

**Dariusz SKIBICKI\*, Stanisław DYMSKI\*\***

## **ANALIZA MIKROSTRUKTURY STALI AUSTENITYCZNEJ PODDANEJ DZIAŁANIU OBCIĄŻEŃ PROPORCJONALNYCH I NIEPROPORCJONALNYCH**

W artykule przedstawiono wyniki analizy mikrostrukturalnej stali X5CrNi18-10, poddanej obciążeniom zmęczeniowym proporcjonalnym: skręcaniu i rozciąganiu oraz nieproporcjonalnym. Zmienność położenia osi głównych obciążeń nieproporcjonalnych uzyskano przez zastosowanie blokowego programu obciążeń o naprzemiennie realizowanych blokach skręcania i rozciągania. Przyjęta w badaniach wartość obciążeń cyklicznych wywołała przemianę martenzytyczną indukowaną odkształceniem plastycznym i pojawienie się pasm poślizgów w ziarnach austenitu. Analiza porównawcza pokazała różnicę w intensywności przemiany w zależności od rodzaju zastosowanego obciążenia oraz stopnia jego nieproporcjonalności.

\* Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy, Wydział Mechaniczny, Katedra Sterowania i Konstrukcji, al. S. Kaliskiego 7, 85-789 Bydgoszcz

\*\* Uniwersytet Technologiczno-Przyrodniczy, Wydział Mechaniczny, Katedra Inżynierii Materiałowej, al. S. Kaliskiego 7, 85-789 Bydgoszcz.

### **1. WSTĘP**

Wśród wielu zagadnień nauki o zmęczeniu materiałów, bardzo istotnym z punktu widzenia eksploatacji urządzeń jest zjawisko zmęczenia w warunkach obciążeń nieproporcjonalnych. Cechą charakterystyczną tego stanu obciążenia jest obrót osi głównych. W materiałach poddanych tego rodzaju obciążeniom dochodzić może do spadku trwałości i wytrzymałości zmęczeniowej.

Przykładem powszechnie cytowanego opisu mechanizmu zmęczenia nieproporcjonalnego jest opis podany przez Chena [1]. Zmiana położenia osi głównych sprawia, że więcej ziaren ma orientację krystalograficzną sprzyjającą poślizgowi. Pod obciążeniem nieproporcjonalnym o maksymalnym stopniu nieproporcjonalności, zazwyczaj pięć do dwunastu potencjalnych systemów poślizgu w każdym ziarnie uzyskuje maksymalną wartość współczynnika Schmid'a. Oddziaływanie dyslokacji z różnych systemów poślizgu wywołuje wzrost liczby efektywnych przeszkód dla ich ruchu poślizgowego. Znaczne interakcje między dyslokacjami doprowadzają do wzrostu ich gęstości i w efekcie umocnienia materiału. W warunkach obciążenia nieproporcjonalnego uzyskanie wartości odkształcenia takich jak przy obciążeniu proporcjonalnym wymaga zwiększenia przyłożonego naprężenia.

Metale i stopy mają różną wrażliwość na nieproporcjonalność obciążenia. Jednym z ważniejszych czynników decydującym o wrażliwości na nieproporcjonalność jest wartość energii błędu ułożenia i związana z nią łatwość zachodzenia poślizgów poprzecznych [2].

Skutki obrotu osi głównych w trakcie obciążeń zmiennych są widoczne na wielu etapach i w wielu aspektach procesu zmęczeniowego. Należą do nich: dodatkowe cykliczne umocnienie, charakterystyczny obraz struktur dyslokacyjnych i pasm poślizgu, jak również specyficzny rozkład kierunków mikropeknięć zmęczeniowych.

Zagadnienie wpływu obciążeń nieproporcjonalnych na proces zmęczeniowy było przedmiotem badań eksperymentalnych [3, 4]. W niniejszej pracy za cel postawiono sobie analizę mikrostrukturalną stali X5CrNi18-10 poddanej obciążeniom proporcjonalnym i nieproporcjonalnym. Wybór stali austenitycznej był podyktowany jej bardzo dużą wrażliwością na nieproporcjonalność obciążenia.

## 2. EKSPERYMENT

Właściwości mechaniczne badanej stali podano w tabeli 1, a jej skład chemiczny w tabeli 2.

