

Куцова В. З. /д. т. н./, Котова Т. В. /к. т. н./,  
Плошенко А. П.  
НМетАУ

Белоус В. А. /д.т.н./, Толмачева Г. Н.  
Институт физики твердого тела, материалов  
и технологий ННЦ «ХФТИ»

## Влияние горячей прокатки и холодной осадки на свойства и структуру листовой стали 01ЮТ

Методом автоматического наноиндентирования ультранизкоуглеродистой стали 01ЮТ и анализа диаграмм внедрения индентора рассчитаны значения твердости и модуля упругости. Определено влияние кальция на механические свойства и размеры кристаллитов стали 01ЮТ после прокатки и дополнительной осадки. Установлено, что сталь 01ЮТ с Ca характеризуется большей склонностью к штампуемости, чем сталь не содержащая Ca. Ил. 5. Табл. 4. Библиогр.: 9 назв.

**Ключевые слова:** наноиндентирование, ультранизкоуглеродистая сталь, твердость, модуль упругости, размер кристаллитов

*Hardness and elastic modulus for ultra-low carbon steel were determinate by automatic nanoindentation and states diagrams implementation of the indenter. The influence of calcium on the mechanical properties and dimensions of the crystallites steel 01ЮТ after rolling and additional deformation were determinate. It was found that the steel 01ЮТ with Ca would have better tendency to formability than steel without Ca content.*

**Keywords:** nanoindentation, ultra-low carbon steel, hardness, elastic modulus, dimensions of the crystallites

Проблема существенного улучшения штампуемости холоднокатаных листов при сохранении прочности в промышленно развитых странах решается путем использования ИФ-сталей (Interstitial Free Steels). Эти стали отличаются ультранизким содержанием углерода (тысячные доли процента по массе) и регламентированным количеством сильных карбонитридообразующих элементов (V, Nb, Ti). Полное связывание атомов углерода и азота в карбиды и нитриды исключает наличие цементита в структуре и свободного азота в твердом растворе, способствует однородности структуры и улучшению механических свойств по длине рулона, а также уменьшает склонность стали к старению и обеспечивает лучшую ее пластичность, деформационное упрочнение и благоприятную для высокой штампуемости природу.

Одним из наиболее информативных методов исследования склонности стали к пластической деформации является наноиндентирование. В основу измерений положена общепризнанная научной общественностью методика Оливера и Фарра [1], взятая за основу многими национальными стандартами (например, ISO 14577 [2]). Данная методика подразумевает расчет твердо-

сти материала по Мееру. При наноиндентировании измерение твердости проводится по невосстановленному отпечатку индентора, т. е. по его максимальному проникновению в исследуемый материал.

В настоящее время методами наноиндентирования можно исследовать механические свойства в объемах от  $\sim 10 \text{ нм}^3$  до  $\sim 10 \text{ мкм}^3$ , отличающихся в  $10^9$  раз. Таким образом, наноиндентирование – универсальный и мощный метод исследования физико-механических свойств разнообразных материалов по наномасштабу. Подробная информация о диаграммах внедрения индентора, определении нанотвердости и модуля Юнга приведена в работах [3-5].

### Цель работы

Исследование склонности к пластической деформации (штампуемости) ультранизкоуглеродистой стали 01ЮТ после горячей прокатки и холодной осадки.

### Материал и методика исследований

Объектом исследования в данной работе служили образцы ультранизкоуглеродистой стали 01ЮТ после прокатки и осадки. Химический состав стали приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав ультранизкоуглеродистой стали

Марка стали	Содержание химических элементов, % (по массе)											
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Al	Ti	N <sub>2</sub>	Ca
01ЮТ	0,003	0,13	0,02	0,008	0,012	0,01	0,01	0,02	0,041	0,056	0,004	-
01ЮТ*	0,003	0,12	0,01	0,005	0,011	0,01	0,01	0,02	0,041	0,07	0,004	0,0003

Примечание. \* – Дополнительно содержит Ca.

Экспериментальные исследования температурных условий прокатки осуществляли в прокатной лаборатории Института черной металлургии им. З. И. Некрасова НАН Украины. Деформационные режимы прокатки исследованных марок сталей представлены в табл. 2.

