

DOKTORSKA, MAGISTRSKA IN DIPLOMSKA DELA –
DOCTOR'S, MASTER'S AND DIPLOMA DEGREES

DOKTORSKA DELA – DOCTOR'S DEGREES

Na Naravoslovnotehniški fakulteti Univerze v Ljubljani je dne 7.7.2008 pred komisijo v sestavi: red. prof. dr. Radomir Turk kot predsednik in člani: red. prof. dr. Ladislav Kosec, red. prof. dr. Anton Smolej in izr. prof. dr. Tomaž Rodič Aleš Nagode, univ. dipl. inž. materialov in metalurgije zagovarjal doktorsko disertacijo z naslovom:

Analiza lezenja jekla 9Cr-1Mo-0,2V z upoštevanjem napetostno odvisne aktivacijske energije

An analysis of the creep behaviour of 9Cr-1Mo-0.2V steel based on the stress-dependent activation energy

Doktorska disertacija je izdelana pod mentorstvom red. prof. dr. Ladislava Kosca.



**ANALIZA LEZENJA JEKLA 9Cr-1Mo-0,2V Z
UPOŠTEVANJEM NAPETOSTNO ODVISNE
AKTIVACIJSKE ENERGIJE**

UDK: 539.3:669.14.018

POVZETEK

Vedenja jekla 9Cr-1Mo-0,2V pri kratkotrajnih preizkusih lezenja ni mogoče opisati z navadnim potenčnim zakonom Arrheniusovega tipa, saj je izmerjen napetostni eksponent n , definiran kot $(\partial \ln \dot{\epsilon}_{\min} / \partial \ln \sigma)_T$, zelo odvisen od temperature, izmerjena navidezna aktivacijska energija lezenja Q_c , definirana kot $(\partial \ln \dot{\epsilon}_{\min} / \partial (-1/RT))_\sigma$, pa od napetosti.

Problema opisa vedenja tega jekla pri lezenju smo se najprej lotili z uporabo koncepta napetostnega praga (*threshold stress*), to je z uvedbo mejne napetosti, pod katero je lezenje zanemarljivo. Izpeljali smo enačbo, ki sicer dobro opiše vedenje jekla pri lezenju, vendar pa se je izkazalo, da je mejna napetost σ_{th} močno odvisna od temperature in/ali uporabljene napetosti ter celo spreminja predznak. Nizka vrednost izračunane navidezne aktivacijske energije lezenja, ki je dosegla le 185 kJ mol⁻¹, kar je celo manj od aktivacijske energije za samodifuzijo v Fe- α , pa je v tem primeru irelevantna za pojasnjevanje delujočih mehanizmov lezenja.

Za opis vedenja jekla 9Cr-1Mo-0,2V pri lezenju smo zato teoretično razvili nov model potenčnega zakona lezenja z napetostno odvisno energijsko pregrado. Glede na standardni model temelji naš na hipotezi, po kateri delujoča napetost neposredno vpliva tudi na aktivacijsko

**AN ANALYSIS OF THE CREEP BEHAVIOUR OF
9Cr-1Mo-0.2V STEEL BASED ON THE
STRESS-DEPENDENT ACTIVATION ENERGY**

UDC: 539.3:669.14.018

ABSTRACT

The creep behaviour of 9Cr-1Mo-0.2V steel during short-term creep tests cannot be accurately described by a simple Arrhenius-type power-law model because the apparent stress exponent n , defined as $(\partial \ln \dot{\epsilon}_{\min} / \partial \ln \sigma)_T$, shows a strong temperature dependence, whereas the apparent activation energy of the creep Q_c , defined as $(\partial \ln \dot{\epsilon}_{\min} / \partial (-1/RT))_\sigma$, shows a strong stress dependence.

The problem of describing the creep behaviour of the examined steel was first dealt with by applying the threshold-stress concept, i.e., the introduction of the threshold stress σ_{th} , below which the creep deformation is assumed to be negligible. An equation that satisfactorily describes the creep behaviour of the examined steel was derived. However, it was observed that the threshold stress σ_{th} strongly depends on the temperature and/or the applied stress, and that sometimes it can even change its sign. The low value of the calculated activation energy of the creep, which was only 185 kJ mol⁻¹, is considerably smaller than the activation energy for self-diffusion in Fe- α , and thus it is irrelevant for an explanation of the acting creep mechanism.

