

УДК 620.178.152

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТВЕРДОСТИ И ДРУГИХ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКОЛИСТОВОЙ ТРИП-СТАЛИ ИНДЕНТИРОВАНИЕМ¹

© В. М. Матюнин², В. Ф. Терентьев³, А. Ю. Марченков², А. К. Слизов⁴*Статья поступила 20 сентября 2016 г.*

Исследованы микроструктура и механические свойства тонколистовой трип-стали ВНС9-Ш, полученной холодной прокаткой горячекатаного подката за несколько переходов с промежуточной термической обработкой и поставленной в виде ленты толщиной 250 – 260 мкм. Структура стальной ленты представляет собой мартенсит деформации и метастабильный нагартованный аустенит. Исходя из среднего размера зерна (35 мкм) и толщины ленты, установлена оптимальная нагрузка вдавливания пирамиды Виккерса, равная 1 кгс (9,81 Н), при определении твердости. При этой нагрузке отпечаток охватывает несколько зерен стали, а отношение толщины ленты к глубине отпечатка составляет не менее 20, что исключает влияние подложки (предметного столика прибора или другой оснастки) на значения твердости. Для оценки других механических свойств использовано кинетическое (инструментальное) индентирование сферическим алмазным индентором радиусом 0,2 мм. Предложена методика определения модуля нормальной упругости, предела текучести и временного сопротивления. Показано, что максимальное отклонение значений указанных механических характеристик, найденных кинетическим индентированием, от значений данных характеристик, определенных растяжением образца, не превышало $\pm 7\%$.

Ключевые слова: аустенитно-мартенситная трип-сталь; кинетическое индентирование; механические свойства; твердость; фазовый состав.

Высоколегированные коррозионно-стойкие аустенитно-мартенситные трип-стали (стали с повышенной пластичностью, вызванной структурно-фазовым превращением) наиболее эффективно использовать в виде тонких сечений (например, тонких лент или проволок), поскольку именно в этом качестве они обладают наилучшим сочетанием высоких прочностных (временное сопротивление до 2000 МПа) и пластических (относительное удлинение до 35 %) характеристик [1 – 4].

Для ответственных деталей авиационных конструкций используется лента толщиной 0,3 мм из листовой холоднокатаной коррозионно-стойкой стали ВНС9-Ш (23Х15Н5АМ3-Ш). Эта лента изготавливается по техническим условиям ТУ 14-1-4126–86 [3], согласно которым ее механические свойства должны составлять: временное сопротивление $\sigma_b \geq 1470$ МПа; условный предел текучести $\sigma_{0,2} \geq 1275$ МПа; относительное удлинение $\delta \geq 12\%$.

Определение фазового состава готовой ленты из стали ВНС9-Ш по ТУ не предусмотрено. Между тем по данным рентгеноструктурного анализа [2, 4] в аустенитно-мартенситных трип-сталях такого класса

оптимальное сочетание прочностных и пластических свойств достигается при наличии в структуре стали примерно равного количества наклепанного аустенита (γ -фаза) и мартенсита деформации (α' -фаза). В работах [5, 6] показано, что механические свойства, особенно усталостные характеристики, ленты из стали ВНС9-Ш изменяются в зависимости от фазового состава поверхностного слоя. Поэтому кроме стандартных механических свойств, определяемых при статическом растяжении, важно знать уровень прочности поверхностного слоя. Его можно оценить, используя метод твердости, не требующий изготовления специальных образцов. Однако учитывая толщину ленты (0,3 мм) и двухфазную структуру стали ВНС9-Ш, следует провести специальные эксперименты для установления оптимальных режимов индентирования.

Исследовали холоднокатаную ленту толщиной 0,3 мм из трип-стали ВНС9-Ш, изготовленную в ОАО «Мечел» по ТУ 14-1-4126–86. Химический состав стали ВНС9-Ш (Fe — основа) следующий, % масс.: 0,20 – 0,25 С; 14,5 – 16,0 Cr; 4,8 – 5,8 Ni; 2,7 – 3,2 Mo; 1,0 Mn; 0,6 Si; 0,03 – 0,07 N; 0,01 S; 0,015 P.

Ленту получали холодной прокаткой горячекатаного подката за несколько переходов с промежуточной термической обработкой. Степень холодной прокатки на последнем переходе для получения ленты толщиной 0,3 мм составляла 38 – 40 %.

¹ Работа выполнена в ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ» при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований в рамках проекта № 15–08–06761.

