

Metoda identyfikacji warstw o różnej nanotwardości powstałych po walcowaniu na zimno austenitycznej stali stopowej AISI 316L (EN 1.4404)

Krzysztof Rokosz, Tadeusz Hryniewicz, Sławomir Rządkiwicz

Streszczenie

W pracy zaproponowano metodę identyfikacji warstw o różnej nanotwardości powstałych po walcowaniu na zimno austenitycznej stali stopowej AISI 316L. Przedstawiono wyniki badań nanoindentacyjnych warstw wierzchnich stali AISI 316L po roztrzaskaniu w wyniku polerowania elektrochemicznego w prądach o gęstości 50, 500 i 900 A/dm². Otrzymane wartości zredukowanego modułu Younga i nanotwardości wyniosły odpowiednio dla EP50: 12,6 GPa i 3,1 GPa; dla EP 500: 3.3 GPa i 1.2 GPa; dla EP900: 0,7 GPa i 0,2 GPa.

Słowa kluczowe: stal AISI 316L, warstwy wierzchnie, moduł Younga, nanotwardość, nanoindentacja, polerowanie elektrochemiczne.

Wstęp

Blachy walcowane na zimno są materiałami produkowanymi w różnych rozmiarach [1], znajdującymi wszechstronne zastosowanie w najróżniejszych dziedzinach przemysłu do produkcji pokryć, rur i kształtowników, beczek, artykułów sanitarnych itp. [2]. Proces technologiczny kształtowania wyrobów hutniczych przy pomocy odkształcenia plastycznego na zimno umożliwia otrzymanie wyrobów o większej wytrzymałości mechanicznej oraz o dokładniejszych wymiarach [3, 4].

Ważnymi narzędziami pozwalającymi na dokonywanie pomiarów właściwości mechanicznych warstw powierzchniowych są nanoindentery. Urządzenia te wykorzystują zasadę oddziaływania precyzyjnie wykonanego wgłębnika [5] na próbkę materiału ze znaną siłą. Badania tą metodą pozwalają na określenie modułu sprężystości oraz twardość warstw powierzchniowych badanego materiału.

1. Metodyka

Do badań użyto próbek ze stali AISI 316L (EN 1.4404) o składzie przedstawionym w tablicy 1. Próbki przygotowano w Zakładzie Elektrochemii i Technologii Powierzchni na Wydziale Mechanicznym Politechniki Koszalińskiej, z arkusza blachy austenitycznej stali stopowej AISI 316L walcowanej na zimno.

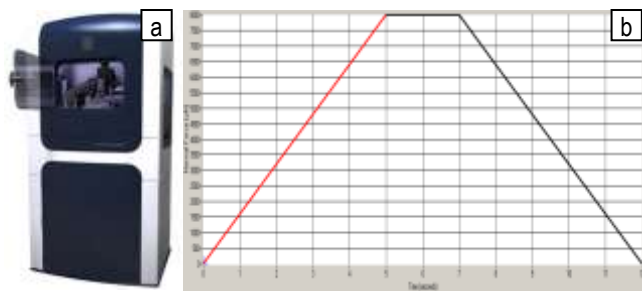
Badanie przeprowadzono przy użyciu nanoindentera [5] Hysitron TI 950 przedstawionego na rys. 1a z oprogramowaniem TriboScan wersja 9.2.6.0 w VŠB-TUO Ostrawa, Czechy. Do badań nanoindentacyjnych zastosowano zmienną w czasie siłę w przedziale od 0,1 μN do 8000 μN, której wykres przedstawiono na rysunku 1b. W trakcie jednego pomiaru zebrano dane z 2400 punktów pomiarowych. Wykonano po 30 powtórzeń pomiarów dla każdego natężenia prądu elektropolowania.