После прокатки образцы поддавали холодной осадке (табл. 3). Осадкой называется кузнечная операция, при которой достигается увеличение площади поперечного сечения заготовки за счет уменьшения ее высоты. В данной работе осадку применяли с целью улучшения комплекса механических свойств металла на поперечных образцах для увеличения равномерности прочностных характеристик металла во всех направлениях (уменьшения анизотропии).

Для наноиндентирования использовали «Nano Indenter G200», производства «Nano Instrument Innovation Center», Oak Ridge, TN, USA. Испытания проводили с помощью приставки «Continuous Stiffness Measurement».

Испытания выполняли при постоянной скорости деформации, которая составляла  $0,05 \text{ с}^{-1}$ . На каждый образец наносили не менее 10 отпечатков на расстоянии 35 мкм друг от друга. В качестве эталона твердости при наноиндентировании использовали плавленый кварц.

Расчет твердости и модуля упругости проводили на основе диаграммы нагружения с использованием методики Оливера и Фарра. Фазовый состав образцов изучали на дифрактометре ДРОН-3М в  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении.

### Результаты исследований

Весь комплекс информации о механических свойствах приповерхностного слоя исследуемо-

го материала получен на основе анализа P-h диаграмм нагружения. На рис. 1 приведены экспериментальные кривые нагружения-разгрузки исследованной стали 01ЮТ (рис. 1а) и 01ЮТ\* (рис. 1б). Установлено, что критическая нагрузка  $P_k$  и глубина внедрения индентора  $h_k$  для образцов стали 01ЮТ после прокатки составляет 59 мН и 1013 нм, после дополнительной осадки – 47 мН, 1020 нм. Критическая нагрузка  $P_k$  для стали 01ЮТ\* после прокатки  $P_k$  и  $h_k$  – 54 мН и 1022 нм, после дополнительной осадки – 35 мН и 1019 нм.

Величина  $P_{\text{max}}$  должна находиться в определенных пределах. С одной стороны, должна реализовываться максимальная пластическая деформация, чему соответствует  $h > 300-800 \text{ нм}$ , с другой стороны,  $P_{\text{max}}$  должна быть ниже критической, приводящей к образованию трещин.

На основании диаграммы индентирования получены расчетные значения твердости  $H$  стали 01ЮТ и 01ЮТ\* после прокатки в зависимости от глубины внедрения индентора  $h$  (рис. 2).

Максимальные значения твердости соответствуют минимальным значениям глубины внедрения индентора  $h = 7 \text{ нм}$  для стали 01ЮТ 19 ГПа, а для стали 01ЮТ\* – 8,5 ГПа. При последующем внедрении индентора твердость уменьшается до  $H \approx 2 \text{ ГПа}$  и  $H = 1,4 \text{ ГПа}$  для сталей 01ЮТ и 01ЮТ\*, соответственно. С увеличением глубины внедрения индентора в пределах  $h = 9-10 \text{ нм}$  и  $h = 12-20 \text{ нм}$  твердость возрастает и составляет  $H \approx 9 \text{ ГПа}$  для 01ЮТ и  $H \approx 3,4 \text{ ГПа}$  для 01ЮТ\*, затем снова происходит падение твердости до  $H \approx 3,6$  для 01ЮТ и  $H \approx 2,7 \text{ ГПа}$  для

Таблица 2

Деформационные режимы сталей 01ЮТ и 01ЮТ\*

Марка стали	$T_{\text{нагр}}$	$T_{\text{1пр}}$	$h_0$	$h_1$	$\Delta h_1$	$\varepsilon_1$	$T_{\text{2пр}}$	$h_2$	$\Delta h_2$	$\varepsilon_2$	$\sum \Delta h$	$\sum \varepsilon$	$T_{\text{см}}$
	°С		мм			%	°С	мм		%	мм	%	°С
01ЮТ	1000	970-980	3,5	1,80	1,70	48,6	730-740	1,35	0,45	25,0	2,15	61,4	660-680
01ЮТ*	1000	970-980	3,5	1,80	1,70	48,6	730-740	1,4	0,4	22,2	2,1	60,0	660-680

Примечание.  $T_{\text{нагр}}$  – температура нагрева листовой стали;  $T_{\text{1пр}}$  – температура прокатки листовой стали в первом проходе;  $T_{\text{2пр}}$  – температура прокатки листовой стали во втором проходе;  $h_0$  – исходная толщина образца;  $h_1$  – толщина образца после первого прохода;  $h_2$  – толщина образца после второго прохода;  $\Delta h_1$  – абсолютное обжатие металла в первом проходе;  $\Delta h_2$  – абсолютное обжатие металла во втором проходе;  $\sum h$  – суммарное обжатие металла за два прохода;  $\varepsilon_1$  – относительная степень деформации металла в первом проходе;  $\varepsilon_2$  – относительная степень деформации металла во втором проходе;  $\sum \varepsilon$  – суммарная степень деформации металла за два прохода;  $T_{\text{см}}$  – температура смотки.

