WEB ISSN 2535-0013
PRINT ISSN 2535-0005

ABOUT BRITTLE FAILURE OF HIGH CARBON ROLLED WIRE

О ХРУПКОМ РАЗРУШЕНИИ ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОЙ КАТАНКИ

Prof. Dr. A. Trotsan[1], Prof. Dr. V. Kaverenskii[1], Prof. Dr. O. Isayev[2], Prof. Dr. O. Hress[2], Post grad. St. C.Y.Hu[2], Prof. Dr. K.M. Wu[2]

1 – Frantsevich Institute for Problems of Materials Science National Academy of Science of Ukraine
E-mail: don1945@ukr.net
2 - International Research Institute for Steel Technology, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China
E-mail: wukaiming@wust.edu.cn

Abstract: *The results of investigations of rod wire steel grade 85KRD brittle failure (rupture)is presented. Brittle failure connect with two kinds of impurities. That are gray translucent films and so name "black parts" with high quantity of O, C and Al, Si, P, S, Ca and non ferrous metals. The oxygen content was 55-65% and basic in both cases. Technological recommendations for decreasing ruptures were done.*

KEY WORDS: ROLLED WIRE, HIGH CARBON CONTENT STEEL GRADE, BRITTLE FAILURE, METALLOGRAPHY, X-RAY SPECTRAL ANALISIS, FOCUSED-BEAM MICROSKOPY

1. Введение.

Необходимость улучшения качества высокоуглеродистой катанки приводит к постоянному ужесточению требований, как к заготовке, так и к готовому изделию. Кордовая сталь должна быть максимально очищена от серы и фосфора, иметь низкое содержание газов, цветных металлов, неметаллических включений, особенно алюминийсодержащих [1-3]. Тем не менее, в ряде случаев наблюдается разрушение катанки в процессе сматывания / разматывания, во время волочения и транспортировки бухт [4-5]. Особым типом дефекта, связанным с возникновением порывов в катанке, являются черные пленки на поверхности хрупкого разрушения, визуально классифицируемого как «черный излом». Согласно классическим представле- ниям, «черный излом» наблюдается при наличии в структуре протяженных включений графита [6] и объясняется графитизацией в высокоуглеродистых сталях – диффузионным процессом перехода углерода от цементита к частицам свободного графита.

2.Постановка задачи.

Материалом исследования служили образцы катанки Ø 8 – 10 мм из стали 85 КРД, производства Енакиевского металлургического завода, на поверхности разрушения которых наблюдались участки, визуально идентифицируемые как «чёрный излом». Образцы отбирались из мотков (бухт), где обнаружено значительное число порывов (рис.1). Отсутствие в металле по месту порыва графитных включений указывает на недостаточность объяснения возникновения хрупкого разрушения катанки в данном случае наличием «черного излома».

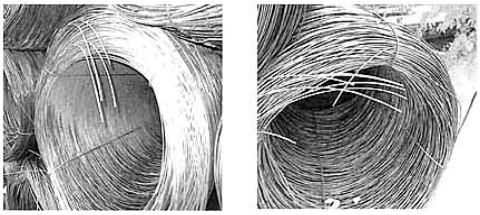


Рис. 1. *Характерный вид мотков (бухт) катанки с многочисленными разрывами.*

Исходя из вышеизложенного, целью настоящей работы является установление причины хрупкого разрушения (разрывов) катанки, сопровождаемых наличием черных пленочных выделений на поверхности изломов, и выдача рекомендаций по их снижению.

Состав стали (справочный) и фактический (по данным входного контроля 280 плавок) приведен в таблице 1.

Таблица 1 – *Химический состав стали 85 КРД*

Химический состав по справочным данным [7], вес. %							
C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Cu
0.85-0.91	0.60-0.65	0.17-0.21	0.005-0.008	0.015-0.022	0.04-0.06	0.03 - 0.06	0.04 - 0.06
Фактический химический состав, вес. %							
C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Cu
0,80/0,93	0,48/0,71	0,15/0,27	0,001/0,008	0,001/0,023	0,02/0,07	0,02/0,07	0,01/0,08
0,85*	0,60	0,18	0,006	0,014	0,04	0,03	0,03

* - числитель – интервал варьирования, знаменатель – среднее значение

Из табл.1 следует, что фактические значения содержания химических элементов в стали имеют несколько больший интервал варьирования, чем по данным ГОСТ 14959 - 79, приведенным в справочнике [7]. Особо следует отметить Mn и Si, нижний и верхний предел содержания которых существенно отклоняется от установленных стандартом норм.

