclusions of $(\text{Mn,Fe}_{1-x})\text{S}$ and combined sulphide oxide inclusions in the 0.055% S steel annealed 12h at 1200°C and quenched

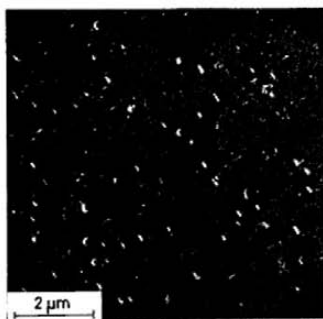


Figure 2. Nital etching. Precipitates of $(\text{Mn,Fe}_{1-x})\text{S}$ as well as precipitates of aluminium and silicon nitride in 0.055% S steel annealed 12h at 1200°C and quenched

about 10ppm of sulphur in solid solution [10; 11] were obtained. The manganese contents in solid solution were above 100ppm.

In some points an abnormally high sulphur intensity was found because under the optical microscope invisible particles of $(\text{Mn,Fe}_{1-x})\text{S}$ were hit by the electron beam. In such cases counting was repeated at a distance of some μm . For the determination of sulphur in solid solution on one specimen one working day was required. For that reason during the analysis the absorbed current of about $4 \cdot 10^{-8}\text{A}$ was registered and only countings within the range $\pm 5\%$ of the average current were considered. Only the correction due to the difference in absorption was calculated. Synthetic FeS was used as standard for sulphur, while for manganese a 2% Si 0.41% Mn steel was used and no correction was necessary.

The sulphur contents in all steels were above solubility at 1300°C. These were partly bound to inclusions of a size range of 1 to 10 μm , figure 1, and partly to particles of a size of up to 0.1 μm precipitated during annealing at 1100 and 1200°C, figure 2.

In order to evaluate the reliability of the microprobe analysis the size and the mutual distance of precipitates must be known. This is a prerequisite for the decision whether the intensity $K_{\alpha}\text{S}$ generated when the electron beam hits the precipitate is sufficient to be discerned from the $K_{\alpha}\text{S}$ intensity from sulphur in solid solution. It was established in SEM that the size of precipitates formed during annealing at 1100 and 1200°C was approximately 0.1 μm . The electron beam diameter is below 1 μm and the excited volume is approximately 1.5 μm^3 . The counting for sulphur was approximately 10 imp/s, the intensity generated by a spherical precipitate with a diameter of 0.1 μm is theoretically 26.3imp/s. The difference is sufficient for the operator to avoid the precipitate and to start a new counting at a distance of some μm .

If the distribution of a volume fraction V of particles with a diameter d is represented by a simple quadratic lattice, figure 3, the linear distance between precipitates is given by $l = d/V^{1/3}$ and the distance in space $l_p = 1.73 d/V^{1/3}$. Considering a hypothetical steel with 0.033% of sulphur in precipitates a linear distance $l = 13.7\mu\text{m}$ and a space distance $l_p = 23.7\mu\text{m}$ are calculated. Thus, the dis-

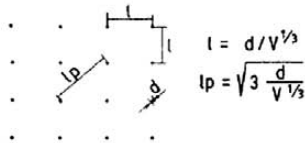


Figure 3. Mutual distance of precipitates ordered in simple cubic lattice

tance is sufficient for the operator to avoid the precipitates during the EPM analysis. These calculations show also that the majority of precipitates in figure 2 are aluminium or silicon nitride.

The precipitates are a mixed sulphide $\text{Mn,Fe}_{1-x}\text{S}$ since, according to [12], MnS and FeS show complete mutual solubility and are too small to allow the determination of their composition, respectively the manganese and iron contents by EPMA. For this reason the composition was calculated on the base of the balance of total sulphur and manganese contents in the steels and both elements in solid solution and in sulfide assuming an identical composition of sulphide inclusions and precipitates. This assumption is supported indirectly by figure 4, which shows that after 5h of annealing at 1200°C the iron contents, relatively high after solidification are diminished to a level of $1-x = 0.035$ [9].

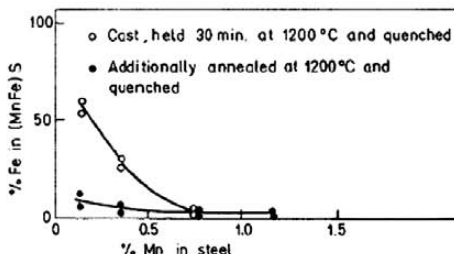


Figure 4. Iron contents in sulphide inclusions in a 0.14 C, 0.40 Si, 0.049 S and 0.13-1.18% Mn

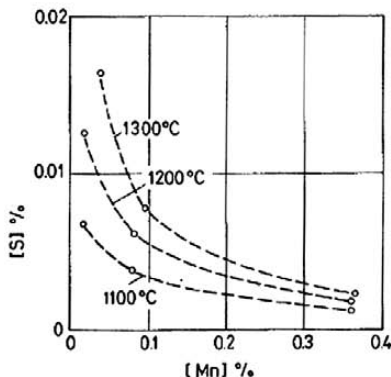


Figure 5. Relationship between sulphur and manganese in solid solution in 3% Si ferrite

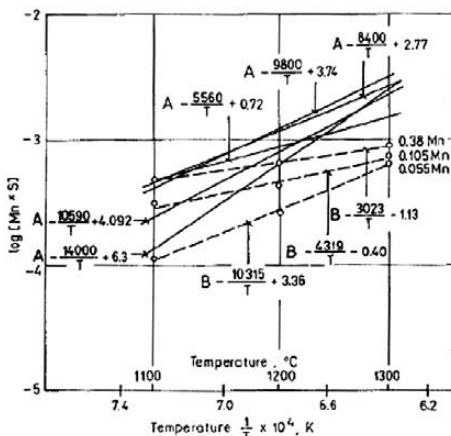


Figure 6. Solubility products according to some references (A) and the experimental data from this investigation (B)

Solubility of $Mn_xFe_{1-x}S$

Figure 5 shows the relationship between manganese and sulphur in solid solution obtained through EPMA. The solubility of sulphur increases rapidly with the decreasing manganese content in solution in ferrite and increasing temperature. In figure 6 the solubility products $\log [Mn] * [S] = A/T + B$ calculated on the base of data in figure 5 are shown as well as the solubility products found in [3...7].

The differences between the investigated steels are considerable and of two types. The slope of the solubility curve, which shows the effect of annealing temperature, is similar to that of published data at the lowest manganese contents, however, the solubility of sulphur is f.i. at 1300°C 3 to 5 times lower than that calculated from earlier

established products. The difference from the 0.105% Mn steel is smaller and even smaller from the 0.38% Mn steel. With increasing manganese in steel the slope of experimental curves in figure 6 decreases and shows that higher manganese contents decrease the effect of temperature on solubility. It is surprising that the lower the experimentally determined solubility product, the lower the manganese contents in steel. This is in contradiction with the results in figure 5, which show clearly that the solubility of sulphur in silicon ferrite is smaller with higher manganese contents in solid solution. This and the different solubility product show that the solubility given by $\log [Mn] * [S] = A/T + B$ is valid only for determined manganese contents in steel and the selected temperature since it depends upon the composition of the sulphide phase. The solubility product is valid for the equilibrium of both elements in solid solution with manganese sulphide MnS . In case of low manganese in steel the formation of the sulphide phase occurs through the reaction $xMn + (1-x)Fe + S \rightarrow Mn_xFe_{1-x}S$. The product is thus a mixed sulphide with x in a wide range due of the complete mutual solid solubility of manganese and iron sulphides [12]. The solubility product, which does not account for the formation of a sulphide with composition depending upon the manganese contents in steel, does not show the real solid solubility of sulphur. In the steel with lower manganese more iron is found in sulphide and the slope in figure 6 is greater. It can be concluded that the solubility of FeS increases faster with increasing temperature than the solubility of MnS .

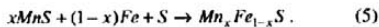
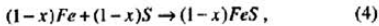
The slopes of the curves in figure 6 correspond to the classical Arrhenius relationship $S_1 = S_0 \exp(-Q/RT)$ in which S_1 is the solubility at temperature T , S_0 a constant, Q an apparent activation energy for the solution process and R the universal gas constant. The following activation energies were calculated: 101.5 kJ/mol for the 0.055% Mn steel, 40.2 kJ/mol for the 0.105% Mn steel and 27.1 kJ/mol for the 0.38% Mn steel.

In an analysis of 20 specimens of steel for oriented electrical sheets average manganese contents of 0.08% Mn were found [8]. Assuming for such a steel an average relationship temperature - sulphur contents in solid solution from figure 6 it is possible to calculate that at 1400°C one finds in solid solution 0.02% S and 0.016% S at 1300°C, values which correspond to volume fractions of 0.055 respectively 0.044% of sulphide precipitates, thus the quantity which is necessary [13] for the inhibition of low temperature grain growth of recrystallised grains and of the secondary recrystallisation. This is in acceptable agreement with the soaking temperature of the 3% Si steels required to obtain the texture and the final texture annealing of cold rolled strips [8]. According to solubility products published earlier this temperature is about 1250°C and significantly lower than that used by the rolling of oriented sheets.

From the balance of sulphur and manganese in steel and in solid solution and assuming an equal composition of inclusions and precipitates the manganese contents in sulphide can be calculated. The results of this calculation in figure 7 show that the manganese contents in sulphide increase from 23 to 39% ($Mn+Fe+S=100\%$) when the annealing temperature of the 0.055% Mn steel is lowered from 1300 to 1100°C. A similar difference is found in the 0.105% Mn steel by a higher level of manganese 30 to

44.5%. In the 0.38% Mn steel the contents of this element in sulphide are approximately 60% and the eventual effect of temperature is within the limit of accuracy of the analysis.

The different sulphide compositions explain why the solubility product is dependent upon the manganese contents in steel. The sulphide is namely not a product of the reaction $Mn + S \rightarrow MnS$, which would give a solubility product independent of the manganese contents in steel and independent of the annealing temperature, but it is the product of several partial reactions



Because of the mentioned complete solid solubility of both sulphides the partial reactions are combined to the already mentioned reaction:

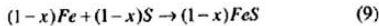


with the equilibrium constant

$$K' = \frac{a_{Mn_xFe_{1-x}S}}{[a_{Mn}]^x \cdot [a_{Fe}]^{1-x} \cdot [a_S]} \quad (7)$$

The iron contents in steel are in all cases above 96%, thus, the activity can be assumed to be $|a_{Fe}| = |a_{Fe}^{1-x}| = 1$.

The sulphur contents in the sulphide can be considered as virtually independent of the contents of manganese and iron, thus also the activity coefficient ($a_S = k$), while the activities of manganese and iron in the sulphide phase depend upon the composition of the steel and the temperature. The solubility product is not constant because both partial reactions, thus



have different and mutually independent equilibrium constants.

Let us assume that the activity of sulphur in solid solution $[a_S]$ is proportional to the activity of manganese in solid solution in the metal and in the sulphide.

Let us also suppose that for the formation of MnS only the sulphur in solid solution is available, the quantity of which is proportional to the molar fractions of manganese in sulphide with the composition $Mn_xFe_{1-x}S$ and calculate the equilibrium constant and the solubility product for the reaction $xMn + xS \rightarrow xMnS$. The results of this calculation are given in figure 8 as three parallel curves. The fact that the calculation did not give a single curve could be explained by the following assumptions:

- the activity of manganese in the sulphide is not proportional to its contents in the sulphide;

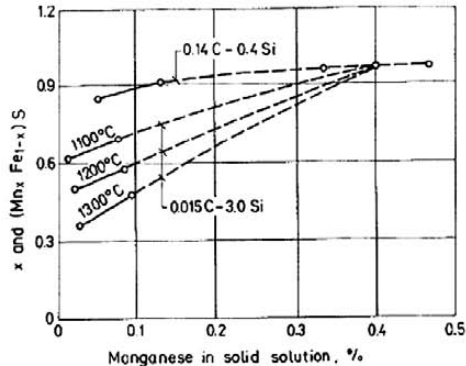


Figure 7. Molar fraction of manganese (x) in the sulphide ($Mn_xFe_{1-x}S$) calculated from the balance of sulphur and manganese in steel and in solid solution

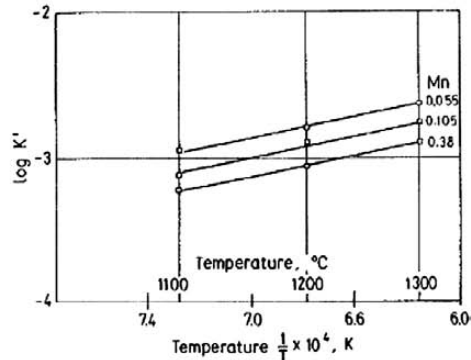


Figure 8. Dependence between the temperature and the equilibrium constant for the reaction $xMn + xS \rightarrow xMnS$

- the composition of the sulphide determined on the base of the balance of manganese and sulphur is erroneous;
- the activity of manganese in solid solution in the metal is not proportional to the manganese contents in the sulphide.

The last assumption is confirmed indirectly by the data in figure 7, which show that the diminution of the manganese contents in steel from 0.38 to 0.055%, thus a diminution for 6.91 times produces a diminution of the manganese contents in the sulphide from 60 to 23%, thus for 2.6 times. Also data in figure 8 fit this assumption acceptably.

Let us suppose that the activity of all elements in sulphide in the 0.38% Mn steel is identical to their molar concentration $a_{Mn} = x = 0.472$, $a_{Fe} = 1-x = 0.028$ and $a_S = 0.5$. This assumption is supported by the fact, that the sulphide composition is according to figure 4 by 0.38% C very near equilibrium. Let us further assume that due to lower manganese in steel the activity coefficient of this element in solid solution in the metal is above 1, and the activity is therefore higher than the concentration. This assumption is based on the fact that by decreasing manga-

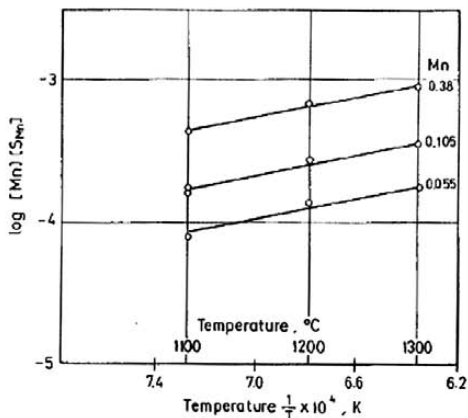


Figure 9. Solubility product $\log [Mn] \cdot [S_{sp}]$ calculated under the assumption that part of sulphur in solid solution is in equilibrium with the manganese contents in sulphide

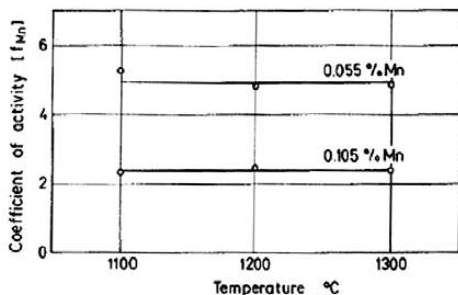


Figure 10. Relationship between temperature and activity coefficients for the 0.055 and 0.105% Mn steels

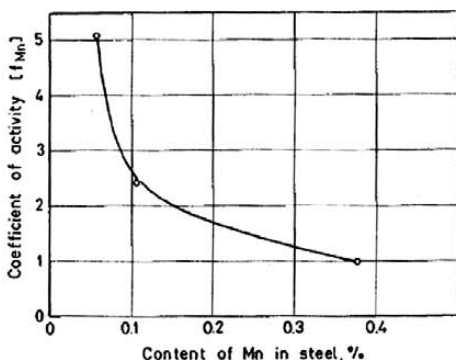


Figure 11. Influence of the manganese contents in steel on the activity coefficient of manganese in solid solution

nese in steel the manganese contents in sulphide decrease much more slowly. On the base of these two assumptions and on the base of experimental data given in transformed form in figure 9 the activity coefficient for manganese shown in figure 10 in dependence on temperature and for 2 contents of manganese was calculated. For the 0.105% Mn steel the activity coefficient of $|f_{Mn}| = 2.42$ and for the 0.055% Mn steel the activity coefficient $|f_{Mn}| = 5.11$ both independent from temperature. Figure 11 shows that the activity coefficient diminishes rapidly when the manganese contents in steel increase from 0.055 to 0.38%. If, instead of the nominal contents in steel, the activity, thus $|C_{Mn}| \cdot |f_{Mn}|$ is used a constant solubility product identical to that for the 0.38% Mn steel is obtained also for the 0.105 and 0.055% Mn steels. An identical result would be obtained also considering the activity coefficient of manganese in solution $|f_{Mn}| = 1$ and assuming that the concentration of manganese in the sulphide is not proportional to its activity.

Conclusions

1. EPMA was used for the determination of the effects of temperature and the manganese contents on the solubility of sulphur in α -phase in 3% Si steels;
2. in the range of total manganese contents of between 0.055 and 0.38% and of temperatures of between 1100 and 1300°C solubilities of sulphur from 13 to 175ppm and of manganese from 110 to 3600ppm were determined;
3. considering the total contents of sulphur and manganese in steels as well as the contents of both elements in solid solution the composition of the sulphide, which precipitated in temperature range 1100 to 1300°C was calculated. The manganese contents in the sulphide were found to be within the range of 23 to 60% depending on temperature and its contents in steel;
4. the solubility of the mixed sulphide $Mn_xFe_{1-x}S$ cannot be expressed in form of the classical solubility product $\log [Mn] \cdot [S] = A/T + B$ with $[Mn]$ and $[S]$ as mass contents of both elements in % in solid solution, which would be valuable for all manganese contents in steel. The reason is the composition of the sulphide, which depends on the manganese contents in steel and on temperature;
5. the solubility can be expressed by the classical solubility products if instead of the manganese mass contents in %, its activity is used. The activity coefficient of manganese increases from approximately 1 to 5.11 when its contents in steel are lowered from 0.38 to 0.055%;
6. by direct EPMA a significantly lower solid solubility of the sulphide $Mn_xFe_{1-x}S$ was determined than that which can be calculated from published solubility products. The lower solubility fits better than published data to the hot rolling temperature of oriented sheets and the theoretical quantity of precipitates required for the inhibition of rapidly recrystallised grain growth up to the temperature of the formation of the $\{001\} \{011\}$ texture.

(A 01 105; received: 29. May 1995)

References

- [1] *Jamamoto, T.; Taguchi, S.; Sakamura, A.; Nozawa, T.*: IEEE Trans. Magnetics Mag. 8 (1972), p. 677/85.
- [2] *Harase, J.; Shimizu, R.; Takashima, K.; Vatanabe, T.*: Trans. ISIJ 27 (1987), p. 965/73.
- [3] *Wriedt, H. A.; Hsun, H.*: Metallurg. Trans. 7A (1976), p. 711/18.
- [4] *Brozova, E.; Herko, T.; Szlauer, J.; Pacl, B.*: Hutnicke Listy (1977), No. 5, p. 344/51.
- [5] *Petrova, E. F.; Rogov, A. I.; Borisenko, B. G.; Potrenko, A. G.; Kononov, A. A.; Skvarzman, L. A.*: Metall (1976), No. 5, p. 137/42.
- [6] *Zidek, A.; Sobecka, E.*: Hutnicke Listy (1977) No. 5, p. 340/44.
- [7] *Mogunov, B. M.; Yarcman, L. A.; Kononov, A. A.*: Metall (1982), No. 2, p. 104/09.
- [8] *Vodopivec, F.*: Oriented electric sheets; Report of the Institute of Metals and Technology, 1989, No. 89-039/I.
- [9] *Vodopivec, F.; Torkar, M.*: Mem. Sci. de la Rev. Met. 79 (1982), p. 557/67.
- [10] *Vodopivec, F.*: Electron probe microanalysis in range of low concentrations, Proc. 5th Yugoslav. conf. on electron microscopy, 27.-30. May 1986, Plitvice, Yugoslavia, p. 23/29.
- [11] *Vodopivec, F.; Torkar, M.; Jakupovic, M.*: Mater. Sci. Technol. 3 (1987), p. 372/77.
- [12] *Novikov, V. J.*: Acta Metall. 29 (1981), p. 883/89.

Effect of fretting amplitude on microstructure of 1C-1.5Cr steel

F. Vodopivec, J. Vižintin, and B. Suštaršič

A successive grinding technique was used to examine the changes in microstructure generated by fretting of a 1C-1.5Cr steel. The findings indicated that the white phase was precipitation hardened austenite and that it grew laterally by coalescence of initial areas of a few micrometres. Frequently, very small modifications of the initial microstructure were found near the white phase. This is explained by the small quantity of heat generated and its rapid dissipation in the steel. Similar carbide precipitates to those in the white phase were found in areas of residual austenite in rapidly solidified water atomised particles of the same type of steel.

MST/3151

© 1996 The Institute of Materials. Manuscript received 1 September 1994; in final form 6 March 1995. F. Vodopivec and B. Suštaršič are in the Institute of Metals and Technology, Ljubljana, Slovenia, and J. Vižintin is in the Faculty of Mechanical Engineering, University of Ljubljana, Slovenia.

Introduction

In previous articles, data on the friction coefficient, the shape and the morphology of the worn area, and the dependence of the fretting test parameters were described^{1,2} and a summary of a microstructural investigation reported.² In this paper a more detailed description of the changes in the microstructure caused by the heat generated in the region of the worn area is given. Emphasis is given to the tempering and transformation phenomena (which explain the change in the initial microstructure), the temperature difference between the affected and non-affected steel, the nature and the growth of the 'white phase', and the cooling rate in the affected steel. In Refs. 3-8 temperatures in the range 500-1250°C were reported for the steel in the fretting area. By measuring with a special device, a temperature of 1050°C was established in Ref. 9. However, there is insufficient microstructural confirmation of the temperatures, and experimental observations of the changes of the steel microstructure during fretting are scarce. The aim of the present work is to present and discuss experimental data in order to understand the changes in microstructure for a 1C-1.5Cr steel. The formation and the growth of microcracks, which were also found in the heat affected area, will be presented in a separate paper.

Experimental

Details of the fretting test used are described in Refs. 1 and 2. The test consisted of a fretting motion of a ball on a flat specimen, both from the same Fe-1.1C-0.315Si-0.35Mn-0.004P-0.002S-1.45Cr ball bearing steel heat treated to give the same microstructure and hardness of 62-63 HRC. The testing conditions were as follows: load applied on the ball 100 g; frequency 50 Hz; testing temperature 50°C; number of cycles 280 000; air atmosphere; and amplitudes of 5, 15, 50, and 75 µm. Microstructural examinations were performed on flat specimens. Surface layers of thickness 3-7 µm were ground off carefully, then surface polished and nitric etched, and the microstructure then examined using optical and scanning electron microscopy. The content of chromium in the segregation bands was determined by electron probe microanalysis.

Results from only four of the specimens submitted to the fretting tests are presented here because microstructural examinations showed that the formation and growth of the white phase could be investigated by increasing the fretting

amplitude and keeping the other test conditions constant.

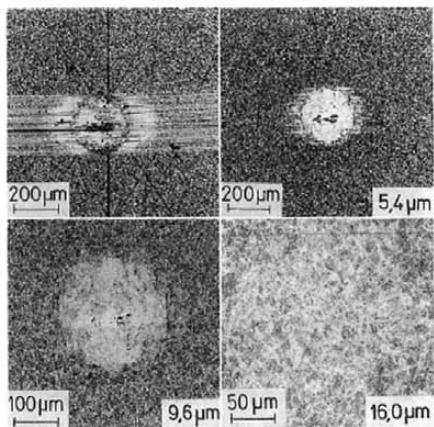
The cooling rate, which would produce in the worn area the same degree of modification of microstructure, was evaluated by investigation of the microstructure of particles manufactured by water atomisation of steel of the same composition.

Results

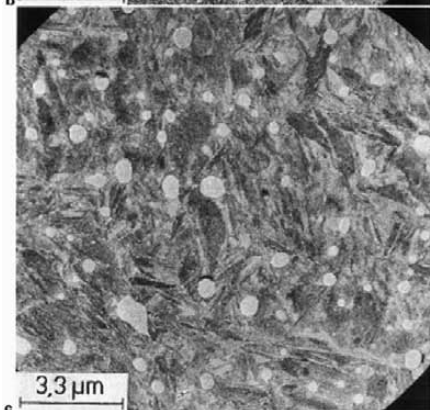
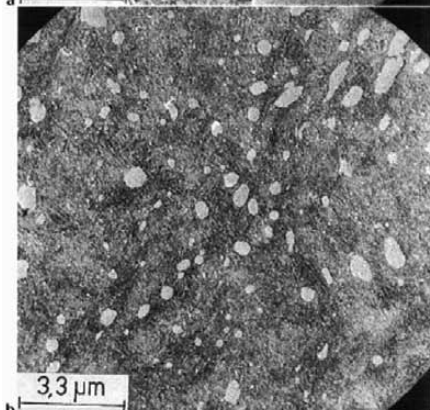
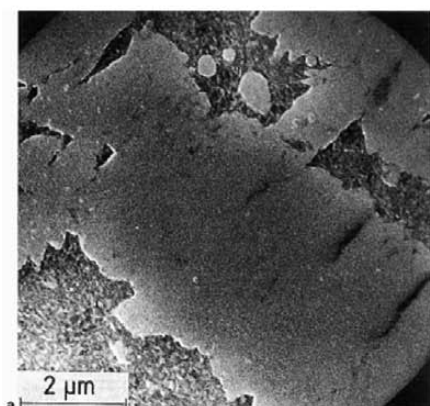
MICROSTRUCTURE ON AND BELOW WORN AREA

Specimen A: fretting amplitude 5 µm

Figure 1 shows the worn area and the microstructure at increasing distance below the initial (contact) surface. After grinding off a layer of steel of thickness 5.4 µm the heat affected white area is virtually circular with elongations in the form of short pointed laths. These show changes of microstructure as a result of the increase of temperature caused by particles of metal being torn off the specimen

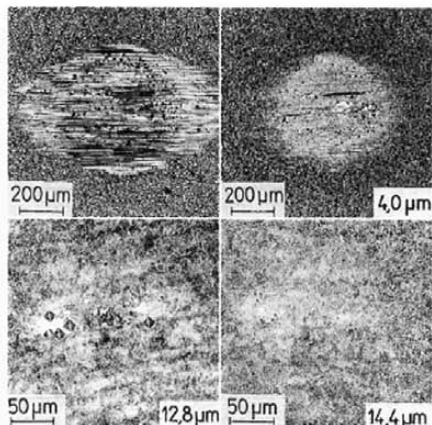


1 Micrographs of contact surface and at increasing distance from contact surface for specimen A, fretting amplitude 5 µm: upper left picture shows contact area, upper right picture shows white heat affected area



a area of white phase and tempered martensite; b tempered martensite near boundary of heat affected area; c initial microstructure: martensite and non-dissolved carbide particles

2 Micrographs of specimen A, fretting amplitude 5 μm



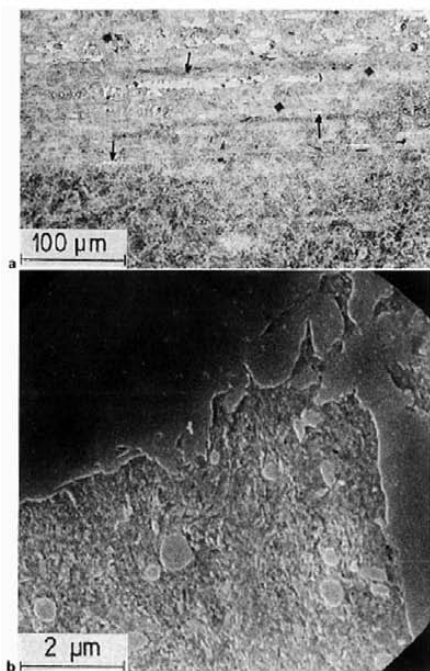
3 Micrographs of contact surface and at increasing distance from contact surface for specimen B, fretting amplitude 15 μm: upper left picture shows contact area, upper right picture shows heat affected area

and rolled between the contact surfaces by the fretting motion. The microstructure of the white area consists of an irregular central island of a white phase embedded in a matrix in which differences in grey coloration reveal different microstructures.

