

Vliv mikročistoty na únavovou životnost válcovaných drátů z vysokouhlíkové a kordové oceli

Influence of Microcleanness on Fatigue Endurance of Wire Rod of High-carbon and Cord Steel

Ing. Jan Kufa¹, Ing. Ladislav Kander, Ph.D.¹, Ing. Gabriela Rožnovská¹

¹ MATERIÁLOVÝ A METALURGICKÝ VÝZKUM s.r.o., Pohraniční 693/31, 703 00 Ostrava-Vítkovice, Česká republika

V předloženém článku je uveden výsledek posouzení vlivu vybraných parametrů mikročistoty na únavovou životnost vzorků válcovaných drátů z vysokouhlíkové a kordové oceli, vyrobených na kontidrátové trati v TŽ, a.s. Vzorky byly zatěžovány jak nerovnané, bez dalších úprav, tak i rovnané. Porušené vzorky byly po zkoušce fraktograficky analyzovány na přítomnost nekovových vměstků. Na zkoumaných lomových plochách nebyly nalezeny vměstky, lomy byly iniciovány z povrchu vzorků. V další části byla provedena statistická analýza vlivu parametrů mikročistoty, zjištěných u zkoušených vzorků klasickou metalografickou cestou, na únavovou životnost vzorků. U kordové oceli bylo potvrzeno, že celkový počet vměstků a jejich průměrná velikost snižují únavovou životnost vzorků. U vysokouhlíkové oceli nebyl prokázán vliv parametrů mikročistoty na únavovou životnost.

Klíčová slova: únavová zkouška; mikročistota oceli; statistická analýza; kordová ocel; vysokouhlíková ocel

The paper presents experimental verification of the possibility of using fatigue rotating bending test for evaluating steel micro-cleanness. Samples of cord steel and high-carbon steel from rolling plant (rolled wire with a diameter of 5.5 mm) were tested. Mentioned steels differ in position of non-metallic inclusions in ternary diagram, i.e. both steels differ in chemical composition and shape of inclusions. The zero hypothesis was the following: sharp-edged inclusions of high-carbon steel will affect the fatigue endurance of tested specimens due to notch effect and fatigue endurance of cord steel specimens will be higher. The main goal of the work was to verify the possibility of utilization of fatigue test for evaluating steel micro-cleanness by inspection of fracture surface. Secondary goal was to evaluate influence of the observed qualitative and quantitative parameters on fatigue endurance of specimens. Damaged specimens were inspected by the method of fractographical analysis for the presence of non-metallic inclusions. No non-metallic inclusions were found on fracture surfaces, all fractures were initiated from the surface of specimens. The statistical analysis, focused on influence of micro-cleanness parameters on fatigue endurance of specimens was performed subsequently. Influence of qualitative parameters on fatigue endurance was evaluated by analysis of variance, influence of quantitative parameters was evaluated by simple regression. It was confirmed that the total number of inclusions and their density per cm² reduced the fatigue life of the samples. Technology of steel production and accompanying position of inclusions in the ternary diagram, i.e. chemical composition and shape of inclusions, does not influence the fatigue endurance of specimens. Individual casts indicate statistically significant difference in number of inclusions, which take effect in statistically significant difference in fatigue endurance of specimens.

Key words: fatigue; micro-cleanness; statistical analysis; cord; high-carbon

Působení cyklického zatížení na ocelovou součást vyvolává *únavový proces*. Takto namáhané součásti se mohou po určité době porušit při napětích, které jsou značně nižší, než je pevnost nebo i mez kluzu materiálu. Dochází k tzv. únavovému lomu, jehož vznik závisí na velikosti cyklického zatížení, na rozměrech součásti, pevnostních charakteristikách a významně závisí na mikročistotě oceli. Metalograficky byl prokázán vliv velkých vměstků na iniciaci vzniku únavového lomu zejména tehdy, jsou-li vměstky uloženy na povrchu, nebo v jeho těsné blízkosti. Při šíření únavového lomu se škodlivý vliv vměstků pravděpodobně uplatňuje silněji při vyšší pevnosti oceli a souvisí více s absolutním množstvím vměstků než s jejich velikostí [1].