Nanotwardość [5-7] wyliczono ze wzoru dla wgłębnika Berkovicha $H_{INT} = P_{max} / A(h_c)$, gdzie P_{max} jest maksymalnym obciążeniem, A jest odciskiem powierzchni wgłębnika, h_c oznacza głębokość, wyliczaną ze wzoru: $h_c = h_{max} - 0,75 \cdot P_{max} / S$, gdzie h_{max} jest maksymalną głębokością wprowadzenia wgłębnika, a S jest sztywnością kontaktową.

Tablica 1. Skład procentowy stali AISI 316L, %wag

Table 1. The percentage composition of AISI 316L steel, wt%

PIERWIASTEK	TYPOWY SKŁAD	SKŁAD Z POMIARU
chrom	16-18	16.92
nikiel	10-14	10.38
mangan	2 (max)	1.30
molibden	2-3	2.01
azot	0.1 (max)	0.04
węgiel	0.03 (max)	0.02
krzem	0.75 (max)	0.39
fosfor	0.045 (max)	0.32
siarka	0.03 (max)	0.01
miedź	-	0.28
wanad	-	0.09
kobalt	-	0.19
glin	-	0.01
żelazo	Balance	68.04



Rys. 1. Nanoindenter Hysitron TI 950 TribolIndenter (a), oraz wykres rozkładu siły w trakcie badania nanoindentacyjnego (b)

Fig. 1. Nanoindenter Hysitron TI 950 TribolIndenter (a), the force distribution plot under the nanoindentation study (b)

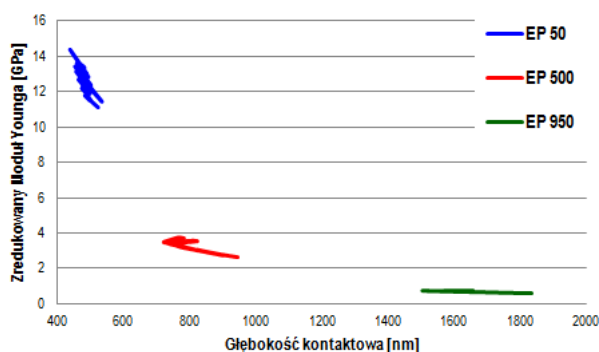
Moduł sprężystości E materiału obliczano z E_r używając zredukowanego modułu węgelnika

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\beta \cdot \sqrt{A}} \text{ [Pa]}$$

gdzie ν jest współczynnikiem Poissona dla testowanego materiału, E_i i ν_i są odpowiednio modułami sprężystości i współczynnikiem Poissona węgelnika.

2. Wyniki

Na rysunkach 2-4 przedstawiono wyniki pomiarów zredukowanego modułu Younga oraz nanotwardości w funkcji głębokości kontaktowej dla warstw wierzchnich powstałych poprzez polerowanie elektrochemiczne, co przedstawiono na rysunkach 2-3. Obróbka elektrochemiczna była przeprowadzona dla gęstości prądów 50 A/dm² (czas 3 min), 500 A/dm² (5 min), oraz 900 A/dm² (3 min).

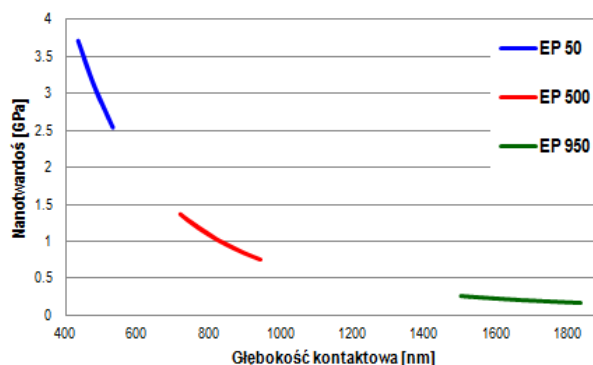


Rys. 2. Wykres zredukowanego modułu Younga oraz głębokości kontaktowej dla trzech wartości gęstości prądów elektropolerowania

Fig. 2. Diagram of the reduced Young's modulus and the depth of contact for three values of current density electropolishing