3.Методика исследований.

Шлифы для исследований изготавливались в продольном и поперечном направлениях. Оптико-металлографический анализ проводился на микроскопе «Неофот-6». Для анализа микроструктуры шлифы подвергались травлению в 4-х процентном спиртовом растворе HNO_3. На рис.2 приведены типичные микроструктуры, наблюдаемые на шлифах, изготовлен- ных в продольном и поперечном направлениях.

Проведенное исследование показало отсутствие существенной разницы в микроструктуре металла вблизи порыва и на расстоянии от него (рис.2). Вдоль края излома не наблюдается признаков обезуглероживания и диффузионного окисления, что говорит о том, что порывы не являются следствием открытых горячих трещин литой заготовки [8], равно как и не выявлено графитных вклю-

WEB ISSN 2535-0013
PRINT ISSN 2535-0005

чений, характерных для классического «чёрного излома» (рис.2а).

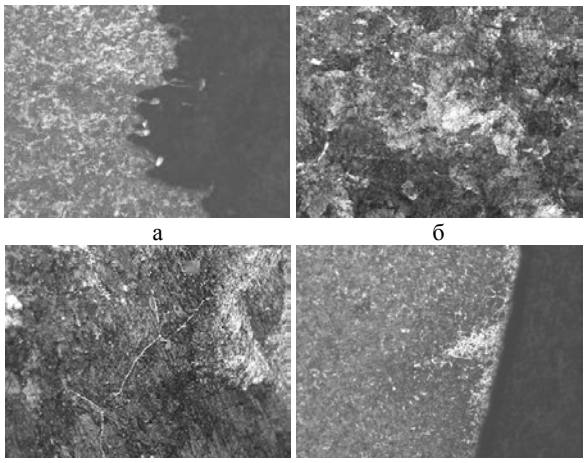


Рис. 2. *Микроструктура катанки:*
а - область, примыкающая к излому, продольный шлиф (увеличение ×100);
б - область, на расстоянии 150 – 200 мм от места разрушения, продольный шлиф (увеличение ×500);
в - цементитная сетка на расстоянии ~2 мм от излома, поперечный шлиф (увеличение ×500);
г - след раскатанного пузыря, поперечный шлиф вблизи излома (увеличение ×100)

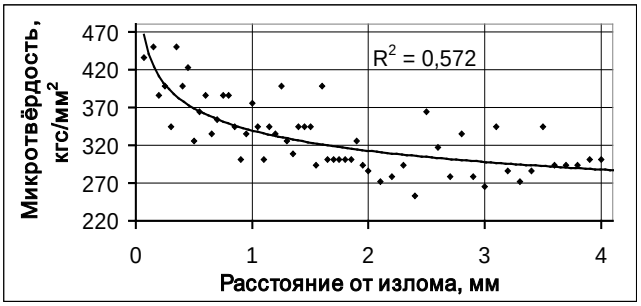
В осевой зоне вблизи излома на поперечных шлифах наблюдалось выделение избыточного цементита в виде сетки по границам перлитных колоний (рис.2в), что может охрупчивать металл [9]. Подавляющее большинство порывов сопровождалось раскатанными газовыми пузырями, выглядящими как обезуглеро- женные области, примыкающие к поверхности и направленные вглубь металла (рис.2г).

Неметаллические включения в исследованных образцах представлены отдельными хрупкими и пластичными силикатами, оксидами и оксисульфидами различной формы и размеров. Существенных различий в степени загрязнённости металла неметаллическими включениями в зоне разрушения и на расстоянии 150 – 200 мм не выявлено.

Для оценки возможных изменений механических свойств металла по месту разрушения проведено измерение микротвёрдости на микротвердомере ПМТ-3. Измерения проводились на продольных (вдоль центральной оси и перпендикулярно ей на различных расстояниях от излома) и поперечных шлифах (по диаметру).

Микротвёрдость на продольных шлифах существенно возрастает вблизи порыва; на расстоянии > 2мм от излома ее значения выравниваются со средними по остальной длине. Характерные графики изменения микротвёрдости приведены на рис.3, из которых видно, что около места разрушения она возрастает до 1.6 раз (рис.3а), при этом её среднее увеличение составляет 1.35 раза (рис.3б).