Na únavové vlastnosti oceli má značný vliv druh vměstků. Netvárné a nedrobné vměstky jako hlinitany vápenaté nebo křehké Al₂O₃ jsou škodlivější než tvárné vměstky (např. sulfidy). Škodlivé působení netvárných oxidů na únavovou pevnost souvisí s jejich značnými rozměry a s ostrými hranami těchto vměstků. Sulfidické vměstky bývají jemnější a nemají ostré hrany [1].

Vliv nejrůznějších parametrů mikročistoty oceli na její únavové vlastnosti popisuje celá řada autorů [2 - 6].

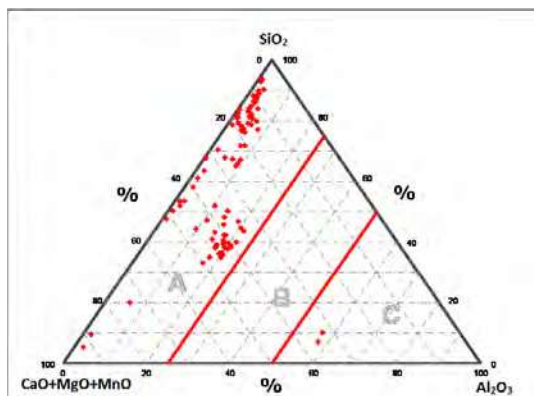
V tomto článku je prezentován výsledek provedení vysokocyklových únavových zkoušek ohybem za rotace u rovnaných i nerovnaných vzorků drátů vysokouhlíkové a kordové oceli o průměru 5,5 mm, odebraných na kontidrátové trati v Třineckých

železárnách, a.s. Hlavním cílem zkoušek bylo vyhodnocení únavové životnosti vzorků obou ocelí, dosažení lomu a následný fraktografický rozbor lomové plochy s cílem zjistit maximum informace o nekovovém vměstku, pokud byl příčinou iniciace lomu. Dalším, vedlejším cílem, bylo statistické vyhodnocení vlivu parametrů mikročistoty, zjištěných ze zkoušených vzorků klasickou metalografickou cestou, na únavovou životnost vzorků.

1. Zkušební materiál a experimentální zařízení

Pro únavové zkoušky byly k dispozici dvě sady vzorků (drátů) z kordových (30 ks) a vysokouhlíkových (40 ks) ocelí, přičemž polovina vzorků z každé skupiny byla upravena rovnáním a polovina ponechána v původním zakřiveném tvaru. Uvedené dvě skupiny ocelí se vzhledem k odlišné technologii výroby (použitá strusce) liší v chemickém složení nekovových vměstků, kdy vysokouhlíkové oceli vykazují vyšší podíl ostrohranných hlinitanových oxidických vměstků na bázi Al_2O_3 , než kordové oceli. Výchozí předpoklad byl takový, že vrubový účinek ostrohranných hlinitanových vměstků u vysokouhlíkových ocelí se projeví na nižším počtu cyklů do lomu během únavové zkoušky.

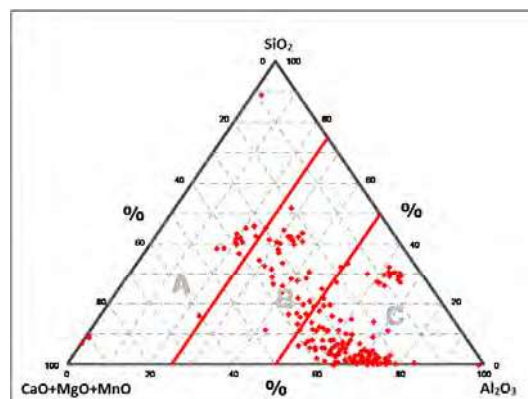
Pro identifikaci vměstků bylo postupně vypracováno několik zásadně odlišných metod, přičemž všechny mají své specifické výhody a nevýhody [7]. Mikročistota použitých vzorků byla vyhodnocena pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu. Výstupem bylo zobrazení vměstků v ternárním (trojúhelníkovém) diagramu $SiO_2 - (CaO+MgO+MnO) - Al_2O_3$. Daná metodika umožňuje určit i množství, velikost, chemické složení a hustotu vměstků. Grafické znázornění výskytu vměstků v jednotlivých oblastech ternárních diagramů u dvou taveb rozdílných skupin ocelí je uvedeno na obr. 1 a 2.