Таблица 3

Параметры деформации ультранизкоуглеродистой стали при осадке

Марка стали	$\varepsilon_0$ , %	$S_0$ , мм	$T_{\text{осадки}}$ , °С	$S_1$ , мм	$\varepsilon_1$ , %
01ЮТ	61	1,24	27	0,5	60
01ЮТ*	60	1,28		0,45	65

Примечание.  $T_{\text{осадки}}$  – температура осадки;  $S_0$  – толщина до испытания;  $S_1$  – толщина после испытания;  $\varepsilon_0$  – степень деформации до испытания;  $\varepsilon_1$  – степень деформации после испытания.

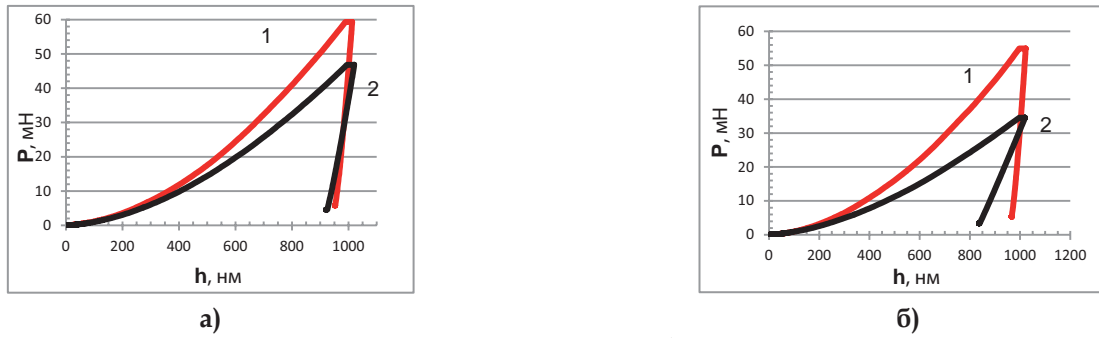


Рис. 1. Экспериментальные P-h диаграммы:

а – 01ЮТ; б – 01ЮТ\*. 1 – после прокатки; 2 – после осадки

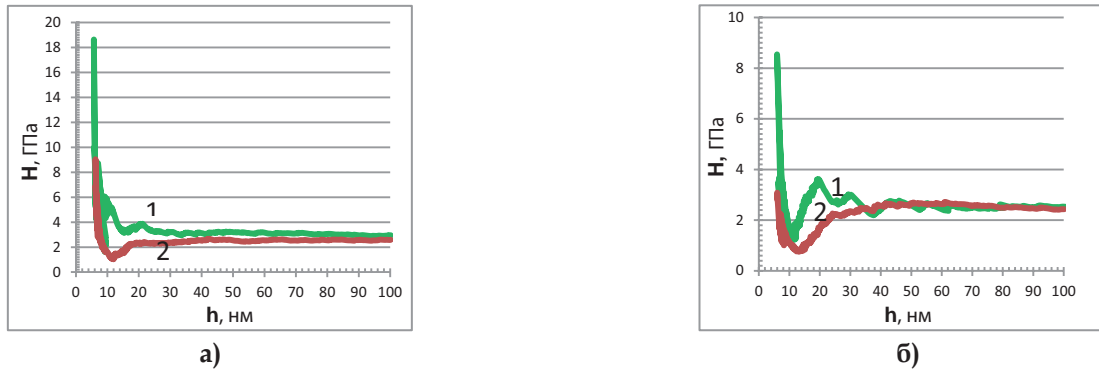


Рис. 2. Экспериментальные кривые зависимости твердости от глубины внедрения:

а – 01ЮТ; б – 01ЮТ\*. 1 – после прокатки; 2 – после осадки

01ЮТ\*. Анализируя кривую 1 (рис. 2а), следует отметить, что при внедрении индентора на глубину  $h > 30$  нм твердость стали 01ЮТ практически не меняется и составляет  $H \approx 3-3,2$  ГПа. Твердость стали 01ЮТ\* приобретает постоянное значение при  $h > 60$  нм и составляет  $H \approx 2,2-2,4$  ГПа (рис. 2б, кривая 1).

