PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:
307 142
(13) Druh dokumentu: **B6**
(51) Int. Cl.:

C21D 1/26	(2006.01)
C21D 8/02	(2006.01)
B21J 5/06	(2006.01)
C22C 38/48	(2006.01)

(19) ČESKÁ REPUBLIKA

ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2016-699**
(22) Přihlášeno: **09.11.2016**
(40) Zveřejněno: **31.01.2018**
(Věstník č. 5/2018)
(47) Uděleno: **20.12.2017**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **31.01.2018**
(Věstník č. 5/2018)

(56) Relevantní dokumenty:
FREMUNT, P., PODRÁBSKÝ, T. Konstrukční oceli. 1. vyd. Brno: Akademické nakladatelství; CERM, s. r. o., 1996, 267 s. ISBN 80-85867-95-8.
CZ 281184; US 4225364.

(73) Majitel patentu:
Vysoká škola báňská-Technická univerzita Ostrava, Ostrava-Poruba, CZ
VÍTKOVICE HEAVY MACHINERY a.s., Ostrava-Vítkovice, CZ

(72) Původce:
doc. Ing. Miroslav Greger, CSc., Ostrava-Poruba, CZ
Ing. Jiří Petržela, Ph.D., Havířov, CZ
Ing. Vladimír László, Ph.D., Ostrava-Poruba, CZ
Ing. Miroslav Juhas, Paskov, CZ
Ing. Michal Sušovský, Frýdek-Místek, CZ

(54) Název vynálezu:
Způsob kování a tepelného zpracování výkovků kruhových desek z nerezavějících CrNi austentických ocelí legovaných niobem

(57) Anotace:
Způsob kování a tepelného zpracování výkovků kruhových desek z nerezavějících austenitických Cr-Ni ocelí legovaných niobem, kdy obsah niobu v oceli je osminásobek hmotnostních procent obsahu uhlíku, obsahuje tyto výrobní kroky: v první fázi probíhá kování při teplotě 1030 až 1070 °C při nejmenší míře deformace v jednotlivých operacích 25 % a ve druhé fázi dokovávání kruhových desek při maximální teplotě 1020 až 1040 °C a velikosti aplikované deformace v poslední kovářské operaci nejméně 35 %, načež se výkovek kruhové desky řízeně ochlazuje na vzduchu na teplotu okolo 400 °C. Následuje rozpouštěcí žíhání, při kterém je pec vyhřáta na teplotu 880 až 920 °C a výkovek je do této pece vsazen a zahříván na rozpouštěcí teplotu rychlostí, která se pohybuje v intervalu 30 až 65 °C/h, přičemž délka zahřívání výkovku závisí na jeho tloušťce, a požadovaná teplota rozpouštěcího žíhání se pohybuje v intervalu 1000 až 1040 °C a trvá po dobu 2 až 3 hodin. Následně je výkovek kruhové desky přímo ochlazen ve vodě na teplotu přibližně 150 °C. Při nižší pevnosti výkovku a jeho nižší mezi kluzu je výroba doplněna a precipitační žíhání výkovku.

CZ 307142 B6

Způsob kování a tepelného zpracování výkovků kruhových desek z nerezavějících CrNi austentických ocelí legovaných niobem

Oblast techniky

Vynález řeší způsob kování a tepelného zpracování výkovků kruhových desek z CrNi austenitické nerezavějící oceli legovaných niobem, s požadavky na vysokou mez kluzu a houževnatost finálních výrobků, především využívaných pro dna tlakových nádob v energetice a chemickém inženýrství.

Dosavadní stav techniky

Výkovky desek kruhového průřezu musí v současné době splňovat podmínku: $0{,}15 \leq H/D \leq 0{,}25$, kde H je tloušťka desky a D je průměr desky. Limitní výška H, velkých volně kovaných kruhových desek na lisech disponující silou 120 MN se pohybuje při využití maximální síly lisu, při jejich pěchování na maximální průměr 3 200 mm, v intervalu desky 480 až 800 mm tloušťky.