Незначительное увеличение микротвёрдости наблюдалось в центральной части катанки в области осевой зоны, что связанно с ликвацией углерода и образованием более плотного перлита. Увеличение микротвёрдости по месту порыва указывает на возможные локальные изменения в структуре этой области.



а

б

Рис. 3. *Изменение микротвёрдости по мере удаления от излома на продольном шлифе:*
а - измерение вдоль оси;
б - усреднение по результатам измерения в поперечных направлениях параллельно излому на различных расстояниях.

Данный эффект обнаруживается после разрыва катанки, когда уже произошла «разрядка» имеющихся напряжений. Следовательно можно предположить, что величина микротвердости металла этой зоны до разрушения была значительно больше и, соответственно, выше были характеристики прочности. Соответственно, пластические свойства стали в этой локальной зоне могут оказаться значительно сниженными, что и способствует возникновению порыва.

Для определения природы тёмных плёночных выделений, наблюдаемых на поверхности хрупкого излома, проведено электронно-фрактографическое исследование поверхности разрушения на приборе JSM 6490 (растровом электронном микроскопе с возмож- ностью микрорентгеноспектрального анализа). На поверхности порывов (хрупкого разрушения) обна- ружено два типа выделений: «чёрные участки» и серые плёнки, причем в ряде случаев «черные участки» заполняют всю поверхность излома.

Для определения химического состава выделений использовался микрорентгеноспектральный анализ, который достаточно точно позволяет определять состав включений, соизмеримых с размером зонда, но не является точным количественным анализом, особенно при определении среднего содержания элемента в большом объеме. Тем не менее, микрорентгено- спектральный анализ даёт информацию о присутствующих элементах и возможность указать среди них доминирующие. Характерный спектр «черного участка» приведен на рис.4. Всего было записано и расшифровано 126 спектров. Обобщенные результаты (минимальные и максимальные значения) приведены в табл. 2, из которой видно, что свободные от выделений участки излома имеют состав близкий к основному металлу (см. табл. 1).

WEB ISSN 2535-0013
PRINT ISSN 2535-0005

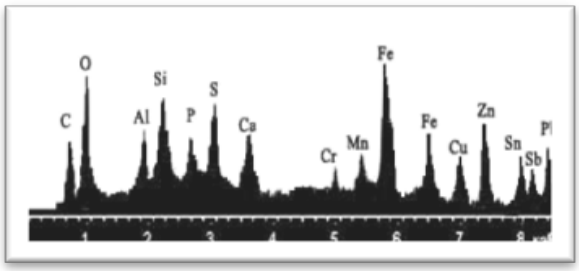


Рис. 4. *Характерный спектр черного участка*

Таблица 2 – *Обобщённые результаты микрорентгеноспектрального анализа поверхности разрушения катанки*

Химический состав, %							
Зона анализа	C	O	Al	Si	P	S	Ca
Чистый излом	0.6-1.4	0.3-1.2	0.01-0.10	0.1-0.3	0.015-0.035	0.01-0.03	0.01-0.10
Черные участки	16-30	27-65	0.2-1.3	0.9-7.2	0.2-0.8	0.4-2.5	2.0-14.0
Серые плёнки	0.3-15.0	10-55	0.03-0.15	0.1-1.0	0.03-2.0	0.07-0.15	0.03-0.10

Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Pb	Sn	Sb
0.01-0.10	0.4-0.8	96-98	0.03-0.06	0.1-0.6	0.1-0.3	-*	-
0.03-0.08	0.2-0.8	10-40	0.1-0.6	0.1-5.0	0.3-3.0	0.04-0.12	0.02-0.07
0.02-0.06	0.2-1.0	30-85	0.02-0.30	0.10-0.40	0.1-0.4	0.01-0.05	0.01-0.03

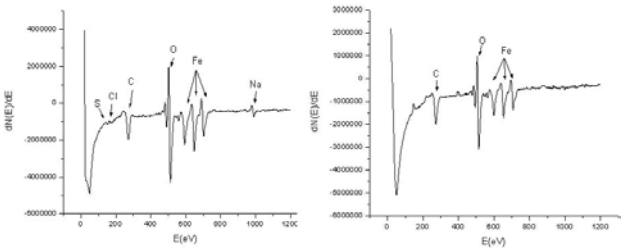
* - не обнаружено в связи с малым содержанием

4.Результаты исследований.