For this reason, a power-law, stress-dependent energy-barrier model was theoretically developed in order to describe the creep behaviour of 9Cr-1Mo-0.2V

energijo oziroma na energijsko pregrado, ki jo je treba pri aktiviranju mehanizmov premagati, in ne samo na potencialno energijo začetnega in končnega stanja mikrostrukturnih območij, v katerih se lezenje odvija. Nov model potenčnega zakona smo izboljšali še z upoštevanjem linearne odvisnosti aktivacijskega volumna od temperature ter z normiranjem napetosti z uvedbo strižnega modula. Prvič smo ta model v še ne povsem končni obliki uspešno uporabili za opis lezenja jekla 9Cr-1Mo-0,2V na osnovi literarnih podatkov, nato pa še za opis vedenja tega jekla pri kratkotrajnem lezenju (*ang. short term creep test*) v tem delu, pri čemer smo primerjali različne vrste preizkušancev oz. obremenitve.

Jeklo 9Cr-1Mo-0,2V smo toplotno obdelali po standardni toplotni obdelavi, nato pa opravili enoosno statično natezne preizkuse lezenja pri konstantni obremenitvi oz. konstantni napetosti ter merili lezenje še z upogibanjem tankih diskov s centralno delujočo obremenitvijo (*ang. small-punch test*), ki v preizkušancu povzroči večosno rotacijsko simetrično ter izrazito heterogeno napetostno in deformacijsko stanje. Pri enoosnih nateznih preizkusih lezenja so bile temperature lezenja 625 °C, 650 °C oz. 675 °C, napetosti pa od 120 MPa do 240 MPa, medtem ko so bile temperature preizkušanja pri merjenju lezenja z upogibanjem tankega diska 650 °C, 675 °C oz. 690 °C, obremenitve pa od 350 N do 550 N. Preizkusi merjenja lezenja z upogibanjem tankega diska so bili opravljeni na diskih različnih debelin, in sicer 0,44 mm, 0,47 mm oz. 0,50 mm.

Ugotovili smo zelo dobro ujemanje med eksperimentalnimi podatki in izračunanimi vrednostmi po modelu potenčnega zakona z napetostno odvisno energijsko pregrado. Navidezna aktivacijska energija za lezenje postane v našem modelu le še nekoliko odvisna od napetosti. Pri enoosnih statično nateznih preizkusih lezenja se s povečanjem napetosti od 120 MPa do 240 MPa napetostno odvisna navidezna aktivacijska energija lezenja Q_c , izračunana iz minimalne hitrosti lezenja $\dot{\epsilon}_{\min}$ znižuje od približno 645 kJ mol⁻¹ do 600 kJ mol⁻¹, izračunana iz časa do porušitve t_r pa od približno 580 kJ mol⁻¹ do 548 kJ mol⁻¹. Napetostni eksponent n pa je v obeh primerih enak, $n = 4,5$.

Pri merjenju lezenja z upogibanjem tankega diska je bila eksperimentalno potrjena veljavnost Monkman-Grantove odvisnosti med minimalno hitrostjo upogibanja diskov $\dot{\delta}_{\min}$ in časom do porušitve $t_{r,SP}$. Zato smo lahko v izboljšanem modelu potenčnega zakona z napetostno odvisno energijsko pregrado minimalno hitrost upogibanja diska $\dot{\delta}_{\min}$ ustrezno zamenjali s časom do porušitve $t_{r,SP}$, saj sta obe količini skoraj obratno sorazmerni. Ugotovili smo, da je optimalna debelina diska odvisna od geometrije naprave za merjenje lezenja in je v našem primeru med 0,48 mm in 0,50 mm. Izračunana navidezna aktivacijska energija lezenja Q_c je nekoliko odvisna od obremenitve in je za debelino diska 0,50 mm pri obremenitvi 550 N enaka 543 kJ mol⁻¹, pri obremenitvi

steel. In contrast to the standard model, this model was based on the hypothesis that the application of stress also affects the activation energy, i.e., the energy barrier that needs to be overcome when a local region transforms, and not just the potential energy of the initial and final local states. The new power-law model was additionally improved by applying the linearity between the activation volume and temperature as well as by normalising the applied stress with the shear modulus. This model was then used in a not-completely-final version for the first time to describe the already published creep data of 9Cr-1Mo-0.2V steel and then also for a description of the short-creep data in the present work, where different types of test specimens and loadings were compared.