Dosud se kruhové desky s vysokými požadavky na pevnost, houževnatost a korozní odolnost, vyráběné pro dna tlakových nádob vyrábějí zatepla, z austenitických nerezavějících ocelí, s obsahem uhlíku do 0,03 %, popřípadě nad 0,03 % uhlíku legovaných přísadou titanu. V základních typech CrNi korozivzdorných ocelí např. ČSN 17 241- ekv.10Cr18Ni9, ČSN 17 247 – ekv.08Cr18Ni9Ti a ČSN 17 350 – ekv. 02Cr17Ni133Mo je struktura tvořena pouze austenitem, anebo austenitem s malým obsahem delta feritu. Od výkovků desek z CrNi austenitických ocelí je požadována odolnost proti mezikrystalové korozi.

Příčiny mezikrystalové koroze lze vyvodit z ochuzení hranic zrn chromem a zároveň na nich se vylučujících karbidů chromu $Cr_{23}C_6$, kdy se obsah chromu v těchto karbidech pohybuje kolem 65 %. Tyto karbidy mohou obsahovat i železo a další legující prvky. Pokud se tyto karbidy vyloučí na hranicích zrn, spotřebují chrom z okolí hranice, ve které se může snížit obsah chromu až pod úroveň pasivace (~ 11,5 % Cr). Preferenční teplotní rozsah precipitace karbidů $Cr_{23}C_6$ se udává v rozmezí 815 až 425 °C. Uvedené teplotní oblasti je nutné se vyhnout při kování a rovněž také při tepelném zpracování nerezavějících austenitických ocelí. Náchylnost na mezikrystalovou korozi lze eliminovat několika způsoby. Omezit vznik karbidů $Cr_{23}C_6$ snížením obsahu uhlíku pod 0,03 %, tím se ovšem i snižují požadované pevnostní vlastnosti těchto ocelí. Další možností je vázat uhlík na prvky s vyšší afinitou, např. titanem, tím se zabrání vylučování karbidů na hranicích zrn. Pokud jsou už karbidy chromu vyloučené na hranicích zrn, lze použít postupu rozpouštěcího žíhání při teplotě 1050 až 1100 °C po dobu 0,5 až 1 h. a následně ocel rychle ochladit ve vodě.

V přihlášce vynálezu č. PV 1990-4177 je popsaná austenitická žárupevná ocel, zejména pro tvářené součásti v prostředí zvýšených teplot a tlaků a v chemicky agresivním prostředí, obsahující kromě železa a obvyklých doprovodných prvků a nečistot v % hmot. 0,005 až 0,03 % uhlíku, 0,5 až 2,5 % manganu, 0,1 až 1,0 % křemíku, 16 až 19 % chromu, 11 až 14,5 % niklu, 2 až 3 % molybdenu a 0,1 až 0,25 % dusíku, jejíž podstatou je, že dále obsahuje 0,05 až 0,15 % niobu, 0,005 až 0,05 % vanadu a 0,0001 až 0,0050 % boru. Způsob tepelného zpracování této oceli se provádí tak, že po rozpouštěcím žíhání následuje vytvrzovací žíhání při teplotách od 650 do 700 °C.

V americké přihlášce vynálezu US 4 225 364 je popsaná zesílená slitina Ni-Cr-Fe schopná udržet svou pevnost při vysokých teplotách a sestávající v podstatě z 42 až 48 % niklu, 11 až 13 % chromu, 2,6 až 3,4 % niobu, 0,2 až 1,2 % křemíku, 0,5 až 1,5 % Vanadu, 2,6 až 3,4 % molybdenu, 0,1 až 0, 3% hliníku, 0,1 až 0,3 % titanu, 0,02 až 0,0 5% uhlíku, 0,002 až 0,015 % boru, až 0,06 % zirkonia a zbytek železa. Po žíhání roztoku při teplotě 1038 °C po dobu jedné hodiny má

slitina, když je zahřátá na teplotu 650 °C, 2% křemíkovou pevnost 307 MPa, pevnost v tahu 513 MPa a pevnost v přetržení 400 MPa i po 100 hodinách.