Obr. 1 Charakteristická hustota nekovových vměstků zakreslených v ternárním diagramu (tavba č. 1 - kordová ocel)

Fig. 1 Characteristic density of inclusions in ternary diagram (heat No. 1 – cord steel)

Zkoušky se prováděly na dvou zkušebních strojích Walter+bai ag, typ UBM 200 Nm. V první fázi se v důsledku toho, že byly zkoušeny celé dráty a nikoliv standardní zkušební tělesa s redukováním průměrem ve



Obr. 2 Charakteristická hustota nekovových vměstků zakreslených v ternárním diagramu (tavba č. 4 - vysokouhlíková ocel)

Fig. 2 Characteristic density of inclusions in ternary diagram (heat No. 4 – carbon steel)

zkoušené délce oproti upínacím koncům, docházelo na počátku zkoušení k lomům v upínací kleštině a to v důsledku plastické deformace drátu v místě upnutí. Aby se dalo splnit zadání – tj. aby bylo možné vůbec vyhodnotit únavové vlastnosti kordů a vysokouhlíkových drátů byla navržena a realizována metodika využívající zalití konce drátů do dentakrylu a vytvoření konce, za který by bylo možné vzorek do upínacích kleštin upnout (obr. 3). Protože dráty jsou z výroby v důsledku navíjení nerovné, byl rovněž vymyšlen způsob upnutí surově odstřiženého kusu drátu bez jeho rovnání, tj. bez vnesení dodatečné plastické deformace. Zkušební napětí bylo nastaveno na hodnotu 450 MPa.



Obr. 3 Uchycení drátů v dentakrylových pouzdech

Fig. 3 Special gripping of specimens

2. Výsledky únavových zkoušek

Po provedení všech zkoušek byly všechny získané údaje zapnamenány do tabulek, kde je uvedeno číslo tavby, informace o rovnání vzorku, počet cyklů do lomu, otáčky a celková doba zkoušení (tab. 1 a tab. 2).

Tab. 1 Výsledky únavových zkoušek (kordová ocel)

Tab. 1 Results of fatigue tests (cord steel)

Tavba	Rovnění	Vzorek	Počet cyklů *10 ³	Otáčky [1/min]	Doba zk. [h:m]
1	ne	1a	267	650	6:50
		2a	247	650	6:19
		3a	240	600	6:40
		4a	199	600	5:31
		5a	498	600	13:50
	ano	1b	300	600	8:20
		2b	250	600	6:56
		3b	215	600	5:58
		4b	242	600	6:43

2	ne	5b	321	600	8:54
		1a	230	600	6:22
		2a	202	600	5:37
		3a	165	600	4:34
		4a	186	650	4:46
	ano	5a	149	650	3:48
		1b	202	600	5:37
		2b	168	600	4:39
		3b	314	600	8:43
		4b	192	650	4:54
3	ne	5b	169	650	4:19
		1a	254	650	6:30
		2a	251	650	6:26
		3a	236	650	6:02
		4a	190	650	4:52
	ano	5a	190	650	4:52
		1b	148	650	3:48
		2b	163	650	4:10
		3b	155	650	3:59
		4b	165	650	4:14
		5b	162	650	4:08

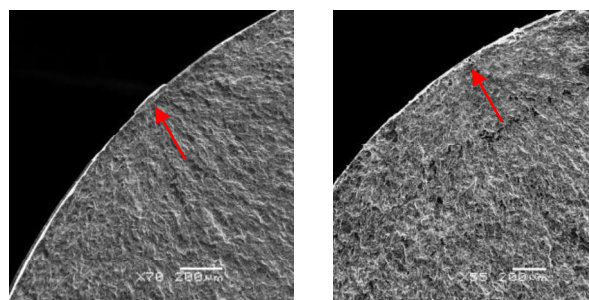
Tab. 2 Výsledky únavových zkoušek (vysokouhliková ocel)