At high magnification the white phase, which is found in the central island of irregular shape, shows a microstructure with a homogeneous matrix and small precipitates which has a sharp boundary between it and the neighbouring microstructure (Fig. 2a). This consists of martensite tempered at a temperature of around 700°C and shows fine carbide particles produced by the tempering as well as coarser non-dissolved carbide particles (Fig. 2b) of the same shape and size as in the initial microstructure (Fig. 2c). In the heat affected area different stages of tempering were found, up to complete spheroidisation: i.e. a microstructure of carbide particles embedded in ferrite. At the periphery of the white area, numerous microcracks concentric with the curved boundary are found (Fig. 1). The initial size of the white area on the surface was 240 μm, and the depth of the changed microstructure from the surface was less than 20 μm.

Specimen B: fretting amplitude 15 μm

Figure 3 shows the area of the heat affected microstructure at increasing distance from the initial surface. White phase islands in the form of wormlike bands of different size are located over the whole discoloured area (Fig. 4a). At higher magnification an identical microstructure is found in the white phase to that in specimen A: a homogeneous matrix with small carbide precipitates which has a sharp boundary between it and the surrounding microstructure of tempered martensite (Fig. 4b). The microstructure of the affected area shows that the wear damage on specimen B was very probably caused by the fretting motion of several small particles torn from the specimen, which produced localised flash overheating. For that reason, and as shown in Fig. 4a, the modification of the microstructure in the affected area was smaller than that observed for specimen A, indicating that the average temperature in this area was lower than for specimen A. This also indicates a more progressive decrease of temperature towards the non-affected steel with the microstructure shown in Fig. 2c. Electron probe



a part of heat affected area, islands of white phase are indicated with arrows; b area with white phase and tempered eustenite

4 Micrographs of specimen B, fretting amplitude 15 μm

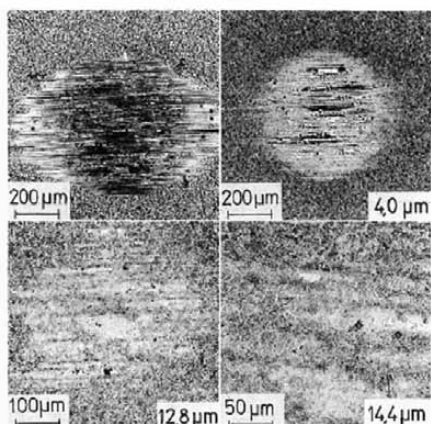
microanalysis on the bright bands in Fig. 4a revealed an enrichment in chromium and manganese, which is evidence of dendritic segregation which occurred during the solidification of the steel and became elongated during the hot rolling.

Specimen C: fretting amplitude 50 μm

The size and shape of the affected area of microstructure at increasing distance from the contact surface (Fig. 5) were similar to those observed for specimen B. Careful observation of Fig. 5 reveals, however, that the wear damage in the form of pits is situated primarily in the islands of white phase which mostly formed in the bright bands of microstructure which were shown by electron probe microanalysis to have a segregation of chromium up to twice the average content in the steel. Consequently, it seems that the white phase started to form in the segregation bands either because of a slight difference in hardness or because of the lower $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation temperature, since carbon is cosegregated with chromium and lowers the A_{c3} temperature.

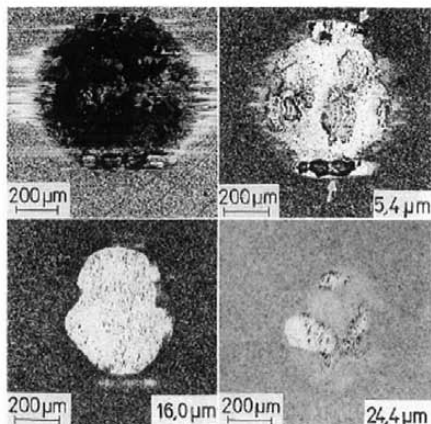
Specimen D: fretting amplitude 75 μm

The wear damage was much greater than on specimens A, B, and C (Fig. 6). Defects in the form of pits and microcracks of varying widths and depths were distributed over the whole white phase area. The maximum depth of the pits was 16 μm, while microcracks orthogonal to the fretting motion were observed up to a depth of 27 μm. After the first grinding, two protrusions connected by a

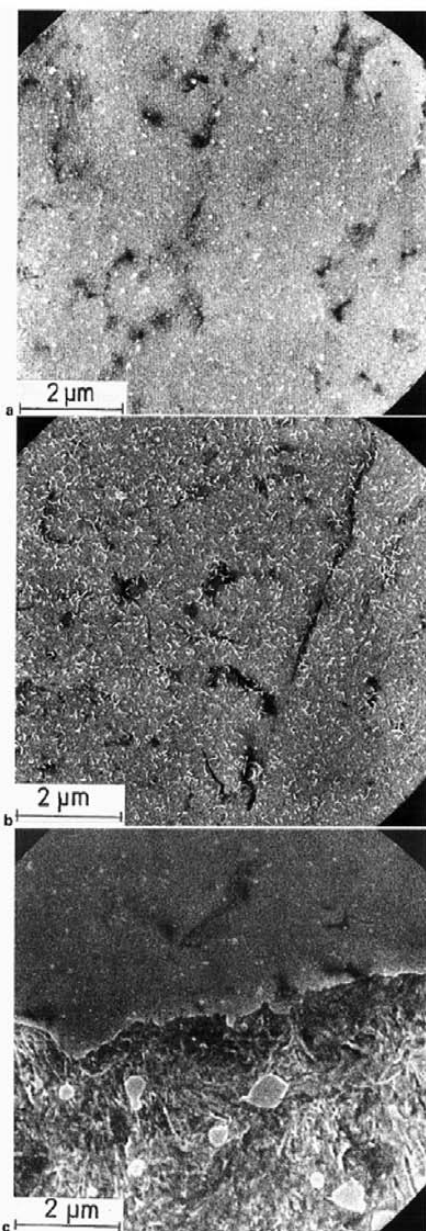


5 Micrographs of contact surface and at increasing distance from contact surface for specimen C, fretting amplitude 50 μm; upper left picture shows contact area, upper right picture shows heat affected area

planar border with the initial microstructure appeared on both sides of the ellipsoidal heat affected area. In the area of the protrusions the wear damage was of a different form to that in the main white phase area. At high magnification the protrusions appeared whiter and the transition boundary with the steel matrix, with virtually unchanged microstructure, was steplike. At greater depth the protrusions were separated from the elliptical white area by a narrow region of steel with a slightly changed initial microstructure. At still greater distance from the surface the white area broke up into three parts. At a depth of 32 μm a band of white phase of length ~120 μm and width of 10 μm with a steplike boundary towards the matrix microstructure was still observed.



6 Micrographs of contact surface and at increasing distance from contact surface for specimen D, fretting amplitude 75 μm; upper left picture shows contact area, upper right picture shows heat affected area with protrusions indicated by arrows



a white phase showing equiaxed carbide particles; b white area showing rodlike carbide particles; c boundary of white phase

7 Micrographs of specimen D, fretting amplitude 75 μm

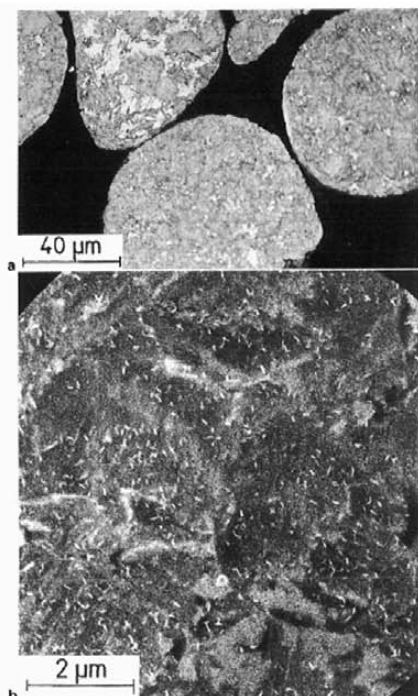
The microstructure of the white phase consisted of a homogeneous matrix without grain boundaries and numerous equiaxed precipitates of size $<0.05 \mu\text{m}$ (Fig. 7a). More rarely, rodlike precipitates (Fig. 7b) and precipitate free areas were observed. A hardness in the range 1000–1050 HV5 was measured in the white phase, which is in good agreement with the data in Ref. 8. The hardness of the initial microstructure of tempered martensite was in the range 800–850 HV5. Generally, the boundary between the white phase and the matrix microstructure was abrupt (Fig. 7c). The great difference in microstructure, namely a matrix with tempered martensite with non-dissolved carbide particles and, in the white phase, a dispersion of precipitates smaller by more than one order of magnitude in a uniform matrix, showed the great difference in temperature experienced over a distance of some micrometres. The microstructure showed that the temperature in the matrix in contact with the white phase was below 748°C, which is given in Ref. 10 as the A_{c1} temperature for the steel used in the present work.

Discussion

Four specimens tested under different fretting amplitudes were investigated. Variations in the microstructure of the volume of steel affected by the heat generated by the fretting test, were observed. The common characteristics were as follows:

- (i) an area of white phase with a hardness in the range 950–1050 HV5 and up to 200 HV5 above the initial hardness of the steel
- (ii) the diameter of the heat affected surface was larger than its depth, the ratio being $\geq 10:1$
- (iii) an irregularly shaped white phase area and a small area of heat affected microstructure on specimen A, wormlike formations on specimens B and C, and a relatively large area on specimen D
- (iv) the transition from the white phase to the matrix metal was abrupt. The microstructure of the matrix near the boundary with the white phase showed differing levels of tempering of martensite, from complete spheroidisation with carbide particles of size $\sim 1 \mu\text{m}$ in a matrix of ferrite to a lightly tempered martensite with a well defined lath matrix and carbide precipitates of $<0.05 \mu\text{m}$
- (v) in virtually all cases, the microstructure of the white phase was identical and showed a homogeneous matrix with a dense dispersion of carbide precipitates of $<0.05 \mu\text{m}$. Infrequently, rodlike precipitates and precipitate free areas were found
- (vi) the white phase appeared first in segregation bands, which have a chromium content of approximately twice the average content in the steel.

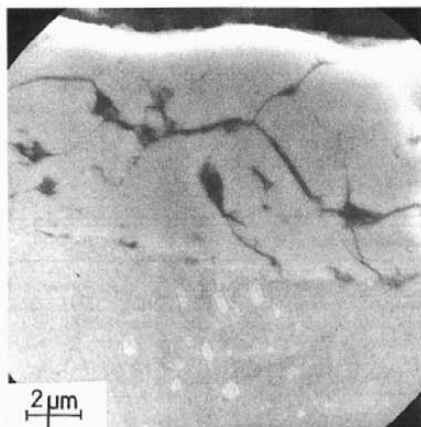
To fully explain the nature of the white phase, the local heating temperature and quenching rate required to produce the same microstructure must be determined. A powder of the steel used was produced by water atomisation and its microstructure examined. Figure 8a shows that the microstructure of the powder particles of $\sim 50 \mu\text{m}$ in size consisted of martensite and a significant quantity of a white phase, which was identified by X-ray diffraction as retained austenite. As shown in Fig. 2a the microstructure of this phase consisted of a homogeneous matrix and precipitates of $<0.05 \mu\text{m}$ in size, i.e. a microstructure very similar to that in some areas of the white phase on the specimens subjected to fretting. It thus seems justified to conclude that the white phase formed during the fretting tests (not the white area) consisted of dispersion hardened retained austenite. It is thought that the high hardness may be due partially to precipitation hardening and partially to internal



a martensite and residual austenite; b mostly rodlike carbide particles in mixed matrix of martensite and residual austenite
8 Section of water atomised particles from 1C-15Cr ball bearing steel

stresses generated by the fast cooling, since austenite has a smaller temperature extension coefficient than the surrounding ferrite matrix. Such stresses produced the microcracks in the white phase which are shown on the section of the fretting specimens (Fig. 9). This suggestion does not agree with earlier explanations that the white phase was a dispersion hardened ferrite.⁸ Data in Ref. 9 show that the carbide particles found in the initial microstructure dissolve in austenite above 1000°C. No such particles were found in the white phase regardless of its shape and size which suggests that in the areas of white phase the steel had been heated to a temperature above 1000°C.

The question arises as to the difference in temperature between the white phase and the matrix, which existed in areas such as those shown in Fig. 7c, where the degree of tempering of martensite was smaller than in areas exhibiting a microstructure like that shown in Figs. 2a and 4b. In all these cases the microstructure showed that the steel had not been heated above the A_{c1} temperature, since no signs of the ferrite (martensite) to austenite transformation were seen outside the white phase. Assuming that the temperature in areas such as those in Figs. 2a and 4b was maximally at the A_{c1} level of 748°C and that the temperature was lower in areas having the microstructure shown in Fig. 7c, the change of temperature at the boundary of the white phase and matrix microstructure was ≥ 250 K. The higher temperature of the white phase and the drop of temperature at its boundary must be accounted for. First, however, the formation and growth of the white phase must be explained.



9 Section of specimen D, fretting amplitude 75 µm, showing microcracks in layer of white phase

It must be established whether it formed by a gradual increase of temperature over the whole area shown (top right of Fig. 6) or grew by coalescence of smaller islands.

To determine this the shapes of the white phase areas in the investigated specimens were considered. With increasing fretting amplitude the quantity of the white phase in the heat affected area increased by formation and growth on new isolated points where the high temperature required for the formation of the white phase was generated. It seems logical to also conclude that on specimen D the white phase started to form on several isolated points in the initial stages of fretting, and that prolonging the testing enabled single islands to grow by coalescence into the large single area. A considerable drop of temperature occurred at the boundary of the white phase. The small depth of the affected volume of metal, as well as the abrupt boundary of the white phase, showed that the heat generated by single flashes was small, being limited to volumes of the order of a few cubic micrometres, which may correspond to the size of the smallest islands of white phase shown in Fig. 4a. The white phase clearly grows much faster nearer the surface rather than in the body of the specimen. A logical explanation for this is that the generated heat was dissipated very quickly in the surrounding matrix, producing slight tempering, and that the white phase area grows by coalescence of single, isolated areas produced by heat flashes. Considering all the findings it also seems that all the previously formed white phase was maintained close to the maximum temperature during the test. If not, a significant difference in the size of carbide precipitates would be expected between the initial and final stages of growth. It is suggested that the difference in temperature caused a significant difference in the local value of the wear coefficient over the area of the fretting motion, with a small wear coefficient existing in the hot areas and a larger wear coefficient existing away from them. This would explain the coalescence of single, isolated areas of white phase and their faster growth laterally than into the depth of the specimen during the test.

The cooling rate, which allows the formation of the white phase, can be evaluated from the microstructure of the water atomised particles of the steel. In areas of retained austenite rodlike precipitates were observed (Fig. 8b). Careful examination of the white areas also revealed small equiaxed particles, i.e. a microstructure very similar to that

of the white phase. It was concluded that the white phase was formed at a cooling rate similar to or greater than the cooling of the water atomised particles. From data in Ref. 11 solidification cooling rates in the range 4×10^4 – 1.6×10^5 K s⁻¹ were calculated for water atomised particles of 50 µm in size. Although a direct transposition from solidification to the transformation cooling rate is not possible, it seems safe to conclude that the cooling rate that produced the microstructure found in the white phase was 10^3 – 10^4 K s⁻¹.

Conclusions

1. It is suggested that the white phase consists of precipitation hardened retained austenite. The hardness may also be partly due to the stresses caused by the difference in the expansion coefficient between that of the white phase and that of the matrix.

2. The cooling rate, which produces the microstructure found in the white phase is concluded to be 10^3 – 10^4 K s⁻¹.

3. In some places the microstructure shows a difference of temperature of more than 250 K on the boundary between the white phase and the matrix.

4. From observations of the formation of the white phase under conditions of increasing amplitude, it seems that this phase grows by coalescence of single areas of a few square micrometres in size.

5. These areas form by local flashes of temperature and occur faster in bands with segregation of chromium. Very

short flashes generate a small quantity of heat which is rapidly dissipated in the matrix. This allows a growth of the white phase, which is much faster on the contact surface than in the body of the specimen, explains the large ratio of diameter to depth of the white phase observed in all the specimens tested.

6. The predominantly surface growth of the white phase is also explained by a difference in the friction coefficient over the length of the fretting motion.

References

1. J. VIZINTIN and F. VODOPIVEC: *Kovine, zlitine, tehnol.*, 1993, **27**, 185–190.
2. J. VIZINTIN, M. KALIN, B. PODGORNIK, and F. VODOPIVEC: submitted to *Tribotest*.
3. E. S. SPROLES and D. J. DUQUETTE: *Wear*, 1978, **47**, 387–396.
4. V. V. KOVIRLEVSKI: *Wear*, 1981, **67**, 271–285.
5. M. H. ATTIA and P. L. KO: *Wear*, 1986, **111**, 363–376.
6. F. E. KENNEDY, Jr: *Wear*, 1984, **100**, 453–476.
7. B. J. GRIFFITHS: *J. Tribology*, April 1985, **107**, 165–171.
8. J. DOBKOMIRSKI and I. O. SMITH: *Wear*, 1987, **111**, 347–357.
9. H. USAMI, K. FUNABASHI, and T. NAKAMURA: in Proc. 'Eurotrib 1993', (ed. M. Kozma), Budapest, Hungary, August–September 1993, Hungarian Chemical Society, Vol. 3, 440–445.
10. G. BERGER: 'La dilatométrie différentielle appliquée à l'étude des aciers', 1965, Paris, Dunod.
11. B. SUŠTARŠIČ: 'Properties of metal powder manufactured by water atomisation', MSc thesis, University of Ljubljana, 1993.



Untersuchung von Rissen und Brüchen an betriebsbeanspruchten Turbinenschaufeln

Von F. Vodopivec¹, V.S. Vrblic², B. Ule¹, J. Zvokelj¹ und L. Vehovar¹

Untersuchungen

Folgende Tests und Untersuchungen wurden durchgeführt:

- chemische Analyse des Stahls,
- Bestimmung der mechanischen Eigenschaften und der Bruchzähigkeit,
- Feingefügeuntersuchung,
- Untersuchung der Grob- und Feingefügeausbildung der Rib- und Bruchoberflächen, die während des Betriebs entstanden sind oder im Labor simuliert wurden und
- Analyse und Quantifizierung einiger Elemente auf der Riboberfläche mit typischer Grob- und Feingefügeausbildung.

Die chemische Analyse wurde mit Hilfe eines ARL-Quantometers (ARL = Applied Research Laboratories) durchgeführt. Sämtliche Proben für die chemische, Gefüge- und mechanische Untersuchung wurden vom Fuß oder aus unmittelbarer Nähe des Schaufelfußes entnommen. Die Proben für die mechanische Untersuchung wurden parallel zur Schaufelachse bearbeitet. Bei den Proben zur Ermittlung der Kerbschlagzähigkeit befand sich die Kerbe, ähnlich wie bei den Rissen, rechtwinklig zur Schaufeloberfläche. Die Bruchzähigkeit wurde an zylindrischen Spannungsproben mit einer Umfangskerbe gemessen, bei denen ein Rib durch Dauerschwingungsversuch, wie in [1 und 2] beschrieben, erzeugt wurde. Die Untersuchungswerte zur Kerbschlagzähigkeit (K_{IC}) entsprachen weitestgehend den Ergebnissen der Gleichung $K_{IC} = 0,0717 R_F$ für Sprödstahl, wobei R_F , wie in [3] vorgeschlagen, als Fließgrenze eingesetzt wurde.

Das Feingefüge des Stahls wurde visuell und mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops (REM) untersucht, und mit zwei Wellenlängen dispersiven Spektrometern konnte auch die Verschmutzung der Bruchflächen bestimmt werden.

Stahlzusammensetzung

Die Zusammensetzung der Legierungselemente und Verschmutzungen, die in zehn ribbehafteten oder gebrochenen Schaufeln gefunden wurden, ist in Tafel 1 aufgelistet. Alle Teile wurden aus dem gleichen martensitischen Chrom-Stahl X 21 Cr MoV 12 1 gefertigt, und sämt-

liche Legierungselemente lagen größenordnungsmäßig im vorgegebenen Rahmen. Nach einheitlicher Wärmebehandlung sind keine nennenswerten Unterschiede hinsichtlich der mechanischen Stahleigenschaften zu erwarten.

Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften von zehn Schaufeln sind in Tafel 2 dargestellt. Einige Eigenschaften, besonders die Elastizitätsgrenze und die Kerbschlagzähigkeit, variieren erheblich, dennoch liegen die Werte oberhalb der vom Käufer geforderten Grenzen, der einen Mindestwert der Kerbschlagzähigkeit von 15 J spezifiziert hatte. Die Auswertung zahlreicher Prüfberichte hat gezeigt, daß nur in einigen wenigen Fällen eine Kerbschlagzähigkeit > 24 J erzielt wurde.

Schauferisse und -brüche

In der ersten Schaufelnut wurden drei unterschiedliche Rib- und Bruchausbreitungen festgestellt:

- einige Brüche, die während des Betriebs in der ersten Schaufelnut an der Abström- kante und in der Regel 30 bis 50 mm von dieser Kante entstanden sind und
- Brüche von ribbehafteten Schaufeln in der ersten Schaufelnut mit (Bild 1 und 2) oder ohne (Bild 3 und 4) ursprünglichem Rib.

Bei einigen der im Betrieb gerissenen Schaufeln wurden die Riboberflächen zu Untersuchungszwecken im Labor aufgebrochen. Dieses Verfahren wurde in der Regel nach Abkühlung mit flüssigem Stickstoff durchgeführt.

Die grobe Gefügeausbildung und die geöffneten Riboberflächen ließen auf drei unterschiedliche Ribausbreitungen im Betrieb schließen:

Tafel 2. Mechanische Stahleigenschaften.

Elastizitätsgrenze R_E	N/mm ²	758 — 985
Zugfestigkeit R_m	N/mm ²	941 — 1037
Dehnung	%	20 — 15
Flächenverringerng	%	50 — 40
Kerbschlagzähigkeit	J	43,6 — 14
Bruchzähigkeit	MNm ^{-3/2}	116,2 — 61
Untersuchungswert		133,2 — 58,6
Berechnung		

¹ Professor Dr. F. Vodopivec, Assistenzprofessor Dr. B. Ule, Dipl.-Ing. J. Zvokelj und Professor Dr. L. Vehovar, Institute of Metals and Technologies, Lubljana/Slowenien.

² Dipl.-Ing. V.S. Vrblic, Electric Power Work Nikola Tesla, Obrenovac/Jugoslawien.

Einleitung

Im vorliegenden Beitrag werden die Ergebnisse der mechanischen und fraktographischen Untersuchungen zusammengefaßt, die an Brüchen von ND-Schaukeln einer 300-MW-Dampfturbine durchgeführt wurden. Die ribbehafteten Turbinenschaufeln wurden teilweise während Revisionen und teilweise nach Turbinenversagen entnommen, im Gegensatz zu den gebrochenen Schaufeln, die ausnahmslos nach Turbinenausfall ausgebaut wurden.

Tafel 1. Chemische Stahlzusammensetzung von 10 Schaufeln.

chemisches Element	Anteil in %
Kohlenstoff	0,19 — 0,23
Chrom	11,84 — 12,30
Molybdän	0,80 — 0,90
Vanadium	0,21 — 0,35
Mangan	0,41 — 0,72
Silicium	0,200 — 0,430
Nickel	0,490 — 0,700
Schwefel	0,003 — 0,017
Phosphor	0,019 — 0,21

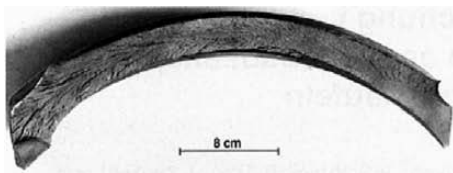


Bild 1. Bruch der Schaufel 442, die nach Turbinenversagen aus der Scheibe entnommen wurde. Der ursprüngliche Rißbereich liegt auf der rechten Seite.

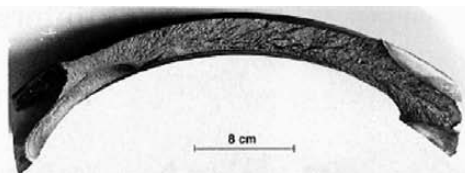


Bild 2. Bruch der Schaufel 447, die nach Turbinenversagen aus der Scheibe entnommen wurde. Der ursprüngliche Rißbereich liegt auf der linken Seite.



Bild 3. Bruch der Schaufel 379, die nach Turbinenversagen aus der Scheibe entnommen wurde.

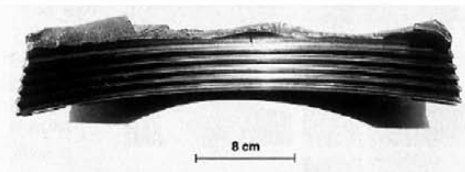


Bild 4. Profil des in Bild 3 dargestellten Schaufelbruchs.

- Oberflächen, die nahe am Ausgangspunkt des Risses keine Schwingungsstreifen aufweisen, aber solche Streifen auf dem verbleibenden Riß zeigen (Bilder 2 und 5),
- Rißoberflächen ohne Schwingungsstreifen (Bild 6).

In allen Fällen wurden die Risse in der ersten Fußnut durch Lochkorrosion (Bild 7) ausge-

löst, wobei die Tiefe und der Durchmesser einiger Löcher nicht mehr als 0,5 mm betragen.

Zwei rißbehaftete und drei unbeschädigte Schaufeln versagten während des Turbinenschadens oder kurz vor Eintritt des Schadensereignisses. Von diesen Schaufeln konnte für Untersuchungszwecke lediglich der Teil entnommen werden, der in der Turbinenscheibe verblieben war.

In den Bildern 1 und 2 werden die Bruchoberflächen der rißbehafteten Schaufeln dargestellt, die kurz vor oder während des Turbinenschadens gebrochen sind. In Bild 1 ist der Riß in der ersten Fußnut bei einer Entfernung von ungefähr 40 mm von der Abströmkannte aufgetreten. Der Riß hat sich bis zu einer Länge von ungefähr 70 mm parallel zur Arbeitsfläche ohne Anzeichen von Schwingungsstreifen ausgebreitet. Der spontane Schaufelbruch breitete sich entgegen der durch die Gefügelinien angezeigten Richtung aus. Die Linien, die die Spitzen der Gefügelinien miteinander verbinden, entsprechen ungefähr den Mittellinien der Schaufeln und deuten auf eine symmetrische Befestigung der Schaufel in der Scheibe hin. In Bild 2 wird ein während des Betriebs entstandener Bruch mit einem elliptischen Riß auf der Arbeitsfläche und dem Rißausgang ungefähr 50 mm von der Abströmkannte dargestellt. Auf weiten Teilen der Rißoberfläche sind Schwingungsstreifen feststellbar. Die Linie, die die Spitzen der Gefügelinien miteinander verbindet, ist asymmetrisch und weist auf eine eben solche Verbindung der Schaufeln in der Turbinenscheibe hin.

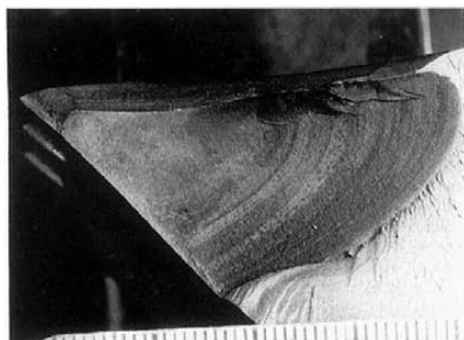


Bild 5. Rißoberfläche der Schaufel 436.

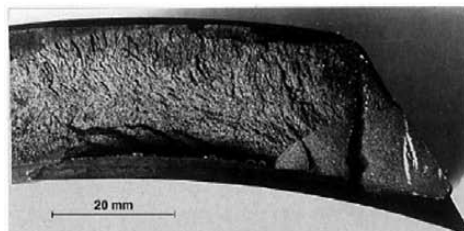


Bild 6. Teil der Oberfläche des Risses von Schaufel 450.

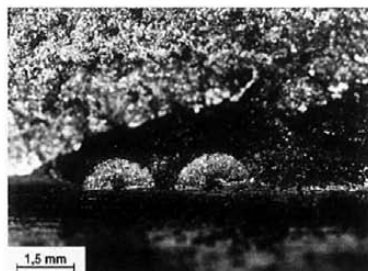


Bild 7. Bruchbeginn auf Schaufel 450.