Tabela 1. Właściwości mechaniczne stali X5CrNi18-10

| $R_m$ | $R_{p0,2}$ | A  | Z  | H   | $K'$ | $n'$   |
|-------|------------|----|----|-----|------|--------|
| MPa   | MPa        | %  | %  | HB  | MPa  |        |
| 758   | 535        | 58 | 74 | 260 | 1256 | 0,1366 |

Tabela 2. Zawartość pierwiastków stopowych (w % masy) w stali X5CrNi18-10

| C     | Si   | Mn   | P     | S    | N     | Cr   | Ni  |
|-------|------|------|-------|------|-------|------|-----|
| 0,026 | 0,21 | 1,19 | 0,034 | 0,03 | 0,068 | 18,4 | 8,8 |

Przed próbą zmęczeniową próbki stali przesycano w temperaturze 1000°C przez 1 godzinę w atmosferze azotu. Mikrostrukturę badanej stali pokazano na rysunku 1.

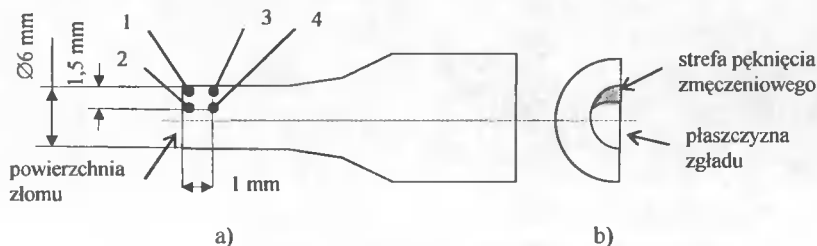


Rys. 1. Mikrostruktura stali X5CrNi18-10 (powiększenie 130 $\times$ , trawiono odczynnikami Mi16Fe)

Próbki badawcze wykonano kierując się zaleceniami normy ASTM E2207-02. W ramach badań próbki poddano trzem rodzajom testów: rozciąganiu (próba A), skręcaniu (próba B) i obciążeniu nieproporcjonalnemu – naprzemiennemu rozciąganiu i skręcaniu w blokach po 500 cykli aż do zniszczenia (próba C). Badania wykonano przy czę-

stotliwości 1 Hz. Wartość naprężenia przy rozciąganiu wynosiła 440 MPa, a przy skręcaniu 380 MPa. W przypadku obciążeń jednoosiowych – prób A i B, trwałość była na poziomie 20 000 cykli. Podobnie jak w przypadku badań [3, 4], trwałość dla obciążenia nieproporcjonalnego – próba C, była znacznie mniejsza i wynosiła średnio 10 000 cykli.

Po testach zmęczeniowych wykonano zglądy metalograficzne. Próbkę przecięto wzdłuż osi, tak aby płaszczyzna zglądu dzieliła symetrycznie strefę zmęczeniową złomu (rys. 2b). Obserwacje mikroskopowe przeprowadzano na zglądach nietrawionych i trawionych odczynnikami do ujawnienia struktury austenitycznej. Skład odczynnika: 1 cz. obj.  $\text{HNO}_3$  + 2 cz. obj.  $\text{HF}$  + 3 cz. obj. gliceryny (odczynnik o symbolu Mi16Fe PN-61/H-014503). Obserwacje prowadzono również za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM). Na rysunku 2a pokazano miejsca fotografowania mikrostruktury na przekroju wzdłużnym próbek A, B i C. Miejsca oznaczone jako 1 i 2 znajdowały się przy brzegu próbki od strony złomu, natomiast miejsca 3 i 4 położone były w odległości ok. 1 mm od krawędzi złomu.



Rys. 2. Przekrój zmęczeniowych próbek A, B i C; 1, 2, 3 i 4 – miejsca fotografowania mikrostruktury

Na próbce B wykonano pomiary mikrotwardości wg metody Vickersa przy obciążeniu 0,49 N (50 G).

### 3. WYNIKI BADAŃ

Mikrostrukturę stali z próby A pokazano na rysunku 3, z próby skręcania – na rysunku 4, a z próby C – obciążanej nieproporcjonalnie – na rysunku 5.

Na rysunku 6 pokazano, przy większym powiększeniu mikroskopowym, w celu porównania, mikrostrukturę próbek A, B, C z miejsc oddalonych od krawędzi złomu o ok. 1 mm.