² Национальный исследовательский университет «МЭИ», Москва, Россия; e-mail: MatiuninVM@mpei.ru

³ ИМЕТ им. А. А. Байкова РАН, Москва, Россия.

⁴ ОАО «Камоу», Люберцы, Московская область, Россия.

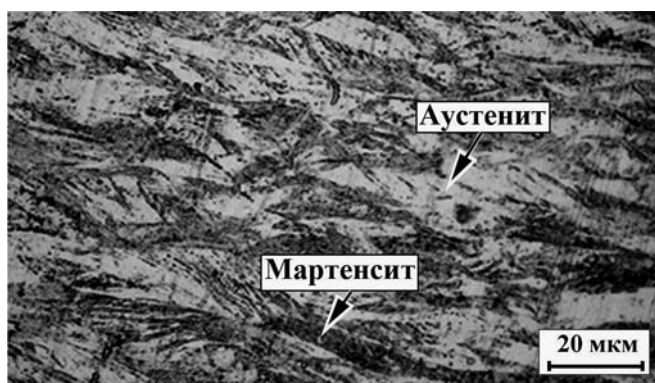


Рис. 1. Структура трип-стали ВНС9-Ш

Структура стали в исходном состоянии — мартенсит деформации и (47 %) и метастабильный нагретый аустенит (53 %) (рис. 1).

Твердость по Виккерсу определяли на автоматизированном приборе-твердомере Instron Tukon 2500. На каждый образец наносили не менее 10 отпечатков с последующим расчетом среднего значения твердости.

Известно, что при определении твердости изделий малой толщины необходимо соблюдать соотношение между толщиной контролируемого объекта и глубиной отпечатка. Это связано с тем, что под отпечатком в испытуемом материале образуется развитая зона упругопластической деформации и, если глубина этой зоны превысит толщину контролируемого объекта, может произойти его продавливание.

После индентирования на противоположной стороне изделия можно обнаружить следы пластической деформации, тогда на определяемые значения твердости неизбежно окажет влияние оснастка или предметный столик. Даже если следы пластической деформации не видны, это еще не является гарантией выдержки необходимого отношения толщины контролируемого изделия к глубине отпечатка. Поэтому в стандартах на определение твердости принято условие, при котором отношение толщины контролируемого объекта к глубине отпечатка должно быть не менее 8 – 10. Так, согласно ГОСТ 9012–59 это отношение должно быть ≥ 8 , а в соответствии с ГОСТ 2999–75 и ГОСТ Р ИСО 6507-1–2007 — не менее 8,4 и 10,5 соответственно.

На основе собственных экспериментов авторов [7, Р. 133 – 168] и анализа теоретических и экспериментальных результатов, представленных в [8 – 11], установлено, что отношение глубины распространения зоны упругопластической деформации под отпечатком к его глубине существенно превышает 10. В [7] показано, что это отношение равно примерно 15 и остается постоянным независимо от глубины отпечатка и степени нагружения индентора.

Исходя из этого условия, нагрузку индентирования необходимо выбирать таким образом, чтобы отношение толщины листа к глубине отпечатка было боль-

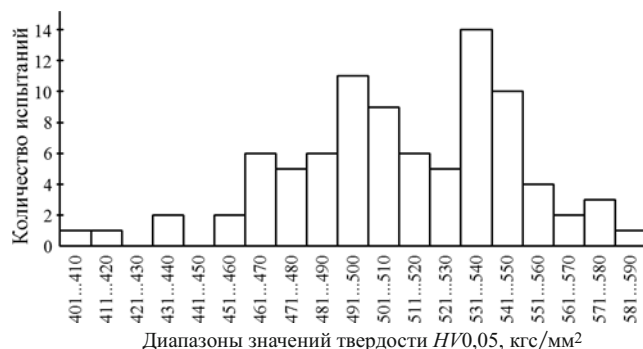


Рис. 2. Гистограмма значений микротвердости HV0,05 стали ВНС9-Ш

ше, чем 15. Авторами данной работы экспериментально установлено, что ошибка измерения твердости в случае несоблюдения этого условия может быть значительной, зависит она от рассматриваемого отношения, а также от уровня твердости материала приспособления или предметного столика, на котором проводится измерение твердости.