Tab. 2 Results of fatigue tests (carbon steel)

Tavba	Rovnění	Vzorek	Počet cyklů *10 ³	Otáčky [1/min]	Doba zk. [h:m]
4	ne	1a	311	650	7:58
		2a	120	650	3:05
		3a	299	650	7:39
		4a	285	650	7:18
		5a	399	650	10:13
	ano	1b	152	650	3:53
		2b	263	650	6:43
		3b	345	650	8:50
		4b	242	650	6:12
		5b	254	650	6:30
5	ne	1a	343	650	8:47
		2a	264	650	6:45
		3a	131	650	3:22
		4a	253	650	6:29
		5a	153	650	3:54
	ano	1b	221	650	5:40
		2b	176	650	4:31
		3b	172	650	4:24
		4b	353	650	9:02
		5b	269	650	6:53
6	ne	1a	225	650	5:46
		2a	206	650	5:16
		3a	226	650	5:47
		4a	277	650	7:06
		5a	254	650	6:31
	ano	1b	261	650	6:40
		2b	241	650	6:10
		3b	179	650	4:35
		4b	339	650	8:41
		5b	301	650	7:42
7	ne	1a	283	650	7:15
		2a	220	650	5:38
		3a	194	650	4:58
		4a	216	650	5:32
		5a	234	650	5:59
	ano	1b	189	650	4:51
		2b	235	650	6:01
		3b	165	650	4:14
		4b	213	650	5:27
		5b	174	650	4:27

3. Fraktografie lomových ploch

Analýza lomových ploch drátů porušených během cyklického zatěžování byla prováděna na řádkovacím elektronovém mikroskopu JEOL 5510 a jejím cílem bylo nalézt iniciační oblast únavového porušení a její příčinu. Jak ukazují snímky lomových ploch (obr. 4), ve všech případech docházelo k iniciaci únavového porušení na povrchu drátu, nejčastěji pak na drobných defektech typu rýha, otlak nebo přeložka.



Obr. 4 Příklady iniciace únavových lomů na povrchu drátů

Fig. 4 Examples of initiation loci of fatigue fractures on wire surface

4. Statistická analýza

Cílem statistické analýzy bylo vyhodnocení vlivu jednotlivých proměnných na únavovou životnost vzorků. Datový soubor byl rozdělen na 2 části - kordové a vysokouhlikové oceli. Statistická analýza byla zpracována pro každý soubor zvlášť.

Vzorky obou skupin byly popsány řadou kategoriálních i kvantitativních proměnných. K dispozici bylo číslo tavby, licího proudu a informace o rovnání vzorku. Mikročistota oceli byla charakterizována počtem nalezených vměstků, hustotou vměstků na cm², průměrnou velikostí vměstků a relativním podílem vměstků v jednotlivých zónách (A – C) ternárních diagramů. Hlavní vysvětlovaná proměnná představuje únavovou životnost vzorků, vyjádřenou jako počet cyklů do lomu vzorku (proměnná "pocet.cyklu").

Hodnocení vlivu kategoriálních proměnných bylo provedeno pomocí jednofaktorové analýzy rozptylu. Vliv kvantitativních proměnných byl vyhodnocen pomocí párové lineární regrese. V obou případech byl konstatován vliv dané proměnné při dosažení p-hodnoty příslušného testu menší než 0.05.

Analýza byla provedena v programu Statgraphics Centurion XVI. Při testování vlivu faktorů byla uvažována obvyklá prahová hladina významnosti $\alpha = 0.05$.