Твердость сталей 01ЮТ и 01ЮТ\* после осадки представлена кривой 2 на рис. 2. Максимальное значение твердости, как и при прокатке, наблюдается в поверхностном слое при минимальном внедрении индентора:  $H \approx 9$  ГПа,  $h \approx 6$  нм для 01ЮТ и  $H \approx 3$  ГПа,  $h \approx 6$  нм для 01ЮТ\*. В следствие дальнейшего углубления индентора твердость стали 01ЮТ снижается. При увеличении глубины внедрения индентора происходит увеличение твердости до  $H \approx 2$  ГПа при  $h \approx 18$  нм и  $H \approx 2,2$  ГПа при  $h \approx 25$  нм для сталей 01ЮТ и 01ЮТ\* соответственно. Увеличение глубины индентирования для обеих сталей сопровождается незначительным увеличением твердости, а при  $h > 80$  нм твердость обеих сталей составляет  $H \approx 2,4-2,6$  ГПа. Таким образом, упрочнение стали 01ЮТ в поверхностном слое более значительно, чем стали 01ЮТ\*.

На рис. 3 представлена зависимость твердости от нагрузки приложенной на индентор. Очевидно изменение твердости по мере увеличения нагрузки.

При минимальном нагружении индентора  $P = 0,006$  мН твердость стали 01ЮТ по-

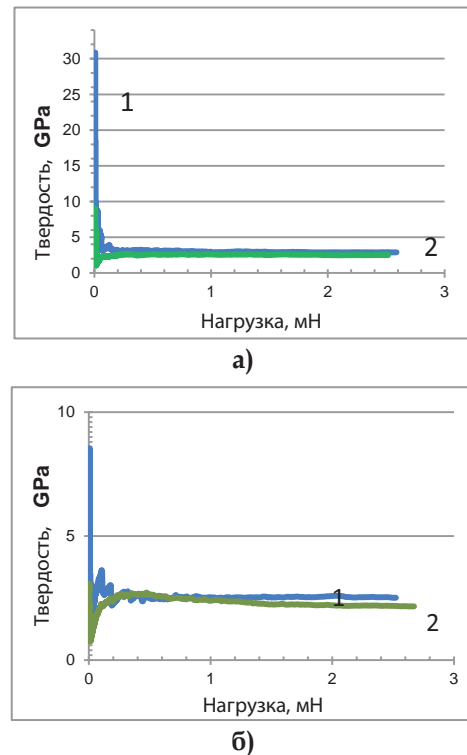


Рис. 3. Значения твердости по мере нагружения образца:

а – сталь 01ЮТ; б – сталь 01ЮТ\*.

1 – после прокатки; 2 – после осадки

сле прокатки (рис. 3а, кривая 1)  $H = 4,5$  ГПа, а при  $P = 0,0048$  мН для стали 01ЮТ\*  $H = 1,5$  ГПа (рис. 3б, кривая 1). Максимальное значение твердости после прокатки сталей 01ЮТ  $H = 31$  ГПа и

$H = 8,5$  ГПа для 01ЮТ\* достигается при нагрузке  $P = 0,0069$  мН и  $P = 0,0055$  мН, соответственно. При увеличении нагрузки происходит падение твердости для обеих сталей, затем происходит скачок твердости при  $P = 0,007$  мН:  $H = 5$  ГПа для 01ЮТ и  $H = 3,33$  ГПа для 01ЮТ\*. При максимальной нагрузке испытания стали 01ЮТ  $P = 59$  мН твердость составляет  $H = 2,4$  ГПа, а для стали 01ЮТ\* при  $P = 54$  мН твердость составляет  $H = 2,2$  ГПа.