The 9Cr-1Mo-0.2V steel underwent a standard heat treatment. After this uniaxial static-tensile creep tests at a constant load and a constant stress were conducted as well as small-punch creep tests, which led to a multiaxial, rotary-symmetric, heterogeneous stress and deformation state in the sample. While the uniaxial tensile creep tests were performed at temperatures of 625 °C, 650 °C and 675 °C and initial stresses ranging from 120 MPa to 240 MPa, the small-punch tests were performed at temperatures of 650 °C, 675 °C and 690 °C and at loads ranging from 350 N to 550 N. In the case of the small punch the creep properties were measured on disks with different thickness, i.e., 0.44 mm, 0.47 mm and 0.50 mm.

A very good correlation between the power-law, stress-dependent energy-barrier model and the experimental data was obtained. However, the apparent activation energy shows less stress dependence than when using the Arrhenius-type power-law. During uniaxial static-tensile creep tests the stress-dependent activation energy Q_c calculated from the minimum creep rate $\dot{\epsilon}_{\min}$ decreased from approximately 645 kJ mol⁻¹ to 600 kJ mol⁻¹ as the stress increased from 120 MPa to 240 MPa, while the stress-dependent activation energy calculated from the time-to-rupture t_r decreased from approximately 580 kJ mol⁻¹ to 548 kJ mol⁻¹. The stress exponent n was the same in both cases, i.e., $n = 4.5$.

The validity of the Monkman-Grant relationship between the minimum deflection rate $\dot{\delta}_{\min}$ and the time-to-rupture $t_{r,SP}$ for the small-punch creep test was experimentally confirmed. Thus, the minimum deflection rate $\dot{\delta}_{\min}$ in the improved power-law, stress-dependent energy barrier model was replaced by the time-to-rupture $t_{r,SP}$, since both parameters are almost inversely proportional. It was found that the optimum disk thickness is dependent on the geometry of the small-punch apparatus for measuring the creep properties. In our case the optimum disk thickness was found to be between 0.48 mm and 0.50 mm. The calculated apparent activation energy of the creep Q_c was slightly load dependent. The value of the apparent activation energy for a disk thickness of 0.50 mm was

350 N pa 533 kJ mol^{-1} . Vrednost obremenitvenega eksponenta n_{SP} pa je pri vseh debelinah diska 4,5, kar je enako kot pri standardnih enosnih nateznih preizkusih lezenja.

543 kJ mol^{-1} at a load of 550 N, and 533 kJ mol^{-1} at a load of 350 N. The value of the stress exponent n_{SP} was 4.5 for all the disk thicknesses and was the same as during the conventional uniaxial tensile creep tests.

Na Fakulteti za elektrotehniko Univerze v Ljubljani je dne, 2.7.2008, pred komisijo v sestavi prof. dr. Stanislav Kovačič in člani prof. dr. Drago Matko, prof. dr. Borut Zupančič in izr. prof. dr. Tomaž Kolenko **Franci Vode**, univ. dipl. inž. zagovarjal doktorsko disertacijo z naslovom:

Razvoj sistema vodenja kontinuiranih peči za ogrevanje vložka po predpisanih krivuljah ogrevanja

Development of continuous furnace control system for stock reheating according to the prescribed reheating curves

Doktorska disertacija je izdelana pod mentorstvom red. prof. dr. Draga Matka.