Die kritische Größe der Rißentwicklung bei unterschiedlichen Belastungsstufen wurde mittels Gleichung (4) für die in Bild 1 und 2 dargestellten Schaufeln berechnet:

$$c_{cr} = K^2_{IC} (\sigma^2 - 0,212 R^2_{FE} / R^2_{TE}) / (1,2 \pi R^2_R)$$

wobei

$$\sigma = 1,1016 \text{ für ein angenommenes Verhältnis der Achse des elliptischen Bruches } a/b = 0,32$$

R_{FE} = Elastizitätsgrenze und

R_R = statische Beanspruchung in der Schaufel

In Tafel 3 sind die berechneten kritischen Rißgrößen unterschiedlicher statischer Beanspruchungen sowie die Rißgröße in den Schaufeln 442 und 447 dargestellt. Nach Aussage des Turbinenherstellers liegt die statische Beanspruchung in der ersten Fußnut, in der beide Risse aufgetreten sind, zwischen 144 und 699 N/mm². Es ist klar, daß selbst bei Verachlässigung der dynamischen Beanspruchung die Größe der ursprünglichen Risse ausreichte, um einen Schaufelbruch während des Betriebs auszulösen. Daher war aufgrund der geringen Bruchzähigkeit die normale betriebliche Belastung ausreichend, um eine instabile Ausbreitung bestehender Risse auszulösen, die im spontanen Bruch beider Schaufeln endete. Diese Schaufeln befanden sich in unmittelbarer Nähe der Turbinenscheibe, was zu einem Ungleichgewicht im Turbinenrotor und zu einer Art Kettenreaktion bis zum vollständigen Versagen der Turbine führte.

Die Schaufeln 379 und 434 sind ein Sonderfall. Beide Schaufeln waren in der ersten Fußnut ohne vorhergehenden Riß aufgrund stabiler Ausbreitung gebrochen. Der Bruch beider Schaufeln ist sehr ähnlich, daher wird lediglich ein Schaden detailliert beschrieben.

Tafel 3. Kritische Rißgrößen.

Schaufel-Nr.		442	447
Elastizitätsgrenze R_{FE}	N/mm ²	811	758
Bruchzähigkeit K_{IC}	Nmm ^{-3/2}	2296	3674
kritische Tiefe des ursprünglichen Fisses (a_{cr})	mm		
statische betriebliche Belastung (R_R)	N/mm ²		
144		81,4	208,7
283		20,7	52,9
355		13,05	33,2
610		4,1	10,4
Größe des tatsächlichen Fisses (Tiefe) (a_{gr})		18,0	11,5
Länge (b_{gr})		33,0	40,0

Die Bruchoberfläche ist in Bild 3 und das Profil in Bild 4 dargestellt. Da dem Bruch kein Riß vorausgegangen war, kann auf einen spontanen Bruch in der Turbine geschlossen werden. Die sorgfältige Untersuchung der Bruchoberflächen zeigt mehrere besondere Bereiche, die durch maximale Beanspruchungen in Richtung der Schaufelachse hervorgerufen worden waren. Der erste Bereich, der in Bild 3 mit I markiert wurde, wird durch ein enges Segment auf der Arbeitsfläche der Schaufel dargestellt mit einem Abstand zwischen 80 und 190 nm von der Austrittskante. Wie später noch gezeigt wird, ist die Oberfläche in diesem Bereich durch zähen Bruch gekennzeichnet. Im Bereich II entspricht die Gefügeausbildung weitestgehend Bereich I, und die Oberfläche ist ungefähr 40° zur Schaufeloberfläche geneigt. Der Bruch im Bereich III ist rechtwinklig zur Schaufelachse, und wie in Bild 4 dargestellt, folgt der Bruch der ersten Fußnut. Der Bruchausgangspunkt im Bereich III liegt in der Ecke zwischen den Bereichen I und II. Im Bereich III handelt es sich um einen spröden, trans-/interkristallinen Mischbruch (I-T-Riß). Die unterschiedliche

Bruchausbreitung im Gegensatz zu Bereich I kann durch die unterschiedliche Schaufeldicke erklärt werden. Für die Bruchausbreitung bei glatter Beanspruchung, die den Bruch im Bereich III hervorgerufen hat, muß folgende Bedingung erfüllt sein: $B \geq 2,5 \times (K_{IC}/R_{FE})^2$ wobei B der Schaufeldicke entspricht (4). Wenn die festgestellten Werte der Bruchzähigkeit ($K_{IC} = 74,5 \text{ MNm}^{-3/2}$) und die Elastizitätsgrenze ($R_{FE} = 837 \text{ N/mm}^2$) eingesetzt werden, so läßt sich berechnen, daß die Bedingungen für eine reine Spannungsrißausbreitung durch $B > 19,8 \text{ mm}$ erreicht werden. In Bild 7 beträgt die Schaufeldicke im ursprünglichen Punkt der Ausbreitung von Bereich III 18 mm, d.h. weitestgehende Übereinstimmung mit den Berechnungsergebnissen. Der Bruch von Schaufel 434 verlief sich ähnlich, lediglich im letzten Teil der Ausbreitung veränderte er sich zum Blatt mit geringerer Dicke, was gemäß oben aufgeführter Berechnung einem großen Teil an Scherbruch entsprach.

Bei den Brüchen der Schaufeln 379 und 434 wurde keine Biegespannung aufgrund von Schaufelanstreifungen gefunden. Aus diesem Grunde kann angenommen werden, daß

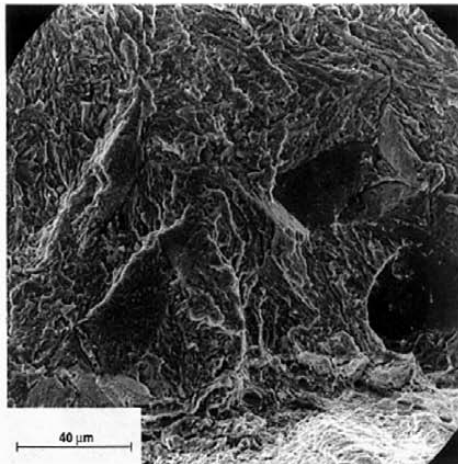


Bild 8. Oberfläche des Fisses nahe der Kornstalle in Bild 7.

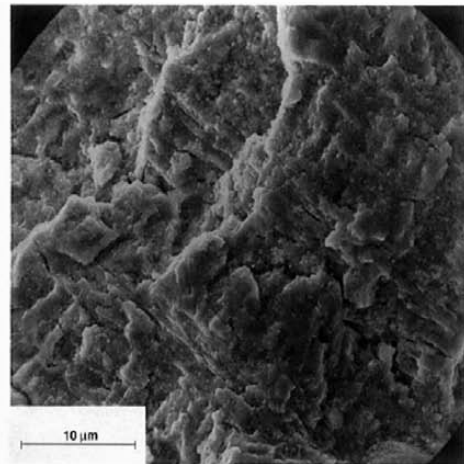


Bild 9. Rißoberfläche durch Ausbreitung bei Ermüdungskorrosion.

beide Schaufeln durch zu große Zugspannung des Stahls gebrochen sind. Die Spannungen waren wahrscheinlich durch erhöhte Zentrifugalkräfte hervorgerufen worden, die sich während des Turbinenversagens entwickelt hatten. Die Zentrifugalkräfte haben sich aufgrund der zunehmenden Bruchentwicklung der Turbinenwelle langsam gesteigert, was durch große Schwingungsstreifen auf der Bruchoberfläche deutlich wird.

Feingefügeausbildung der Brüche

Anhand der Proben, die von unterschiedlichen Teilen der gebrochenen Schaufeln und aus den Laborstücken genommen wurden, konnten verschiedene Ausbreitungsformen festgestellt werden. Da die Feinstruktur ausführlich in [6] beschrieben wird, soll an dieser Stelle nur eine kurze Zusammenfassung erfolgen.

In der Regel waren sämtliche Bruchoberflächen nahe des Bruchausgangspunktes mit Korrosionsprodukten behaftet, und selbst nach gründlicher Reinigung war es nicht möglich, mit Hilfe der REM-Untersuchung zuverlässige Details zu erkennen, die auf den auslösenden Korrosionsmechanismus hingewiesen hätten. Die einzige Ausnahme bildete die in den Bildern 6 und 7 dargestellte Probe, bei der mehrere Ribauslöser nach sorgfältiger Reinigung festgestellt werden konnten. Nahe der Lochkorrosion mit einer Größe von etwa 0,25 mm ist ein spröder trans-/interkristalliner Mischbruch (Bild 8) ohne Schwingungsstreifen zu erkennen. Die Feingefügeausbildung der transkristallinen Oberfläche ist federartig und ähnlich der Oberfläche hochfester Stähle mit erhöhtem Wasserstoffgehalt. Daraus kann geschlossen werden, daß bei Lochkorrosion die Ribbildung durch eine zu hohe Beladung des Stahls mit Wasserstoff ausgelöst wurde, der während des

Korrosionsprozesses am Lochgrund erzeugt wird.

Lochkorrosion war die Ursache aller Risse in der ersten Schaufelmit des Fußes. In einigen Fällen waren die Löcher sogar bei visueller Inspektion sichtbar, ansonsten wurden die Löcher mit entsprechender Vergrößerung sichtbar gemacht.

In allen Fällen, in denen die Reinigung der Oberfläche ausreichte, um Details der Riboberfläche zu erkennen, sah die Feingefügeausbildung der in Bild 8 dargestellten Gefügeausbildung ähnlich, d.h. spröder trans-/interkristalliner Mischbruch.

Schwingungsstreifen wurden auf Riboberflächen in einiger Entfernung vom Ausgangspunkt der Schaufeloberfläche gefunden. Das zeigt, daß zwei Mechanismen stabiler Ausbreitung beim Ribwachstum aktiv waren. Dementsprechend zeigten sich auf der Riboberfläche zwei unterschiedliche Feingefügeausbildungen. Bei reiner Ermüdung mit Streifen unterschiedlicher Breite ist die Ausbreitung transkristallin. Es scheint sicher, daß der Grund für die Ausbreitung in der Amplitude der Ermüdungsbelastung zu sehen ist, und daß große Streifen wahrscheinlich ein Hinweis auf Turbinenbetrieb mit kritischer Umdrehung sind. Im zweiten Fall zeigte die Riboberfläche bei makroskopischer Untersuchung eine deutliche Ausbreitung der Ermüdung. Bei entsprechender Vergrößerung zeigte die REM-Untersuchung, daß es sich um eine gemischte Feingefügeausbildung handelt. Sie besteht aus Gruppen von Stufen und Mikrorissen rechtwinklig zur Ausbreitungsrichtung mit abwechselnd breiteren Bändern, in denen die Oberfläche einen anderen Entwicklungsmechanismus anzeigt (Bild 9). Die Grate verlaufen parallel zur Ausbreitungsrichtung der Risse über den Stufen und Mikrorissen, rechtwinklig zur Ausbreitungsrichtung. Daraus kann geschlossen werden,

daß sich die Risse bei vorherrschender Ermüdung und/oder Korrosion ausbreiteten, also bei Korrosionsermüdung.

Am Beginn der Korrosionslöcher war der Stahl mit Wasserstoff befrachtet, der die Bruchzähigkeit verringerte, und ein inter- oder transkristalliner Rib konnte sich aufgrund dynamischer oder statischer Belastung ausbreiten. Bei fortschreitendem Korrosionsprozeß entwickelte sich der Rib nach den gleichen Mechanismen, und es wurde eine Riboberfläche ohne Streifen vorgefunden. Wenn die Korrosionsintensität verringert oder die Korrosion eingedämmt werden konnte, entwickelte sich der Rib bei ausreichender Stressamplitude wie bei reinen Ermüdungserscheinungen.

In [7] wird berichtet, daß die Anreicherung von Verschmutzungen in den ersten Kondensattropfen mehrere Größenordnungen erreichen kann. Die Löcher in der ersten Fußnut zeigen, daß die ersten verschmutzten Kondensattropfen in diesem Bereich der Schaufel auftreten, wo sie durch die statische und dynamische Belastung besonders gefährlich werden.

Spontaner Bruch während des Betriebs wurde an mehreren Schaufeln festgestellt. In Bild 10 ist die Feingefügeausbildung des Bruches der Schaufel 379 in Bereich I dargestellt (1. Schritt). Die Schaufel war ohne Rib sofort gebrochen. Die Feingefügeausbildung zeigt einen quasi-zähen Bruch unter Schubspannung mit sehr wenigen interkristallinen Einzelheiten. Die Gefügeausbildung derselben Schaufel ist im Bereich II identisch. Im Bereich III, in dem die Ausbreitung unter einfacher Dehnung stattgefunden hat, liegt ein spröder inter-/transkristalliner Mischbruch vor (Bild 11).

Eine sorgfältige Auswertung läßt darauf schließen, daß der Unterschied der Kerbschlagzähigkeit und der zunehmende Teil in transkristalliner Brüche nicht nur mit der Fein-

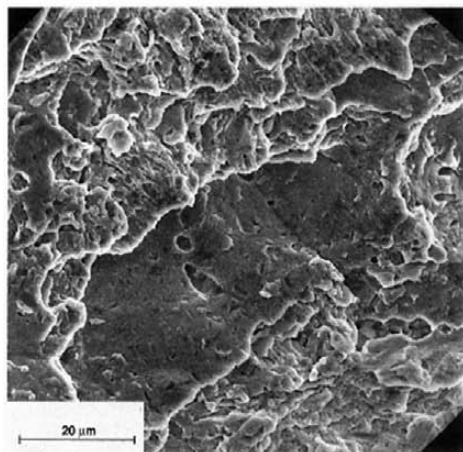


Bild 10. Bruchoberfläche im Bereich I der Schaufel in Bild 3.

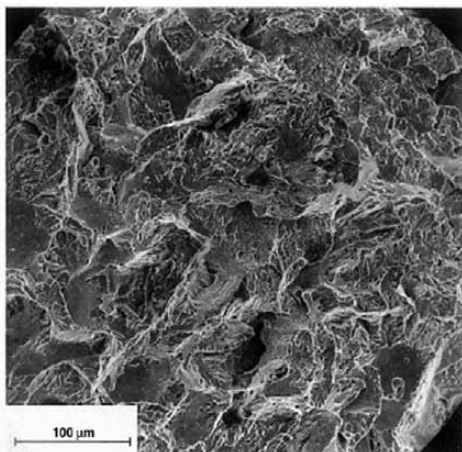


Bild 11. Bruchoberfläche im Bereich III der Schaufel in Bild 3.

gefügeausbildung erklärt werden kann [6]. Die Temperatur der Wärmebehandlung, die zum Erreichen einer hohen Elastizität bei diesem Stahl erforderlich ist, liegt im Bereich umkehrbarer interkristalliner Segregation einiger Elemente, das gilt besonders für Phosphor. Es scheint logisch, daß interkristalliner Bruch durch geringe Zähigkeit teilweise auch auf Sprödigkeit zurückzuführen ist, die durch interkristalline Segregation entsteht. Diese Vermutung wird durch die Tatsache bestätigt, daß interkristalline Facetten sehr glatt und typisch für interkristalline Sprödigkeit waren, hervorgerufen durch umkehrbare transkristalline Segregation [8].

Zusammenfassung

Es wurden die Untersuchungen beschrieben, die an rißbehaferten und gebrochenen Schaufeln aus dem Stahl X 21 CrMoV 12 1 aus dem ND-Teil einer 300-MW-Turbine durchgeführt wurden.

Untersuchungen und Ergebnisse:

— Die chemische Stahlzusammensetzung wurde an mehreren Schaufeln analysiert und lag im erforderlichen Bereich für den Werkstoff X 21 CrMoV 12 1.

Die mechanischen Eigenschaften, die ebenfalls an einigen Schaufeln überprüft wurden, lagen in einem breiten Spektrum. Die Kerbschlagkraft war gering; während der Untersuchungen wurden Werte um 20 J ermittelt. Die Bruchzähigkeit war ebenfalls sehr gering.

— Bei der Mehrzahl der untersuchten Schaufeln wurden in der ersten Schaufelnut des Fußes Lochkorrosion sowie im Betrieb gewachsene Löcher festgestellt. Die Oberfläche dieser Risse zeigte transkristalline Ausbreitung mit Streifen aufgrund von Korrosion und Ermüdungsrißausbreitung sowie inter-/transkristalline Ausbreitung in Bereichen ohne Ermüdungsanzeichen, auch an Keimflächen.

— Aufgrund der geringen Bruchzähigkeit des Stahls und der Größe der Risse in der ersten Schaufelnut wurde abgeleitet, daß spontane Brüche zuvor im Betrieb rißbehafte Schaufeln durch Zentrifugalkräfte hervorgerufen werden können.

Literatur

- [1] Wei, S.: Engineering Fracture Mechanics 16 (1982), pp. 69–92.
- [2] Chang, W.: *Ibidem* 28 (1987), pp. 241–250.
- [3] Rolfe, S.T., and Novak, S.R.: ASTM SP 463 (1970), pp. 124–159.
- [4] Barnby, J.T.: Non-destructive testing. February 1972, pp. 32–37.
- [5] ASTM E 399-81: Standard Method of Test for Plane Strain Fracture Toughness of Materials (1982).
- [6] Vodopivec, F., Ule, B., Vehovar, L., Žvokelj, J., and Vrbič, V.: Kovine Zlitine Tehnologije 28 (1994), pp. 571–577.
- [7] Bodmer, M.: Brown-Boveri Mitt. 6 (1977), S. 343–351.
- [8] Erhard, H., and Grabke, H.J.: *Željezarski Zbornik* 15 (1981), p. 149.

Evolution of substructure during continuous rolling of microalloyed steel strip

F. Vodopivec, S. Reškovič, and I. Mamuzić

With the aim of investigating the evolution of the substructure, the rolling of a steel strip containing 0.13% C, 0.75% Mn, and 0.048% Nb (all wt-%) was interrupted and the partially rolled strip water quenched. Using X-ray diffraction spectra, subgrain size and dislocation density were determined for specimens taken before and after the rolling passes. Both these microstructural characteristics were related to the rolling temperature and the amount of NbC precipitation. The distribution of precipitates was investigated via TEM. At lower rolling temperature, particles precipitated in rows in the austenite temperature range.

MST/3964

Professor Vodopivec is in the Institute of Metals and Technology, Ljubljana, Slovenia. Dr Reškovič and Dr Mamuzić are in the University of Zagreb, Faculty of Metallurgy, Sisak, Croatia. Manuscript received 25 November 1997; accepted 29 January 1999. © 1999 IoM Communications Ltd.

Introduction

A considerable number of papers have been published on subjects such as processing, microstructure, and mechanical properties of microalloyed steels, improved properties of which are obtained through precipitation and controlled rolling. The precipitation and its dependence on the processing parameters and the γ/α transformation have also been widely investigated. An overview relating chemical composition, processing, microstructure, and properties is given in Refs. 1–3. Very little attention has previously been focused on the investigation of the evolution of substructure during the continuous rolling of steel strip, probably because of the experimental complexity of trials on an industrial rolling mill. In the present work the results of such a trial are presented and discussed.

Experimental procedure

STEEL AND PROCESSING

The present investigation was performed on an Fe-0.13C-0.18Si-0.75Mn-0.02Al-0.008N-0.048Nb (wt-%) steel. Continuous cast slabs of thickness 190 mm were rolled in the temperature range 1180–1040°C to a 17 mm prestrip and then in the same heat finished in five passes to give a 2.88 mm strip with a total finishing deformation of 83.1% in the temperature range 987 to 887°C. The rolling parameters are given in Table 1.

Specimens of strip before and after the rolling passes were obtained as follows. After part of the 17 mm prestrip had been rolled to the final thickness of 2.88 mm the upper rolls of all five stands were lifted and the partially rolled strip was cooled with a jet of water at a pressure of 214 bar. The cooling rate was sufficient to reduce the strip temperature to below $\sim 500^\circ\text{C}$ in a few seconds. As far as it is possible in an industrial experiment and neglecting the austenite to ferrite and martensite transformations, the hot

deformed microstructure and substructure of austenite were frozen. The strip temperature was measured just before the rolling pass. The interpass time was calculated considering the rolling speed and the distance between the stands. An average pass time of 0.061 ± 0.005 s was also calculated.

The microstructure of the prestrip, air cooled from the prerolling finishing temperature, consisted of polygonal grains of ferrite, pearlite, and bainite and showed that austenite had been completely recrystallised before the 17 mm prestrip was entered in the first finishing pass. This conclusion can also be reached considering the prestrip temperature and the results reported in Ref. 4. Specimens for microstructural and X-ray examinations were cut from the partially rolled strip before and after the rolling pass. Specimens of size 10×10 mm were prepared for observation of microstructure and deep etched in a 3% HNO_3 solution in ethanol. Debye-Scherrer imaging and diffractometrical recording were performed with a Philips device using $\text{Co } K_\alpha$ radiation. Profiles of diffraction lines were corrected using the Stokes⁵ method for line broadening.

After air cooling of the coiled strip hot rolled according to the parameters in Table 1, a microstructure of polygonal ferrite and pearlite was obtained with a grain size of ASTM 13 and excellent mechanical properties: yield stress 518 MPa, tensile strength 598 MPa, and notch toughnesses of 165 J cm^{-2} in the rolling direction and 83 J cm^{-2} in the transverse direction.

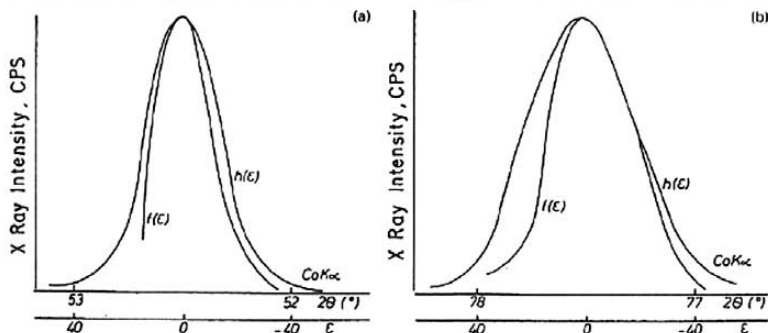
The deformation resistance of the steel was determined by conventional torsional tests on specimens from the 17 mm prestrip heated at 1240°C and cooled to the deformation temperature, whereas the rolling force was measured on the rolling stands.

X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS

For the determination of subgrain size and dislocation density, known as substructure, the X-ray diffraction method proposed by Warren^{6,9} and Averbach^{6,7} and improved by Krivoglavov¹⁰ and Rjabosapka¹¹ was used. Using this method it is possible to determine the size of

Table 1 Rolling parameters

Pass	Temperature, °C	Deformation, %		Strip thickness, mm	Interpass time, s	Total rolling time, s	Rolling force, MPa
		Per pass	Total				
1	987	39.2	39.2	10.5	3.48	...	252
2	963	43.2	69.8	5.86	2.46	3.48	302
3	938	30.1	75.4	4.18	2.07	5.93	362
4	913	16.3	79.6	3.47	1.58	8.0	419
5	887	16.6	83.1	2.87	...	9.59	433



1 X-ray diffraction lines, showing a widening and b shifting of peaks: $f(\epsilon)$ is normal peak profile, $h(\epsilon)$ is widened or shifted peak profile

subgrains (parts of the lattice free of line defects and confined by dislocation walls or polygonisation boundaries) as well as the number of dislocations per unit area (dislocation density) on the basis of the broadening of several X-ray diffraction lines (spectra) and the shifting of their peaks (Fig. 1). Both the broadening and the shifting reflect a subgrain size smaller than $1 \mu\text{m}$ and lattice distortion due to lattice defects, mostly dislocations. Klug and Alexander¹² defined the real profile of the diffraction line according to

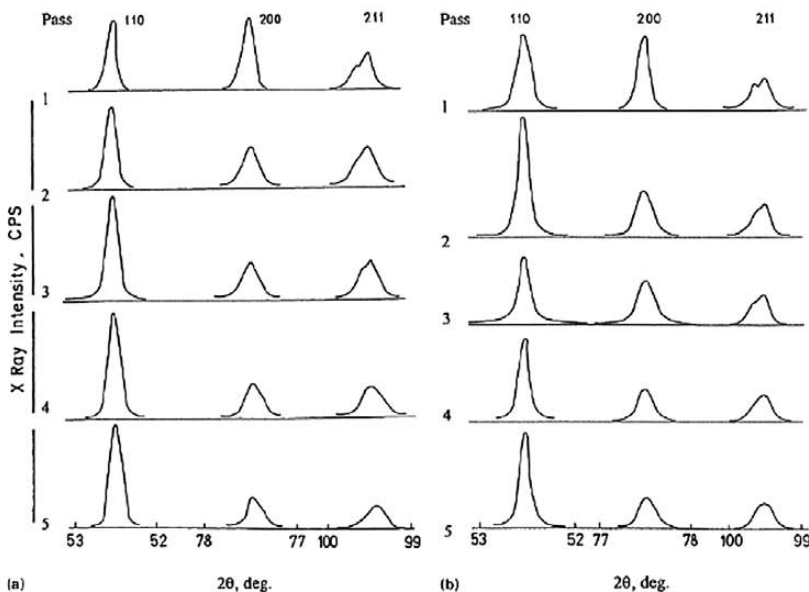
$$h(\epsilon) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(\epsilon-t)g(t) dt \quad (1)$$

where t is the integration variable and ϵ is the angle between the actual diffraction angle $2\theta'$ and the exact Bragg angle 2θ . In the equation $f(\epsilon-t)$ represents the

diffraction broadening and $g(t)$ the line broadening of the diffraction line. The line broadening depends on the profile of the diffraction source, the beam axial divergency, the beam penetration, etc. and is explained in detail in Ref 12.

Stokes⁵ proposed the solution of the integral (1) using the function $h(\epsilon)$, the line broadening $g(\epsilon)$, and the Fourier transform for the determination of the ideal diffraction profile. The diffraction lines (110), (200), and (211) were used in this work as shown in Fig. 2. Using the Stokes method, Warren^{6,9} developed a technique for the determination of the broadening due to subgrain size and lattice distortion.

The shape of the diffraction line, corrected for the line broadening, can be described by a Fourier series. The Fourier coefficient $F(t, H)$ is the product of the dispersion and distortion components of the broadening. The



2 X-ray diffraction profiles a before and b after rolling pass for rolling of strip in five passes

dispersion component is a function of particle size and stacking fault energy, whereas the distortion component is a function of internal stresses in the lattice.⁷⁻⁹ Thus

$$F(t, H) = F_p(L)F_d(L, H) \dots \dots \dots (2)$$

where $F_p(L)$ is dispersion and $F_d(L, H)$ is distortion broadening of the diffraction line.

The natural logarithm of the Fourier coefficient $F_d(L, H)$ is given by the expression

$$\ln F_d(L, H) = \ln F_p(L) - 2\pi^{-2}\alpha^2(\Delta L)_k^2(h^2 + k^2 + l^2) \quad (3)$$

where ΔL is the change in subgrain size due to the lattice parameter distortion and h, k, l are the Miller indices.

For a given value of subgrain size L , the relationship $\ln F_d(L, H)$ versus $(h^2 + k^2 + l^2)$ is a straight line of slope $-2\pi^{-2}\alpha^2(\Delta L)_k^2$ which intersects the ordinate at the value $\ln F_p(L)$. In this manner it is possible to calculate the dispersion and distortion Fourier coefficients separately. Furthermore, it is possible to calculate the change in the square root of the length of an element of substructure (subgrain) due to distortion according to

$$[(\Delta L)_k^2]^{1/2} = \frac{tg\rho\pi^2}{2\pi} \dots \dots \dots (4)$$

where ρ is the distortion angle and g is the line broadening.