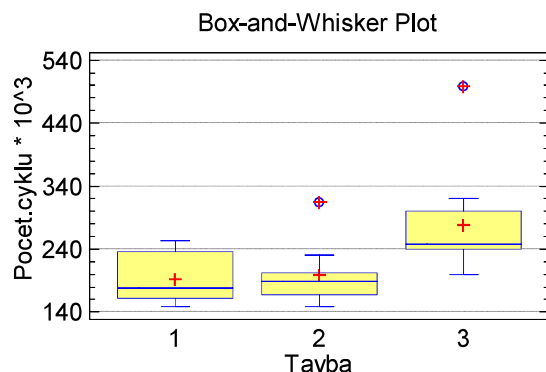
4.1 Vliv parametrů na únavovou životnost kordové oceli

Nejprve byl pomocí analýzy rozptylu testován vliv řady kategoriálních proměnných na únavovou životnost vzorků. Výsledky jsou uvedeny v tab. 3.

Tab. 3 Výsledky analýzy rozptylu
Tab. 3 Analysis of variance findings

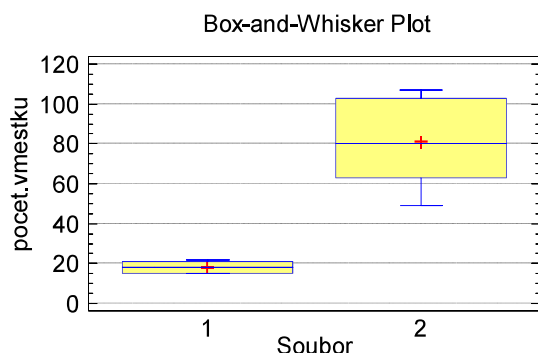
Proměnná	Má vliv?	p - hodnota
Rovnění vzorku	Ne	0.3960
Licí proud	Ne	0.8690
Tavba	Ano	0.0060

Bylo zjištěno, že na únavovou životnost vzorků kordové oceli má z kategoriálních faktorů statisticky významný vliv pouze tavba (tab. 3, obr. 4).



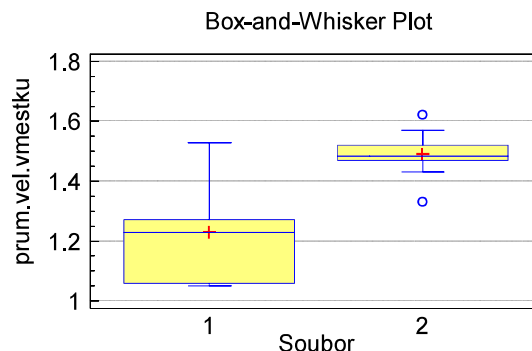
Obr. 5 Srovnání únavové životnosti u vzorků jednotlivých taveb
Fig. 5 Comparison of fatigue endurance of specimens from individual heats

Z obr. 5 vyplývá, že vzorky taveb č. 1 a 2 vykazují shodnou únavovou životnost, vzorky tavby č. 3 vykazují vyšší únavovou životnost. Pro další vysvětlení odlišnosti tavby č. 3 byly údaje prvních dvou taveb seskupeny (vytvořen soubor č. 1) a srovnány s daty odlišné tavby č. 3 (soubor č. 2). Z dalšího srovnání vyplývá, že uvedené dva sobory se statisticky významně liší v počtu vměstků a průměrné velikosti vměstků, viz následující grafy:



Obr. 6 Srovnání počtu vměstků u vzorků dvou souborů
Fig. 6 Comparison of inclusions count of specimens from 2 groups

Potvrzení vlivu počtu a velikosti vměstků a hodnocení vlivu dalších kvantitativních proměnných na únavovou životnost vzorků bylo provedeno pomocí lineární párové regresní analýzy se závěry shrnutými v tab. 4.