RAZVOJ SISTEMA VODENJA KONTINUIRANIH PEČI ZA OGREVANJE VLOŽKA PO PREDPISANIH KRIVULJAH OGREVANJA

UDK: 621.771:519.68

POVZETEK

V disertaciji je predstavljen splošen koncept kontroliranega ogrevanja vložka v kontinuirnih pečeh v jeklarski industriji, predstavljen na primeru potisne peči v podjetju ACRONI, d. o. o. Vodenje ogrevanja slabov je izvedeno z regulacijskim sledenjem referenčni krivulji ogrevanja (RKO) vsakega posameznega slaba, pri čemer regulacija temelji na matematičnem modelu ogrevanja slabov, ki deluje v realnem času. RKO je podana kot funkcija časa. Časovno podan potek RKO omogoča elegantno in natančno obravnavo zastojev. Sistem vodenja kot odziv na zastoj v proizvodnji premakne časovno definirano RKO za čas trajanja zastoja. S tem je omogočeno zaprtozančno vodenje ogrevanja slabov tudi med zastoji, in sicer še vedno po RKO. Od učinkovite in natančne obravnave zastojev je najbolj odvisna učinkovitost ter energetski prihranki na peči pri uporabi razvitega sistema. Zastoje zato sistematično razdelimo v pet različnih vrst. Najprej jih ločimo na tiste, katerih trajanja ne poznamo, in na tiste, katerih trajanje poznamo. Zadnje delimo na predvidene, nepredvidene, na zastoje zaradi različnih časov ogrevanja različnih jekel oz. debelin jekel ter na zastoje zaradi sinhronizacije z valjarskimi ogrodji. Slednji omogočajo upoštevanje kapacitet valjarskih prog pri načinu ogrevanja v peči. Za vsako vrsto zastoja določimo časovno premaknitev RKO in podaljšanje intervala pomika slabov. RKO so ločeno definirane za različne začetne temperature s korakom 50 °C. Za potrebe prehoda iz ročnega v avtomatsko vodenje so začetne RKO posnetek stacionarnega poteka ogrevanja, kakršnega predpisujejo tehnološka navodila o ogrevanju. S tem se izognemo spremembi načina ogrevanja ob uvajanju sistema v proizvodnjo. RKO je možno kadarkoli optimizirati in spremembe vnesti v tabelo RKO v podatkovni zbirki. Na koncu dela je

DEVELOPMENT OF CONTINUOUS FURNACE CONTROL SYSTEM FOR STOCK REHEATING ACCORDING TO THE PRESCRIBED REHEATING CURVES

UDC: 621.771:519.68

ABSTRACT

In the Ph.D. thesis is presented general concept of controlled stock reheating in continuous furnaces for steel industry, presented in the pusher-type furnace in ACRONI, d. o. o. Controlled stock reheating is achieved by the use of tracing reference reheating curves (RRC), where the control of stock temperature is based on real-time mathematical model of slab reheating process. RRC is defined as a function of time. Such a definition of RRC enables an exact and elegant consideration of delays. A response of furnace control system to the delay in production line is a time shift of RRC for the value of delay duration. This enables closed-loop control of the slab reheating process during normal operation as well as during delays. Efficiency and precision of furnace control during delays is the main factor for overall efficiency and energy savings of furnace operation. Delays are therefore systematically divided into five delay types. Firstly, delays are divided into those, for which the duration is not known and for those with known duration. The last are further divided on scheduled, unscheduled, delays due to different reheating times of different steel grades and delays due to synchronization with rolling mills. The last delay type enables consideration of rolling mills capacities at the reheating process in the furnace. For each delay type is determined a time shift of RRC and a prolongation of drop out interval. RRC are separately defined for different initial temperatures with a step of 50 °C. To introduce the presented furnace control system (FCS), initial RRC are imitation of stationary reheating process, which is defined by technological guidelines of the reheating in furnace. Using such a RRC for introducing FCS the material is reheated in the same way as by

primerjava rezultatov ročnega vodenja z rezultati simulacije avtomatskega vodenja. Avtomatsko vodenje omogoča za faktor 3 tesnejše sledenje končni temperaturi slabov in za faktor 2 tesnejše sledenje celotni temperaturni krivulji v primerjavi z ročnim vodenjem.

manual control. RRC can be optimized any time and the changes can be updated in the table of RRC in database. A comparison of manual and simulation of automatic control is presented at the end. Automatic control by FCS enables three times tighter tracing of end material temperature and two times tighter tracing of whole RRC in comparison to manual control.