The average relative distortion of the lattice $L(\epsilon_L)$ is calculated using the expression

$$L(\epsilon_L) = \frac{[(\Delta L)_k^2]^{1/2}}{L_{WA}} \dots \dots \dots (5)$$

where L_{WA} is the ideal subgrain size. Suppose, after Bertaut,¹³ that the individual element of substructure (subgrain) is a group of undeformed cells of height L orthogonal to the reflection plane. It is then possible, according to Warren,⁸ to determine the subgrain size from the graphic relationship of $F_p(L)$ versus L . The intersection of the tangent at $L=0$ on the abscissa then represents the subgrain size D

$$L_{WA} = D \dots \dots \dots (6)$$

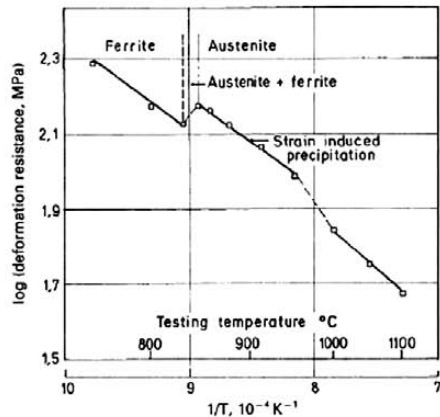
The dislocation density ϕ is then calculated according to Smallman and Westmacott¹⁴ as

$$\phi = \frac{3 \times 10^{16}}{D^2} \dots \dots \dots (7)$$

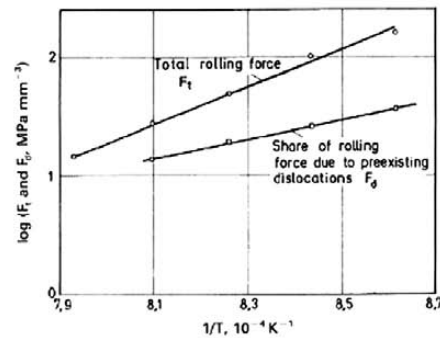
Deformation resistance

The deformation resistance was determined before the rolling trials with the aim of establishing the rolling temperature interval that would allow the maximum amount of precipitation in austenite, especially the strain induced precipitation of niobium carbonitride, and would also ensure that no austenite to ferrite transformation occurred during the rolling. The results of the torsional tests are shown in Fig. 3. During these tests the austenite to ferrite transformation started at 845°C. In the temperature range of approximately 1000 to 950°C the precipitation was not completed during the deformation test, whereas below 950°C the precipitation was completed before the end of the test. Thus, deformation induced precipitation occurred in the temperature range 1000 to ~850°C and significantly increased the deformation resistance. The rolling temperature interval given in Table 1 was well within the range of precipitation by torsional deformation. The temperature of strain induced austenite-ferrite transformation is also sufficiently below the strip temperature before the last rolling pass and this confirms that the rolling was carried out entirely in the austenite range.

In Fig. 4 the effect of rolling temperature on total rolling force per mm² of deformed steel and the share of the rolling



3 Deformation resistance as function of torsional temperature



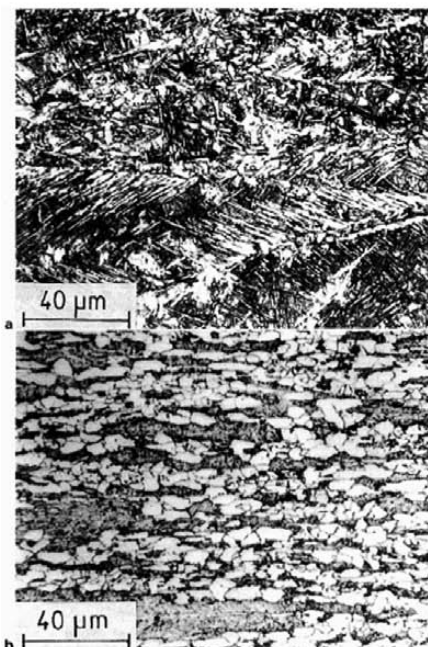
4 Total rolling force as function of deformation temperature: dependence of share of rolling force due to pre-existing dislocations on rolling temperature is also shown

force due to the increased dislocation density (strain hardening), which will be discussed below, are also shown.

Subgrain size and dislocation density

After quenching the incompletely rolled strip before and after the first two passes the microstructure consisted of martensite and pro bainitic ferrite (Fig. 5a), whereas after quenching after the third pass and beyond, progressively more polygonal ferrite was found. In the steel quenched from the last pass the microstructure consisted of polygonal ferrite and martensite or pearlite in similar proportions (Fig. 5b). Since, as demonstrated through torsional deformation tests, the rolling was performed in the austenite range, it seems logical to attribute the lower hardenability for smaller strip thickness (17 mm before the first and 2.88 mm after the last pass) to the strain induced austenite to ferrite transformation.¹⁵

The Debye Scherrer images in Figs. 6 and 7 show a distinctive difference in contrast and width of diffraction rings before and after the first and last rolling passes. The



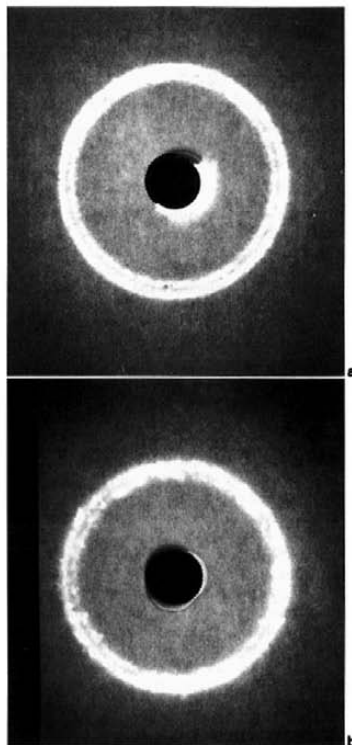
5 Microstructure *a* in prestrip quenched before first rolling pass and *b* in strip quenched after last rolling pass (optical)

difference reflects variations in subgrain size and dislocation density. In Fig. 2 profiles of (110), (200), and (211) lines, used for the determination of subgrain size and dislocation density, are shown for specimens before the first and after the last rolling pass. In Fig. 8 the dependence of subgrain size and dislocation density on the rolling temperature is shown. The area between the two curves on each figure represents the modification of both substructural characteristics caused by the rolling pass deformation and the softening processes occurring during the interpass time.

As expected, on decreasing the rolling temperature, the subgrain size is decreased and the dislocation density is increased. During the interpass time subgrain size increases and dislocation density decreases.

To a first approximation the strip temperature decreases proportionally to the rolling time. It is therefore possible to determine an approximate rate of subgrain growth expressed as the ratio of the difference in size between the start and the end of the interpass time versus the length of this time. From the Arrhenius plot for growth rate from the second to the fourth interpass time a growth activation energy of 232 kJ mol^{-1} was calculated, in acceptable agreement with the activation energy for self-diffusion in austenite.¹⁶

Observation via TEM showed traces of strain induced precipitation of niobium carbonitride during the second interpass time. Only homogeneously distributed precipitates were found before the first and after the second rolling pass (Fig. 9a), and the content of precipitated niobium carbonitride hardly increased. It increased by ~50% by the end of the second interpass time, and increased further when the rolling was continued.¹⁷ With the increased



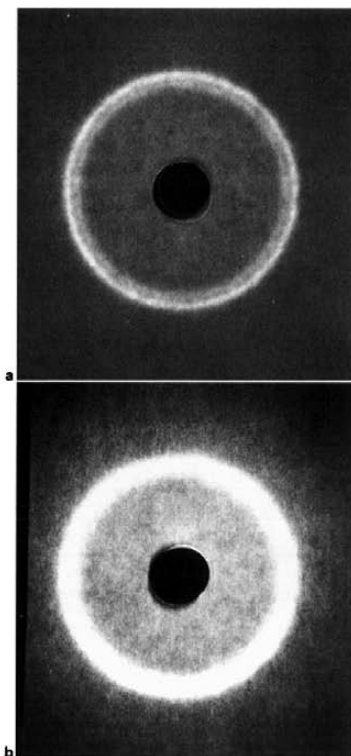
6 Debye-Scherrer images of strip specimens *a* before and *b* after first rolling pass

content of niobium carbonitride precipitates in parallel rows were observed (Fig. 9b) produced by strain induced precipitation and precipitation in deformed austenite.

The finishing rolling temperature was well above the γ - α transformation temperature. Therefore, the rows of precipitates could not mark successive boundaries of this transformation,¹⁸⁻²⁰ and it seems justified to conclude that particles precipitate in rows on dislocation lines pinned by dislocation pairs,²¹ which appear because of dislocation motion under stress produced by deformation or γ - α transformation. This explanation evolved from the idea in Ref. 22 that particles in rows nucleate on dislocations appearing during the γ - α transformation.

The shape of austenite grains in steel, quenched before the third and the following passes, shows that no recrystallisation occurred during the second interpass time or after it. Starting from the second interpass time, recovery, subgrain growth, dislocation ordering and annihilation, and strain induced precipitation interacted in a process consisting of several stages, which cannot be explained on the basis of the results in the present investigation. All stages of the process are interconnected and it is not certain which is the slowest and rate determining. The final result of the process is more rapid precipitation and slower recovery.

In Fig. 4, in addition to the total rolling force, the share of the total force due to the increasing dislocation density



7 Debye-Scherrer images of strip specimens *a* before and *b* after last rolling pass

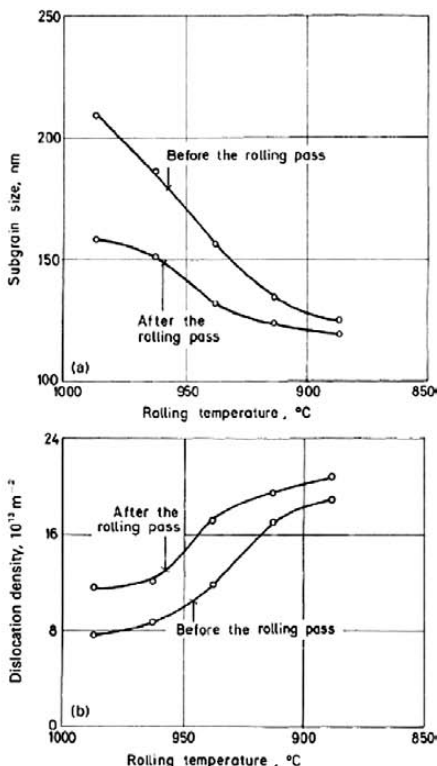
before the pass deformation is also shown. Both values are reported per mm^3 of deformed metal.

The total rolling force was calculated from the measured rolling force given in Table 1 and the volume of deformed metal. The share of the rolling force attributed to the steady increase in dislocation density was calculated as follows. The dislocation density in austenite before the first rolling pass was assumed to be negligible compared with the density after the first and the following rolling passes. It was therefore assumed that dislocations found in steel quenched before the first rolling pass were generated in the austenite to martensite transformation during the water quenching of strip. This assumption is supported by the fact that the initial value of dislocation density of $7.6 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ is acceptably near the value of $6.0 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ given in Ref. 23 for a steel containing 0.18% C and 12% Cr oil quenched from 1040°C.

The deformation resistance attributed to the dislocations present in austenite before the rolling passes was then calculated according to

$$F_d = F_1 - F_1 f$$

where F_d is the specific rolling force attributed to the pre-existing dislocations, F_1 is that measured in the second and the following passes, and F_1 is that measured in the first rolling pass (all MPa mm^{-2}); f is the increase in deformation resistance of steel at the temperature of the following passes, calculated through extrapolation from

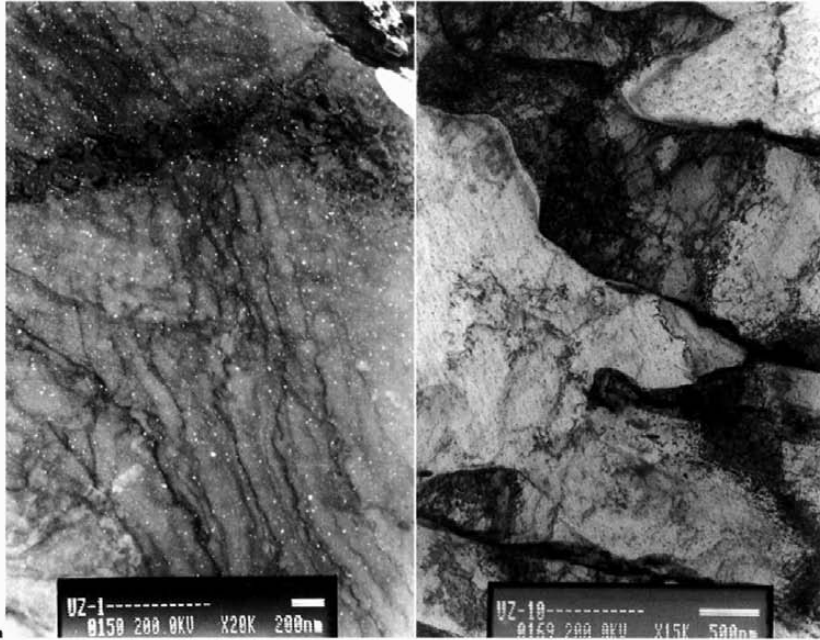


8 Dependence of *a* subgrain size and *b* dislocation density on rolling temperature

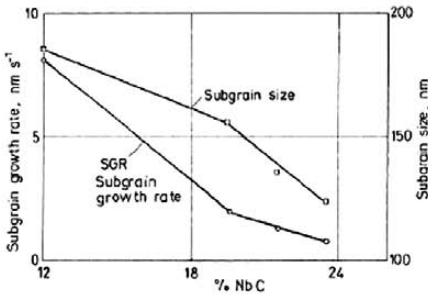
higher temperature, when no strain induced precipitation occurred during torsional tests.

Somewhat contrary to expectation the share of the total rolling force attributed to the increase in dislocation density F_d diminishes with decreasing rolling temperature (Fig. 4). Although the method used to determine F_d is highly approximate because of the difference in softening processes during the torsional test and the rolling, it gives, if not precise absolute values, at least a reliable dependence on the rolling temperature. This conclusion is confirmed by the observation that in torsional tests the relative increase in deformation resistance in the temperature range of strain induced precipitation, i.e. in the range of slower softening of austenite, decreases with the torsional temperature. This agreement between two very different approaches can also be considered as an indirect confirmation of the correctness of the method applied to determine subgrain size and dislocation density.

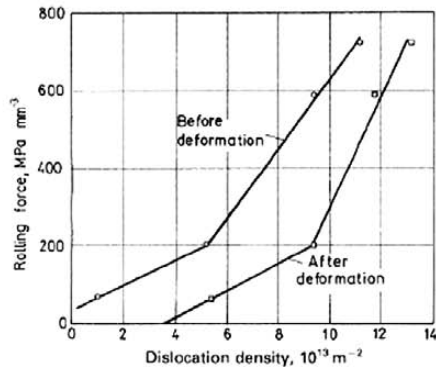
In Fig. 10 the subgrain size and average interpass subgrain growth rate are shown as functions of the content of NbC determined by electrolytic isolation and wet chemistry at the end of the interpass time.¹⁷ Two virtually symmetrical relationships are obtained with inflexion points at the third pass. After this pass extended NbC precipitation in parallel rows was observed. After the last rolling pass, the distance between rows of precipitates is 50–100 nm, i.e. on average half the subgrain size. Considering the



9 *a* steel specimen quenched before first rolling pass (dark field TEM) and *b* steel specimen quenched after last rolling pass (TEM)



10 Subgrain size at end of interpass time and subgrain growth rate during interpass time as function of proportion of precipitated niobium carbonitride: 100%NbC corresponds to theoretical carbonitride content of 0.054 wt-%



11 Specific rolling force as function of dislocation density before and after rolling pass

assumption that subgrains are blocks of austenite free of dislocations, the subgrain size would be expected to correspond approximately to the distance between rows of precipitates, if these are precipitated on dislocations.

In Fig. 11 the rolling force per mm³ of deformed steel is shown as a function of the dislocation density before (D_b) and after (D_a) the pass deformation. The quantities D_b and D_a are taken as the difference between the dislocation density determined before (D_1) and after (D_2) the rolling passes and the dislocation density before the first rolling pass (D_0), thus $D_b = D_1 - D_0$ and $D_a = D_2 - D_0$. Two similar relationships are obtained, both with an inflexion

point at the third rolling pass. Experimental points fit well to linear relationships, which would be logically expected. Neglecting the change in dislocation density resulting from the end of pass deformation and the quenching, it again seems to be confirmed that recovery was very efficient in the first three passes and 3–5 times slower during the two last rolling passes. Since precipitates pin dislocations and hinder the rate of recovery, it seems from Figs. 10 and 11 that precipitates in rows started to appear in a greater quantity only after the third rolling pass, although such

precipitation was already observed on TEM foils before this pass.

It should finally be mentioned that all processes presented and discussed in this paper occurred during the total rolling time of 9.59 ± 0.26 s. It is probable that under constant rolling conditions, especially equal deformation per pass and interpass time, the comparison of experimental data would be more reliable. It is thought, however, that the results and conclusions would not be fundamentally different.

Conclusions

1. Subgrain size decreases and dislocation density increases at the greatest rate during intermediate passes at corresponding rolling temperatures, when rapid precipitation of NbC particles in parallel rows hinders the dynamic and interpass recovery.

2. The proportion of the rolling force that is due to dislocations present in the steel before the rolling pass decreases on decreasing the rolling temperature.

3. The subgrain size at the end of the interpass time and the rate of interpass subgrain growth decrease with decreasing rolling temperature. After the last rolling pass subgrain size corresponds on average to twice the distance between rows of precipitates.

4. The specific rolling force is proportional to the change in dislocation density and increases three to five times more rapidly in the presence of strain induced precipitates.

5. The accumulation of dislocations, i.e. the strain hardening, greatly increases the rate of austenite transformation. Under very similar cooling conditions a microstructure of martensite is obtained in a 17 mm thickness recrystallised strip and a microstructure of ferrite, pearlite, and martensite in a strain hardened 2.88 mm strip.

References

1. R. K. AMIN and F. B. PICKERING: Proc. Int. Conf. on 'Thermo-mechanical processing of austenite', 1-12; 1982, Warrendale,

PA, TMS-AIME (C. Hatchett Award paper, CBMM, Araxa, Brazil, 1985).

2. R. K. AMIN and F. B. PICKERING: Proc. Int. Conf. on 'Thermo-mechanical processing of austenite', 13-27; 1982, Warrendale, PA, TMS-AIME (C. Hatchett Award paper, CBMM, Araxa, Brazil, 1985).

3. F. VODOPIVEC: *KZT Met. Alloys Technol. (Slovenia)*, 1992, 26, 319.

4. I. KOZASU: in 'Micro alloying 75', 120-136; 1977, New York, Union Carbide Corp.

5. A. R. STOKES: *Proc. Phys. Soc.*, 1948, 61, 382.

6. B. E. WARREN and B. L. AVERBACH: *J. Appl. Phys.*, 1950, 21, (6), 595.

7. B. E. WARREN and B. L. AVERBACH: *J. Appl. Phys.*, 1952, 23, 1059.

8. B. E. WARREN: in 'X-ray diffraction', 3; 1969, Reading, MA, Addison-Wesley.

9. B. E. WARREN: *Prog. Met. Phys.*, 1959, 8, 147.

10. M. A. KRIVOGLAZOV: 'Difrakcija rentgenovskih lučej i neutronov v neidealnih kristalnih' ('Diffraction of X-rays and neutrons in non-ideal crystals'), 3; 1983, Kiev, Ukraine, Naukova Dumka.

11. K. P. RIABOSAPKA: *Fizicheskaja Proc. Metall. Spiv., Kujbitseskij Politeh.*, 1980, 8, 112-116.

12. H. B. KLUG and L. E. ALEXANDER: in 'X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials', 2nd edn, 14; 1974, New York, John Wiley.

13. J. C. M. BERTAUT: *C. R. Acad. Sci. Paris*, 1949, 228, 492.

14. R. E. SMALLMAN and K. H. WESTMACOTT: *Philos. Mag.*, 1957, 2, 669.

15. F. VODOPIVEC, M. GABROVŠEK, and J. ŽVOKELJ: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 1988, 28, 117.

16. C. LÉYMONIE: 'Les traceurs radioactifs en métallurgie physique', 69; 1960, Paris, Dunod.

17. S. REŠKOVIĆ: 'Investigation of the mechanism of precipitation and recrystallisation by finish rolling of a microalloyed steel', Doctoral thesis, Faculty of Metallurgy, Sisak, University of Zagreb, Croatia, 1997.

18. K. J. DRVIN and F. B. PICKERING: *J. Iron Steel Inst.*, 1963, 201, 944.

19. J. M. GREY, D. WEBSTER, and J. H. WOODHEAD: *J. Iron Steel Inst.*, 1965, 203, 812.

20. J. M. GREY and B. G. YEO: *ASM Trans.*, 1961, 61, 225.

21. A. TASOVAC: 'Progress in electron microscopy: steel investigation', Internal Report 57, Institute of Metallurgy, Zenica, Bosnia and Herzegovina, 1974, 3.

22. W. B. MORRISON: *J. Iron Steel Inst.*, 1963, 201, 317.

23. G. EGGLER, N. NILSVANG, and M. HUSCHNER: *Steel Res.*, 1987, 58, 97-103.

Technical note

Cracking and fracture of valve shafts in the secondary steam circuit of a nuclear power plant. A case investigation.

F. Vodopivec *, J. Vojvodič-Tuma, B. Breskvar, B. Arzenšek

Institute of Metals and Technology, Ljubljana, Slovenia

Received 16 May 2000; received in revised form 3 November 2000; accepted 6 November 2000

Abstract

The failure of a secondary steam circuit valve was investigated. Several fatigue cracks were initiated on valve shafts in the angle of the groove supporting the puppet. Cracks propagated obliquely toward the shaft end. The final shaft fracture occurred by shearing in valve position closed, when the shaft bearing section was diminished sufficiently. The surface of the split ring transmitting the puppet weight to the shaft was worn irregularly. Fatigue cracks initiated and propagated in the split ring groove angle due to resonance stresses at the start of the operation, when the temperature of the valve was low and the shaft steel notch toughness was also low. © 2001 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Keywords: Secondary steam circuit; Valve shafts; Puppet weight

1. Visual examinations of the broken shaft

In Fig. 1 the scheme of the valve is shown, with the cracking and fracture location on the shaft and the split ring connecting the shaft and the puppet. The examinations consisted of visual and low magnification examination of the fracture surface, examination in optical and scanning electron microscopes, the determination of mechanical properties and hardness, as well as the

checking of the wear intensity on split ring surfaces (Vodopivec et al., 1997).

The fracture of the shaft is shown in Figs. 2 and 3, both parts of the broken shaft end are shown. All cracks were found to start in the sharp lower angle of the shaft groove holding the split ring. All cracks propagated initially to a great length along the periphery of the split ring groove. The ratio length over depth was approximately 10 on a crack, which propagated for 25 mm along the circumference of the groove and only for 2.5 mm toward the shaft interior. Macroscopic striations were present on the surface (Fig. 4) of all cracks, which propagated to the interior of the shaft at an

* Corresponding author. Tel.: +386-61-170-1800; fax: +386-61-170-1939.

E-mail address: imt@imt.si (F. Vodopivec).

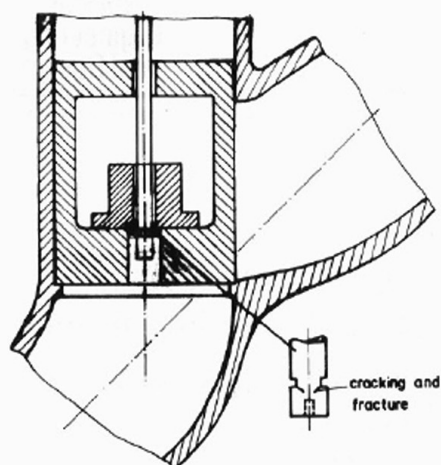


Fig. 1. Scheme of the failed valve.

angle between 40° and 50° toward the central borehole in the greater shaft broken piece in Fig. 3. Microscopic striations were not visible, probably because the fracture surface was covered with a layer of oxide of granular appearance (Fig. 5). The final fracture area is shown in Fig. 6 on the side view of the smaller piece. This area is without fatigue striations and it represents less than 10% of the total fracture surface. It is parallel to the shaft axis and it is also covered with a layer of oxide of granular appearance.

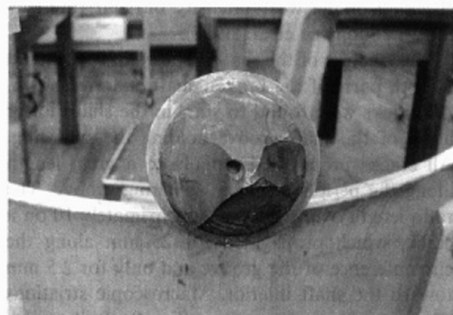


Fig. 2. Fracture surface on the shaft end.



Fig. 3. Pieces of the broken shaft end with the central borehole.

Ten crack initiation points were identified along the periphery of the split ring groove. This, and the preferential crack propagation, show that a shifting of the point of maximal stress occurred during the start or the operation of the valve in position open, when the puppet was suspended on the shaft through the split ring. Edges, mostly orthogonal to the plane of crack propagation in the fatigue area, represent the joining of partial cracks propagating in parallel levels (Fig. 7).

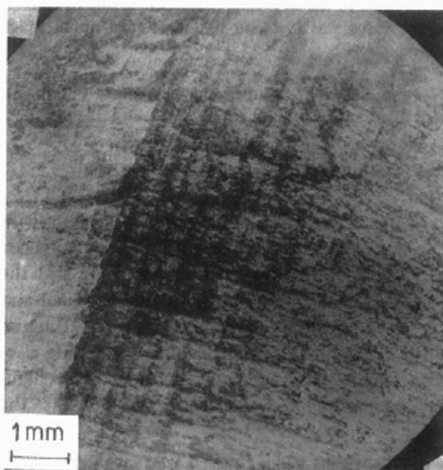


Fig. 4. Striations on the fatigue fracture surface.

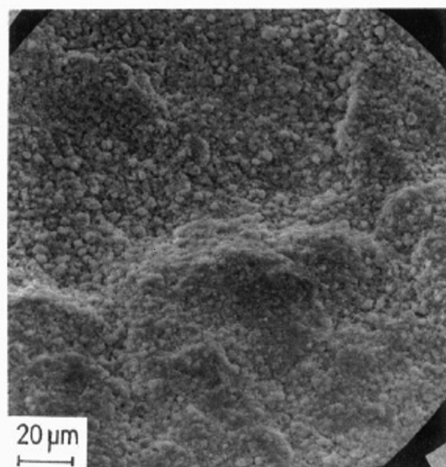


Fig. 5. Granular oxide layer on the fatigue fracture surface.

The following conclusions are proposed on the basis of the visual and SEM examination of the rupture surface:

- the cause for the shaft cracking were stresses in the shaft in valve position open;
- several crack initiation points indicate to a shifting of the maximal stress along the periphery of the shaft groove;
- from the initiation point, the propagation occurred much faster along the periphery of the split ring groove. This indicates to a frequent shifting of the maximal stress point;
- all fatigue surface is inclined $40\text{--}50^\circ$ toward the shaft axis. This indicates a propagation in a combined stress of tension and shear;
- the surface of the final (brutal) shaft fracture, after which the valve was set in position closed, is of shearing type.

At a distance of about 110 mm from the split ring groove a borehole of 19.5 mm diameter is situated. On one side the bore opening is virtually intact, while on the other side the opening is deformed to an elliptical shape with the longer axis 21 mm and it is surrounded by a ridge of deformed metal of height of approximately 0.5 mm.

2. Damage of the split ring of the broken shaft

The shifting of the crack initiation point along the shaft groove indicates that the split ring had an essential role in the process of shaft rupture. The half of the flat ring surface resting in the shaft groove is worn (Fig. 8) and the ring thickness is diminished in the damaged area. The opposite flat ring surface is similarly damaged on the external area holding the valve puppet. Thus, both flat ring surfaces, which transfer the puppet weight to the shaft, are damaged. The border between the damaged and the intact ring area is locally marked by a ridge of approximately 0.1 mm of height. The volume of metal in the ridges is much smaller than the volume of metal lost on both damaged areas. It is therefore evident, that the damage on both flat split ring surfaces results mostly from wear, which could occur only through shifting of the flat ring areas toward the shaft and the puppet. The extent of wear damage

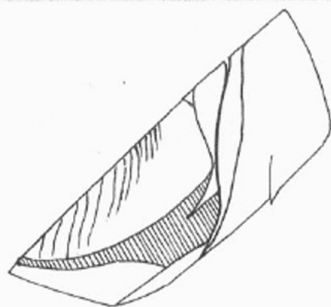
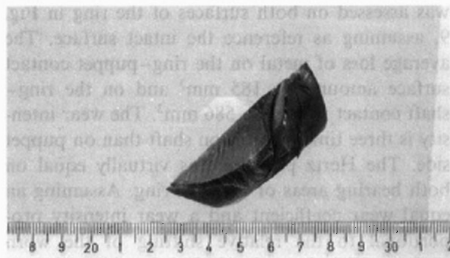


Fig. 6. (a) and (b). Surface of the final shaft rupture on the smaller piece in Fig. 3. The shear fracture is shaded in Fig. 6b.