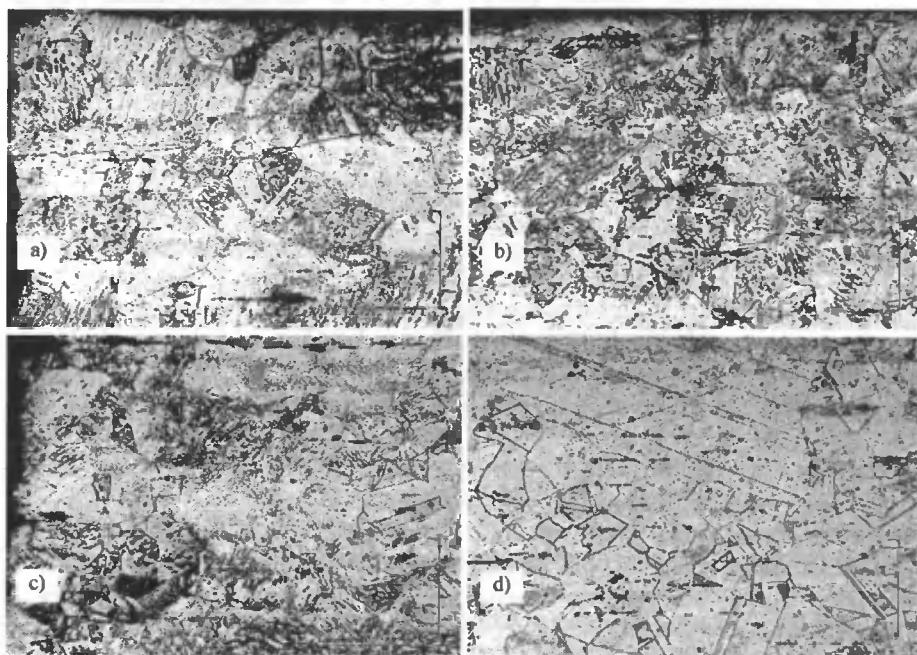
W badaniu twardości na przekroju próbki B w ziarnach:

- obszaru poza częścią pomiarową otrzymano wartości: 193, 161, 188, 174, 183 i 199 HV 0,05,
- obszaru przy brzegu powierzchni walcowej – 341, 317 i 286 HV 0,05,
- środkowych – 237, 223, 252 HV 0,05,
- austenitu z martenzytem – 210, 199, 317, 244, 199, 317 i 367 HV 0,05.

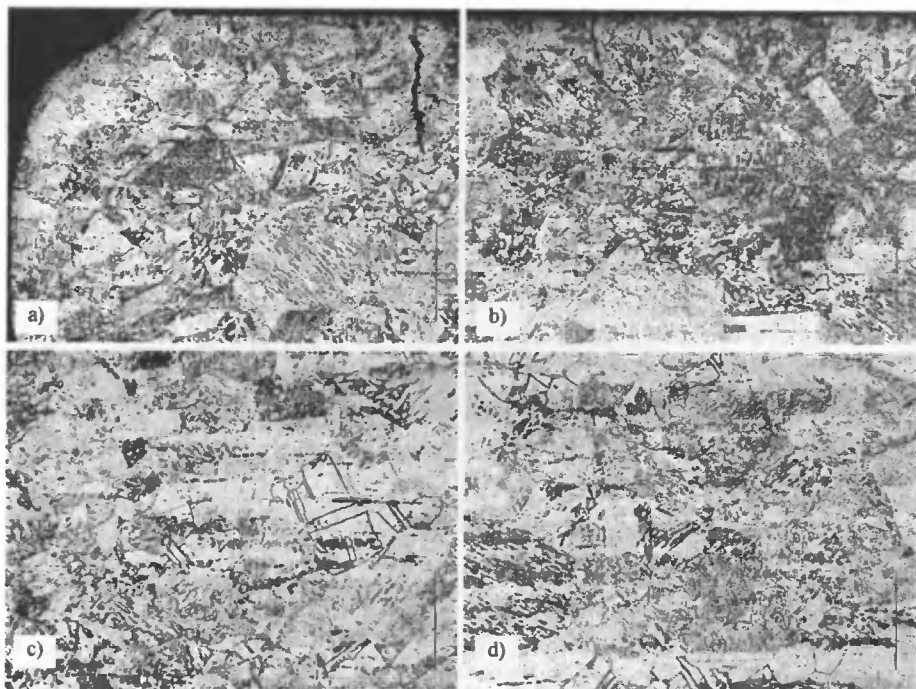
Mikrofotografię z miejsca pomiaru mikrotwardości pokazano na rysunku 7. Na fotografii jest widoczny austenit, jego granice i drobno dyspersyjne wydzielania fazy  $\alpha'$  oraz odciski wgłębnika diamentowego po badaniu twardości metodą Vickersa. Na górze – odcisk we fragmencie ziarna austenitu, w którym w próbce zmęczeniowej powstał martenzyt odkształceniowy (drobne wydzielania), natomiast w dolnym lewym rogu fotografii – odcisk w ziarnie austenitu bez wydzielenia fazy  $\alpha'$ .