Na Naravoslovnotehniški fakulteti Univerze v Ljubljani je dne 20. 2. 2008 pred komisijo v sestavi: red. prof. dr. Radomir Turk kot predsednik in člani: izr. prof. dr. Anton Smolej, doc. dr. Jelena Vojvodič Tuma, red. prof. dr. Franc Vodopivec, red. prof. dr. Ivan Anžel in izr. prof. dr. Boštjan Markoli, **Gorazd Kosec**, univ. dipl. inž. materialov in metalurgije zagovarjal doktorsko disertacijo z naslovom:

Krhki prelom v coni toplotnega vpliva zvarov jekla Niomol 490 K
Brittle fracture in the heat affected zone of welds of steel Niomol 490 K

Doktorska disertacija je izdelana pod mentorstvom izr. prof. dr. Antona Smoleja in somentorstvom doc. dr. Jelene Vojvodič Tuma.



**KRHKI PRELOM V CONI TOPLOTNEGA
 VPLIVA ZVAROV JEKLA NIOMOL 490 K**

UDK: 621.791.05:669.14.018.298

POVZETEK

Cilj našega dela je bil ugotoviti, zakaj je prehodna temperatura žilavosti po Charpyju zvarov tanjših plošč (15 mm) opazno višja, kot pri zvarih debelejših (25 mm) plošč jekla Niomol 490 K, čeprav je bilo varjenje opravljeno z isto tehnologijo in z enako elektrodo. Da bi našel razlago za to razliko sem pripravil z različnimi toplotnimi obdelavami jeklo različnih mikrostruktur, ki so se razlikovale tudi po velikosti kristalnih zrn. Segrevanje pri nanosu naslednjega varka sem simuliral s kratkim segrevanjem v dvofazno temperaturno področje, kjer sta obstojna avstenit in ferit. Preizkusi so obsegali merjenje žilavosti po Charpyju v razponu od popolnoma krhkega do popolnoma duktilnega preloma, meritve trdot, natezne preizkuse pri temperaturi krhkega loma ter preiskave mikrostruktur in prelomnih površin. Na podlagi eksperimentalnih rezultatov in njihove analize sklepam, da ima jeklo z mikrostrukturo iz spodnjega bainita mnogo večjo žilavost, kot jeklo z mikrostrukturo martenzita. Po ogrevanju v dvofazno področje (750 °C) se močno zmanjša žilavost pri temperaturi 0 °C in poveša prehodna temperatura žilavosti v primeru, ko je bila začetna mikrostruktura iz bainita, pri jeklu z začetno mikrostrukturo iz martenzita pa so spremembe mnogo manjše in drugačne. Vpliv pogrevanja je drugačen in mnogo manjši pri drugih lastnostih, razlaga pa je v načinu in v hitrosti obremenjevanja oz. meritve. Vpliv ogrevanja na žilavost in prehodno temperaturo je mogoče razložiti na podlagi dveh podmen, tako da pri temperaturi ogrevanja ni neposredne premene martenzita v avstenit, ampak nastane sekundarni martenzit v procesu martenzit → ferit + cementit (popuščeni martenzit) → avstenit → sekundarni martenzit, če pa je izhodni mikrostrukturi iz ferita in cementita (bainit), pa je proces, ko nastane sekundarni martenzit v naslednjih stopnjah: ferit + cementit (bainit) → avstenit → sekundarni martenzit, ter da je porazdelitev ferita in sekun-

**BRITTLE FRACTURE IN THE HEAT AFFECTED
 ZONE OF WELDS OF STEEL NIOMOL 490 K**

UDC: 621.791.05:669.14.018.298

SUMMARY

The aim of this investigation was to determine, why for the the low carbon Nb microalloyed steel Niomol 490 K and for identical welding procedure the Charpy transition temperature was higher for welds of thinner (15 mm) than for welds of thicker (25 mm) plates. With thermal treatment specimens of the steel were prepared with a different microstructure and grain size and the reheating at the next pass deposition was simulated with short time annealing in the two phase austenite + ferrite temperature of 750 °C. For all types of investigated microstructure the investigations consisted of: the determination of the dependence Charpy notch toughness versus temperature from below the lower shelf threshold up to to 60 °C, the determination of the tensile strength by brittle fracturing and hardness; SEM examination of microstructure and of fracture surfaces and the determination of the space orientation of cleavage facets of the brittle fracture.