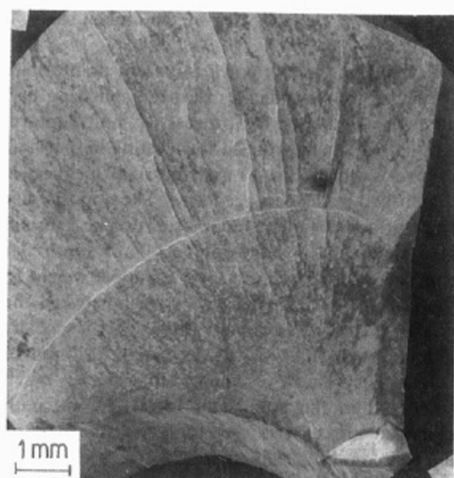


Fig. 7. Edges of joining of fatigue cracks propagating in different parallel levels.

was assessed on both surfaces of the ring in Fig. 9, assuming as reference the intact surface. The average loss of metal on the ring–puppet contact surface amounts to 185 mm^3 and on the ring–shaft contact surface to 586 mm^3 . The wear intensity is three times greater on shaft than on puppet side. The Hertz pressure was virtually equal on both bearing areas of the split ring. Assuming an equal wear coefficient and a wear intensity proportional to the relative shifting of the worn surfaces (Vižintin et al., 1996), it is evident that on shaft side, the relative shifting of the split ring was

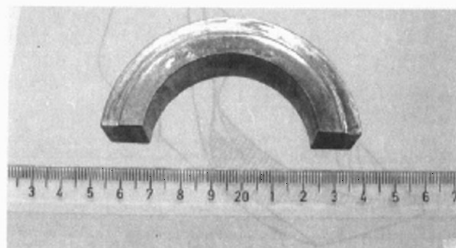


Fig. 8. Half of split ring. The interior flat surface is situated on the lower part of the shaft groove.

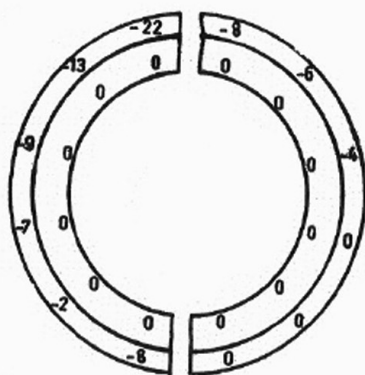
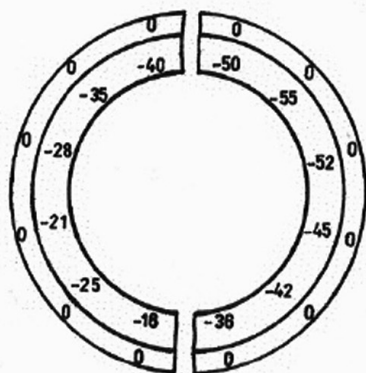


Fig. 9. Difference in height between the worn and the undamaged split ring surface side shaft (A) and side puppet (B).

greater and that it occurred in valve position open.

The puppet load produces a combination of tension and shear stress in the shaft groove angle, where fatigue cracks were found to start. Since the split ring is movable in the shaft groove, wear force could generate only a negligible torsional stress. With ring shifting, the point of maximal stress was shifted and the conditions for the initia-

tion of a new crack in the groove angle were established.

3. Laboratory investigations on the broken shaft

ARL quantometer analysis showed the following composition of the shaft steel: 0.03% C, 0.50% Si, 0.43% Mn, 16.0% Cr, 4.35% Ni, 0.22% Mo, 0.32% Nb, 1.0% Cu, 0.016% N, 0.006% Al, 0.024% P, and 0.003% S. It was assumed that also the split ring was manufactured from the same steel as the shaft. A very homogeneous hardness of average 407 HV10 was measured over the whole length and section of the shaft. The mechanical properties were determined at room temperature and at 300°C, thus slightly above the operation temperature of the valve of 280°C. The obtained properties given in Table 1 represent the average of two parallel tensile and three parallel Charpy notch toughness specimens (Vodopivec et al., 1997).

The difference between yield stress and tensile strength is small. No conventional yield stress was found by testing at 300°C and a lower tensile strength was established at this temperature. Uniform elongation and reduction of area are smaller at 300°C than at room temperature, while notch toughness is very small at ambient temperature and much greater at 300°C. The ductile fracture surface consisted of equiaxed dimples (Fig. 10) on

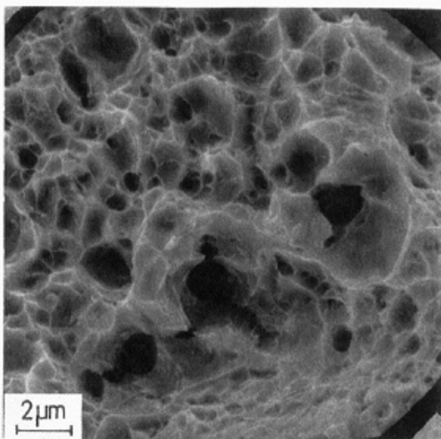


Fig. 10. Ductile fracture surface of a tensile specimen tested at room temperature.

tensile specimens and of elongated dimples (Fig. 11) on shear specimens. The fracture of notch specimens tested at 300°C was similar to that in Fig. 10. On notch specimens tested at ambient temperature the fracture surface was brittle and transgranular (Fig. 12). By the examination of the final rupture of the shaft in Fig. 6, which was covered with an oxide layer of granular appearance, locally a fracture micromorphology was found (Fig. 13) similar to that in Fig. 11. This supports the conclusion that the final shaft rupture occurred by shearing parallel to the shaft axis.

The steel is very clean and only rare non-metallic inclusions were observed by optical microscopy. At the shaft surface the microstructure consisted of tempered martensite (Figs. 14 and 15), while in the shaft interior also stringers of δ ferrite were observed.

4. Investigations of the cracked shaft

US inspection showed the presence of small cracks in the groove angle, where the fracture of the broken shaft was initiated. In Fig. 16 the

Table 1
Mechanical properties of the shaft steel

Ambient temperature	
Hardness (HV 10)	407
Yield stress, MPa	1248
Tensile strength, MPa	1250
Elongation, %	13.0
Reduction of area, %	58.0
Shear strength, MPa	758
Notch toughness, J	11.0
Temperature 300°C	
Tensile strength, MPa	1032.0
Elongation, %	6.5
Reduction of area, %	48.0
Notch toughness, J	109.0

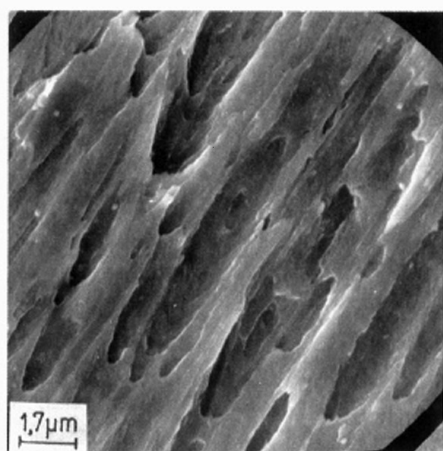


Fig. 11. Ductile shear fracture surface of a specimen tested at room temperature.

section of the end part of the cracked shaft and in Fig. 17 a row of parallel cracks, unconnected in the observation plane, are shown. The direction of the crack line is from the lower left angle of the shaft toward the central borehole in the shaft end

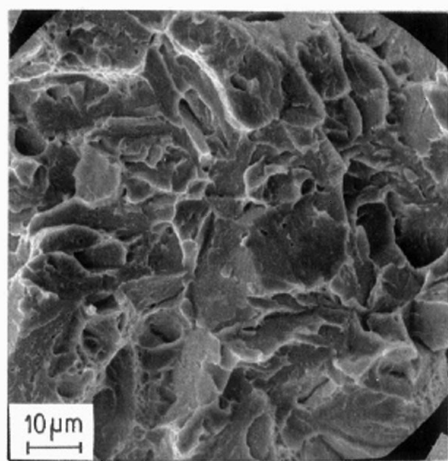


Fig. 12. Brittle fracture surface of a notch toughness specimen tested at room temperature.

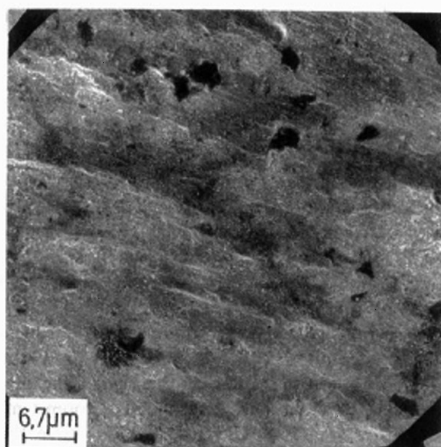


Fig. 13. Shear fracture area on the final fracture surface of the broken shaft.

on the lower side in Fig. 16. The terraces on the fatigue fracture area in Fig. 7 were formed by connection of these cracks. In Fig. 18 the crack originating in the groove angle is shown on the polished specimen. The oxidized cracks surface from the initiation point in the shaft groove angle to the tip confirms the presence of cracks during the operation of the valve in position open.

The chemical composition, the microstructure and the mechanical properties of steel of this shaft were virtually equal to those of the fractured shaft. Lower ductility and higher notch toughness

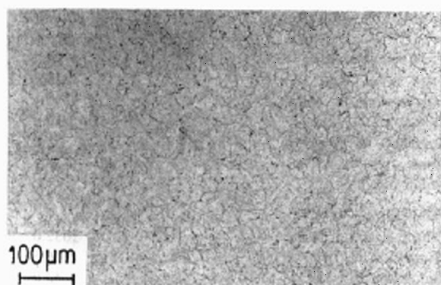


Fig. 14. Microstructure of the shaft steel, optical micrography.

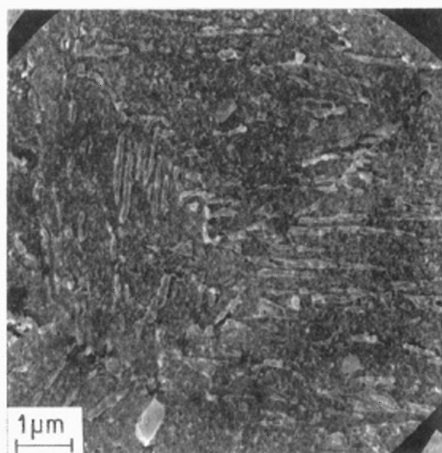


Fig. 15. Microstructure of the shaft steel, SE micrograph.

at 300°C than at ambient temperature were confirmed. Additionally, fracture toughness by ambient temperature was also determined. In temperature range from 20 to 250°C the Charpy toughness increased from average 16 to 106 J, and at ambient temperature the average fracture toughness was of $90.1 \text{ MNm}^{-3/2}$.

5. Process of shafts cracking and fracture

Observation on the broken and on the cracked shaft as well as on the split ring show that fatigue

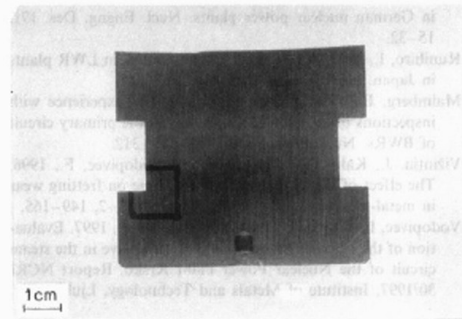


Fig. 16. Section of the shaft end with the split ring groove.

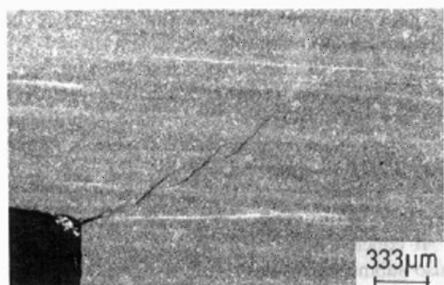


Fig. 17. Row of cracks in the marked angle of the split ring groove in Fig. 16. Ground specimen.

cracks were initiated because an asymmetric stressing was transmitted from the puppet to the shaft. The static stress of the puppet weight and the valve closure force are small and could not alone induce the cracking and the fatigue fracture of the shaft. The presence of oxide in the tip confirms the presence small cracks in the shaft at the valve operation temperature. Due to the great Charpy toughness, the propagation rate of fatigue cracks was small at operation temperature. By faster propagation due to a greater stress also a greater and partially tensile final fracture would be obtained.

It is quoted in Bienussa and Reck (1997) that damages occur in nuclear power plants by fatigue supported by the presence of manufacturing defects. Kunihiro (1992) reports on fatigue fracture

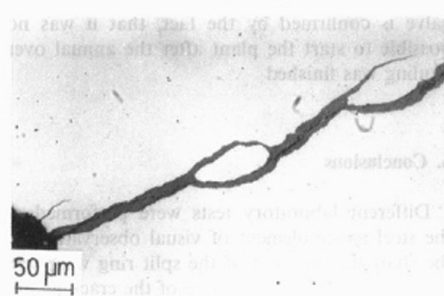


Fig. 18. Cracks with oxidized surface in the marked angle of the split ring groove in Fig. 17. Polished specimen.

because of resonance vibrations due to global stress fluctuations during reactors start and shut down. It is concluded that one of the four items, which may affect the in-service fatigue fracture, is the lack of consideration of possible vibrations in the design and manufacturing stages. In Malmberg (1991) fatigue induced by vibrations from pump motors is mentioned as a degradation mechanism of nuclear power plants components.

It is concluded that the investigated shafts were also submitted to unforeseen dynamic stresses. It is evident that the initiation and the propagation of fatigue cracks occurred in valve position open, otherwise cracks would start in the upper angle of the split ring groove. The source of unforeseen dynamic stresses were probably resonance phenomena induced by the opening of the valve after repair or maintenance stops, when the valve temperature and the notch and fracture toughness of the shaft steel were low. At the same time also the relative positions of the split ring and the puppet were shifted and new fatigue cracks were initiated. High notch toughness prevented fatigue crack nucleation in valve position open at the working temperature of 280°C. By this temperature also the crack propagation rate was low for a length of time, otherwise, the fatigue crack would propagate to fracture from one initial point. At sufficient size of the fatigue cracks, also the propagation rate in operation occurred probably. The final fracture occurred at the closing of the valve or in valve position stop by operation temperature otherwise the final fracture surface would not be oxidized. Such occurrence of the fracture of the valve is confirmed by the fact, that it was not possible to start the plant after the annual overhauling was finished

6. Conclusions

Different laboratory tests were performed on the steel as supplement of visual observations of the shaft fracture and of the split ring wear with the aim to establish the cause of the cracking and

the fracture of the shafts. The following conclusions are proposed on the basis of observations and test results:

- most of the shaft fracture was produced by fatigue (stable) propagation of several cracks which started in the lower angle of the split ring groove;
- both contact areas of the split ring, which transmit the puppet weight to the shaft, are irregularly damaged by wear. The damage is greater on the shaft side of the flat split ring surface;
- several fatigue cracks propagated from different points around the shaft groove periphery;
- unforeseen stresses were transmitted to the puppets and to the shafts due, very probably, to resonance by opening the valve by starting the operation of the plant;
- the final rupture of the shaft occurred near the operation temperature by the closure operation or in valve position close, after the shaft bearing section was sufficiently diminished through propagation of fatigue cracks.

Acknowledgements

The authors are indebted to NE Krško for the permission to publish.

References

- Bienuss, K.W., Reck, H., 1997. Evaluation of piping damage in German nuclear power plants. Nucl. Engng. Des. 171, 15–32.
- Kunihiro, I., 1992. A review of fatigue failures in LWR plants in Japan. Nucl. Engng. Des. 138, 297–317.
- Malmberg, B., 1991. Swedish approach and experience with inspections of austenitic components in the primary circuit of BWRs. Nucl. Engng. Des. 131, 307–312.
- Vizintin, J., Kalin, M., Podgornik, B., Vodopivec, F., 1996. The effect of slip amplitude and test time on fretting wear in metal-metal contact. Tribotest Journal 3–2, 149–165.
- Vodopivec, F., Vojvodić Tuma, J., Breskvar, B., 1997. Evaluation of the fracture of the main isolation valve in the steam circuit of the Nuclear Power Plant Krško. Report NCRI 30/1997, Institute of Metals and Technology, Ljubljana.

Change of fracture mode in Charpy toughness transition temperature range

F. Vodopivec, B. Breskvar, B. Arzenšek, D. Kmetič, and J. Vojvodič-Tuma

A transition layer of width 5–10 μm was found on the boundary between ductile and brittle fracture for Charpy V notch specimens in the transition temperature range of a structural steel having a microstructure of polygonal ferrite–pearlite. The fracture mode in the transition layer was shearing with occasional submicrometre dimples. From tensile tests on notched specimens, the cleavage fracture stress and flow stress by ductile decohesion were determined. Based on the experimental data and the assumption that the volume of metal involved in the plastic deformation during fracture was related to the volume of the dimples, it was deduced that the transition layer width represents the size of the plastic zone immediately before cleavage initiation. The crack opening displacement and the crack tip radius for the change of fracture mode were calculated. MST/4854

The authors are in the Institute of Metals and Technology, Jamova 1, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenia (franc.vodopivec@int.si). Manuscript received 12 September 2000; accepted 30 January 2001.

© 2002 IoM Communications Ltd.

Introduction

Unnotched tensile specimens of structural steels having yield stresses in the range 265–1000 MPa remain ductile down to 20 K below their nil ductility temperature (-120°C). In Charpy V notch (CVN) testing, however, brittle fracture occurs at a significantly higher temperature. The behaviour of steels having different microstructures: polygonal ferrite and pearlite, quenched and tempered ferrite pearlite, or tempered martensite is the same; only the temperature of cleavage fracture is different.¹ Explanations have been proposed for the change of fracture mode during the fracture process of Charpy specimens in the transition temperature range. An extensive survey is given in previous work² and only some explanations will be quoted here. The appearance of brittle fracture has been ascribed to plastic straining before the onset of cleavage.^{3–5} Brittle fracture is initiated because, ahead of the crack tip, a normal stress component arises which is greater than the cleavage strength at a determined distance ahead of the crack tip.³ An intrinsic change of matrix ahead of the crack tip could also create conditions for brittle fracture.^{3,4} The criteria for cleavage are: a critical strain initiating the crack nucleus, a critical triaxial stress preventing blunting of the crack tip, and a critical normal stress.⁶ Crack tip blunting must have a critical radius to keep the ductile propagation stable^{7,8} and cleavage propagation starts because of insufficient crack tip blunting.⁹

Two mechanisms have been proposed to explain the change of fracture mode from ductile to cleavage. According to Knott¹⁰ cleavage in mild steel occurs when a microcrack in a brittle grain boundary carbide propagates at a critical tensile stress. Smith¹¹ modelled the process by considering a crack nucleated at a grain boundary carbide by a dislocation pile-up of length equal to half the grain diameter. For cleavage fracture to occur ahead of a sharp crack, the local cleavage fracture stress has to be exceeded over some characteristic distance X ahead of the crack tip a certain distance ahead of the crack tip.¹² The characteristic distance is that over which the stress intensification ahead of the crack tip exceeds the ratio of cleavage fracture stress to uniaxial tensile yield stress. In the tested steel, of grain size 60 μm , the characteristic distance was about twice the grain size. In an Fe–0.1C–0.44Mn–0.047P–0.075S (wt-%) steel, the variation of the characteristic distance with grain size was determined.¹³ It was established that the distance was constant at $\sim 190 \mu\text{m}$ for grain sizes up to about 50 μm and

that it increased proportionally above this critical grain size. Cleavage fracture of spheroidised steels can be considered as the propagation of penny shaped crack nuclei produced by the cracking of carbide particles.¹⁴ From investigations on quenched and tempered steels, it is concluded¹⁵ that the cleavage mechanism can be described as statistical competition occurring between the differently sized carbide particles in the rapid stress gradient ahead of a sharp crack and that knowledge of the carbide particle size distribution and the relationship between carbide size and fracture stress can be used to predict the cleavage fracture toughness of any given steel. Cleavage fracture in steels of bainitic microstructure is not nucleated by cracked carbide particles.¹⁶ A statistical method based on carbide induced cleavage fracture was developed to estimate the fracture toughness and it was shown that the value of plastic work at the crack tip is smaller for a bainitic steel than for a spheroidised ferritic steel.¹⁷ A modified statistical model of brittle fracture incorporating stress and carbide size distribution was developed,¹⁸ which allows the calculation of the cleavage probabilities at the initiation sites.

The second mechanism of change from ductile to brittle propagation does not involve the presence of brittle inclusions ahead of the crack tip or the presence of intergranular carbide. Curry¹⁹ stated that plastic flow was a necessary precursor to cleavage and that yielding, which may be by slip or twinning, is involved in the nucleation of a cleavage fracture which is then mechanism controlled. Further, it is concluded that the cleavage fracture stress must be exceeded over some microstructurally determined characteristic distance before cleavage can occur. Cleavage initiation can occur in the ferrite lattice at the intersection of two slip bands, in the absence of brittle phases, and the crack extension force is controlled by the grain size, which is the microstructural parameter determining the tendency of the material to fracture.²⁰

The change of crack propagation mode involving a brittle inclusion ahead of the crack tip is sufficiently proven, whereas experimental support for the second mechanism of the change of fracture mode is still lacking.

It is known that the mode of fracture changes, the fracture energy in the transition temperature range being lower the closer to the notch tip of Charpy specimens. This effect is more evident the lower the amount of lateral straining of CVN specimens before the start of crack propagation. The fracture energy is mainly dissipated as adiabatic heat,²¹ which increases the temperature in the zone of plastic deformation and decohesion, and less than

10% is retained as increased lattice elastic energy. The increase of temperature during ductile fracture could attain a significant share of the width of the transition temperature interval;²² as a result, only the CVN fracture near and below the lower shelf threshold occurs at the nominal testing temperature.

Before cracking commences, the greater the plastic deformation of the entire section of CVN specimens, the greater is the CVN value. The instant the crack starts to propagate, straining and decohesion processes only occur ahead of and along the crack front. Several processes occur in the propagating layer of steel, which are competitive in terms of local stress and local strain.²³ For the change of fracture mode of Charpy specimens from ductile to brittle in the transition temperature range, and the occurrence of a mixed fracture process, the following tentative explanation was recently proposed.² The initial crack blunting depends on: (i) blunting as a specific property of the steel and (ii) blunting which depends on the notch tip radius. The blunting which is a specific property of the steel depends on the elastic modulus, the yield stress, and the strain hardening^{24,25} according to the relationship

$$B = 0.3 \frac{R_c}{E} \left[1.5 \left(\frac{1+n}{n} \right) \frac{R_c}{E} \right]^n \quad (1)$$

where R_c is the yield stress, E is the elastic modulus, and n is the strain hardening exponent. It is temperature dependent due to the effect of temperature on the properties of the steel. The effect of temperature on blunting is small in the Charpy transition temperature range, when the CVN value is decreased from ≥ 150 J to about 10 J, since the change in the properties used for its calculation is also small.²⁷

The stress concentration factor K_p ahead of the notch tip is calculated²⁶ using

$$K_p = 1 + \ln \left(1 + \frac{R}{r} \right) \quad (2)$$

where R is the extension (size) of the plastic zone and r is the notch tip radius.

The critical radius of the plastic zone r is calculated according to¹²

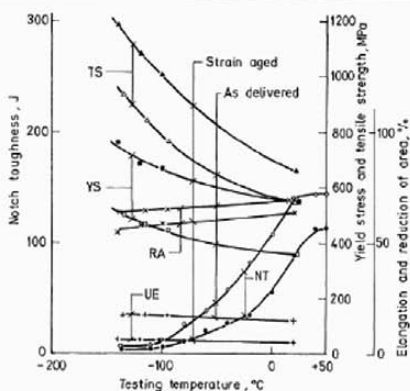
$$r = \rho \left[\exp \left(\frac{R_c}{R_c} - 1 \right) - 1 \right] \quad (3)$$

or according to²⁷

$$r = 0.32(E/R_c)\delta \quad (4)$$

where ρ is the notch tip radius, R_c is the cleavage fracture stress, R_c is the uniaxial yield stress in tension, and δ is the crack opening displacement.

According to equations (1) and (3), in the transition temperature range, blunting (as a property of the steel) changes very little, because the change of related properties is small, whereas the Charpy toughness is decreased by one order of magnitude or more. It will be assumed here that this blunting remains virtually constant. Since ahead of the notch tip the blunting is sufficient and at greater distances from the crack tip it is insufficient for ductile crack propagation, it seems logical to conclude, that in the steel immediately ahead of the notch tip the blunting is greater due to the effect of the notch tip radius and that it reaches the value determined as a steel property at a given distance from the crack tip. This distance is smaller for lower temperature. If this part of blunting is too small, the mode of fracture is changed to cleavage. Crack tip blunting occurs by the emission of dislocations and it is impeded at lower temperature because of the increased Peierls force.²⁸ As a result, the propensity for the cleavage fracture of ferrite is enhanced. In short, in the transition temperature range, the



1 Effect of testing temperature on tensile properties and Charpy V notch (CVN) toughness of as received steel (nil ductility temperature -115°C) and strain aged steel (nil ductility temperature -120°C)

extent of blunting, as a steel property, can be assumed to be constant. Below the upper shelf threshold toughness, it is too small for ductile crack propagation over the entire section of Charpy specimens.

Reliable information on fracture mode change would be expected from the examination of the fracture micro-morphology on, and near, the boundary between ductile and brittle propagation. The fracture surface of the CVN specimens near the ductility–cleavage transition line is very rugged and is associated with a large CVN value, and observation of the transition between ductile and brittle fracture at sufficient magnification in the SEM is usually possible only on Charpy specimens having a low fraction of ductile fracture. Therefore, in the present work, only specimens with a mostly brittle fracture surface were chosen for SEM observations (e.g. Fig. 5). The fracture surface of notched tensile specimens tested at the nil ductility temperature offered an additional opportunity for examination of the fracture mode change layer, since fracture was found to consist of a shear ring and a brittle central area. These tests were also used to determine the properties required to identify the nature of the transition layer between each mode of fracture.

Experimental work

The steel used was of composition (wt-%) Fe–0.18C–0.46Si–1.29Mn–0.02P–0.005S–0.22Cr–0.043Al–0.30Cu–0.008N and was received in the form of 25 mm plate. The room temperature yield stress of the steel was 364 MPa in the as received condition. The microstructure of the steel was polygonal ferrite and pearlite with a linear intercept grain size of 35 μm . Standard CVN specimens of cross-section 10×10 mm (10×8 mm in the notch section) were used. Tensile tests were performed on unnotched 10 mm diameter rods and on rods having circumferential notches of the same form as in the CVN specimens. Tensile and CVN tests were also carried out on strain aged specimens. The strain aging comprised: 10% cold rolling, annealing for 30 min at 250°C , followed by air cooling. The effect of testing temperature on tensile properties and Charpy toughness is shown in Fig. 1 for the as received and the strain aged steel.

Theoretically, the maximal Charpy hammer impact velocity of 5.36 m s^{-1} corresponds to a hammer kinetic energy of 300 J. The exit hammer velocity v_e is lower and it is related to the initial kinetic energy by the equation

$$\frac{wV_e^2}{2g} = 300 - \text{CVN} \quad (5)$$

and

$$v_e = 0.31(300 - \text{CVN})^{1/2}$$

where CVN represents the Charpy toughness in J, v_e is the exit hammer velocity in m s^{-1} , w is the weight of the Charpy hammer (203 N), and g is the gravitational acceleration (9.81 m s^{-2}).

In the lower shelf range (CVN toughness $< 10 \text{ J}$, see Fig. 1) the exit velocity is 5.2 m s^{-1} , and in the upper shelf range (CVN toughness $\sim 150 \text{ J}$, see Fig. 1) the exit velocity is 3.8 m s^{-1} . To check the eventual effect of loading rate on the fracture mode, since at high velocity the separation of the crack tip and dislocations could occur,²⁹ tensile tests were performed at nil ductility temperature (-115°C) in the crosshead speed range from 10^{-3} to 1.5 m s^{-1} with computer recording of the load and the extension. For all loading speeds, the fracture was of similar appearance and, since the difference in crosshead rate of 4 orders of magnitude (up to 1.5 m s^{-1}) has no effect on tensile fracture mode, it is concluded that the effect of fracture rate on the mode of Charpy fracture could also be neglected.