Дополнительная осадка исследуемых сталей после прокатки вносит существенные изменения в поведение показателей твердости в зависимости от нагрузки. Максимальное значение твердости сталей после осадки также, как и после прокатки, наблюдается при минимальном нагружении индентора:  $H = 9$  ГПа для 01ЮТ и  $H = 3$  ГПа для 01ЮТ\*. При увеличении нагрузки происходит падение твердости для обеих сталей:  $H = 6$  ГПа при  $P = 0,007$  мН для 01ЮТ и  $H = 2,08$  ГПа при  $P = 0,0054$  мН для стали 01ЮТ\*. В дальнейшем, при увеличении нагрузки твердость возрастает. На рис. 3а показано, что твердость стали 01ЮТ после прокатки (кривая 1), а также после дополнительной осадки (кривая 2), практически не меняется  $H \approx 2,4-2,6$  ГПа. Установлено снижение твердости при  $P > 1$  мН для стали 01ЮТ\* после дополнительной осадки. При максимальной нагрузке  $P = 34$  мН твердость  $H = 1,7$  ГПа для стали 01ЮТ\*.

Следует иметь в виду, что показатели твердости при обычных измерениях всегда могут быть выше таковых при ноноиндентировании в силу известного влияния релаксации (так называемой величины восстановленной и невосстановленной твердости) [8].

На основании диаграммы индентирования получены значения модуля упругости (рис. 4). Модуль Юнга (модуль нормальной упругости) – величина, равная отношению нормального напряжения к вызванной им относительной упругой деформации (коэффициент сопротив-

ления материала упругой деформации) при осевом растяжении-сжатии материала.

Модуль упругости – структурно малочувствительное свойство. Известно, что размер зерна в поликристалле мало влияет на величину модуля упругости, а сильная холодная деформация лишь немного (на  $\sim 1\%$ ) снижает значения модуля, что связывают с влиянием остаточных микронапряжений, возникающих при наклепе. Конечно, если в результате деформации формируется текстура, то значение модуля могут существенно изменяться из-за увеличившейся анизотропии деформированного металла [9].

При анализе зависимости модуля упругости  $E$  от глубины внедрения индентора  $h$  установлено, что модуль упругости как после прокатки, так и после осадки возрастает при постепенном увеличении глубины внедрения индентора. Для сталей после прокатки (рис. 4а, б; кривая 1) наблюдается скачок значения  $E \approx 200-210$  ГПа при  $h \approx 25$  нм и  $h \approx 100$  нм для 01ЮТ и 01ЮТ\*, соответственно. В процессе дальнейшего нагружения и увеличения величины  $h$  модуль упругости составляет  $E \approx 210-220$  ГПа, легирование Са не оказывает существенного влияния на значения  $E$ .

Влияние Са более явно выражено для сталей после осадки (рис. 4а, б; кривая 2). Максимальное значения модуля Юнга для стали 01ЮТ составляет  $E \approx 190$  ГПа при  $h \approx 50$  нм. При дальнейшем внедрении индентора наблюдается постепенное снижение значений модуля Юнга. Минимальное значение данной характеристики составляет  $E \approx 90$  ГПа, глубина внедрения –  $h \approx 1000$  нм. Наличие Са в составе стали 01ЮТ\* (после осадки) приводит к понижению модуля упругости, как на поверхности образца, так и по всей глубине. Максимальное значение составляет  $E \approx 150$  ГПа при  $h \approx 50$  нм, что значительно меньше чем для стали 01ЮТ. При максимальном углублении индентора ( $h = 1000$  нм) значение модуля упругости является минимальным