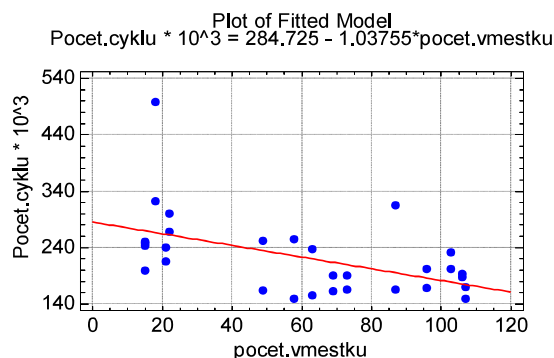


Obr. 7 Srovnání průměrné velikosti vměstků u vzorků jednotlivých taveb
Fig. 7 Comparison of average size of specimens from 2 groups

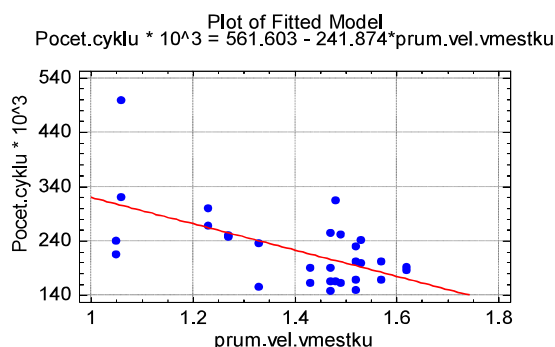
Tab. 4 Výsledky párové regrese (kordová ocel)
Tab. 4 Simple regression findings (cord steel)

Proměnná	Má vliv?	R ²	p-hodnota
Počet vměstků	Ano	0.25	0.0045
Průměrná velikost vměstků [μm]	Ano	0.34	0.0006
Podíl vměstků v zóně A TD [%]	Ne		
Podíl vměstků v zóně B TD [%]	Ne		
Podíl vměstků v zóně C TD [%]	Ne		

Bylo zjištěno, že na únavovou životnost vzorků kordové oceli má z kvantitativních faktorů statisticky významný vliv počet vměstků a průměrná velikost vměstků, přičemž podle základních charakteristik regrese (tab. 4) je těsnější závislost patrná u průměrné velikosti vměstků. Zjištěné závislosti jsou dále zobrazeny v grafech (obr. 8 a 9).



Obr. 8 Párová regrese - počet vměstků vs únavová životnost
Fig. 8 Simple regression - number of inclusions versus fatigue endurance



Obr. 9 Párová regrese - průměrná velikost vměstků vs únavová životnost

Fig. 9 Simple regression - average size of inclusions versus fatigue endurance

Na závěr lze shrnout poznatky, zjištěné při statistické analýze. Na únavovou životnost vzorků kordových ocelí má vliv:

- Počet nekovových vměstků v oceli (snižuje únavovou životnost)
- Průměrná velikost nekovových vměstků (snižuje únavovou životnost)

4.2 Vliv parametrů na únavovou životnost vysokouhlíkové oceli

V dalším kroku byl pomocí analýzy rozptylu testován vliv řady kategoriálních proměnných na únavovou životnost vzorků vysokouhlíkové oceli. Výsledky jsou uvedeny v tab. 5.

Bylo zjištěno, že na únavovou životnost vzorků kordové oceli nemá žádná z uvedených kategoriálních proměnných statisticky významný vliv (tab. 5).

Tab. 5 Výsledky analýzy rozptylu
Tab. 5 Analysis of variance findings

Proměnná	Má vliv?	p - hodnota
Rovnění vzorku	Ne	0.6878
Licí proud	Ne	0.0638
Tavba	Ne	0.2701

Tab. 6 Výsledky párové regrese (vysokouhlíková ocel)
Tab. 6 Simple regression findings (high-carbon steel)

Proměnná	Má vliv?	R ²	p-hodnota
Počet vměstků	Ne	0.01	0.8415
Průměrná velikost vměstků [μm]	Ne	0.06	0.1438
Podíl vměstků v zóně A TD [%]	Ne	0.05	0.2324
Podíl vměstků v zóně B TD [%]	Ne	0.05	0.1879
Podíl vměstků v zóně C TD [%]	Ne	0.00	0.8905

V dalším kroku byl zkoumán vliv kvantitativních proměnných na únavovou životnost vzorků vysokouhlíkové oceli, pomocí lineární párové regresní analýzy se závěry shrnutými v tab. 6.