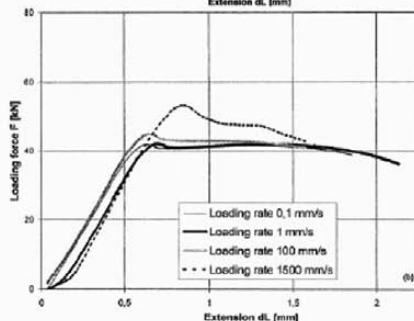
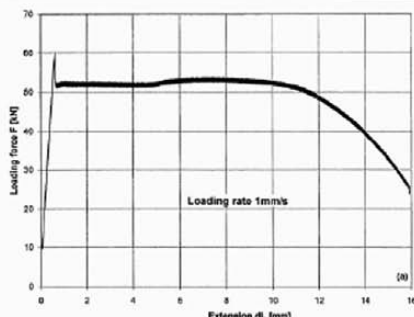
Results and discussion

MECHANICAL TESTS

The effect of temperature on the tensile properties and the Charpy toughness down to 20 K below the nil ductility temperature is shown in Fig. 1. The CVN value decreases from an upper shelf value of $\sim 150 \text{ J}$ to a lower shelf value of $< 10 \text{ J}$ in the temperature range from 10 to -100°C . After strain aging, the upper shelf value is decreased, the lower shelf value remains virtually equal to that of the as received steel, and the transition temperature range is extended to a higher temperature by about 35 K. In the transition temperature range, the tensile properties are increased, the uniform elongation (UE) remains virtually unchanged, and the reduction in area (RA) is only slightly diminished.

In an unnotched tensile test of as received steel at the nil ductility temperature (Fig. 2a), the loading force increases rapidly to a peak value termed the strength. Beyond the peak force, deformation occurs by a virtually constant loading force termed the flow stress, indicating an apparently low strain hardening. A similar shape of stress–elongation dependence has been reported³⁰ after stage II of hardening of aluminium at 196 K.

In notched tensile tests of as received steel, the loading force increases proportionally with extension up to about 80% of the peak value (Fig. 2b). Beyond the peak value, the dependence shows a short stage of virtually constant loading force before fracture occurs due to the combined effects of the strain hardening and the decrease of the bearing section of the specimen. The fracture surface was found to consist of a ductile ring and a central cleavage area (see Fig. 4a discussed below). Since cleavage fracture of the central area occurred without plastic deformation, it is concluded that cleavage started when plastic deformation was initiated. The cleavage started at the stress $R_c = 1250 \text{ MPa}$ with the loading rate of 1 mm s^{-1} . In agreement with Sandström and Bergström,³¹ this stress is virtually independent of loading rate in the tested range. The established value of cleavage fracture stress is in agreement with the values obtained^{13,32} from four-point bending tests



a unnotched tensile specimen tested at loading rate of 1 mm s^{-1} ; b notched tensile specimens tested at various loading rates

2 Load–extension dependence of as received steel tested at nil ductility temperature (-115°C)

on mild steels at -115°C . The cleavage fracture stress R_c varies with the reciprocal of the square root of grain size $d^{13,19,32}$ and can be calculated from the results of four-point bending tests on C–Mn structural steels³¹ according to

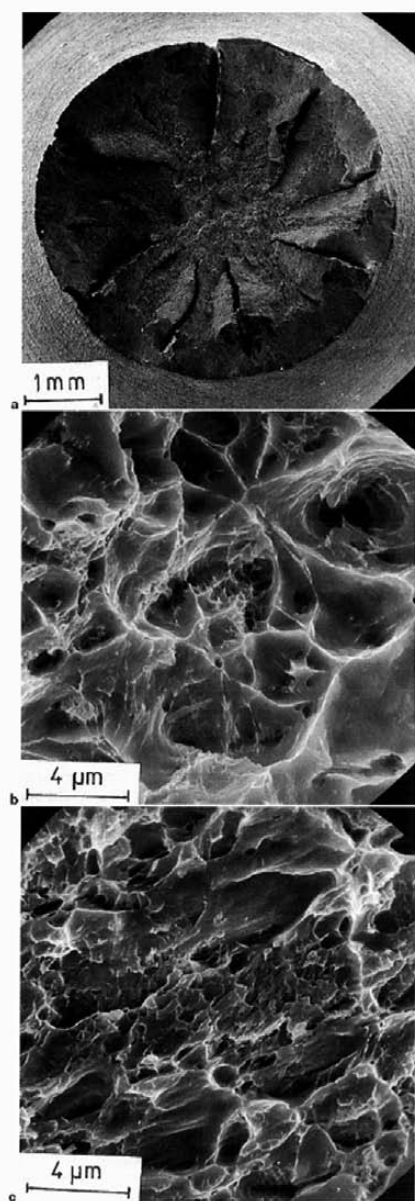
$$R_c = 330 + 3.38d^{-1/2} \quad (6)$$

Since the grain size of the investigated steel is $35 \mu\text{m}$, $R_c = 902 \text{ MPa}$ is obtained, a value smaller than the cleavage fracture stress obtained from the present tensile tests.

The yield stress R_e of the as received steel at the nil ductility temperature in Fig. 2a is 480 MPa . If the rupture force in Fig. 2b for the loading rate of 1 mm s^{-1} is related to the size of the projection of the ductile ring surface in the plane of brittle fracture, a flow stress R_f of 3550 MPa is obtained, which is 7.4 times greater than the yield stress at the nil ductility temperature for the unnotched specimen. The difference is explained in terms of a notch constraint effect on ductile and brittle fracture strength. For the maximum loading rate of 1.5 m s^{-1} , the relationship between loading force and extension is slightly different than at smaller loading rates. It is possible that the processes at the crack tip were different from those at lower loading rates, although the fracture surfaces were virtually identical: a ductile ring at the surface and a greater central cleavage area (see following section).

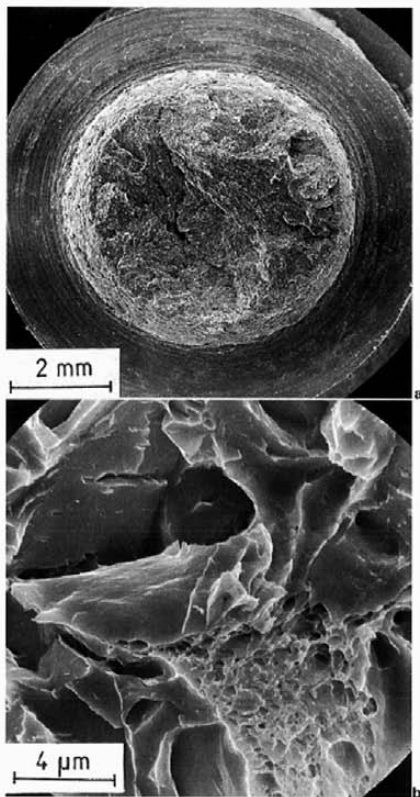
FRACTURE SURFACE

Testing of unnotched tensile specimens at nil ductility temperature revealed the fracture surface to be ductile,



a general morphology; b, c details of a revealing micromorphology of ductile fracture

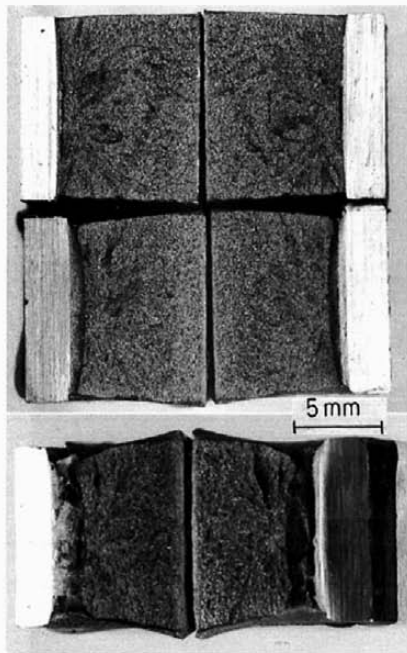
3 Ductile fracture surface of unnotched tensile specimen tested at nil ductility temperature (-115 C)



a general morphology showing ductile ring and brittle central area; b micromorphology of a

4 Fracture surface of notched tensile specimen tested at nil ductility temperature (-115 C)

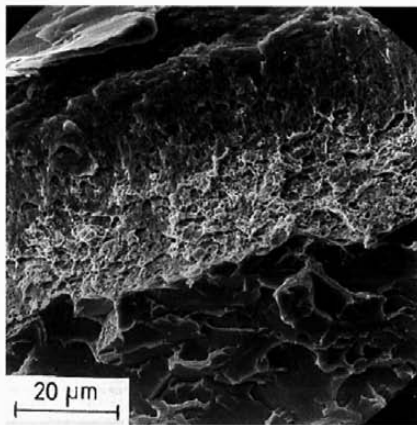
macroscopically flat, and with deep radial slits (Fig. 3a). The fracture of notched tensile specimens tested at nil ductility temperature, for all loading rates, consisted of a narrow conical ductile ring inclined at about 40° to the specimen axis, and a greater central flat brittle area (Fig. 4a). A similar fracture mode was observed for CVN specimens fractured in the lower part of the transition range: a narrow band of ductile fracture ahead of the crack tip followed by a brittle area (Fig. 5). Two specific fracture details were observed on the tensile ductile fracture surface at nil ductility temperature. A micromorphology, which appears as incompletely grown dimples of submicrometre size on the bottom of much greater dimples (Fig. 3b), and in other areas, submicrometre shallow, frequently polygonal shaped regions (Fig. 3c). Similar observations were also made in small ductile inserts in the central brittle area of the fracture of notched tensile specimens at nil ductility temperature (Fig. 4b). This type of ductile fracture micromorphology may be produced, as suggested by Garrison and Moody,³³ by shear fracture due to shear localisation in a small volume of metal.



5 Fracture surface of CVN specimens tested at temperature close to lower shelf CVN toughness

The transition from ductile to brittle propagation was in some locations sharp, and virtually no transition layer was observed between each mode of propagation (Fig. 6). The ductile propagation from the inclined ductile area ahead of the notch tip changed to cleavage orthogonal to the fracture force virtually on a straight boundary and without the broken shape expected if the change of fracture occurred along polygonal ferrite or ferrite-pearlite grain boundaries. Generally, just ahead of the boundary line, the size of the dimples was smaller. At other points, where the angle between each mode of fracture of CVN specimens was smaller, a transition layer of width 5–10 μm was observed. It consisted of a shear surface and occasional submicrometre dimples (Fig. 7a). At other points, the dimpled area changed to a smooth shear layer (Fig. 7b, 7c) or a shear layer with shallow rounded undulations and parallel ridges orthogonal to the fracture mode boundary line (Fig. 7d). Some ridges penetrate from the transition layer into the brittle area and show a mixed type of fracture. Both boundaries of the transition layer are straight and not associated with ferrite or ferrite-pearlite grain boundaries.

The question remains whether the transition layer corresponds to the extent of the plastic zone ahead of the crack tip before the start of the cleavage or to the layer of plastic flow which is a necessary precursor to cleavage fracture.¹⁹ It is evident that the stress in this layer was sufficient for plane shear to occur ahead of the crack tip where fracture propagation with the growth of dimples ended. For sharp cracks, the size of the plastic zone for plain strain conditions is given by²⁷



6 Transition line between ductile to brittle crack propagation on CVN specimen tested in transition temperature range close to lower shelf notch toughness

$$r = (1/6\pi)(K_{IC}/R_c)^2 \dots \dots \dots (7)$$

where K_{IC} is the fracture toughness in $\text{MPa m}^{-1/2}$ and R_c is the uniaxial yield stress in tension in MPa. The fracture toughness for this steel is calculated in the lower shelf Charpy toughness region³⁴ using

$$\log K_{IC} = 1.25 + 0.606 \log(\text{CVN}) \dots \dots \dots (8)$$

and in the temperature transition region³⁵ using

$$K_{IC} = 0.22E(\text{CVN})^{3/2} \dots \dots \dots (9)$$

Assuming (from Fig. 1) that, at -120°C , $\text{CVN} = 8 \text{ J}$ and $R_c = 480 \text{ MPa}$, a fracture toughness $K_{IC} = 63 \text{ MPa m}^{-1/2}$ is deduced using equation (8), whereas a fracture toughness much greater than empirical values determined on a steel having similar microstructure and properties¹ is calculated using equation (9). Considering $K_{IC} = 63 \text{ MPa m}^{-1/2}$, $R_c = 480 \text{ MPa}$, and $E = 220000 \text{ MPa}$, a plastic zone size $r = 910 \mu\text{m}$ is calculated using equation (7). This value is much greater than the width of the transition layer (5–10 μm) measured on the fractured surface. Knott²⁷ gave the following relationship to calculate the crack opening displacement δ

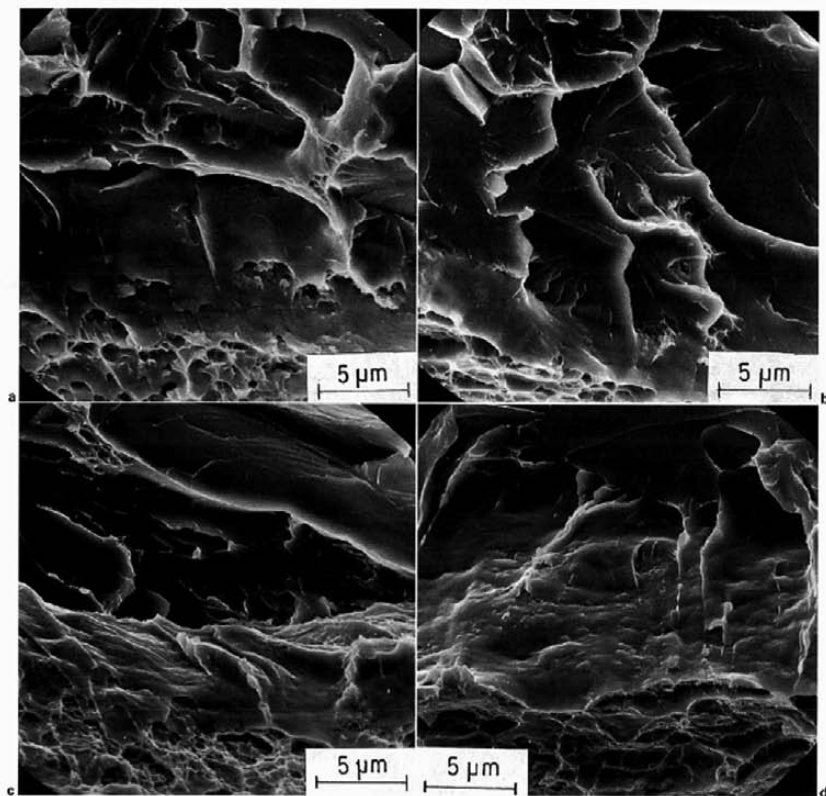
$$\delta \approx K^2/2R_fE \dots \dots \dots (10)$$

where R_f is the flow stress for the region ahead of the crack tip. The critical crack opening displacement δ_c is related to the critical stress intensity factor K_C under plane strain conditions by³³

$$\delta_c = 0.49(K_C^2/R_cE) \dots \dots \dots (11)$$

where R_c and E are the yield stress and the Young's modulus respectively.

Assuming $K = K_C = K_{IC} = 63 \text{ MPa m}^{-1/2}$ and $R_f = 3550 \text{ MPa}$, the value $\delta = 2.5 \mu\text{m}$ is obtained from equation (10) and $\delta_c = 37.6 \mu\text{m}$ is obtained from equation (11). Whereas the first value is close to, the second value is much greater than the width of the actual transition layer. The relationships between the size of the plastic zone and the crack opening displacement (equations (3) and (4)) were developed assuming a stable mode of crack propagation



a, b, c shear transition layer between ductile and brittle crack propagation; d rounded ruggedness and brittle ridges in shear transition layer

7 CVN specimens tested close to lower shelf notch toughness temperature

and, as a consequence, a stable plastic zone size. However, in the present case, there is a change of fracture mode and a fracture transition mechanism which consists of shearing in a localised fracture layer without, or with relatively little, growth of dimples. This indicates a narrow plastic deformation band each side of the propagating crack and also, necessarily, a small plastic zone ahead of the crack tip. For the ductile fracture of unnotched specimens tested at nil ductility temperature, the average diameter of dimples was 2.31 μm , whereas just ahead of the shear transition layer the average diameter of dimples was 0.68 μm . The volume of metal which is plastically deformed in the decohesion process is approximately proportional to the cube of dimple size d^3 . If, under fracture mode transition conditions, the difference in size of the plastically deformed volume of metal determined as $(d_c/d)^3$ is also considered, equation (7) can be rewritten in the form

$$r_c = (1/6\pi)(d_c/d)^3(K_{IC}/R_c) \quad (12)$$

where d is the diameter of the dimples formed under stable crack propagation ($d=2.31 \mu\text{m}$) and d_c is the diameter of dimples at the fracture mode boundary line ($d_c=0.68 \mu\text{m}$).

From equation (12), the plastic zone size r_c is 22 μm , in acceptable agreement with the width of the transition layer established on the actual fracture. This plastic zone width was therefore termed the critical plastic zone size before the change of fracture mode from ductile to cleavage with a plastic shear transition. With greater plastic zone width, the crack would propagate with a greater crack opening displacement in the ductile mode.

Using a measured width of transition layer of 10 μm as the plastic zone size in equations (3) and (4) and assuming $R_c=1250 \text{ MPa}$, $R_s=480 \text{ MPa}$, and $E=220000 \text{ MPa}$, the transition crack opening displacement $\delta_c=0.068 \mu\text{m}$ and the crack tip radius $\rho=2.5 \mu\text{m}$ are deduced. The calculated crack opening displacement could be of the critical size for the initiation of the plane shear which produced the fracture mode transition layer. The crack tip radius and the diameter of dimples in the fracture area of ductile propagation are very similar and suggest that the calculated notch tip radius is associated with crack propagation with the nucleation and growth of dimples. Thus, it cannot be attributed to crack propagation with plane shear, which is characterised by a much smaller deformation volume. A similar

assumption as that applied to rewrite equation (3) would suggest that the crack tip radius is also related to the plastic zone size through the cube of the ratio of dimple sizes $(d_c/d)^3$ as follows

$$\rho = r(d_c/d)^3 \left[\exp\left(\frac{R_c}{R_c} - 1\right) - 1 \right] \dots \dots \dots (13)$$

and that the actual size of the crack tip radius just ahead of the transition layer is $r = 2.5 \times 0.025 = 0.062 \mu\text{m}$.

Conclusions

1. The fracture of Charpy V notch (CVN) specimens in the lower range of transition temperature was similar to that of notched tensile specimens tested at nil ductility temperature (-115°C) and consisted of regions of ductile and cleavage fracture.

2. The morphology of the fracture surface of notched tensile specimens tested at -115°C was virtually identical for crosshead speeds ranging from 0.1 to 1500 mm s^{-1} . It is also concluded that the effect of the actual fracture propagation rate, which depends on the Charpy energy, on CVN fracture mode change is negligible.

3. In the loading rate range tested, a rate independent cleavage strength of 1250 MPa and a ductile flow stress of 3550 MPa were determined on notched tensile specimens at -115°C . On unnotched specimens, the yield stress of 480 MPa was determined at the same temperature.

4. In some regions of the boundary line between ductile and brittle fracture propagation, a shear layer of width 5–10 μm was observed. The size of the dimples just ahead of the transition layer was 3–4 times smaller than in the stable ductile propagation area. The fracture mode boundary line does not show the broken shape that would be expected if the change of fracture mode occurred along the polygonal ferrite or ferrite–pearlite grain boundaries.

5. If, in the equation relating the ductile crack propagation relevant to the mechanical properties of the steel and the plastic zone size ahead of the crack tip, the volume of metal involved directly in the decohesion process is considered, the deduced plastic zone size is in acceptable agreement with the width of the fracture mode transition layer observed on CVN specimens fractured in the lower part of the transition temperature range. The related crack opening displacement and crack tip radius were calculated.

References

1. J. VOJVODIĆ-GVARDJANIĆ: 'Conditions for the brittle transition in small grained microalloyed steels', PhD thesis, University of Ljubljana, 1993.

2. F. VODOPIVEC, B. BRESKYAR, J. VOJVODIĆ-TUMA, and D. KMETIČ: *Kovine Zlitine Tehnologija*, 1999, **33**, 393–400.

3. M. NAGUMO and Y. SAWAMOTO: *J. Jpn. Inst. Met.*, 1990, **54**, 420–426.

4. J. H. CHENG and Z. H. WANG: *Metall. Mater. Trans. A*, 1994, **25A**, 1381–1390.

5. Y. LIANG, M. LI, S. ZHONG, and S. JIANG: *Acta Metall. Sin.*, 1998, **34**, 950–958.

6. J. H. CHEN, G. Z. WANG, C. YAN, H. MA, and L. ZHU: *Int. J. Fract.*, 1997, **83**, 121–138.

7. X. CHENG: *Eng. Fract. Mech.*, 1989, **33**, 685–695.

8. K. JOKOHAMA and M. NAGUMO: *Metall. Mater. Trans. A*, 1998, **29A**, 551–558.

9. G. Z. WANG, J. N. CHEN, and Z. H. LI: *Metall. Mater. Trans. A*, 1997, **28A**, 1689–1698.

10. J. F. KNOTT: *J. Iron Steel Inst.*, 1966, **204**, 104.

11. E. SMITH: Proc. Conf. 'Physical basis of yield fracture', 36, 1966, Oxford. Institute of Physics Publishing.

12. R. O. RITCHIE, J. F. KNOTT, and J. R. RICE: *J. Mech. Phys. Solids*, 1973, **21**, 395–410.

13. D. A. CURRY and J. F. KNOTT: *Met. Sci.*, 1976, **10**, 1–6.

14. D. A. CURRY and J. F. KNOTT: *Met. Sci.*, 1978, **12**, 511–514.

15. D. A. CURRY and J. F. KNOTT: *Met. Sci.*, 1979, **13**, 341–345.

16. D. A. CURRY: *Met. Sci.*, 1982, **16**, 435–440.

17. K. WALLIN, T. SAARIO, and K. TORRÖNEN: *Met. Sci.*, 1984, **18**, 13–16.

18. S. R. ORTNER and C. A. HIPPLEY: *Mater. Sci. Technol.*, 1996, **12**, 1035–1042.

19. D. A. CURRY: *Met. Sci.*, 1980, **14**, 319–326.

20. P. BROZZO, M. CAPURRO, and E. STAGNO: *Mater. Sci. Technol.*, 1994, **10**, 334–339.

21. W. DAHL and H. REIS: 'Grundlagen des Festigkeits und Bruchverhalten', 54–70, 1974, Düsseldorf, Stahlisen Verlag.

22. F. VODOPIVEC, J. VOJVODIĆ-TUMA, and M. LOVREČIĆ-SARAŽIN: *Kovine Zlitine Tehnologija*, 1998, **32**, 463–470.

23. J. LEREIN and J. D. EMBURY: Conf. Proc. 'What the Charpy tests show us', Denver, CO, Nov. 1978, (ed. A. R. Rozenfeld et al.), 33–53, 1978, Materials Park, OH, ASM International.

24. R. MCMEIKING: *J. Mech. Phys. Solids*, 1997, **25**, 357–381.

25. D. M. TRACY: *J. Eng. Mater. Technol.*, 1976, **98**, 146–151.

26. H. KURISHITA, H. NAYANO, M. NARUI, M. YAMAZAKI, Y. KANO, and I. SHIBAHARA: *Mater. Trans., JIM*, 1993, **34**, 1042–1052.

27. J. F. KNOTT: *Met. Sci.*, 1980, **14**, 327–336.

28. J. HESLOP and N. J. PETČI: *Philos. Mag.*, 1956, **1**, 866–873.

29. R. M. THOMSON: in 'Physical metallurgy', (ed. R. W. Cahn and P. Haasen), 2208–2291, 1996, Amsterdam, Elsevier Science.

30. A. H. COTTELL and R. J. STOKES: *Proc. R. Soc. A*, 1955, **A233**, 17.

31. B. SANDSTRÖM and Y. BERGSTRÖM: *Met. Sci.*, 1984, **18**, 177–186.

32. J. F. KNOTT: *Trans. ISIJ*, 1981, **21**, 305–317.

33. W. M. GARRISON and N. R. MOODY: *J. Phys. Chem. Solids*, 1987, **48**, 1035–1074.

34. J. VOJVODIĆ-TUMA: *Int. J. Fract.*, to be published.

35. J. M. BARSON and S. T. ROLFE: 'Correlations between K_{IC} and Charpy V notch tests results in the transition temperature in impact testing of metals', STP466, 281–302, 1970, West Conshohocken, PA, ASTM.

OCENA SANACIJE PROIZVODNIH DRUŽB SLOVENSКИH ŽELEZARN V OBDOBJU 1993-1997

EVALUATION OF THE OPERATION OF SLOVENIAN STEEL WORKS IN THE PERIOD 1993-1997

Franc Vodopivec

Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1998-11-10; sprejem za objavo - accepted for publications: 1998-11-25

V sestavku so predstavljeni in analizirani kazalci poslovanja proizvodnih družb, ki ustvarjajo nad 90% prihodka in ves izvoz. Številke kažejo, da je bil dosežen napredek pri vrednosti prodaje na zaposlenega in povprečni ceni prodanega blaga. Stroški financiranja so v vsem obdobju presegali pričakovani dobiček, zato je finančno stanje slabo. Temu ustreza so bila v obdobju sanacije majhna vlaganja v modernizacijo proizvodnje.

Ključne besede: proizvodnja jekla, predelava jekla, prodaja, izvoz, sanacija, stroški, financiranje proizvodnje, investicije

Figures on the operation of production companies providing for more than 90% of the income and 100% of the export are presented and discussed. Improvement was achieved by the sales value per capita and in the average price of sales. Financing expenses exceeded the expected profit in the whole restructuring period. The balance sheet by the end of 1997 shows very great short time liabilities. In the restructuring period investment expenses were very low.

Key words: production of steel, restructuring, sales, export, financing expenses, investments

1 UVOD

Površno obveščeni časnikarji in politiki so slovenski javnosti vsilili mnenje, da je proizvodnja jekla ena od industrijskih dejavnosti v zamiranju in je zato tudi v Sloveniji nima smisla ohranjati. Dokaz, da to mnenje nima podlage, je rekordna svetovna proizvodnja 794 mio t. v letu 1997, kar je pomenilo ca 6% rast glede na leto 1996 in utrdilo položaj jekla kot osnovnega gradiva tehnične civilizacije^{1,2,3,4}. V javnosti je tudi razširjeno mnenje, da je zastarela tehnologija, po kateri se v Sloveniji proizvaja jeklo (pretaljevanje jeklenih odpadkov v elektrooblačni peči, dovršitev šarž v ponovni peči z ev. vakuumsko obdelavo, kontinuirno ulivanje v gredice in klasično ulivanje v ingote ter končna predelava z valjanjem v plošče, trakove in profile ter kovanje), tudi ekološko dvomljiva. Odgovor na to dilemo najdemo v knjigi L. Brown in sodelavcev: Zemlja 1998, World Watch Institute, 1998, v poglavju Oblikovanje novega gospodarstva. Tu je zapisano na straneh 210 in 211 tudi: "Prehod iz gospodarstva zavrgljivih proizvodov v gospodarstvo ponovne uporabe/recikliranja je že v teku. V jeklarski industriji ZDA zdaj prevladujejo oblačne peči, ki uporabljajo staro železo; l. 1996 je bilo na ta način proizvedenega 55% jekla. Iz pretopljenih odsluženih avtomobilov delajo pločevinke za juho. Ko jih zavržejo, pa jih lahko pretopijo za proizvodnjo hladilnikov. Izrabljene hladilnike je nato mogoče uporabiti za proizvodnjo avtomobilov. Jeklarska industrija, ki za surovino uporablja veliko odpadnega materiala, tako omili težave, povezane s kopanjem in prevozom neobdelane rude, ter zmanjša porabo energije za ca 60%. Jeklarska industrija

ZDA, nekoč zgoščena v zahodni Pensilvaniji, kjer je bilo obilo železove rude in premoga, je zdaj razpršena po vseh državah. Moderne male oblačne peči, raztresene po vseh ZDA, uporabljajo za proizvodnjo jekla zgolj lokalne odpadne materiale; s tem pa prinašajo tudi zaposlitev za lokalne prebivalce in priliv prihodka. Mala, gosto poseljena ameriška zvezna država New Jersey ima na primer malo gozdov in nima rudnikov železove rude. Vendar ima trinajst papirnic, ki uporabljajo odpadni papir, in osem malih jeklarn, ki skoraj izključno uporabljajo odpadni material. Papirnice in jeklarne skupaj prodajo za več kot 1 mlrd USD proizvodov, s čimer omogočajo delovna mesta za prebivalstvo in velike davčne prihodke". Jasno je torej, da ni ekonomskih in ne ekoloških pomislekov zoper proizvodnjo jekla v Sloveniji po že obstoječi tehnologiji, ki je zelo sodobna. Vprašanje se postavlja le glede zadostnega organizacijskega in ekonomskega tržnega znanja in posodabljanja opreme.