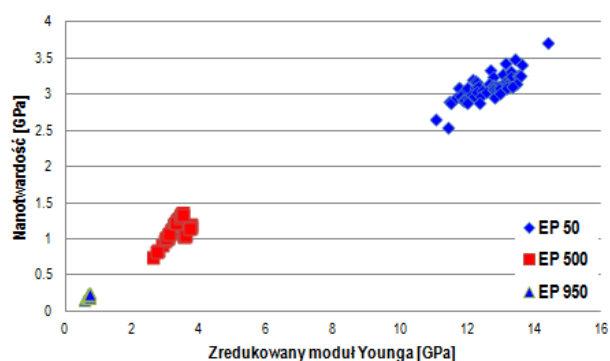
Dla zastosowanego rodzaju obróbki powierzchniowej EP [6-10] i gęstości prądu polerowania 50 A/dm², głębokość kontaktowa węgelnika wyniosła 480,6 nm, a zmierzone wartości modułu Younga i nanotwardości wynosiły odpowiednio 12,6 GPa i 3,1 GPa. Przy zwiększeniu gęstości prądu polerowania do wielkości 500 A/dm² zastosowany węgelnik

podczas pomiaru osiągnął głębokość 776,3 nm, a zmierzony moduł Younga wyniósł 3,3 GPa oraz twardość 1,2 GPa. Największe zagłębienie węgelnika, 1567 nm otrzymano dla zastosowanej gęstości prądu polerowania 900 A/dm². Uzyskane w tych pomiarach wartości modułu Younga oraz twardości wyniosły odpowiednio 0,7 GPa i 0,2 GPa. Wyniki przedstawiono w sposób zbiorczy w tabelicy 2 wraz z obliczonymi odchyleniami standardowymi wyników pomiarowych.



Rys. 3. Wykres nanotwardości w zależności od głębokości kontaktowej dla różnych wartości gęstości prądu elektropolerowania

Fig. 3. Diagram of the nanohardness depending on the depth of contact for different values of current density electropolishing



Rys. 4. Wykres nanotwardości i zredukowanego modułu Younga dla różnych wartości gęstości prądu elektropolerowania

Fig. 4. Diagram of the nanohardness and reduced Young's modulus for different values of current density electropolishing

Tablica 2. Wyniki nanotwardości (nH) oraz zredukowanego modułu Younga (E_r) po EP50, EP500 oraz EP900

Table 2. Results of nanohardness (nH) and reduced Young's modulus (E_r) after EP50, EP500 and EP900

		średnia	odchyl. stand.	rozstęp	mediana
nH [GPa]	EP50	3,1	0,2	1,2	3,1
	EP500	1,2	0,1	0,6	1,2
	EP900	0,2	0,02	0,1	0,2
E_r [GPa]	EP50	12,6	0,7	3,3	12,8
	EP500	3,3	0,2	1,1	3,3
	EP900	0,7	0,02	0,1	0,7

3. Krytyczna dyskusja

Proponowana przez autorów metoda identyfikacji warstw o różnej nanotwardości powstałych po walcowaniu na zimno austenitycznej stali stopowej AISI 316L umożliwia zbadanie właściwości mechanicznych takich jak nanotwardość oraz zredukowany moduł Younga poszczególnych podwarstw warstwy wierzchniej. Aby wyliczyć głębokość roztwarzania materiału podczas elektropolerowania autorzy założyli, że każda powierzchnia obrabianego detalu roztwarza się z tą samą szybkością oraz że obrabiany przedmiot jest prostopadłościanem. Na podstawie powyższych założeń można zapisać, że próbka o wymiarach $1 \times 0,5 \times 0,1$ cm i objętości równej $0,05 \text{ cm}^3$ po obróbce elektrochemicznej zmieniła swoje wymiary zgodnie na $(1-x) \text{ cm} \times (0,5-x) \text{ cm} \times (0,1-x) \text{ cm}$, gdzie x jest liniową stratą materiału z każdej strony próbki. Znając różnicę objętości oraz masę przed i po polerowaniu jak i gęstość obrabianego materiału (tu: stali 316L) można wyznaczyć równanie trzeciego stopnia, którego rozwiązanie będzie grubością warstwy roztworzonej poprzez polerowanie elektrochemiczne.