Поскольку фактическая толщина листа из стали ВНС9-Ш составляет $H = 250 - 260$ мкм, то для корректного определения твердости необходимо выбрать такую нагрузку вдавливания, чтобы глубина отпечатка t удовлетворяла следующему условию:

$$t \leq H/15 = 250 \text{ мкм}/15 = 16,6 \text{ мкм}. \quad (1)$$

С другой стороны, при уменьшении нагрузки индентирования повышается локальность определения характеристик твердости. В данном случае это нежелательно из-за наличия в структуре исследуемой трип-стали двух различающихся по механическим свойствам фаз — аустенита и мартенсита.

Если размер диагоналей полученного при определении твердости отпечатка будет меньше среднего размера зерна стали, то вдавливание с высокой вероятностью будет выполняться в тело одного конкретного зерна, механические свойства которого окажут влияние на результат определения твердости. Это неизбежно приведет к повышению дисперсии определяемых значений твердости и, как следствие, снижению точности и информативности процедуры измерения.

Так, при определении твердости стали ВНС9-Ш под нагрузкой 50 гс получена гистограмма значений микротвердости HV0,05, представленная на рис. 2. На ней наблюдаются два максимума, которые свидетельствуют о расположении отпечатков или в мартенситных, или в аустенитных зернах. Поэтому исходя из размеров зерен, необходимо по возможности выбирать большую нагрузку вдавливания, чтобы в процесс деформирования при индентировании вовлекалось не одно зерно, а группа зерен и размер отпечатка превышал средний размер зерна.

Для оценки размера зерна стали ВНС9-Ш проведен анализ ее микроструктуры. Были изготовлены два

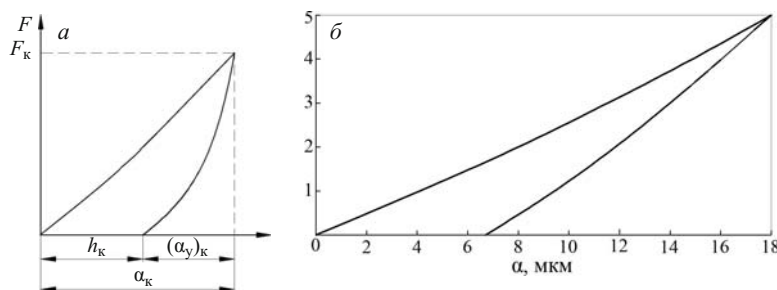


Рис. 3. Схема кинетической диаграммы вдавливания сферического индентора радиусом $R = 0,2$ мм (*а*) и реальная диаграмма вдавливания трип-стали ВНС9-Ш (*б*): h_k — остаточная глубина отпечатка; $(\alpha_y)_k$ — упругое сближение при нагрузке F_k ; α_k — упругопластическое сближение при нагрузке F_k

микрошлифа — для исследования микроструктуры на поверхности листа и по его толщине (поперечный). Травление осуществляли в 4 %-ном растворе азотной кислоты в этиловом спирте. Количественный металлографический анализ микроструктуры показал, что средний размер зерна стали составляет 35 мкм.

Принимая во внимание условие для отношения толщины листа к глубине отпечатка (не менее 15) и средний размер зерна (35 мкм), выбрали нагрузку вдавливания 1 кгс. При этой нагрузке твердость стали ВНС9-Ш в состоянии поставки составляет 546 *HV1*, средняя длина диагонали — около 60 мкм, а глубина отпечатка — 8 – 9 мкм.

Необходимо также отметить, что при нагрузке вдавливания, равной 2 кгс, требование к отношению толщины листа к глубине отпечатка также выполняется; глубина отпечатка составляет 12 – 13 мкм, а размер диагонали — 80 – 90 мкм при средней твердости ≈ 540 *HV2*. Однако в отожженном состоянии уровень твердости рассматриваемой трип-стали может существенно снижаться (до 300 *HV*) и при нагрузке вдавливания 2 кгс необходимое отношение толщины листа к глубине отпечатка может быть нарушено. Исходя из этого, выбрали нагрузку вдавливания, равную 1 кгс.