V tem sestavku navedene številke bodo bralci ponazorile kakovost in uspešnost sanacije Slovenskih železarn v obdobju 5 let z začetkom leta 1993 in koncem leta 1997. Ali pa so te številke tudi spričevalo za kakovost, narodno gospodarsko ozaveščenost in odgovornost vladne politike, ki je dopuščala proces sanacije, kakršen je že bil?

Nekateri mediji so s poročanjem v javnosti ustvarili vtis, da zaposleni v družbah Slovenskih železarn (v nadaljevanju: SŽ) živijo praktično samo od državne podpore in jim je zato treba gledati še posebej strogo pod prste. Javnost zelo malo ve o tem, kakšno je bilo poslovanje v obdobju sanacije, zato domnevam, da je nemalo ljudi, ki mislijo, da se je zgodilo v tem obdobju

marsikaj, za kar javnost ne sme vedeti. Zanimivo je, da so se mediji na široko razpisali o zamenjavi predsednika uprave v družbi Metal Ravne in o domnevnem izsiljevanju, v nobenem mediju pa nisem našel obvestila, da je Nadzorni svet SŽ zahteval poseg pooblaščenih organov v dveh primerih, ko je šlo za sum preokračitve pooblastil in škodljivo ravnanje.

Zato je koristno, da javnost tudi izve, kaj je iz SŽ "odteklo" v obliki plač, davkov, prispevkov ter anuitet in obresti bankam, in si tako ustvari predstavo o narodno gospodarskem pomenu proizvodnje in primarne pridelave jekla v Sloveniji.

Ta ocena je pripravljena na osnovi izkazov uspeha in bilanc sredstev ter njihovih virov proizvodnih družb, ki v železarnah ustvarijo okoli 90% vsega prihodka in ves izvoz. V SŽ so vključene še storitvene in neaktivne družbe. Zadnje so že več let fiktivna lastnina in prinašajo le poslovno izgubo.

2 IZKAZ USPEHA

Beseda sanacija pomeni ozdravitev, to pa je usposobitev podjetja, da lahko samo posluje v danem gospodarskem okolju in s sredstvi, ki jih ustvarja, financira tekoče poslovanje in razvoj ter usmerja nekaj dobička lastnikom. V preglednici 1 so izkazov uspeha za proizvodne družbe izbrani nekateri parametri, ki omogočajo stvarno oceno dogajanja med sanacijo in oceno sedanjega stanja. Ker je v navadi, da se domačim ljudem ne zaupa prav veliko, bi bilo koristno, da bi lastnik najel dobrega tujega izvedenca in mu naročil, naj oceni izkaze uspeha in bilance virov sredstev koncerna SŽ in družb za obdobje 1993-1997 ter ugotovi uspešnost sanacije.

3 POSLOVANJE V LETIH 1993 DO 1997

Številke o poslovanju v letih 1993-1997 v preglednici 1 zaslužijo največjo pozornost javnosti in še bolj lastnika. Te številke povedo, da je bila obremenitev proizvodnih družb za pokritje stroškov financiranja poslovanja v povprečju vsa leta trikrat ali več večja od pričakovanega donosa; ne donosa na knjigovodsko vrednost kapitala, temveč na doseženo vrednost blagovne proizvodnje. V petih letih so SŽ imele 308 mio DEM stroškov financiranja. Verjetno vse obveznosti iz tega naslova niso plačane, ampak so danes zapisane kot terjatve bank in vključene v pasivo bilance kot kratkoročne obveznosti, kjer najdemo tudi dolgove do dobaviteljev. Skupno bodo banke iz sanacije SŽ v petih letih pridobile 248 mio DEM iz obveznic, 100 mio DEM iz obresti na obveznice (plačal jih je državni proračun, vrnile pa jih bodo SŽ, ko bodo zmogle) in 308 mio DEM stroškov financiranja iz tekočega poslovanja. Torej skupno 656 mio DEM.

Namesto komentarja o upravičenosti in koristi odlivanja denarja iz podjetja v sanaciji navajam ugotovitve iz revije Euromoney 32, marec 1998: "But the US treasury and other governments had a pressing concern. They could not pour taxpayers' money in through the front door to Korea just to see it flow immediately to pay of loans to international commercial banks. For an IMF plus programme to come into effect, commercial banks would have to agree to roll over their credit lines to Korea and accept some of the consequences for imprudent overlending at short term maturities". Dogodki v zvezi s sanacijo SŽ kažejo, da se je v Sloveniji zgodilo tisto, česar se bojijo vlade demokratičnih držav s tržnim gospodarstvom: javni denar, namenjen za sanacijo, je odtekal iz državnega proračuna v poslovne banke, podje-

Preglednica 1: Proizvodne družbe iz koncerna Slovenske železarne. Nekateri kazalci poslovanja v obdobju 1993-1997 (v 000 DEM)

	1993		1994		1995		1996		1997		Skupaj	
	DEM	%	DEM	%	DEM	%	DEM	%	DEM	%	DEM	%
Blagovna proizvodnja, t	388.229		407.521		397.376		312.559		393.544		1.899.229	
Prihodek od prodaje	507.887	100	560.107	100	650.472	100	576.030	100	599.720	100	2.894.216	100
Izvoz	240.309	47,3	302.172	53,9	391.840	60,2	352.472	61,2	384.729	64,1	1.671.522	57,7
Proizvodnja na zaposlenega	62.920		68.290		85.106		81.787		97.167			
Dodana vrednost na zaposlenega	12.206		11.745		19.914		18.483		20.405			
Število zaposlenih	8.072		8.202		7.643		7.043		6.172			
Investicije	1.100	0,2	4.300	0,7	18.145	2,8	27.748	4,8	11.647	1,9	72.467	2,5
Plače	125.066	24,6	135.630	24,2	149.987	23	145.445	25,2	136.785	22,8	692.913	23,9
Prispevki (SPIZ,ZZSS in drugi) ter dohodnina	65.686	12,9	62.529	11,2	64.039	9,8	56.848	9,8	50.052	8,3	299.140	10,3
Bruto plača na zaposlenega (DEM)	1.240		1.377		1.523		1.720		1.846			
Stroški financiranja	143.761	28,3	41.448	7,4	50.180	7,7	37.775	6,6	34.923	5,8	308.087	10,6
Izguba iz poslovanja	95.710	18,8	82.807	14,8	46.040	7,1	66.374	11,5	55.864	9,3	346.795	12,0
Celotna izguba	112.264	22,1	79.120	14,1	65.016	10	164.989	28,6	131.952	22	553.334	19,1
Amortizacija	68.361	13,4	48.159	8,6	46.759	7,2	48.542	8,4	43.116	7,2	254.973	8,8

tje pa je ostalo neozdravljeno in je zato deležno obsojanja javnosti in politike.

V prvem letu sanacije so dosegli stroški financiranja celo 28,3% prihodka od prodaje. To je zelo veliko in dokaz, da je bila sanacija premalo pripravljena. Le neobveščeni optimist je po izkazu uspeha za leto 1993 lahko pričakoval, da se bodo Slovenske železarne same pobrale. Sanacija so torej Slovenske železarne začele ne samo tehnološko neuravnotežene zaradi zmanjšane obsega proizvodnje in spremembe programa proizvodov, temveč tudi obremenjene z neustreznostjo sestavo virov sredstev preko razumne meje. Finančni strošek se je v letih do 1997 sicer postopoma zmanjševal, vendar je bil tudi v letu 1997 nad pričakovanim donosom.

Analiza podatkov v preglednici kaže, da je poslovna uspešnost kaj malo odvisna od števila zaposlenih. V letih od 1995 do 1997 se je zaposlenost zmanjšala za okoli 20%, dodana vrednost pa je zrasla le za 2,5%. Podobno ni bilo nobenega pomembnega zmanjšanja izgube iz poslovanja, čeprav bi ravno to pričakovali od podjetja, ki je v poslovnih sanaciji. Kako bi le, saj so bile investicije v celotnem obdobju (iz lastnih virov in iz dela kredita države v znesku 59,7 mio DEM v letu 1994, uresničene v veliki meri v letu 1996) prav izredno majhne, v povprečju le 2,5% v primerjavi s stroški financiranja, ki so dosegli v istem obdobju 10,6% prihodka od prodaje. Za posojilodajalca je bil donos posojil, ki so jih najele SŽ, v povprečju tri- do štirikrat večji od padca vrednosti DEM. Videti je, kot da bi bila sanacija naravnana tako, da bi se koncern SŽ rahlo stabiliziral, vendar bi se ohranjal v zadostni kondiciji, da bi mogel vračati posojila, ki jih je potreboval za poslovanje. Odsev poslovanja je seveda bilanca sredstev, ki v pasivi izkazuje zelo velik delež obveznosti, posebno kratkoročnih.

Dodana vrednost je bila tudi v letu 1997 nizka. Zanimivo je, da sta jo v letu 1997 povečevala predvsem obe največji jeklarski družbi: Acroni (27.128 DEM) in Metal (21.966 DEM). Metal je dosegal že mnogo večjo dodano vrednost: 28.397 DEM v letu 1995 in 34.331 DEM v letu 1996.

Delež plač v prihodku od prodaje ni presegal tistega pri konkurenčnih podjetjih. Tudi rast povprečne plače je bila v letih 1993-1997 sprejemljiva. Dosegla je 17% in je bila praktično enaka rasti prihodkov od prodaje, vendar pa 3,2-krat manjša od rasti prodaje na zaposlenega, ki je zrastle za 54,4%. Seveda pa je bil delež plač mnogo prevelik glede na ustvarjeno dodano vrednost.

Absolutno je izvoz v obdobju 1993-1997 zrastle za 60% in dosegel v letu 1997 povprečno 57,7% vrednosti vse blagovne proizvodnje. Po deležu izvoza v prihodku od prodaje se ločijo v letu 1997 tudi tri "core firme": Stroji in tehnološka oprema Ravne (65,6%), Metal Ravne (72,5%) in Acroni (64,5%). Te družbe so s 158 mio DEM izvoznega prihodka v letu 1997 tudi največji izvozniki.

Številke v preglednici povedo, da je bilo precej doseženega pri povečanju prodaje in osvojitvi zunanjih

trgov, vendar pa malo pri uspešnosti poslovanja. Kazalci, ki to prikazujejo bi se gotovo mnogo bolj izboljšali, če bi ob zmanjšanju zaposlenosti vzporedno potekalo tudi vlaganje v zmanjšanje drugih proizvodnih stroškov in povečanje storilnosti. To pomeni investicije v proizvodno opremo ter raziskave in razvoj, vsaj v obsegu zneska letne amortizacije. Tako pa je bila večina zbranih sredstev amortizacije porabljena za financiranje tekočega poslovanja, kar je bilo nujno za kratkoročen obstoj, vendar pa katastrofalno za srednjeročno in dolgoročno uspešnost podjetij.

Dokaz za oplenitvenost proizvodnega programa je rast povprečne cene na tono prodanih proizvodov. Ta je zrasla za 42%, tj. na 1397 DEM/t, v družbi Acroni, in za 26%, kar je 1891 DEM/t, v družbi Metal. Ta družba je v letu 1996 dosegla celo povprečno ceno 1977 DEM/t blagovne proizvodnje. Zanimivo je ob tem vedeti, da je bilo leto 1996 recesijsko, v letu 1997 pa so proizvajalci jekla dočakali rast cen in količin, torej konjunkturo na trgu jekla.

Na osnovi števil v preglednici in kratkega komentarja je jasno, zakaj sem sredi leta 1997 presodil, da ni mogoče pričakovati izboljšanja poslovne uspešnosti družb v koncernu SŽ brez dokapitalizacije. Po zakonu o delni privatizaciji je za dokapitalizacijo in prevzem obveznosti iz garancij za kredite, najete za poslovanje v preteklosti, namenjeno 10 mlrd SIT. Največje družbe v koncernu SŽ skoraj nimajo lastnih trajnih obratnih sredstev. Likvidna sredstva se obrnejo v koncernu SŽ približno štirikrat letno, kar je prepočas. Če bi bilo mogoče financirati tekoče poslovanje iz bančnih posojil z obrestmi, ki bi bile nižje od pričakovanega donosa, da bi družbe lahko iz lastnih sredstev financirale razvoj (investicijski razvoj, razvoj tehnologije, razvoj trga, razvoj kadrov itd), bi bila sredstva po zakonu zadostna, če bi bila uporabljena za izboljšanje deleža lastnih obratnih sredstev, kar pa se ni dogodilo. Pričakovati je, da bodo obrestne mere še nekaj časa večje od donosa in tudi inflacija v SIT večja kot v DEM. Torej bodo makroekonomski pogoji za poslovanje SŽ zaradi velikega deleža izvoza v prihodku od prodaje precej neugodni. Ker bo tolarška inflacija še dolgo večja od devizne, naraščanje stroškov v tolarjih ne bo izravnano z večjim prilivom iz izvoza. Zato ni verjetno, da bi lahko v sedanjih razmerah poslovanja družbe lahko kmalu ustvarile dovolj lastnih trajnih obratnih sredstev, ki so temelj za uspešno poslovanje. Zato so sredstva, dana po zakonu prej premajhna kot zadostna. Drugače bo, če bodo družbe v koncernu SŽ doživele nadpovprečno veliko in dolgo cenovno in količinsko konjunkturo na trgu jekla. Seveda tudi to velja le ob izpolnjenem pogoju temeljitega zmanjšanja proizvodnih stroškov in povečanja izkoristka.

Sanacija pa bi bila popolnoma iluzorna na osnovi predloga za dokapitalizacijo in prevzem obveznosti v višini 3,7 mlrd SIT. To je bil predlog Ministrstva za gospodarske dejavnosti v začetku oktobra 1997 na predlog poslanca Janeza Kopača v Državnem zboru.

Vlada ga je tudi sprejela na korespondenčni seji, vendar je bil kasneje sklep preklican in sprejeta že omenjena dokapitalizacija in prevzem obveznosti SZ.

Realna ocena številok o poslovanju SZ v obdobju 1993-1997 navaja na sklep, da tudi po letu 2000 železarne ne bodo sposobne brez povečevanja obveznosti plačevati obresti na obveznice za sanacijo, ni pa nobenega upanja, da bi plačale glavni obveznik za sanacijo in današnji neto dolg. Če bi država v letu 1993 ne poplačala bančnih terjatev ali pa vsaj resnično finančno sanirala podjetja v Slovenskih železarnah, da se to ni zgodilo, je dokaz 28,3% stroškov financiranja v prihodku od prodaje iz leta 1993, ampak ta sredstva vložila v investicijsko in tehnološko sanacijo ter v uravnoteženje proizvodnih zmogljivosti, kar bi močno znižalo proizvodne stroške, bi obstajala možnost, da bi bile železarne od leta 1994 naprej sposobne, da bi vračale bančne terjatve ali vsaj tisti delež teh terjatev, ki bi se pokazal kot upravičen po reviziji. Bile bi gotovo poslovno sanirane z dokapitalizacijo in prevzemom obveznosti z zakonom o delni privatizaciji, ki je bil sprejet v letu 1998. Posredno potrdilo za ta sklep najdemo v dejstvu, da so stroški financiranja v obdobju 1993-1997 (308 mio DEM) večji od zneska sredstev, ki so bila porabljena za poplačilo bančnih terjatev v začetku leta 1993 (248 mio DEM obveznic).

Razen v primeru izjemne konjunktore, kar je praktično nemogoče, pa vsaj dva razloga potrjujeta neupravičenost pričakovanja popolne, poslovne in finančne sanacije. Leta 1995 je bila tedaj močno zadolžena družba Jeklo Štore priključena družbi Metal Ravne. To se je zgodilo po priporočilu avtorjev študije Phare. Vendar se tedaj ni uresničilo priporočilo avtorjev iste študije, da je treba pred pripojitvijo Jeklo Štore dokapitalizirati v višini najmanj 50 mio DEM. Dolg, ki ga je močno zadolženo Jeklo Štore preneslo v Metal Ravne in bremeni poslovanje te družbe, je bil v začetku leta 1998 približno 8 mlrd SIT in je grozil, da bo kmalu onemogočil poslovanje družbe Metal, ne glede na zadovoljivo rast proizvodnje in prodaje v letu 1998. Dolg sestavljajo obveznosti do dobaviteljev in bank, ki jih je treba seveda redno izpolnjevati. Ta dolg tudi močno znižuje boniteto družbe Metal. Za sanacijo tega dolga je bilo porabljeno veliko sredstev iz dokapitalizacije in prevzema obveznosti po zakonu iz februarja 1998.

V preglednici najdemo samo dva pozitivna dosežka sanacije: naraščanje deleža izvoza v prihodku iz prodaje in naraščanje povprečne vrednosti proizvodov na tono prodanih proizvodov. Oboje je dokaz, da se je navkljub težavam pri financiranju proizvodnje v proizvodnih družbah našel zunanji trg za nove proizvode z več znanja in dela ter zato dražje. Oboje je v največji meri zasluga vodilnih in vodstvenih ekip v podjetjih, ki bi dosegle gotovo več pri primerni finančni podpori. Vendar pa je, vsaj pri vseh treh jeklarskih družbah, delež stroškov za material in zunanje storitve v ceni proizvoda še vedno nesprijemljivo visok. Za to so subjektivni razlogi,

vendar pa je nekaj odstotkov stroškov za material tudi zaradi pomanjkanja lastnih obratnih sredstev. To je vzrok za višje vhodne cene, obresti zaradi zamud pri plačilih za blago, porabljeno za proizvodnjo, "ad hoc" spremembe plana proizvodnje in zamude pri dobavah.

Pri zmanjševanju stroškov, podobno kot pri financiranju, je bil pri sanaciji dosežen daleč premajhen uspeh. Ni jasno, ali upravni in nadzorni organi niso namenili zadostne pozornosti temu problemu, ali pa so mislili, da se bodo zadeve uredile same po sebi in brez vlaganj v opremo, tehnologijo in RR. Sodeč po številkah o zaposlovanju in vesteh v medijih je bilo v letih sanacije veliko vloženo v zmanjševanje števila zaposlenih. Ob tem je treba povedati, da je v ceni proizvoda že nekaj let strošek dela v jeklarnah SZ nižji kot pri konkurenci v razvitih državah.

V preglednici 2 sta prikazani bilanci stanja za proizvodne družbe za konec leta 1992 in 1997. Knjigovodska vrednost premoženja se je v tem obdobju zmanjšala za okoli 26%, tj. na 867 mio DEM, kar je še vedno veliko glede na prihodek od prodaje ca 600 mio DEM. Relativno se je v letih sanacije najbolj zmanjšala vrednost kratkoročnih terjatev za dobavljeno blago, kar je dobro.

Kumulativno so izgube približno enake za leti 1992 in 1997. Močno pa se je zvečala izguba iz preteklega poslovanja, ki je dosegla konec leta 1997 212 mio DEM oz. 24% vrednosti pasive. Konec leta 1992 so bile kratkoročne in dolgoročne obveznosti približno enake in so s 670 mio DEM za 32% presegle prihodek iz prodaje iz leta 1993. Konec leta 1997 so bile dolgoročne obveznosti sprejemljive, močno pa so se zvečale kratkoročne obveznosti. Prihodek od prodaje ca 600 mio DEM je leta 1997 presegel obveznosti le za ca 30%. To pomeni, da se je finančno stanje posredno izboljšalo, vendar premalo, da bi mogle družbe brez škode redno plačevati finančne obveznosti in bi bil likvidnostni odliv brez škode za poslovanje. V obdobju 1993-1997 se je neto dolg sicer zmanjšal za okoli 17%, tj. na 334 mio DEM oz. ca 56% prihodka od prodaje, vendar pa je v njem močno zrastle delež kratkoročnih obveznosti zaradi zamud pri plačilih dobaviteljem in pri vračanju kreditov. Gre torej za obveznosti iz tekočega poslovanja, ne pa za tiste iz posojil za investicije v zmanjšanje stroškov proizvodnje in povečanje proizvodnosti, kar je potrebno za zmanjšanje stroškov proizvodnje.

Zelo je slabo, da se je primanjkljaj TOBS (trajnih obratnih sredstev) povečal od 12,56 na 166 mio DEM, torej za več kot 13-krat. Večina vsega, kar je bilo pridobljeno z zmanjšanjem obveznosti, je bila plačana iz lastnih obratnih sredstev. Ker se likvidna sredstva v SZ v povprečju obrnejo štirikrat na leto, bi moralo biti hitrejšo obračanje tudi eden od temeljnih ciljev sanacije. Stanje TOBS konec leta 1997 pomeni, da je večina poslovanja družb potekala na osnovi kratkoročnih posojil, katerih cena je nekajkrat presegla donos proizvodnje.

Ob tem je treba povedati, da so bile v SZ poslovno uspešne nekatere manjše družbe, ki so imele v pasivi

Preglednica 2: Bilanca stanja za proizvodne družbe SŽ konec leta 1992 in 1997

		31.12.1992 v mio DEM	%	31.12.1997 v mio DEM	%
1.	Stalna sredstva**	874,33	74	635,26	73
a)	mat. in nemater. naložbe	836,01	71	621,08	71
b)	dolgoročne finančne naložbe	38,33	3	14,19	2
2.	Kratk. gibljiva sredstva	301,13	26	231,56	27
a)	zaloge	86,37	7	120,87	14
b)	kratkoročne terjatve	214,76	18	108,12	12
3.	aktiva/pasiva	1.175,46	100	868,70	100
4.	Trajni kapital	505,40	43	401,73	46
a)	Osnovni kapital	814,90	69	441,42	51
b)	izguba iz preteklih let	0,00	0	212,14	24
c)	izguba iz tekočega posl.	309,50	26	90,02	10
5.	Obveznosti	670,06	57	460,75	53
a)	dolgoročne	356,37	30	63,30	7
b)	kratkoročne	313,69	27	397,45	46

bilance stanja največ 20% obveznosti in temu ustrezno majhen delež stroškov financiranja. Likvidnostni presek stanja večine proizvodnih družb SŽ konec leta 1997 ni bil boljši kot na začetku leta 1998 in je realna slika napačnega načina sanacije podjetja.

Jeklarne v Slovenskih železarnah se oskrbujejo z najvažnejšimi surovinami in repromateriali pretežno iz uvoza, tudi z jeklenimi odpadki. Te sicer iz Slovenije tudi izvažajo, čeprav je to deficitno. V preglednici 3 so po podatkih iz SŽ navedene cene nekaterih uvoženih materialov, njihova borzna ter nakupna cena za družbi Acroni in Metal.

Preglednica 3: Cene nekaterih surovin v juliju 1998

	Borza DEM/t	Acroni DEM/t	Metal DEM/t	Razlika %
Jekleni odpadek	188	221	225	18,6
Leg.jekl.odpadek	898	1230	1260	38,6
Nikelj	7577	9668	-	27,8
Ferokrom	1026	1232	1180	17,5
Ferossilicij	1140	1266	1260	10,8

Slovenske jeklarne so slab plačnik in navedene, verjetno pa še druge surovine in repromaterialne, npr. elektrode, ognja varne materiale in rezervne dele, plačujejo precej nad borzno ceno oziroma tisto, ki jo plačuje konkurenca. Vzrok za tako stanje je pomanjkanje lastnih virov trajnih obratnih sredstev. Poleg višje cene dražje stroške nakupov še obstaja za zamujena plačila, ki so velikosti 1% mesečno.

V izkazu uspeha družb Acroni in Metal za leto 1997 so dosegli stroški materiala 18,83 mlrd SIT. Desetodstotno znižanje tega stroška bi pomenilo ca 29% povečanje dodane vrednosti v obeh družbah in zmanjšanje izgub pri poslovanju za 2/3. To pove, kako važno je, da se pri sanaciji zagotovijo optimalne razmere poslovanja pri nabavi. To se pri sanaciji v obdobju 1993

do 1997 ni zgodilo. Nasprotno, prav katastrofalno so se zmanjšali lastni viri trajnih obratnih sredstev.

Takšnega prihranka pri poslovnih stroških, kot tudi pri nabavi materialov in delov za proizvodnjo, ni mogoče doseči z nobenim drugim projektom, sploh pa ne z zmanjševanjem zaposlenosti. Do tega bi moralo priti, če bi hoteli doseči enako zmanjšanje stroškov za okoli 30%. To ni mogoče, ne da bi se zato zmanjšala blagovna proizvodnja, oziroma je mogoče samo, če bi se zelo mnogo vložilo v obnovno proizvodnih naprav.

4 SKLEP

Družbe v koncernu Slovenske železarne ne bodo mogle uspešno poslovati, pa tudi ne privatizirati se z domačim mešanim ali tujim kapitalom, s sedanjim bremenom obveznosti. Te bo moral prevzeti lastnik, to je država Slovenija. Postavlja se vprašanje, ali je lastnik pripravljen, da to breme prevzame danes in omogoči popolno sanacijo družb v koncernu Slovenske železarne do mere, da bi lahko same skrbele za tekočo proizvodnjo in ves razvoj, ki je potreben za uspeh na že osvojenem in na novem trgu. Taka sanacija bi družbam dala realno tržno vrednost in bi se strošek zanjo gotovo povrnil pri privatizaciji. Če bo lastnik breme prevzel šele ob privatizaciji, bo temu primerno ob prodaji ali privatizaciji iztržil nizko ceno, ne da bi dobil kakršnokoli pomembno povračilo.

Tudi vlada se je zavedala, da ukrepi po zakonu o delni privatizaciji iz februarja 1998 niso zadostni. Zato je sprejela 11. decembra 1997 sklep o dodatnih poroštvi in dokapitalizaciji.

Do danes, po vednosti avtorja tega spisa, ni bil sprejet noben dodatni ukrep, mnogo sredstev za dokapitalizacijo pa ni bilo v letu 1988 namenjeno za izboljšanje tekočega poslovanja in vlaganje, temveč za pokrivanje obveznosti, katerih vir je nedodelana združitev podjetij Metal Ravne in Jeklo Štore leta 1994.

5 LITERATURA

- ¹ F. Vodopivec: Jeklo po letu 2000; *Kovine Zlitine Tehnologije* 28 (1994) 45-52
- ² F. Vodopivec: Steels, the material for the 21st century; *Metalurgija* 35 (1996) 67-72
- ³ J. W. Eddington: The New World of Steel; *Ironmaking and Steelmaking* 24 (1997) 19-28
- ⁴ H. Wiener: Wirtschaftliche Perspektiven der Weltstahlindustrie; *Stahl u. Eisen* 117 (1997) 33-37

Dependence of accelerated creep rate on carbide particle distribution in martensite for 0.18C–11.5Cr–0.29V steel

F. Vodopivec*, J. Vojvodič-Tuma, B. Šuštaršič, R. Celin and M. Jenko

The number of carbide particles stringers at boundaries and subboundaries of martensite per unit of surface decreases with the third root of tempering time at 1073 K. The accelerated creep rate at 853 K depends on the number of stringers of carbide particles per unit of surface, and below an inflection point, the creep rate increases strongly. Equations relating for creep rate are discussed in terms of experimental creep rate, number of carbide particles stringers and average particles spacing.