$$V - V_x = 0,05 - [(1-x) \cdot (0,5-x) \cdot (0,1-x)] = x^3 - 1,6x^2 + 0,65x = 8,027 \cdot 10^{-3}; \Delta = \Delta / ;$$

- dla $t = 3 \text{ min}$, $i = 50 \text{ A/dm}^2$, to $\Delta m = 0,01756 \text{ g}$
 $\Rightarrow \Delta V = 0,0021876167933225 \text{ cm}^3$
 $\Rightarrow x = 0,00344995551698864 \text{ cm} \approx 34,5 \text{ } \mu\text{m}$
- dla $t = 5 \text{ min}$, $i = 500 \text{ A/dm}^2$, to $\Delta m = 0,12366 \text{ g}$
 $\Rightarrow \Delta V = 0,0154055064158465 \text{ cm}^3$
 $\Rightarrow x = 0,0242950739880878 \text{ cm} \approx 242,3 \text{ } \mu\text{m}$
- dla $t = 3 \text{ min}$, $i = 900 \text{ A/dm}^2$, to $\Delta m = 0,16478 \text{ g}$
 $\Rightarrow \Delta V = 0,0205282172667248 \text{ cm}^3$
 $\Rightarrow x = 0,0343067594334837 \text{ cm} \approx 343,1 \text{ } \mu\text{m}$

Powyższe rozważania matematyczne wskazują, że badania nanoindentacyjne [6,7,10] były przeprowadzane na głębokości, odpowiednio $34,5 \text{ } \mu\text{m}$, $242,3 \text{ } \mu\text{m}$, $343,1 \text{ } \mu\text{m}$. Pierwszy pomiar nanoindentacji po EP50, EP500, EP900 – średnia głębokość kontaktowa wyniosła, odpowiednio $0,5 \text{ } \mu\text{m}$, $0,8 \text{ } \mu\text{m}$ oraz $1,6 \text{ } \mu\text{m}$. Podczas pomiaru w czasie zmieniała się siła, której maksymalna wartość wynosiła $8000 \text{ } \mu\text{N}$ dla każdego badania. Różne głębokości kontaktowe wskazują na występowanie zróżnicowanych warstw w walcowanej blaszce. Z przeprowadzonych badań wynika, że największe wartości – nanotwardości ($3,1 \text{ GPa}$) oraz zredukowanego modułu Younga ($12,6 \text{ GPa}$) – miała podwarstwa zewnętrzna po roztworzeniu liniowym boków o około $34,5 \text{ } \mu\text{m}$, a najmniejsze, twardość ($0,2 \text{ GPa}$) oraz moduł sprężystości podłużnej ($0,7 \text{ GPa}$), odnotowano dla podwarstwy wewnętrznej, otrzymanej po ubytku liniowym wynoszącym około $343,1 \text{ } \mu\text{m}$. Test istotności sumy rang wykazał jednoznacznie, że na poziomie istotności $\alpha = 0,05$ wyniki należą do innych populacji, czyli należy uznać, że różnice między otrzymanymi wynikami są istotne statystycznie.

Przeprowadzone rozumowanie pokazuje, że proponowana metoda identyfikacji warstw o różnej nanotwardości jest w pełni użyteczna podczas badań laboratoryjnych, jak i pomiarów przemysłowych.