Bylo zjištěno, že na rozdíl od vzorků kordové oceli, na únavovou životnost vzorků vysokouhlíkové oceli nemá vliv žádný z uvažovaných kvantitativních faktorů.

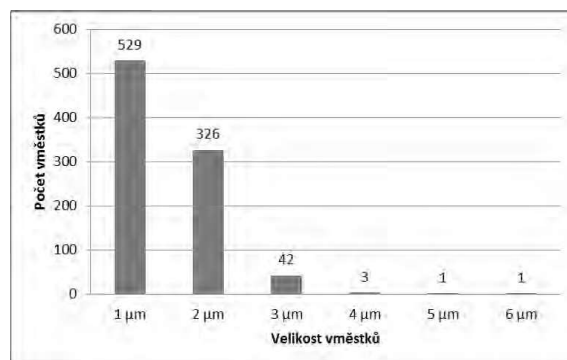
5. Diskuse výsledků

Ze statistické analýzy výsledků vyplynuly některé skutečnosti, které jsou v rozporu s původním očekáváním a expertní zkušeností.

Vzorky drátů vysokouhlíkové oceli, charakteristické vyšším podílem ostrohranných hlinitanových vměstků, vykázaly statisticky shodnou únavovou životnost jako vzorky kordových drátů, vykazující jen minimální podíl hlinitanových vměstků.

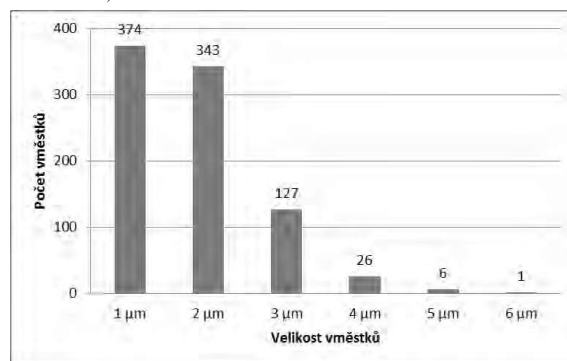
Příčinou může být malá velikost vměstků u zkoumaných vzorků. Ze všech 70 vzorků pouze 2 obsahovaly vměstky o velikosti 6 μm. Celkově pak 98 % všech vměstků mělo velikost mezi 1 – 3 μm.

Počty vměstků jednotlivých velikostí u vzorků z kordových i vysokouhlíkových ocelí jsou uvedeny na obr. 10 a 11:



Obr. 10 Četnost výskytu vměstků o jednotlivých velikostech ve vzorcích kordové oceli

Fig. 10 Count of inclusions differentiating in size (samples of cord steel)

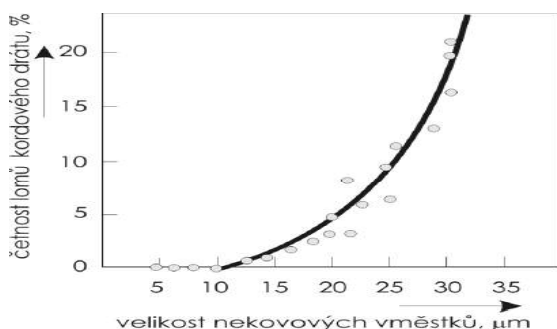


Obr. 11 Četnost výskytu vměstků o jednotlivých velikostech ve vzorcích vysokouhlíkové oceli

Fig. 11 Count of inclusions differentiating in size (samples of carbon steel)

Je však nutné konstatovat, že metalografická analýza zhodnotila jen malou část plochy na příčném řezu zkoušeného drátu. Ve zbytku vzorku se mohly vyskytovat větší vměstky.

Jak je patrné z obr. 12, v případě tažení drátu se četnost lomů výrazně zvyšuje až od velikosti 10 μm [8]. Jedná se však jen o určité přiblížení problematiky vlivu velikosti vměstků vzhledem k odlišné velikosti vzorků a samotné povaze namáhání v případě tažení a ohybu za rotace.