Aby bylo dosaženo požadovaných mechanických vlastností a vysoké korozní odolnosti oceli, probíhá její tváření tzv. za tepla. Toto umožňuje vytvořit předpoklady pro dosažení zvýšených hodnot meze kluzu a vysokých plastických vlastností po tepelném zpracování. U austenitických ocelí s obsahem uhlíku menším než 0,03 % se při konečnému tepelnému zpracování využívá rozpouštěcí žíhání, jehož cílem je dosažení rovnoměrné, rekrystalizované struktury s nízkým zbytkovým pnutím. U ocelí s vyšším obsahem uhlíku než 0,03 % se s cílem zvýšení meze kluzu doplňuje rozpouštěcí žíhání o stabilizační žíhání, které vyvolává vyloučení karbonitridu titanu. Tento známý způsob kování s navazujícím tepelným zpracováním, které sestává z rozpouštěcího žíhání a stabilizačního žíhání vyvolává sice potřebné zvýšení meze kluzu CrNiTi nerezavějících ocelí nad běžně dosahovanou mez, nevýhodou však je, že způsobuje pokles plastických vlastností takto zpracovávaných ocelí. Toto snížení plastických vlastností oceli je prakticky neodstranitelné. V případě jeho odstraňování opakovaným tepelným zpracováním, dochází k následnému snížení meze kluzu. Pokud jsou tyto problémy eliminovány bezprostředně po rozpouštěcím žíhání, dochází při navazujícím stabilizačním žíhání u výkovků kruhových desek, u nichž byla mez kluzu nízká, ke zvýšení nákladů na jejich zkoušení, dále k prodloužení výrobních lhůt a rovněž často dochází k tomu, že při nízké mezi kluzu není dosaženo potřebných plastických vlastností, přičemž doplňující žíhání je v tomto případě neúčelné a vede ke vzniku zmetku.

Podstata vynálezu

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob kování a tepelného zpracování výkovků kruhových desek z austenitických Cr-Ni ocelí legovaných niobem dle tohoto vynálezu. Kdy musí, v prvé fázi, probíhat kování kruhových desek z této oceli při teplotě z intervalu 1030 až 1070 °C přičemž velikost deformace v jednotlivých operacích není nižší než 25 %. Mezi operace prvé fáze kování lze zahrnout například prodlužování ingotu, vykování špalku, pěchování, děrování apod. V druhé fázi kování, dokovávání kruhových desek, je nejvyšší přípustná teplota kovaných desek z intervalu 1020 až 1040 °C a dále velikost aplikované deformace v poslední kovářské operaci musí být min. 35 %. Deformační rychlost, v poslední kovářské operaci, se pohybuje v intervalu zaručujícím dokonalý průběh dynamické rekrystalizace kované oceli. Z teploty dokovávání se výkovek kruhové desky řízeně ochlazuje na vzduchu na teplotu okolo 400 °C. Uvedeným postupem se získá homogenní, jemnozrnná a rekrystalizovaná struktura výkovku.

V případě, že nejsou po řízeném ochlazování dosaženy požadované plastické a pevnostní vlastnosti desky, dojde k využití sofistikovaného způsobu tepelného zpracování sestávající se z navazujícího rozpouštěcího a precipitačního žíhání.

Při rozpouštěcím žíhání je pec vyhřáta na teplotu z rozmezí 880 až 920 °C a následuje vsazení výkovku kruhové desky do této vyhřáté pece a jeho ohřev na rozpouštěcí teplotu. Rychlost ohřevu na rozpouštěcí teplotu se pohybuje v závislosti na tloušťce kruhové desky v intervalu 30 až 65 °C/h. Kruhová deska je při teplotě rozpouštěcího žíhání 1000 až 1040 °C ponechána v této fázi po dobu 2 až 3 h, což závisí na její tloušťce. Po fázi rozpouštěcího žíhání je výkovek kruhové desky přímo ochlazen ve vodě, na teplotu přibližně 150 °C.

Navazující precipitační žíhání je prováděno pouze v závislosti na dosažené hodnotě požadovaných pevnostních vlastností předzpracované desky, především na mezi kluzu. Je-li tato mez nižší než jsou stanovené parametry pro tento druh výkovku, následuje ohřev kované desky na teplotu 870 až 890 °C. Čas, kdy je výkovek kruhové desky ponechán na teplotě precipitačního žíhání, se pohybuje v závislosti na tloušťce desky a vypočítá se ze vztahu: $\tau_p = 0{,}52 \cdot \sqrt{s}$, kde τ_p je celková doba ponechání desky na teplotě precipitačního žíhání v hodinách, a s je tloušťka desky v mi-

limetrech. Následně se výkovek kruhové desky na vzduchu ochlazuje z teploty precipitačního žíhání.