Помимо определения твердости по Виккерсу, исследовали возможность определения индентированием и других механических свойств трип-стали. Для этого в ленту из трип-стали внедряли сферический индентор, регистрируя кинетическую диаграмму вдавливания в координатах усилие F – перемещение индентора α [11]. Это позволило отказаться от трудоемкого изготовления тонких образцов на растяжение из высокопрочной и труднообрабатываемой трип-стали и ускорить процесс испытаний. Предварительное кинетическое индентирование ленты показало, что для обеспечения требуемого отношения ее толщины к глубине отпечатка необходимо использование индентора диаметром менее 1 мм. С учетом сравнительно высокой твердости трип-стали выбрали алмазный сфероконический индентор от прибора Роквелла с радиусом скругления при вершине 0,2 мм. Максимальная нагрузка вдавливания составляла 49 Н (5 кгс), что практически соответствовало $F = 30D^2$. Регистрацию диаграмм вдавливания выполняли в режиме реального времени на приборе МЭИ-ТА и на универсальной испытательной машине Instron 5982. На рис. 3 показаны схема кинетической диаграммы вдавливания $F - \alpha$

и аналогичная реальная диаграмма вдавливания для листа трип-стали ВНС9-Ш, полученная на машине Instron 5982.

По кинетической диаграмме вдавливания могут быть определены такие механические характеристики материала, как модуль нормальной упругости E_m , параметр упрочнения в пластической области q , предел текучести $\sigma_{0,2}$, временное сопротивление σ_b , твердость по Бринеллю HB_t и др. Методика определения механических характеристик, предложенная в НИУ «МЭИ», обоснована в [11].

Формула для определения E_m получена исходя из решения Герца для упругой области индентирования, но с поправкой на влияние пластической деформации в упругопластической области индентирования:

$$E_m = \frac{1 - \mu_m^2}{4R^{0,2} (\alpha_y)_0^{1,5} - \frac{1 - \mu_n^2}{E_n}}, \quad (2)$$

где μ_m и μ_n — коэффициенты Пуассона испытуемого материала и материала индентора; E_n — модуль упругости материала индентора; R — радиус индентора; $(\alpha_y)_0$ — упругое сближение в предположении, что упругая деформация происходит до нагрузки F_k .

Необходимо ввести поправку на пластическую деформацию [12]

$$\lambda = \left(1 + \frac{2h_k}{(\alpha_y)_k} \right)^{1/3}, \quad (3)$$

где h_k — остаточная глубина отпечатка; $(\alpha_y)_k = \alpha_k - h_k$ (см. рис. 3, *а*). Тогда

$$(\alpha_y)_0 = \lambda (\alpha_y)_k. \quad (4)$$

В формуле (2) принято: $\mu_m = \mu_n = 0,28$; $E_n \approx 100\,000$ кгс/мм² (алмазный индентор).

Твердость по Бринеллю $(HB_t)_k$ при нагрузке F_k рассчитывали по глубине невозстановленного отпечатка t_k :

$$(HB_t)_k = \frac{F_k}{2\pi R t_k}, \quad (5)$$

Результаты определения механических свойств трип-стали растяжением и кинетическим индентированием

Номер образца	Растяжение			Кинетическое индентирование					
	$\sigma_{0,2}$, Н/мм ²	σ_B , Н/мм ²	E_M , Н/мм ²	q , Н/мм ²	HB_t , Н/мм ²	$(HB)_K$, Н/мм ²	$\sigma_{0,2}$, Н/мм ²	σ_B , Н/мм ²	E_M , Н/мм ²
1	1320	1500	217 269	40 878	3829	4423	1294	1473	224 100
2	1100	1590	236 406	32 697	3063	4709	1035	1568	238 060

где $t_K = h_K + \gamma(\alpha_Y)_K$. Коэффициент γ находили из соотношения

$$\gamma = \frac{E_{II}}{E_{II} + E_M}, \quad (6)$$

Для определения условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ необходимо знать твердость на пределе текучести $(HB_t)_T$ [11]:

$$(HB_t)_T = \frac{q}{2\pi(1+\gamma)}, \quad (7)$$

где $q = P_K/(h_K R)$ — параметр упрочнения в области пластической деформации. Предел текучести рассчитывали по формуле

$$\sigma_{0,2} = c_1(HB_t)_T, \quad (8)$$

где $c_1 \approx 0,338$. Временное сопротивление σ_B можно оценить по твердости $(HB_t)_K$, определенной при $F/D^2 = 30$:

$$\sigma_B = c_2(HB_t)_K, \quad (9)$$

где $c_2 \approx 0,333$.

Вместе с тем следует отметить, что точность методики определения механических свойств металла кинетическим индентированием в значительной мере зависит от точности расчета упругой податливости (жесткости) испытательного прибора или машины. Кроме того, с уменьшением диаметра индентора проявляется масштабный эффект, заключающийся в увеличении твердости по Бринеллю для одного и того же материала при постоянном отношении d/D или t/R .