It was found that notch toughness was much higher with lower bainite, also for the steel quenched from 1250 °C in lead bath at 400 °C, than for martensite. After reheating, the transition temperature was increased and the 20 °C notch toughness was decreased very much for bainite, while, both were virtually unchanged for martensite. The effect of reheat is much lower for other properties.

The different effect of reheating on notch toughness can be explained assuming that:

- no direct transformation martensite austenite takes place and secondary martensite is formed with the process: martensite → ferrite + cementite → austenite → secondary martensite, while for bainite the proces is bainite (ferrite + cementite) → austenite → secondary martensite
- and the distribution of secondary martensite and ferrite is identical or very similar to the distribution

darnega martenzita enaka, ali zelo podobna porazdelitvi ferita in cementita pred premeno v avstenit. Morfologija mikrostrukture, predvsem porazdelitev ferita in sekundarnega martenzita po ogrevanju najmočneje vplivata na žilavost in prehodno temperaturo žilavosti in to tem bolj, čim večja so bila kristalna zrna avstenita iz katere je nastala primarna mikrostruktura. Mikrostruktura ne vpliva na orientacijo oz. prostorsko lego cepilnih ploskev, ki so $\{110\}$ pri izhodni primarni mikrostrukturi iz martenzita ali bainita in pri mikrostrukturah, ki so nastale z ogrevanjem le-teh.

Lokalna krhka področja (LBZ local brittle zone) zmanjšajo žilavost in povišajo prehodno temperaturo žilavosti v pasu največjih kristalnih zrn avstenita v coni toplotnega vpliva (CTV). Dokazal sem, da je premena avstenita v bainit (primarni) pri nanosu predhodnega varka mnogo bolj neugodna za žilavosti po nanosu naslednjega varka, kot če se avstenit v CTV spremeni v primarni martenzit. Zato je po primarni spremeni avstenita v bainit mnogo verjetneje, da bo po nanosu naslednjega varka nastala LBZ, ki bo bistveno bolj neugodna kot v primeru primarne mikrostrukture iz bainita, kot po spremeni v martenzit, čeprav je izhodna trdota večja pri martenzitu. Pri jeklu Niomol 490 K in njemu podobnih jeklih, se je pri varjenju izogibati premene avstenita v bainit v pasu največjih kristalnih zrn avstenita v CTV, posebej še, če lahko pri gradnji večvarkovnega vara nastanejo LBZ.

Notranje napetosti, ki so povezane z nastankom sekundarnega martenzita (LBZ) povzročajo plastifikacijo matice in so največje pri temperaturi okolice. Prispevajo k nukleaciji in propagaciji razpoke pri udarnem preizkusu, pa tudi k lokalni porušitvi delcev sekundarnega martenzita (LBZ), s čimer še olajšajo nukleacijo razpoke pri udarnem preizkusu.

od ferrite and cementite before the transformation to austenite at reheating.

The distribution of ferrite and austenite before the reheating affects the notch toughness and notch transition temperature the strongest, the coarse were the austenite grain size before the formation of secondary martensite. The type of the initial and reheat microstructure does not affect the cleavage lattice plane $\{110\}$.

Local brittle zones (LBZ), which may form in the heat affected zone of welds, decrease the notch toughness and increase the transition temperature the most in the layer of coarsest austenite grain size heat affected zone. Thus, for the steel Niomol 490 K, the transformation austenite to lower bainite is more harmful for after reheat notch toughness than the transformation austenite to primary martensite, as the microstructure of bainite is more propensive to the formation of LBZ than that of martensite, although the hardness is higher for martensite. It is concluded that by welding of the steel Niomol 490 K and similar structural steels, it is recommended to avoid the transformation of coarse austenite to lower bainite in the coarse grained part of the heat affected zone.