Výhodou uvedeného postupu kování a tepelného zpracování desek z austenitických CrNi-Nb nerezavějící ocelí je, že dosahované mechanické vlastnosti výkovku jsou po kování, rekrystalizaci a tepelném zpracování, závislé pouze na velikosti zrna, obsahu a velikosti vyloučených precipitátů karbidu niobu ve struktuře oceli. Čím je velikost zrna austenitu menší a obsah karbidů niobu ve výkovku vyšší, tím je vyšší mez kluzu oceli, ale částečně se sníží jeho houževnatost. Velikost zrna ve výkovcích desek je závislá na průběhu rekrystalizace, tj. na teplotě kování a velikosti aplikované deformace v závěrečné fázi dokování desek. Obsah precipitátu NbC ve struktuře je závislý na obsahu uhlíku a niobu v oceli, na teplotě a době rozpouštěcího žíhání a podmínkách precipitačního žíhání. Při kování kruhové desky za nižších teplot, než je teplota dokování 900 °C, dochází pouze k částečné precipitaci, a rovněž k neúplné rekrystalizaci. Rozpouštěcí žíhání způsobuje zpětné částečné rozpouštění precipitátu a dokončení rekrystalizace. U ocelí s vysokým obsahem uhlíku a niobu lze regulovat obsah precipitátu ve struktuře desky teplotou a dobou rozpouštěcího žíhání. U taveb s nízkým obsahem uhlíku a niobu lze intenzitu rozpouštění precipitátů NbC omezit snížením rozpouštěcí teploty a doplňujícím precipitačním žíhání dosáhnout zpětného vyloučení precipitátů a jejich rovnoměrného rozptýlení v objemu výkovku kruhové desky.

Jelikož je celkový obsah precipitátu v oceli přímo úměrný celkovému obsahu uhlíku a niobu v oceli, určují se podmínky precipitačního žíhání při zpracování kruhových desek z obsahu těchto prvků v oceli, tak aby bylo vyhověno podmínce, že obsah niobu v oceli je alespoň osminásobek hmotnostních procent obsahu uhlíku.

Výhodné je využít tento výše popsaný způsob pro tepelné zpracování výkovků kruhových desek z ocelí, s následujícím chemickým složením:

C	Mn	Si	Cr	Ni	Nb	P	S
max. 0,12	max. 2,0	max. 1,0	17,0 až 20,0	8,0 až 11,0	min. 10x(%C)	max. 0,030	max. 0,020

Výhodou tohoto způsobu kování, je dosažení jemnozrnné, homogenní a rekrystalizované struktury s rovnoměrným vyloučením precipitátů NbC v celém objemu kruhové desky.

Další výhody tohoto způsobu kování a tepelného zpracování výkovků desek z CrNi ocelí legovaných niobem spočívají v tom, že je u výkovků kruhových desek dosaženo vysokých hodnot meze kluzu, a rovněž vysoké houževnatosti.

A konečně je výhodou, že při získání nízké hodnoty meze kluzu, lze zařazením precipitačního žíhání tuto požadovanou hodnotu meze kluzu dosáhnout, bez výraznějšího poklesu houževnatosti výkovku desek.

Příklady uskutečnění vynálezu

Příklad 1

Jako příklad uvádíme tepelné zpracování kruhové desky, vykované ze 43 t ingotu z oceli s obsahem uhlíku 0,12 hmotn. %; chrómu 17,45 hmotn. %; niklu 9,56 hmotn. %; niobu 1,2 hmotn. % a běžného obsahu doprovodných prvků.