В данной работе упругую податливость рассчитывали путем обработки кинетической диаграммы вдавливания с ветвями нагружения и разгрузки по методике Оливера – Фарра [13]. В таблице приведены результаты определения механических свойств двух образцов (№ 1 и № 2) трип-стали ВНС9-Ш, поставленной из различных металлургических комбинатов, путем испытания их на растяжение и кинетическим индентированием. Испытания плоских образцов на растяжение выполняли на универсальной испытательной машине Instron-5982 со скоростью деформирования 2 мм/мин. Для определения модуля упругости E_M использовали экстензометр Instron Extensometer GL10 с базовой длиной 10 мм. Максимальное отклонение параметров E_M , $\sigma_{0,2}$ и σ_B , установленных кинетическим индентированием, от значений этих же характеристик,

определенных растяжением по предложенной методике, не превышало $\pm 7\%$.

Таким образом, проведенные исследования микроструктуры и механических свойств тонколистовой трип-стали ВНС9-Ш позволили обосновать выбор нагрузки вдавливания при определении твердости по Виккерсу. Установлено, что для ленты из данной стали толщиной 250 – 260 мкм оптимальная нагрузка вдавливания составляет 1 кгс (9,81 Н). При этой нагрузке отпечаток охватывает несколько зерен стали, а отношение толщины ленты к глубине отпечатка составляет не менее 20, что исключает влияние подложки (предметного столика прибора или другой оснастки) на определяемые значения твердости. Предложена методика определения твердости по Бринеллю, модуля нормальной упругости, предела текучести и временного сопротивления лент из трип-стали инструментальным индентированием по кинетической диаграмме вдавливания алмазного сферического индентора радиусом 0,2 мм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Филиппов М. А., Литвинов В. С., Немировский Ю. Р. Стали с метастабильным аустенитом. — М.: Металлургия, 1988. — 256 с.
2. Георгиева И. Я. Трип-стали — новый класс высокопрочных сталей с повышенной пластичностью / Металловедение и термическая обработка металлов. 1976. № 3. С. 18 – 26.
3. Вознесенская Н. М., Елисеев Э. А., Капитаненко Д. В. и др. Оптимизация технологических режимов получения тонких листов и ленты из коррозионно-стойкой стали ВНС9-Ш / Металлы. 2014. № 1. С. 46 – 51.
4. Терентьев В. Ф., Кораблева С. А. Усталость металлов. — М.: Наука, 2015. — 485 с.
5. Терентьев В. Ф., Слизов А. К., Просвирнин Д. В. и др. Исследование усталостных свойств материала торсионов несущих винтов вертолетов до и после эксплуатации / Деформация и разрушение материалов. 2013. № 5. С. 18 – 24.
6. Терентьев В. Ф., Слизов А. К., Просвирнин Д. В., Сиротинкин В. П., Ашмарин А. А., Елисеев Э. А., Рыбальченко О. В. Влияние фазового состава поверхностного слоя на механические свойства тонколистовой трип-стали 23X15H5AM3-Ш / Деформация и разрушение материалов. 2015. № 7. С. 30 – 33.
7. Matyunin V. M., Dragunov V. K., Marchenkov A. Yu. A size effect in the indentation of materials at the micro- and nanoscale strained volumes / "Piezoelectrics and Nanomaterials: Fundamentals, Developments and Applications" / Ed. by I. A. Parinov. — NY: Nova publishers, 2015. — 288 p.
8. Chaudhri M. M. Subsurface strain distribution around Vickers hardness indentations in annealed polycrystalline copper / Scripta Materialia. 1998. Vol. 46. Issue 9. P. 3047 – 3056.
9. Марковец М. П. Определение механических свойств металлов по твердости. — М.: Машиностроение, 1979. — 191 с.
10. Chaudhri M. M. Subsurface plastic strain distribution around spherical indentations in metals / Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties. 1996. Vol. 74. Issue 5. P. 1213 – 1224.
11. Матюнин В. М. Индентирование в диагностике механических свойств материалов. — М.: Издательский дом МЭИ, 2015. — 288 с.

12. **Матлин М. М.** Методика оперативного контроля модуля нормальной упругости / Тезисы докладов Всероссийской научно-технической конференции «Физико-механические свойства материалов и их экспрессная оценка неразрушающим методом и портативными средствами». — Волгоград: ВГТУ, 1995. С. 27 – 29.
13. **Oliver W. C., Pharr G. M.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / *Materials Res. Soc.* 2004. Vol. 19. N 1. P. 3 – 20.