Keywords: Creep resistant steel, Tempered martensite, Carbide particles distribution, Accelerated creep rate, Creep rate equations

Introduction

Modern creep resistant steels with the microstructure of tempered martensite are used in thermal power plants at a temperature inducing changes in size and distribution of carbide particles.^{1,2} The initial microstructure of these steels consists of a ferrite matrix and carbide particles, mostly in stringers at martensite boundaries and subboundaries, yet the dependence of creep rate on carbide particle distribution has received little attention so far. By routine testing of a tube of steel X20 of diameter 45 mm cut from a damaged overheater after 57 000 h of operation, it was found that one side of the microstructure was tempered martensite with stringers of carbide particles, while on opposite side, the distribution of carbide particles was uniform, and the accelerated creep rate was for about 4–5 times greater.³ From investigations on a 0.1C steel strengthened with Ta, W and V carbide and nitride particles, it was concluded that the rupture time was quantitatively correlated with the microstructural parameters, such as carbide particle spacing and subgrain size.⁴ By long term creep fracture tests of steel P92 in the temperature range 823–1023 K, the creep rupture strength above 923 K decreased faster with increasing rupture time than at lower temperature.⁵ The authors explain the difference supposing that the content of MX precipitates was constant in the range of test temperature of 823–1023 K and that the faster decrease in rupture time at higher temperature is due to the stronger enhancing effect of deformation on coarsening of MX precipitates.^{6,7} According to Refs. 8 and 9, $M_{23}C_6$ particles at grain and subgrain boundaries delay the subgrain growth, while intragranular MC particle pin dislocations. At tempering at 800 °C, the coarsening of $M_{23}C_6$ particles was time dependent with $t^{0.22}$, and the accelerated creep rate

increased proportionally to the average particle spacing¹⁰ λ deduced by applying the relation $\lambda = (4d/f)^{1/3}$,¹¹ where $d = 2r$ is the particle size and f is the volume share of carbide phase in the steel.¹¹ The strong increase in creep rate above the inflection point in Fig. 1 was attributed to the change in distribution of carbide particles from stringers at grain and subgrain boundaries to uniformity.¹⁰

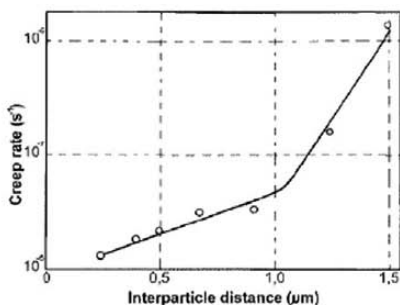
It is confirmed that by constant quantity and size of particles, the creep rate also depends significantly on the distribution of carbide particles in tempered martensite. The aim of the present work was to establish and verify a method for assessing the number of stringers of carbide particles per unit of area in tempered martensite to determine their effect on accelerated creep rate and to verify how the presence of stringers and of uniform distribution of particles affected the equations connecting the creep rate to particle spacing and size.

Experimental

Specimens of steel X20 (0.18C–11.5Cr–1.08Mo–0.29V) were quenched and tempered for up to 1344 h at 1073 K.¹⁰ The steel was used because, after a sufficient long tempering at 1073 K, virtually, only the presence of carbide particles $M_{23}C_6$ with Cr, Fe and Mo was established, and the absence of Laves phases⁸ and MC were verified.¹² Uniaxial accelerated creep tests were carried out on specimens tempered for a different time with 100 h constant stress of 170 MPa at 853 K, earlier found to be sensitive to the effect of carbide particle distribution on creep rate.^{3,10} The specimens have a diameter of 4.2 mm, gauge length of 30 mm and total length of 80 mm. The temperature was controlled within 1 K, the change in total length of specimens was recorded with the accuracy of 0.001 mm and the creep rate deduced automatically for periods of time of 10 min. By great creep rate, the test was ended with a total deformation of 0.5 mm. The time of primary and secondary (constant) creeps was shorter by longer tempering.

Institute of Metals and Technology, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenia

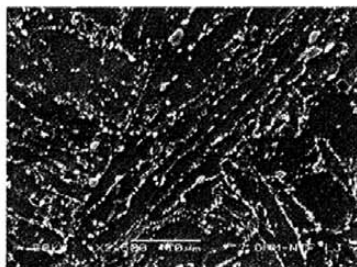
*Corresponding author, email franc.vodopivec@imt.si



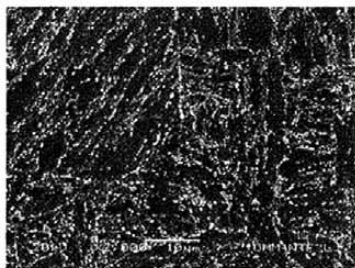
1 Steel X20 (0.18C-11.5Cr-0.29V) tempered at 800 C for up to 1344 h: dependence of accelerated creep rate at 580 °C on calculated average particle spacing¹⁰

The distribution of carbide particles was examined by scanning electron microscopy of specimens cut out from the gauge section of crept specimens. In the initial microstructure, carbide particles were located mostly in stringers at grain and subgrains boundaries (Fig. 2). With longer tempering time t , the number of stringers per unit of surface of specimens (termed number of stringers) decreased, the share of uniformly distributed particles increased (Figs. 3 and 4) and, after the longest tempering, the distribution of carbide particles was uniform. The number of stringers was assessed for every specimen with counting on six micrographs at equal magnification. After longer tempering, it was frequently uncertain if a small number of particles represented a stringer. To make the assessment easy, only rows with 10 or more particles at a mutual distance about equal or lower than the particle size were considered as stringers. The applied method was reliable and less time consuming than the assessment of particles size and spacing in stringers. On general, the decomposition of particle stringers at grain boundaries was slower than that at subboundaries. In the same specimens, the average size of carbide particles increased¹⁰ with $t^{0.27}$, where t is the tempering time.

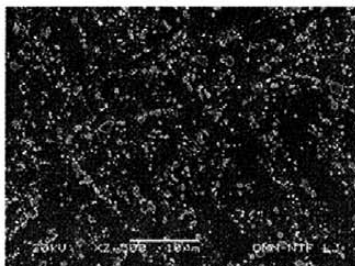
For the effect of subgrain size strengthening σ_{sg} , the relation $\sigma_{sg} = 10Gb/\lambda_{sg}$ was proposed, where λ_{sg} is short width of laths in tempered martensite, G is shear module



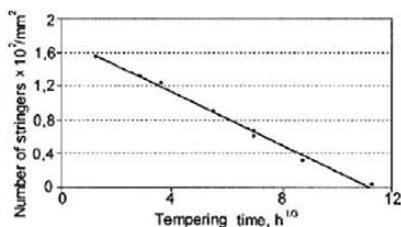
2 Distribution of carbide particles after 24 h of tempering at 1073 K



3 Distribution of carbide particles after 168 h of tempering at 1073 K



4 Distribution of carbide particles after 672 h of tempering at 1073 K

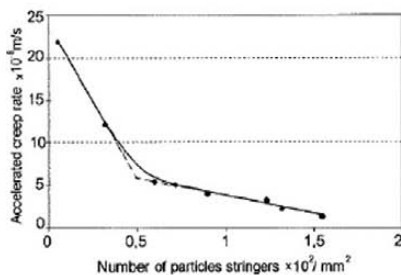


5 Dependence number of stringers per unit of surface versus tempering time at 1073 K

and b is Burgers vector.^{2,4} The assessment of the short width of laths on specimens tempered at 1073 K was less accurate than that of the number of carbide stringers, namely, in different martensite grains, the laths' width varied between 0.5 and 4 μm, and after longer tempering, stringers did not coincide always clearly with subgrain boundaries.

Results

At tempering at 1073 K, the number of stringers with more than 10 particles in a row decreased proportionally to $t^{1/2}$, where t is the tempering time (Fig. 5), as for the



6 Dependence of accelerated creep rate on number of stringers of carbide particles in tempered martensite

theoretical particle coarsening kinetics.¹³ The experimental points fit well with the $t^{1/3}$ dependence, and it is assumed that a similar kinetics of decomposition would also be obtained for stringers of carbide particles with <10 particles in the row.

In Fig. 6, the dependence of accelerated creep rate versus the number of carbide particle stringers is shown. The experimental points fit well to a curve of two segments that can be approximated to straight lines with change in slope at the inflection point at $0.5 \times 10^7 \text{ mm}^{-2}$ of particle stringers, and below this point, the accelerated creep rate increases for ~ 7.5 times slower by growth of the number of stringers. As with longer tempering time, the number of stringers is lower, and the share of uniformly distributed particles greater; it is assumed that the ratio of slopes of both linear parts represented the creep rate increase due to the change in distribution of carbide particles of similar size from the major effect of particles in stringers to the major effect of uniform distribution of particles. A similar effect of carbide particle distribution on creep rate was found in so far unpublished investigations of creep rate of steels X20 and P91 with three different grain sizes tempered up to 17 520 h.¹⁴ After tempering at 923 K, the creep rate increased, as expected from the growth of particles spacing, while tempering at 1023 K, longer for the steel P91, a similar inflection was observed as in Figs. 1 and in 6. All these findings suggest that the faster lowering of steel creep rupture strength above 923 K in Ref. 5 may be due also to the redistribution of carbide particles that occurs after shorter tempering at higher temperature.

In the dependence in Fig. 6, only the effect of particles of carbide stable at the tempering temperature of 1073 K is considered. With reference to the steel composition, the difference in solubility of M_2C_3 carbides between the tempering temperature of 1073 K and test temperature of 853 K is assumed to be negligible. The solubility of MC carbides is higher at this temperature than at the creep test temperature of 823 K. No experimental data were found for the solubility of vanadium carbide in ferrite in creep resistant steels. According to the solubility product for vanadium carbide in microalloyed steel,¹⁵ $\log(V)(C) = -9500/T + 6.72$, where (V) and (C) are weight contents of V and C in solution respectively and T is temperature in kelvin; the content of V in ferrite is of more than 2 orders of magnitude lower at creep test

temperature of 853 K than at tempering temperature of 1073 K. Thus, vanadium carbide was virtually in solution at tempering and could precipitate at creep test as uniform dispersion of particles in the interior of ferrite grains.^{4,8,9} It is assumed that the extent of precipitation during the creep test at 853 K was equal for all specimens, and the effect of plastic deformation was also equal.^{5,7} Thus, on the basis of the clear dependence in Fig. 6, it was assumed that the effect of the eventual precipitation at creep test was constant for all specimens and that the dependence was a reliable evidence of the effect of distribution of carbide particles stable at 1073 K on creep rate. This conclusion agrees with the dependence in Fig. 1 and also with the calculation results of creep rate later in the present work.

Discussion

The dependence in Fig. 6 confirms that, in creep resistant steel, stringers of particles are stronger barrier to moving dislocations than the equal content of uniformly distributed particles of similar size. Visual examination of micrographs at sufficient magnification confirms that, in stringers, also after longer tempering, the particle spacing is much smaller than the calculated average spacing and supports the conclusion that the effect of stringers is probably related to the smaller particle spacing in rows. The decrease in the number of subgrain boundaries at tempering is explained by a recovery process⁷ facilitated by high temperature, while the decrease in the number of stringers is due probably to the greater coarsening rate of particles at grain and subgrain boundaries. It seems justified to conclude that the creep resistance of steels with the microstructure of tempered martensite cannot be reliably modelled without considering the effect of the distribution of carbide particles. Thus, the different values of creep activation energy and stress exponent reported may be related to the omitted effect of carbide particle distribution in tested specimens. The theoretical model for the calculation of the effect of non-shearable particles on the creep rate relates, by constant volume share of carbide phase, this rate to the particles spacing λ .^{11,16}

$$\dot{\epsilon} = (b^2/k_B T G) \lambda \rho \sigma^2 D \quad (1)$$

where $\dot{\epsilon}$ is the creep rate, b is the Burgers vector, k_B is the Boltzmann constant, T is the temperature in kelvin, G is the shear modulus, σ is the acting stress, D is the diffusion coefficient and ρ is the density of mobile dislocations.

A better fit to experimental values of creep rate was found by introducing in equation (1) a constant A accounting also for particle spacing, a stress exponent $n > 2$, the rationalisation of the stress σ with the shear modulus and yield stress at creep temperature and the threshold stress σ_{th} , below which, theoretically, no creep could occur^{17,18}

$$\dot{\epsilon} = A(DGb/k_B T)(\sigma - \sigma_{th}/G)^n \propto \quad (2)$$

In the detachment concept of interaction of particles and mobile dislocations, the particle size is included as parameter of a real microstructure¹⁹⁻²³

$$E = Gb^2 r [(1-k)(1-\sigma/\sigma_d)]^{3/2} \quad (3a)$$

$$\dot{\epsilon} = (6z\rho/k_B T) \exp(-E/k_B T) \quad (3b)$$

where E is the creep activation energy, σ_d is the detachment stress, r is the average particles size, and the relaxation parameter $k = T_p/T_m$, where T_m is the dislocation line energy in the matrix and T_p is the dislocation line energy decreased by the attraction force precipitate-dislocation. The value of the parameter k is $(0 < k < 1)$.²⁰

In the present work, the discussion will be limited on the effect of microstructural parameters on calculation of creep rate applying values of the stress exponent of $n=2$ and 3 and the deduction of the effect of particles in stringers on the threshold stress. For the calculation of the average particles spacing deduced from experimental particles size and volume content of carbide phase, as explained earlier, particles size and physical constants will be used and the results compared to experimental creep rates.

Let us now quote some references on the subject of creep rate of creep resisting steels with the microstructure of tempered martensite. In Refs. 24–26, experimental data on creep tests on the 9Cr11Mo0.2V steel (P91) are presented and discussed for the range of stress of 75–450 MPa, temperature of 823–923 K, creep rate of 5×10^{-10} to 10^{-3} s^{-1} and for times to rupture up to $3 \times 10^7 \text{ s}$. It was concluded that the rearrangement of dislocations affected more the creep rate than the particle coarsening and that the pinning of subboundaries with precipitates was of essential importance for the creep rate. In addition, it was deduced that the apparent activation energy was lower by higher engineering stress and that the interaction of dislocations and $M_{23}C_6$ particles was attractive. The conclusion was that the detachment model did not account well for experimental data for the investigated steel P91 probably because the effects of grain and subgrain size as well as carbide particle distribution in high temperature tempered martensite were omitted.

It was confirmed for a 9Cr–Mo–Nb–V–N steel⁸ that the activation energy was strongly dependent on stress. Two families of precipitates of different size were found in the steel; coarser $M_{23}C_6$ particles at grain and subgrain boundaries and MC precipitates were uniformly distributed in the matrix. It was suggested that the creep rate depends on the difference in threshold stress generated by two families of precipitates by a power law with the stress exponent of 5 and that $M_{23}C_6$ particles obstruct subgrain coarsening, while MX precipitates interact with dislocations. Assuming that the stress dependent energy barrier depended on an intermediate and the final states, applying the experimental data in Refs. 24–26, equations relating the threshold stress σ_{th} to temperature, the creep rate to the applied stress and creep activation energy and the stress exponent to the applied stress were evolved^{27–29} without the inclusion of parameters of steel microstructure. For steels with the microstructure of tempered martensite, the equations gave the creep activation energy about two times greater than the creep activation energy for ferrite.³⁰

In tempered martensite, the average interparticle distance calculated by applying the relation quoted earlier¹¹ does not account for real particle spacing because of the omitted particle distribution. Based on

Fig. 6, it was assumed that, for the investigated steel, equation (1) could be applied with sufficient reliability only for the microstructure with a particle stringer number below the inflection point at $0.50 \times 10^3 \text{ mm}^{-2}$ when the effect of uniform particle distribution prevailed over that of stringers of particles. The dependence in Fig. 6 suggests that, in the analytical treatment of creep rate for the microstructure of tempered martensite with non-uniform distribution of carbide particles, a term accounting for the distribution of carbide particles based on the number of particle stringers or another representative parameter of microstructure should be included. This term can be in the form of a ratio of average effect of particle distribution of $\rho_{th} = \Delta \epsilon_{ad} / \Delta \epsilon_{ps} = 0.13$, where $\Delta \epsilon_{ps}$ is the average growth of creep rate in the presence of carbide stringers and s is the average creep rate growth by uniform distribution of particles. A term decreasing the acting stress level ($\sigma - \sigma_{pd}$) with the σ_{pd} value depending on the distribution of carbide particles and substituting the threshold stress σ_{th} in equation (2) could be used also. The average effect of particle distribution on stress can be deduced from the ratio of slopes of the linear approximation of both parts of the dependence in Fig. 6 of $\rho_{th} = 0.13$ and with the stress exponent $n=2$, $\sigma_{pd} = 109 \text{ MPa}$ from $(\sigma - \sigma_{pd})^2 = 0.13\sigma^2$, with $\sigma = 170 \text{ MPa}$.

In equations (1) and (2), physical constants and experimental parameters are included. Of these, the particle spacing is calculated from particle size and volume of carbide phase in steel and the creep rate is determined experimentally with sufficient accuracy, while the experimental determination of dislocation density requires appropriate research facilities.

For the dislocation density and velocity v for copper, the equations $\tau = 1/2(Gb\rho^{1/2})$ and $\dot{\epsilon} = \rho vb$ are given,³⁰ where τ is the acting shear stress. With $\tau = \sigma/N = 170/3$ and the values for G and b given later, the mobile dislocation density of $\rho = 1.03 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ is deduced from the first relation. For the density of mobile dislocations, the equation

$$\rho = (\sigma/zMgb)^2 \quad (4)$$

where $z=0.4$ was proposed.³¹ Introducing the data into equation (4) $\sigma = 170 \text{ MPa}$, $G_{853K} = 57.6 \times 10^3 \text{ MPa}$ (Ref. 32), $M=3$, $b=2.5 \times 10^{-10} \text{ nm}$, the dislocation density of $\rho = 0.978 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ is obtained in good agreement with the value calculated earlier. For the dislocation density of $\rho = 0.978 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ and creep rate $\dot{\epsilon} = 12.3 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$, the dislocation velocity of $v = 0.5 \times 10^{-10} \text{ m s}^{-1}$ is deduced.

The calculation of creep rate was performed for the two points in Fig. 6 listed in Table I with the prevailing effect of uniform distribution of particles on creep rate below the inflection point. Other data used were temperature of 853 K, $G_{823} = 57.6 \times 10^3 \text{ MPa}$ (Ref. 32), $k_B = 1.381 \times 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$, $b = 2.5 \times 10^{-10} \text{ m}$ and $D = 3.49 \times 10^{-16} \text{ s m}^{-2}$ (Ref. 28). Experimental and calculated data are shown in Table I.

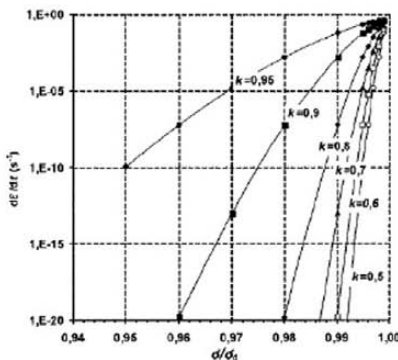
Considering the range of accuracy of data used for the calculation, it is concluded that for the stress exponent $n=2$, the agreement of experimental and calculated creep rates is acceptable. For the stress exponent $n=3$, the calculated creep rate is for -2 orders of magnitude greater than that of the experimental, and the difference would be even greater by greater stress exponent. It

evident that the stress exponent $n=2$ is reliable for equation (1) for the uniform distribution of carbide precipitates, and it should be used probably also for relations developed based on equation (1), with inclusion of parameters related to the distribution of particles and particles spacing in the investigated steel. An even better agreement of experimental and deduced creep rate is obtained, applying the stress exponent $n=2$ above the inflection number of stringers. However, the agreement is casual because the creep rate depends on particle spacing, which is fictitious in the presence of stringers of particles in the steel microstructure.

In Ref. 5, the stress exponent decreases proportionally to the increasing test temperature from 823 to 1023 K, and with extrapolation, the value of $n=2.4$ is obtained for the temperature of 1073 K applied in the present investigation. The dependence of the stress exponent on temperature reflects the change in microstructure at tempering or test temperature with coarsening and redistribution of precipitates, which is enhanced by the creep deformation. At lower temperatures, changes are due mostly to the coarsening of carbide particles,¹³ while at higher temperatures, the redistribution of $M_{23}C_6$ particles also occurs, which affects the creep rate stronger than particle coarsening. Accordingly, the faster decrease in creep rupture strength in Ref. 5 can also be explained in terms of the effect of change of particle distribution.

The creep deformation and the creep rate are greater near the fracture of specimens, and a greater change in size and distribution of particles can be expected in this area.⁸⁻¹⁰ If the creep activation energy is deduced from tests of creep rupture strength or life²⁶⁻²⁹ and the effect of changes of microstructure is omitted, values for creep activation energy would be obtained for microstructure change during the test, and the activation energy would represent the simultaneous processes of plastic deformation and change in microstructure.

In equation (2), microstructural parameters are not included. It can be verified by applying parameters calculated for single points in the dependence in Fig. 6. A very low value of the part of equation (3) before the square bracket is obtained by applying the values for shear modulus G , Burgers vector b and experimental particle size r . The exponent for the product in brackets requires the value of the parameter $k < 1$ and the stress ratio $(\sigma/\sigma_0) < 1$ and also the value of the product $[(1-k)(1-\sigma/\sigma_0)]^{n/2} < 1$. As the values of b and r are small, a low value of detachment activation energy is obtained by applying equation (3), and a very low creep rate by is deduced applying equation (3b). As shown in Fig. 7, the calculated and experimental creep rates approach only for high values of parameter k and of stress ratio σ/σ_0 . It is concluded that equations (3a) and (3b) are not suited for the calculation of creep rate and



7 Dependence of creep rate on ratio σ/σ_0 for different values of parameter k calculated from experimental data

activation energy for the steel with the microstructure of tempered martensite, as established earlier,^{8,25,26} applying different analytical approaches.

Conclusions

1. In the investigated steel X20, the number of stringers of carbide particles at grain boundaries and subboundaries of martensite decreases at 1073 K proportionally to the third root of tempering time.
2. The accelerated creep rate at 853 K increases with the decrease in the number of carbide particle stringers. Two linear segments are found in dependence to both parameters, a period with slow increase in creep rate to inflection point $0.5 \times 10^2 \text{ mm}^{-2}$ of stringers and the 7.5 times faster creep rate growth by a further decrease in carbide stringer number.
3. Below the inflection point, the effect of carbide particles uniformly distributed is greater than the effect of particles in stringers.
4. An acceptable agreement between experimental and calculated creep rates was obtained by applying the stress exponent $n=2$ in the equation that includes the particle spacing for uniform distribution of particles. Applying a higher stress exponent $n=3$, creep rates greater for ~ 2 orders of magnitude than the experimental creep rate are obtained.
5. An acceptable agreement of the calculated and experimental creep rates could be obtained if a correction factor accounting for the effect of the number of carbide particle stringers per unit of area is also considered.

Table 1 Experimental data and creep rates calculated using equation (1)

Point	Part of Fig. 6	Particle space λ , μm	Average particle size r , μm	Creep rate, s^{-1}		
				Experimental	Calculated	
				$n=2$	$n=3$	
1	I	1.50	0.26×10^{-6}	21.8×10^{-8}	9.62×10^{-8}	16.3×10^{-6}
2	I	1.24	0.21×10^{-6}	12.2×10^{-8}	7.93×10^{-8}	13.4×10^{-6}

6. The real creep activation energy could be deduced only from results of creep tests on specimens with a sufficiently similar distribution of carbide particles or from tests where the effect of particle distribution on creep rate is also considered.

7. Applying equations developed based on the dislocation detachment model, a creep rate is obtained for several orders of magnitude different than the experimental creep rate.

Acknowledgements

The authors are indebted to the Slovenian Research Agency and the Power Plant Soštanj for funding the investigation.

References

1. K. H. Mayer and F. Masuyama: 'The development of creep resistant steels', in 'Creep resistant steels', (ed. F. Abe et al.), 15-77; 2008, Cambridge, Woodhead Publ. Ltd.
2. F. Abe: 'Strengthening mechanisms in steel for creep and creep rupture', in 'Creep resistant steels', (ed. F. Abe et al.), 279-304; 2008, Cambridge, Woodhead Publ. Ltd.
3. F. Vodopivec, B. Ule and J. Žvokelj: *Kov. Zlit. Tehnol.*, 2005, **31**, 361-368.
4. M. Tamura, H. Sasegawa, Y. Kato, A. Kohyama, H. Esaka and K. Shinozuka: *ISIJ Int.*, 2002, **42**, 1444-1451.
5. K. Sawada, K. Kubo and F. Abe: *Mater. Sci. Technol.*, 2003, **19**, 732-738.
6. J. J. Jonas and I. Weiss: *Met. Sci.*, 1979, **3**, 238-245.
7. I. Weiss and J. J. Jonas: *Metall. Trans. A*, 1980, **11A**, 403-410.
8. S. Spigarelli, E. Corri, P. Bianchi and E. Evangelista: *Mater. Sci. Technol.*, 1999, **15**, 1433-1440.
9. K. Maruyama, K. Sawada and J. Koike: *ISIJ Int.*, 2001, **41**, 641-653.
10. D. A. Skobir, F. Vodopivec, L. Kosec, M. Jenko and J. Vojvodić-Tuma: *Steel Res. Int.*, 2009, **75**, 196-202.
11. E. Hornbogen: 'Einfluss von Teilchen einer zweiten Phase aus das Zeitverhalten', in 'Festigkeits- und Bruchverhalten bei höheren Temperaturen', (ed. W. Dohl and W. Pitsch), 31-52; 1980, Düsseldorf, Verl. Stahlisen.
12. D. A. Skobir, F. Vodopivec, M. Jenko, S. Spuč and B. Markoli: *Z. Metallh.*, 2004, **95**, 1020-1024.
13. K. Wagner: *Z. Electrochem.*, 1965, **65**, 581.
14. J. Vojvodić-Tuma, D. Knežič, R. Čelin, B. Arzenšek and F. Vodopivec: 'Evolution of microstructure and properties of welds in thermal power equipment operating at high temperature', Report NCRI 377/2007, Institute of Metals and Technology, Ljubljana, 2007.
15. K. Nariai: *Trans. ISIJ*, 1975, **15**, 145-151.
16. M. F. Asby: Proc. 2nd Int. Conf. on 'Strength of metals and alloys', 507; 1970, Metals Park, OH, ASM.
17. J. H. Schröder and E. Artz: *Scr. Metall.*, 1985, **19**, 1129-1134.
18. B. Wilshire and H. Bart: *Scr. Mater.*, 2005, **53**, 909-914.
19. J. C. Gibeling and W. D. Nix: *Mater. Sci. Eng.*, 1980, **45**, 123.
20. J. Rösler and E. Artz: *Acta Metall.*, 1990, **38**, 671-683.
21. E. Artz and D. S. Wilkinson: *Acta Metall.*, 1986, **34**, 1893-1898.
22. E. Artz and J. Rösler: *Acta Metall.*, 1988, **36**, 1053-1060.
23. J. Rösler and E. Artz: *Acta Metall.*, 1988, **36**, 1043-1051.
24. V. Sklenička, K. Kuharova, A. Dlouhy and J. Krejčí: 'Materials for advanced power engineering', (ed. D. Couttoridis), Part I, 435-444; 1994, Boston, MA, Kluwer Academic Publishers.
25. J. Čadež, V. Sustek and M. Pahutova: *Mater. Sci. Eng. A*, 1997, **A225**, 22-28.
26. J. Čadež and V. Sustek: *High Temp. Mater. Proc.*, 1997, **16**, 97-107.
27. A. Nagode, B. Ule, M. Jenko and L. Kosec: *Steel Res. Int.*, 2007, **78**, 638-642.
28. B. Ule and A. Nagode: *Mater. Sci. Technol.*, 2007, **23**, 1367-1374.
29. B. Ule and A. Nagode: *Scr. Mater.*, 2007, **57**, 405-408.
30. R. W. K. Honeycombe: 'The plastic deformation of metals', 1984, London, Edward Arnold.
31. K. Maruyama: 'Fundamental aspects of creep deformation and deformation mechanism map', in 'Creep resistant steels', (ed. F. Abe et al.), 265-278; 2008, Cambridge, Woodhead Publ. Ltd.
32. Y. F. Yin and R. G. Faulkner: 'Physical and elastic behaviour of creep resistant steels', in 'Creep resistant steels', (ed. F. Abe et al.), 217-249; 2008, Cambridge, Woodhead Publ. Ltd.