Obr. 12 Závislost četnosti lomů kordového drátu na velikosti nekovových vměstků [8]

Fig. 12 Frequency of cord wire fractures versus size of inclusions [8]

Nepřítomnost vměstků v povrchových vrstvách vzorků, dále geometrie vzorků a zvolená hladina zkušebního napětí vedla k takovému rozložení napětí na zkoumaném vzorku, které vedlo vždy k povrchové iniciaci lomu.

Zajímavá je skutečnost, že vliv vměstků se neprojevil u vysokouhlikových ocelí, kde byl očekáván výraznější vliv. Možná je samotná ocel již tak citlivá na střídavé napětí, že další iniciátor ve formě vměstku nepotřebuje, popř. to může být důsledkem již diskutovaných malých rozměrů vměstků či podstatně významnějšího vlivu povrchových defektů.

Z provedených zkoušek vyplývá, že únavové zatěžování rovnaných i nerovnaných vzorků drátů z kordové a vysokouhlikové oceli nevedlo k porušení vzorků lomem iniciovaným na nekovovém vměstku. Možným opatřením je snížení úrovně zkušebního napětí, což povede k prodloužení zkoušky, případně použití vzorku s redukovanou měřenou délkou, dokonale geometricky rovného, aby nevznikaly setrvačné síly v důsledku rotace nesymetrických hmot.

Závěr

Hlavní výsledky provedených únavových zkoušek, následných fraktografických rozborů a statistické analýzy lze stručně shrnout v několika bodech:

- Rostoucí rozměry a počet vměstků snižují únavovou životnost vzorků kordové oceli
- Technologie výroby oceli a s ní spojené chemické složení nekovových vměstků nemají vliv na únavovou životnost vzorků.
- Únavový lom byl iniciován z povrchu vzorků, na lomových plochách nebyly nalezeny nekovové vměstky
- Úprava vzorku rovnáním neměla vliv na únavovou životnost vzorků

Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 "Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti" financovaného Ministerstvem školství, mládeže a tělovýchovy České republiky.

Literatura

- [1] MICHALEK, K., GRÝC, K. Čistota a užité vlastnosti oceli. Přednášky, FMMI VŠB-TU OSTRAVA, 2010.
- [2] LINHART, V., MIKULOVÁ, D. Vliv vměstků na únavovou pevnost zušlechťených částí. In: Metal 2010: 19. Mezinárodní konference Metalurgie a Materiálů, 18. - 20. května 2010, Hotel Relax, Rožnov pod Radhoštěm, Česká republika. 1. vyd. Ostrava: Tanger, 2010. ISBN 9788087294154.
- [3] ZHANG, J., LI, S., YANG, Y., LI, G., HUI, W., WENG, Y. Influence of inclusion size on fatigue behavior of high strength steels in the gigacycle fatigue regime. International Journal of Fatigue. 2007, vol. 29, issue 4, s. 765-771.
- [4] NAKAJIMA, M., TOKAJI, K., ITOGA, H., SHIMIZU, T. Effect of loading condition on very high cycle fatigue behavior in a high strength steel. International Journal of Fatigue. 2010, vol. 32, issue 2, s. 475-480.
- [5] SAKAI, T., LIAN, B., TAKEDA, M., SHIOZAWA, K., OGUMA, N., OCHI, Y., NAKAJIMA, M., NAKAMURA, T. Statistical duplex S-N characteristics of high carbon chromium bearing steel in rotating bending in very high cycle regime. International Journal of Fatigue. 2010, vol. 32, issue 3, s. 497-504.
- [6] MURAKAMI, Y. Metal fatigue effects of small defects and nonmetallic inclusions. Oxford: Elsevier, 2002. ISBN 978-008-0440-644.
- [7] MITURA, K., LANDOVÁ, S. Vměstky v oceli a jejich vliv na užité vlastnosti oceli. SNTL, Praha, 1989, 544 s.
- [8] MICHALEK, K., GRÝC, K., KLUS, P. Poznatky z oblasti ovlivňování mikročistoty kordových ocelí. Výukový materiál, FMMI VŠB-TU OSTRAVA, 2012.