«Чёрные участки» и серые плёнки содержат значительные количества O и C, а также Al, Si, P, S, Ca и примеси цветных металлов. При этом содержание кислорода (до 55-65%) является основным в обоих случаях, что позволяет идентифицировать их сложными оксидами в смеси с карбидами. Основой серых плёнок являются оксиды железа, а «чёрные участки» по составу представляют собой смесь сложных окислов (более характерных для шлаков) и карбидов. В отдельных случаях в составе чёрных участков наблюдается до 12 % Pb, до 15 % Na и до 1 % Cl.

Результаты микрорентгеноспектрального анализа подтверждаются данными Оже-спектроскопии, проведенной на Оже-спектрометре JAMP-10S. Всего было записано 66 спектров из них 35 с поверхности «чёрных участков» и 31 с поверхности серых плёнок. Оже-спектры во всех случаях показывают помимо Fe присутствие преимущественно O и C, а также следов Na, Cl, S, N. Примеры типичных Оже-спектров приведены на рис.5. Отсутствие на спектрах ряда элементов, наблюдаемых при микрорентгеноспектральном анализе, обусловлено тонкой (толщиной 1–2нм) зоны иссле- дования. По характеру накопления заряда на поверхности «чёрных участков» и блокированию выхода Оже-электронов можно предположить окисный механизм их формирования, но никак не наличие «чёрного излома», возникновение которого связано с присутствием графита, являющегося хорошо проводящим материалом.

Как общее содержание примесей цветных металлов, так и содержания отдельных элементов значительно превышают предельно допустимые значения для непрерывнолитой стали, которые в соответствии с данными работы [10] составляют: 0.0045 % (общее), в том числе Pb ≤ 0.0004 %, Sb ≤ 0.0003 %, Sn ≤ 0.0005 %, Zn ≤ 0.0030 %, Bi ≤ 0.0004.



а б

Рис. 5. *Типичные Оже-спектры с выделений на поверхности разрушения порывов;*
а- спектр с «чёрного участка»;
б - спектр с серой плёнки

Результаты спектрального анализа на цветные элементы, проведенного вплотную к поверхности хрупкого излома усредненные результаты по 5-ти измерениям, показывают повышенные содержания цветных металлов в стали, особенно вблизи порывов (табл. 3).

Таблица 3 – *Содержание цветных элементов в металле катанки*

Зона анализа	Массовая доля элементов, %			
	Pb	Sn	Sb	Zn
200-300мм от порыва	0.0006	0.0020	0.002	0.0023
Вплотную к порыву	0.0013	0.0044	0.025	0.0068

Для установления связи частоты образования порывов с химическим составом и свойствами катанки проведен многофакторный статистический (корреляционный и регрессионный) анализ. Использовался массив данных из 281-ой партии катанки; в качестве факторов рассматривались: химический состав стали (содержание C, Mn, Si, S, P, Cr, Ni, Cu), механические свойства (временное сопротивление, относительные удлинение и сужение, твёрдость). Откликом служило количество порывов на 1т проката (при построении уравнений регрессии) или на 100т проката (при рассмотрении отдельных корреляций).

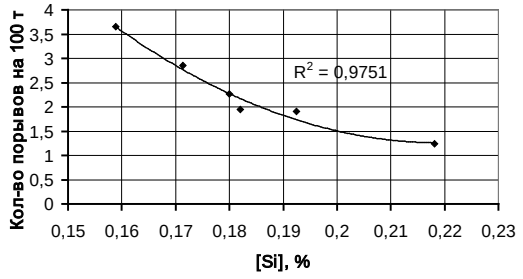
Регрессионный анализ зависимости частоты возникновения порывов от вышеуказанных факторов позволил выявить два значимых фактора: содержание Si и относительное сужение. Получено следующее линейное уравнение регрессии:

$$\eta_{\partial^{-1}} = 0{,}1778 - 0{,}5340 \cdot Si - 0{,}002287 \cdot \psi$$

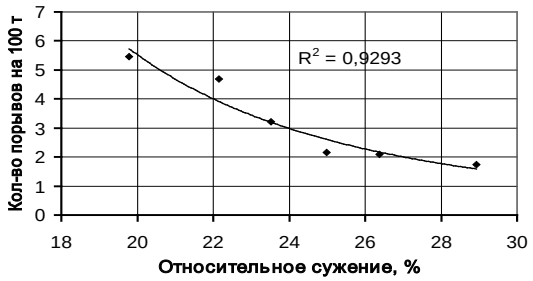
где: $\eta_{\partial^{-1}}$ – количество порывов на 1 т проката; Si – содержание кремния, %; ψ – относительное сужение, %.