Výkovek kruhové desky o průměru 3 000 mm a tloušťce 450 mm je dokován při teplotě 1040 °C, a velikosti deformace 35 %. Navazující rozpouštěcí žíhání kruhové desky je provedeno za teploty 1040 °C po dobu 3 h. Po tomto tepelném zpracování je dosaženo vysoké hodnoty houževnatosti při + 20 °C činí 130 J, avšak hodnoty meze kluzu $R_{p0,2}$ při 20 °C jsou 196 MPa, 190 MPa, tedy nižší než předepisují technické podmínky pro tento výkovek. Z těchto důvodů je tepelné zpracování doplněno precipitačním žíháním po dobu 11 hodin při teplotě 885 °C, tím je dosaženo na zpracovávaném výkovku kruhové desky houževnatosti 125 J, 120 J, 118 J a meze kluzu $R_{p0,2}$ při 20 °C - 210MPa, 215MPa, 220 MPa.

Příklad 2

Jako další příklad uvádíme kování a tepelné zpracování výkovku desky s průměrem 2 500 mm a tloušťkou 500 mm z ingotu 8K 27 z oceli s obsahem uhlíku 0,08 hmotn. %.; chrómu 17,90 hmotn. %; niklu 10,55 hmotn. %; niobu 0,9 hmotn. % a běžných obsahů doprovodných prvků.

Kruhová deska je dokována při teplotě 1030 °C, s velikosti deformace 41 %. Rozpouštěcí žíhání je provedeno za teploty 1030 °C po dobu 3 h. Výsledné hodnoty houževnatosti při + 20 °C jsou 165 J a 170 J a hodnoty meze kluzu $R_{p0,2}$ při 20 °C činí 215 MPa a 220 MPa, což vyhovuje normě. Precipitační žíhání není v tomto případě využito.

Průmyslová využitelnost

Předkládaný vynález lze využít v metalurgii, zejména pro kování a tepelné zpracování velkých kovaných desek vyráběných z CrNi nerezavějících ocelí legovaných niobem, s vysokými požadavky na pevnostní vlastnosti a houževnatost výkovků.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob kování a tepelného zpracování výkovků desek, zejména kruhových, při splnění podmínky $0,15 \leq H/D \leq 0,25$, z nerezavějících austenitických Cr-Ni ocelí legovaných niobem, kdy obsah niobu v oceli je osminásobek hmotnostních procent obsahu uhlíku, **vyznačující se tím**, že obsahuje tyto kroky:

a) v první fázi probíhá kování při teplotě 1030 až 1070 °C a při nejmenší míře deformace v jednotlivých operacích 25 %;

b) ve druhé fázi při dokovávání kruhových desek je maximální teplota kovaných desek 1020 až 1040 °C a velikost aplikované deformace v poslední kovářské operaci je nejméně 35 %, načež se výkovek kruhové desky řízeně ochlazuje na vzduchu na teplotu okolo 400 °C;

c) následuje rozpouštěcí žíhání, při kterém je pec vyhřáta na teplotu 880 až 920 °C a výkovek je do této pece vsazen a zahříván na rozpouštěcí teplotu rychlostí, která se pohybuje v intervalu 30 až 65 °C/h, přičemž délka zahřívání výkovku závisí na jeho tloušťce, a požadovaná teplota rozpouštěcího žíhání se pohybuje v intervalu 1000 až 1040 °C a trvá po dobu 2 až 3 hodin; a

d) následně je výkovek kruhové desky přímo ochlazen ve vodě na teplotu přibližně 150 °C.

2. Způsob kování a tepelného zpracování výkovků desek, zejména kruhových, podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že při nižší mezi pevnosti výkovku než je 605 až 700 MPa a jeho nižší mezi kluzu než je 250 až 300MPa po rozpouštěcím žíhání, se provádí navazující precipitační žíhání, načež, pak následuje ohřev kované desky na teplotu v ~~z~~rozmezí intervalu 870 až 890 °C.

3. Způsob kování a tepelného zpracování výkovků desek, zejména kruhových, podle nároku 2, **vyznačující se tím**, že doba precipitačního žíhání se pohybuje v závislosti na tloušťce výkovku desky a je určena vztahem $\tau_p = 0{,}52 \cdot \sqrt{s}$, kde τ_p je doba precipitačního žíhání v hodinách, a s je tloušťka desky v milimetrech.

Konec dokumentu