4. Wnioski

Przeprowadzone badania pozwoliły na sprecyzowanie następujących wniosków:

- istnieje możliwość kontrolowanego roztwarzania materiału poprzez polerowanie elektrochemiczne
- największą nanotwardość ($3,1 \pm 0,2$) GPa uzyskano po roztworzeniu liniowym boków próbki o około $34,5 \text{ } \mu\text{m}$ (obróbka EP50)
- największą wartość zredukowanego modułu Younga ($12,6 \pm 0,7$) GPa uzyskano po roztworzeniu liniowym boków próbki o około $34,5 \text{ } \mu\text{m}$ (obróbka EP50)
- najmniejszą nanotwardość ($0,2 \pm 0,02$) GPa uzyskano po roztworzeniu liniowym boków próbki o około $343,1 \text{ } \mu\text{m}$ (obróbka EP900)
- najmniejszą wartość zredukowanego modułu Younga ($0,7 \pm 0,02$) GPa uzyskano po roztworzeniu liniowym boków próbki o około $343,1 \text{ } \mu\text{m}$ (obróbka EP900).

5. Podziękowania

Autorzy dziękują prof. nzw. dr hab. inż. Janowi Valičkowi z VŠB-TUO Ostrawa, Czechy, za udostępnienie sprzętu do badań nanoindentacyjnych oraz firmie BerlinerLuft, w szczególności dr inż. Bogusławowi Lackowskiemu, za dostarczenie próbek do badań.

Bibliografia

- <http://www.konsorcjumstali.com.pl>
- <http://www.thyssenkrupp-stal-serwis-polska.pl>
- Głowacka M., Zieliński A., *Podstawy materiałoznawstwa* Praca zbiorowa, Politechnika Gdańska 2011.
- Z. Wnęć, *Stal, przewodnik inżyniera*, Elamed, Katowice 2010.
- Fischer-Cripps A.C., *Nanoindentation* (3rd Edition) Springer-Verlag N.Y. New York 2011.
- Hryniewicz T., Rokosz K., Valiček J., Rokicki R., Effect of magneto-electropolishing on nanohardness and Young's modulus of titanium biomaterial. *Materials Letters*, Vol. 83, s. 69-72, 2012.
- Rokosz K., Hryniewicz T., Valiček J., Harničárová M., Vyležik M., Nanoindentation measurements of AISI 316L biomaterial samples after annual immersion in Ringer's solution followed by electrochemical polishing in a magnetic field. *PAK (Pomiary Automatyka Kontrola)*, Vol. 58(5), s. 460-463, 2012.
- Hryniewicz T., Rokosz K., Magnetopolerowanie: stan badań 2012, *Prace Naukowe Szkoły Naukowej Obróbek Erozyjnych*, Zeszyt nr 18, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Vol. 18, s. 43-50, 2012.
- Rokosz K., Polerowanie elektrochemiczne stali w polu magnetycznym. *Wyd. Uczelniane Politechniki Koszalińskiej*, Koszalin, 2012 (211 stron).
- Mikiel M., *Badania porównawcze nanotwardości i zredukowanego modułu Younga wybranych materiałów*, Praca inżynierska, Surface Electrochemistry Division, Wydział Mechaniczny, Politechnika Koszalińska, Koszalin, 2013.

Method for identification of surface layers characterized by different nanohardness formed on austenitic cold rolled AISI 316L (EN 1.4404) stainless steel

Abstract

The article proposes a method to surface identify layers of different nanohardness created after cold rolling of austenitic stainless steel AISI 316L. The results of research of AISI 316L surface layers after electrochemical polishing EP with the current density of 50, 500 and 900 dm² are given. The resulting values of the reduced Young's modulus and nanohardness reached, for EP50: 12.6 GPa and 3.1 GPa, for EP 500: 3.3 GPa and 1.2 GPa, and for EP900: 0.7 GPa and 0.2 GPa.

Key words: AISI 316L stainless steel, surface layers, Young's modulus, nanohardness, nanoindentation, electrochemical polishing.

Autorzy:

Prof. nzw. dr hab. inż. **Krzysztof Rokosz** – Politechnika Koszalińska

Prof. dr hab. inż. **Tadeusz Hryniewicz** - Politechnika Koszalińska

Mgr inż. **Sławomir Rządiewicz** - Politechnika Koszalińska