На рис.6 показана зависимость количества порывов на 100 т проката от содержания Si (а) и величины относительного сужения (б). Из приведенных результатов следует, что снижение содержания Si повышает вероятность возникновения порывов. Кремний вводится в сталь в качестве раскислителя и снижение его содержания может привести к недостаточно полному удалению газов из металла, что, в свою очередь, способствует образованию пузырей.

WEB ISSN 2535-0013
PRINT ISSN 2535-0005



а



б

Рис. 6 – *Зависимости количества порывов катанки от содержания кремния (а) и относительного сужения (б)*

Пузыри, как следует из исходного массива данных, являются основным сопутствующим дефектом при порывах (в частности они наблюдались в 100 партиях из 281, отмечены при 476 порывах) и, возможно, инициируют их возникновение. Таким образом, на основании результатов статистического анализа (рис.6а) и вышеприведенных данных по составу выделений на поверхности хрупкого излома можно утверждать, что повышение содержания Si до верхнего предела (0.20 – 0.22 %) действующих ТУ и ТИ, а также совершенствование технологии раскисления и рафинирования стали позволит снизить вероятность возникновения порывов.

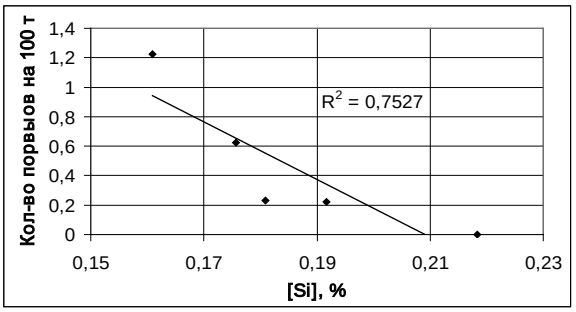
Возникновению порывов способствует пониженная пластичность металла (рис.6б), что указывает на целесообразность повышения требований к пластическим свойствам металла – показатели относительного сужения должны находились на уровне ≥ 25 %. Это коррелирует с вышеприведенными (рис.3) данными по увеличению микротвердости и, соответственно, возможному снижению пластичности (в частности ψ) в зоне порыва.

При сниженных показателях относительного сужения, но при условии содержания кремния на верхнем уровне, порывов практически не наблюдается. При этом даже при высоких характеристиках пластичности, но при сниженном кремнии порывы наблюдаются, хотя их количество заметно меньше, чем при одновременном снижении обоих факторов. Таким образом, из двух указанных значимых характеристик, превалирующим является содержание кремния, а относительное сужение – дополнительный сдерживающий фактор.

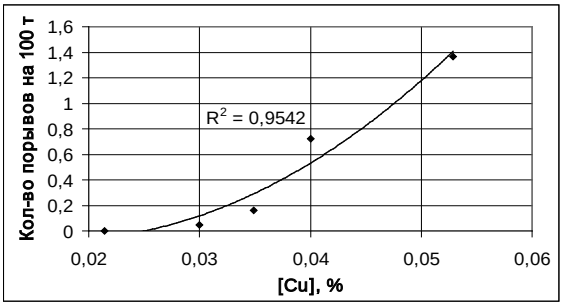
В ходе статистического исследования были дополнительно рассмотрены 3 выборки, содержащие каждая лишь определённые типы дефектов, сопутствующие порывам (так называемый «чёрный излом», раскатанные газовые пузыри, внутренние надрывы на фоне подусадочной ликвации).

Результаты исследования показали, что возникновение порывов на фоне «чёрного излома» и при наличии пузырей имеет одну и ту же причину – пониженное содержания кремния. Следовательно, тёмные плёночные выделения на поверхности изломов, классифицируемые визуально как «чёрный излом», но представляющие собой на самом деле смесь сложных оксидов с карбидами, имеют общую с газовыми пузырями природу образования, связанную с повышенной газонасыщенностью металла, что подтверждается результатами микрорентгеноспект- рального анализа (табл. 2).

Для порывов, образующихся на фоне внутренних разрывов и подусадочной ликвации установлено, что значимыми факторами являются содержание кремния и меди. Из приведенных на рис.8 графиков следует, что повышенное содержание кремния, как и в предыдущих случаях позволяет снизить частоту возникновения порывов (рис.7а). Кроме того, в данном случае наблюдается отрицательное влияние меди – с повышением её содержания число порывов значительно растёт (рис. 7б).