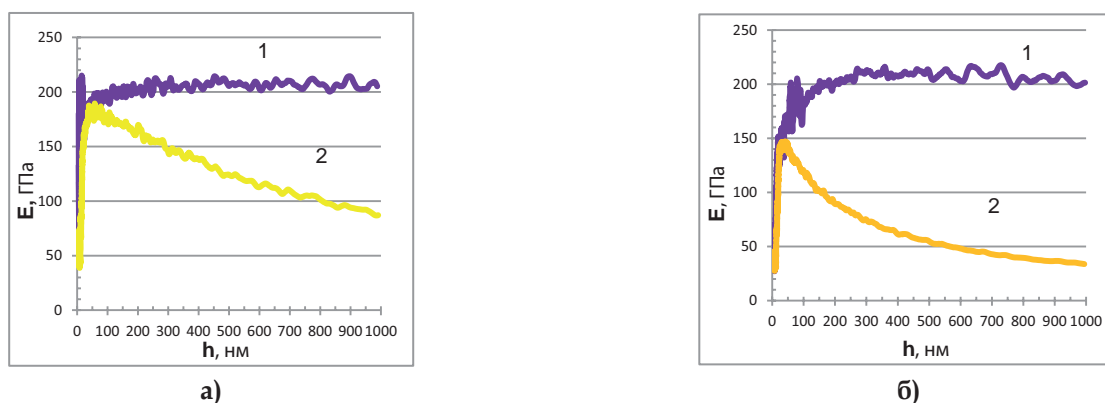
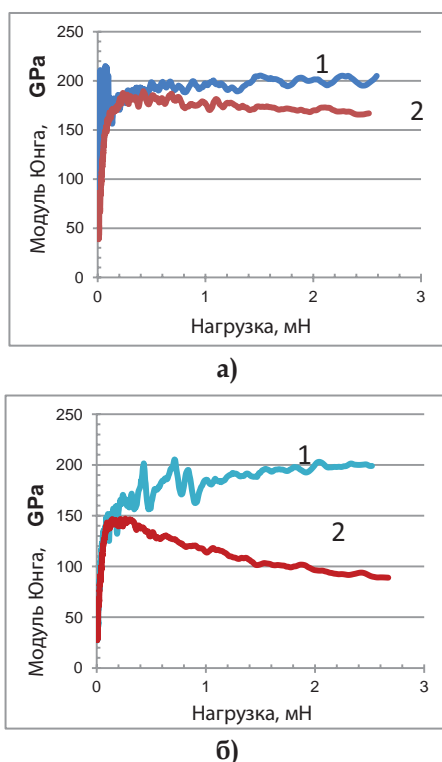


Рис. 4. Экспериментальные кривые зависимости модуля Юнга от глубины внедрения: а – 01ЮТ; б – 01ЮТ\*. 1 – после прокатки; 2 – после осадки

$E \approx 35$  ГПа. Таким образом, после прокатки и дополнительной осадки кальций оказывает влияние на механические свойства стали 01ЮТ.

При легировании металлов элементами, образующими твердые растворы, значения модуля упругости изменяются по закону, близкому к линейному, причем могут как увеличиваться, так и уменьшаться. Модуль упругости является важной характеристикой материала, которую в настоящее время используют для расчетов механических свойств отдельных деталей и конструкций.

Изменение модуля упругости по мере увеличения нагрузки показано на рис. 5. Наличие Са в составе стали 01ЮТ\* не оказывает влияния на модуль упругости стали после прокатки (рис. 5а, б; кривые 1), однако существенно изменяется после дополнительной осадки (рис. 5а, б; кривые 2).



**Рис. 5. Значения модуля упругости по мере нагружения образца:**

а – сталь 01ЮТ; б – сталь 01ЮТ\*.  
1– после прокатки; 2 – после осадки

При увеличении нагрузки, как при прокатке, так и при осадке наблюдаются колебания значений модуля упругости. Минимальное нагружение индентора сопровождается увеличением модуля упругости. Для сталей после прокатки максимальное значение модуля упругости составляет  $E = 219$  ГПа для 01ЮТ и  $E = 205$  ГПа для 01ЮТ\*, при нагрузке  $P = 0,1$  мН и  $P = 0,5$  мН, соответственно. После дополнительной осадки модуль упругости снижается, как для стали 01ЮТ так и для стали 01ЮТ\*. Снижение модуля упругости наблюдается при нагрузке  $P > 0,3$  мН, причем снижение модуля упругости для стали 01ЮТ\* более значительно (рис. 5б, кривая 2).

Структуру и плотность дефектов стали 01ЮТ исследовали рентгеноструктурным методом. Сравнительные данные рентгеноструктурного анализа исследуемых образцов стали приведены в табл. 4.

Наличие Са в составе стали 01ЮТ\* не оказывает влияния на параметр решетки, как при прокатке, так и при осадке (табл. 4). В тоже время, размер кристаллитов и плотность дислокаций при осадке увеличивается для обеих сталей. Анизотропия более четко выражена при осадке стали 01ЮТ\*. Плотность дислокаций существенно возрастает при осадке исследуемых сталей. Таким образом, Са оказывает влияние на механические свойства, размер кристаллитов и структурную анизотропию стали 01ЮТ после прокатки и дополнительной осадки.

**Выводы**

В результате исследований твердости и модуля упругости ультранизкоуглеродистой стали 01ЮТ с помощью наноиндентирования установлено, что максимальные значения твердости и модуля упругости как после горячей прокатки, так и при дополнительной холодной осадке наблюдаются в поверхностном слое при минимальном внедрении индентора. Влияние кальция на механические свойства и размеры кристаллитов более явно выражено для сталей после осадки. Снижение твердости и модуля упругости стали 01ЮТ\* после осадки гарантированно обеспечит повышенную склонность к штамповости.