UDC 620.178.152

DETERMINATION OF HARDNESS AND OTHER MECHANICAL PROPERTIES OF THIN-SHEET TRIP STEELS BY INDENTATION

© **V. M. Matyunin, V. F. Terentyev, A. Yu. Marchenkov, and A. K. Slizov**

Submitted September 20, 2016.

The chemical composition, microstructure and mechanical properties of thin-sheet (250 – 260 μm) TRIP steel VNS9-Sh obtained by cold rolling of a hot-rolled sheet with intermediate thermal treatment are studied. It is determined that the metal microstructure consists of strain-induced martensite and metastable austenite in work hardened condition. The value of optimum indentation load equal to 1 kgf (9.81 N) for the Vickers hardness test is determined proceeding from the average grain size (35 μm) and strip thickness. The indent covers several grains on the steel surface under this load and the ratio of the steel strip thickness to the indent depth is at least 20 thus excluding the impact of the substrate (specimen stage or other equipment) on the hardness value. To determine other mechanical properties an instrumented indentation by a ball diamond indenter with a radius of 0.2 mm is used. A technique for determination of the Young's modulus, yield stress, and ultimate stress is proposed. The discrepancy between the values of the aforementioned mechanical characteristics determined by instrumented indentation and those determined in tensile tests range within $\pm 7\%$.

Keywords: austenitic-martensitic TRIP steel; instrumented indentation; mechanical properties; hardness; phase composition.

REFERENCES

1. **Filippov M. A., Litvinov V. S., Nemirovskii Yu. R.** Steels with non-stable austenite. — Moscow: Metallurgiya, 1988. — 256 p. [in Russian].
2. **Georgieva I. Ya.** TRIP steels as the new type of high-strengthened steels with high plasticity / *Metalloved. Termich. Obrab. Met.* 1976. N 3. P. 18 – 26 [in Russian].
3. **Voznesenskaya N. M., Eliseev É. A., Kapitanenko D. V., et al.** The optimization of manufacturing modes of thin plates and bands, made of corrosion resistant steel VNS9-Sh / *Metally.* 2014. N 1. P. 46 – 51 [in Russian].
4. **Terent'ev V. F., Korableva S. A.** Metals fatigue resistance. — Moscow: Nauka, 2015. — 485 p. [in Russian].
5. **Terent'ev V. F., Slizov A. K., Prosvirnin D. V., et al.** Fatigue resistance properties of the helicopters main rotor torsions bars before and after their operation / *Deform. Razrush. Mater.* 2013. N 5. P. 18 – 24 [in Russian].
6. **Terent'ev V. F., Slizov A. K., Prosvirnin D. V., Sirotinkin V. P., Ashmarin A. A., Eliseev É. A., Rybal'chenko O. V.** Surface layer phase composition affect on thin-plates TRIP-steel 25Kh15N5AM3-Sh mechanical properties / *Deform. Razrush. Mater.* 2015. N 7. P. 30 – 33 [in Russian].
7. **Matyunin V. M., Dragunov V. K., Marchenkov A. Yu.** A size effect in the indentation of materials at the micro- and nanoscale strained volumes / "Piezoelectrics and Nanomaterials: Fundamentals, Developments and Applications" / Ed. by I. A. Parinov. — NY: Nova publishers, 2015. — 288 p.
8. **Chaudhri M. M.** Subsurface strain distribution around Vickers hardness indentations in annealed polycrystalline copper / *Scripta Materialia.* 1998. Vol. 46. Issue 9. P. 3047 – 3056.
9. **Markovets M. P.** Determination of metals mechanical properties using the hardness values. — Moscow: Mashinostroenie, 1979. — 191 p. [in Russian].
10. **Chaudhri M. M.** Subsurface plastic strain distribution around spherical indentations in metals / *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties.* 1996. Vol. 74. Issue 5. P. 1213 – 1224.
11. **Matyunin V. M.** Indentation as the materials mechanical properties diagnostics method. — Moscow: Izdatel'skii dom MÉI, 2015. — 288 p. [in Russian].
12. **Matlin M. M.** Express method of elastic modulus / Abstracts of All-Russian Science Conference "Express methods of materials physical and mechanical properties determination using the portable devices". — Volgograd: Izd. VGTU, 1995. P. 27 – 29 [in Russian].
13. **Oliver W. C., Pharr G. M.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology / *Materials Res. Soc.* 2004. Vol. 19. N 1. P. 3 – 20.