а



б

Рис. 7. *Зависимость количества порывов катанки при наличии внутренних разрывов и подусадочной ликвации от содержания кремния (а) и меди (б)*

5. Заключение.

1. На поверхности хрупкого разрушения (порывов), визуально определяемого как «черный излом», наблюдаются два типа образований: серые полупрозрачные пленки и «черные участки», содержащие значительные количества O и C, а также Al, Si, P, S, Ca и цветных металлов. При этом содержание кислорода (до 55 – 65%) является основным в обоих случаях, что позволяет идентифицировать их как смесь сложных оксидов с карбидами. Кроме того, в металле вблизи порывов выявлены повышенные содержания примесей легкоплавких цветных элементов (Sn,Sb,Zn,Pb).
2. Порывы преимущественно возникают в катанке из тех плавок, в которых обнаружены раскатанные газовые пузыри и их группы, что указывает на повышенную газонасыщенность метала, связанную с его недостаточной раскисленностью (о чем косвенно свидетельствует характер влияния Si и высокое содержание кислорода в плёночных выделениях на поверхности разрушения).
3. Снижение частоты возникновения порывов коррелирует с увеличением содержания в стали Si и уменьшением содержания Cu, при этом влияние Cu отмечено только для металла плавок, в которых наблюдаются внутренние разрывы и подусадочная ликвация.
4. Вблизи порывов наблюдается заметное (до 30 – 50 %) возрастание микротвёрдости, что указывает на локальное

WEB ISSN 2535-0013
PRINT ISSN 2535-0005

изменения структуры, приводящее к снижению пластических свойств, в частности относительного сужения. В стали с повышенным уровнем значений ψ (≥25 %) отмечено снижение частоты возникновения порывов.

5. Для уменьшения частоты возникновения порывов рекомендуется:

- поддерживать содержание кремния в стали на верхнем уровне: 0.20 – 0..24 %;
- снизить содержание меди в стали до значений ≤ 0.03 %;
- снизить содержание примесей легкоплавких цветных металлов, а именно, Zn, Pb, Sn i Sb до предельно допустимих значений, в частности общее их общее содержание не должно превышать 0.0045 %;
- величина относительного сужения металла должна быть на уровне ψ ≥ 25 %.

6. Литература

1. Казаков С. В Десульфурация кордового металла при внепечной обработке / С. В. Казаков, П. В. Бизюков, П. В. Чайрев // «Черметинформация». Бюллетень «Чёрная металлургия».– 2003. - № 7.– С. 1 – 3.
2. Опыт производства кордовой стали без вакуумирования / [В. Ю. Гуненков, В. В. Пивцаев, В. В. Эндере, М. П. Гуляев и др.] // Металлург. – 2003. - № 10.– С. 42 – 44.
3. Включения и газы в сталях / [В. И. Явойский, С.А.Близнюков, А. Ф. Вишкарев и др.]. – М.: Металлургия, 1979. – 272 с.
4. Технология прокатного производства / [А. М. Беняковский, К. М. Богоявленский, А. И. Виткин и др.] – М.: Металургия, 1991. – 423 с.
5. Гаврилин Е. Ф. Контроль дефектов проката / Е. Ф. Гаврилин, И. П. Шулаев. – М.: Металургия, 1991 г. – 112 с.
6. Гудремон Э. Специальные стали / Э. Гудремон. – М.: «Металлургия». - 1966. -Т.1. – 736 с.
7. Стали и сплавы. Марочник. / [Сорокин В. Г Гервасьев М. А., Палеев В. С., Гервасьева И. В. и др.]. - М.: ИнтерметИнжиниринг, 2001. – 608 с.
8. Дефекты стальных слитков и проката: Справ, изд. / [В.В. Правосудович, В.П. Сокуренко, В.Н. Данченко и др.]. – М.: Интермет Инжиниринг, 2006. – 384 с.
9. Гуляев А. П. Металловедение / А. П. Гуляев. – М.: Металургия, 1986. – 544 с.
10. Определение максимально допустимого содержания цветных металлов в непрерывнолитой стали / [Бродецкий И.Л., Троцан А.И., Харчевников В.П. и др.]. –
– Металлург . – 2001. – №7. – С.42 – 45.