Таблица 4

**Данные рентгеноструктурного анализа ультранизкоуглеродистой стали после прокатки и осадки**

Марка стали	a, nm	$L_{110}$ , nm	$L_{220}$ , nm	L, nm	M, $10^{-3}$	$D_{(110)}$ , $10^{10}$ , $cm^{-2}$	$D_{(220)}$ , $10^{10}$ , $cm^{-2}$
01ЮТ (прокатка)	0,287	91,3	61,8	119,4	1,6	6,65	5,61
01ЮТ (осадка)	0,287	99,2	68,1	128,8	1,03	29,4	23,7
01ЮТ* (прокатка)	0,287	90,4	69,3	118,1	0,91	6,7	5,7
01ЮТ* (осадка)	0,286	97,7	74,3	126,7	0,85	23,4	19,9

Примечание. а – параметр решетки, L – размер кристаллитов, M – напряжение, D – плотность дислокаций.

## Библиографический список

1. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. – 1992. – Vol. 7. – № 6. – P. 1564-1583.
2. ISO group TC 164/SC 3/WG1 and ASTM E28.06.11. ISO/DIS 14577-1, 2 and 3.
3. Дуб С. Н., Новиков Н. В. Испытания твердых тел на нанотвердость // Сверхтвердые материалы. – 2004. – № 6.
4. Oliver W. C. and Pharr G. M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments // J. Mater. Res. – 1992. – V. 7. – № 6. – P. 1564-1583.
5. Oliver W. C. and Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. – 2004. – V. 19. – № 1. – P. 3-20.
6. Трунов М. Л., Биланч В. С., Дуб С. Н. Исследование вязкоупругого механического поведения материалов при испытаниях на нанотвердость // Письма в ЖТФ. – 2007. – Т. 77. – В. 10. – С. 50-57.
7. Исаенкова М. Г., Перлович Ю. А., Головин Ю. И. Использование наноиндентометра для оценки механических свойств материалов // «Ядерная физика и технологии». – М, 2008. – С. 23.
8. Федосов С. А., Пешек Л. Определение механических свойств материалов микроиндентированием. Современные зарубежные методики. – М.: МГУ, 2004.
9. Головин Ю. И., Дуб С. Н., Иволгин В. И., Коренков В. В., Тюрин А. И. ФТТ 47, 961 (2005).

Поступила 04.02.2015



УДК 669.715.018:621.745

Наука

Куцова В. З. /д. т. н./, Носко О. А. /к. т. н./,  
Купчинская А. О.  
ИМетАУ

## Улучшение структуры и свойств силумина АК18 (В-Sn) путем водородной обработки и термоциклирования

Исследована структура, фазовый состав, микротвердость, количественное соотношение и линейные размеры структурных составляющих, распределение элементов в образцах сплава АК18 в исходном состоянии и после водородной обработки с последующим термоциклированием. Установлено, что водородная обработка сплава АК18 с последующим термоциклированием вызывает лучшие параметры структуры, за счет чего существенно повышается комплекс механических свойств. Ил. 7. Табл. 3. Библиогр.: 5 назв.

**Ключевые слова:** поршневой силумин, микроструктура, водородная обработка, термоциклирования, механические свойства

*Microstructure, growth forms of primary crystals, quantitative parameters and linear size of structure characteristics, microhardness, distribution of elements and mechanical testing of hypereutectic industrial piston silumin after hydrogen treatment and thermocycling are studied at present work. It is shown that the best quantitative parameters of structure and mechanical properties in modified silumin observed after hydrogen treatment during 40 minutes and hermocycling.*

**Keywords:** piston silumins, microstructure, hydrogen treatment, thermal cycling, mechanical properties

Силумины – важнейшие алюминиевые литейные сплавы, обладающие хорошими литейными свойствами, высоким модулем упругости, низким температурным коэффициентом линейного расширения, хорошей свариваемостью и обрабатываемостью резанием при сравнительно невысокой стоимости [1].

Для улучшения структуры и свойств поршневых силуминов их подвергают физико-химическому воздействию на расплав и термической обработке в твердом состоянии.

### Цель работы

Исследование влияния термоциклирования на структуру и свойства модифицированно-