Rys. 3. Mikrostruktura stali próbki A, pochodząca z miejsca: 1 – a), 3 – b), 2 – c) i 4 – d) (powiększenie 130 $\times$ , trawiono odczynnikiem Mi16Fe)



Rys. 4. Mikrostruktura stali próbki B, pochodząca z miejsca: 1 – a), 3 – b), 2 – c) i 4 – d) (powiększenie 130 $\times$ , trawiono odczynnikiem Mi16Fe)



Rys. 5. Mikrostruktura stali próbki C, pochodząca z miejsca: 1 – a), 3 – b), 2 – c) i 4 – d) (powiększenie 130 $\times$ , trawiono odczynnikiem Mi16Fe)

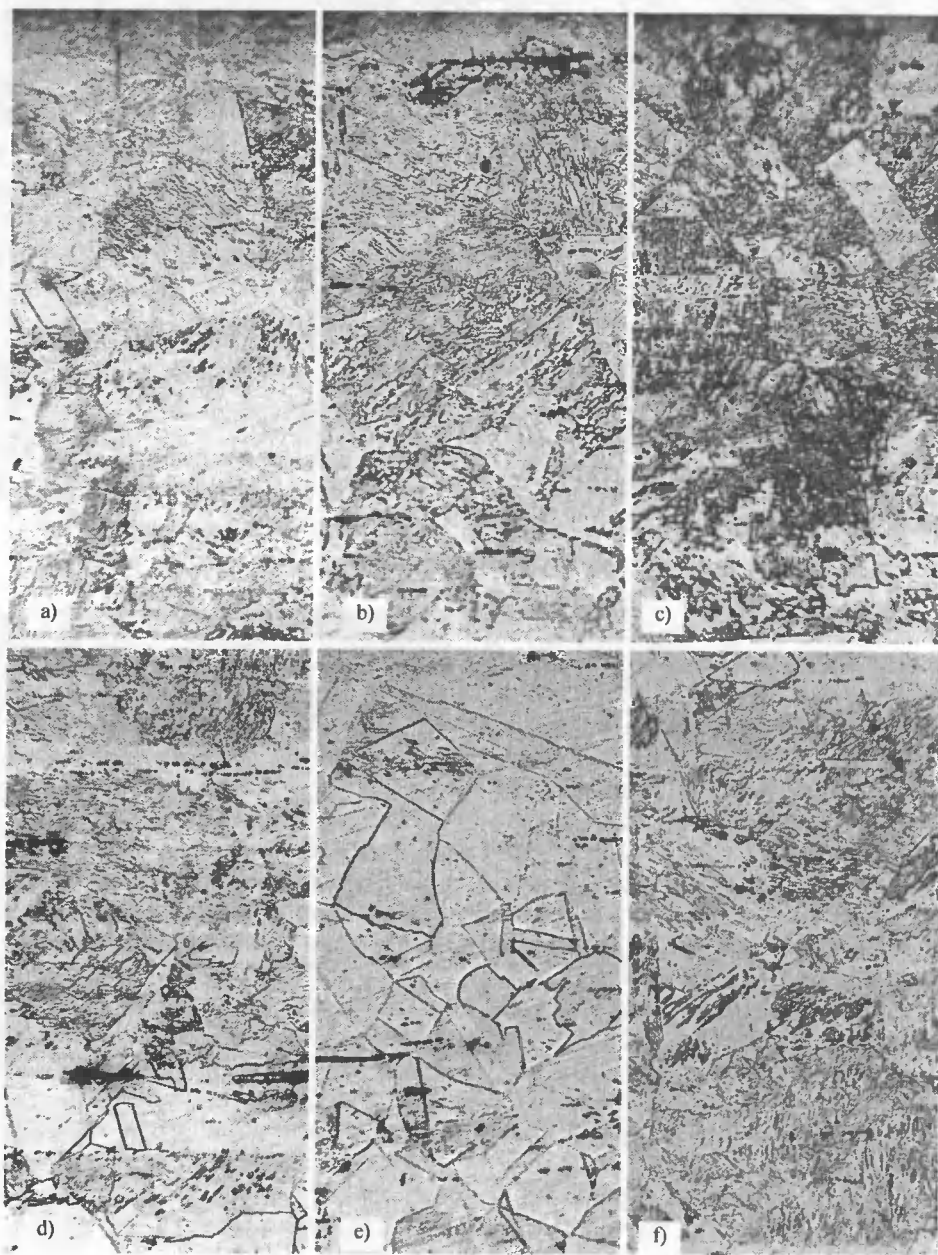
#### 4. ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ

Przyjęte w badaniach obciążenia cykliczne spowodowały przemianę martenzytyczną indukowaną odkształceniem plastycznym w częściach pomiarowych próbek we wszystkich rodzajach obciążeń. Po próbach zmęczeniowych części pomiarowe próbek stały się ferromagnetyczne. Przy rozciąganiu wartość odkształcenia całkowitego wynosiła nominalnie  $\epsilon_a \cong 0,0025$ , a odkształcenia plastycznego  $\epsilon_{pl} \cong 0,0005$ . Materiały o podobnych właściwościach charakteryzują się graniczną wartością cyklicznego odkształcenia, przy której zainicjowana zostaje przemiana martenzytyczna indukowana odkształceniem plastycznym, odpowiednio:  $\epsilon_{pl} = 0,0003$  dla stali 304L [5] oraz  $\epsilon_a = 0,0025 \div 0,0030$  i  $\epsilon_{pl} = 0,0006$  dla stali X2CrNi18-9 [6, 7].

Analiza mikrostruktury stali próbek A, B i C wykazała różnicę w rozmieszczeniu i intensywności przemiany fazowej. W przypadku próbki A na całym przekroju widoczne są skutki równomiernego wyężenia stali. Bez względu na strefę przekroju mikrostruktura na fotografiach na rysunku 3 nie wykazuje znaczących różnic. W austenicie jest martenzyt odkształceniowy i w mniejszym, śladowym udziale linie poślizgu. Z kolei analizując mikrostrukturę z próby B na rysunkach 4b i 4d można stwierdzić, że w odległości 1 mm od krawędzi złomu i na głębokości 1,5 mm od powierzchni walcowej próbki są ziarna austenitu, w których nie ma wydzieliń fazy  $\alpha'$ . W przypadku próbki C intensywność przemiany jest równomierna na całym przekroju próbki (rys. 5).

Do ciekawych spostrzeżeń można dojść porównując intensywność przemiany między rodzajami obciążeń (rys. 6). Z obserwacji mikrostruktury stali przy większym po-

większeniu wynika, że przemiana indukowana odkształceniem plastycznym była najbardziej intensywna w próbce C, a więc w przypadku, gdy obciążenie zmęczeniowe charakteryzowała zmienność kierunków głównych (rysunki 6c i 6d w stosunku do rysunków 6a, 6b, 6d i 6e).



Rys. 6. Mikrostruktura stali próbek: A – z miejsca 3 – a) i 4 – d), B – z miejsca 3 – b) i 4 – e), C – z miejsca 3 – c) i 4 – f) (powiększenie 270 $\times$ , trawiono odczynnikiem  $Mi16Fe$ )



Rys. 7. Pomiary mikrotwardości w ziarnie austenitu z martenzytem i bez niego na próbce B (trawiono odczynnikiem  $\text{NiSO}_4$  (SEM))

Omawiając dyslokacyjny mechanizm przemiany odkształceniowej autor pracy [8] stwierdza, że istotny wpływ na intensywność przemiany ma zmiana kierunku i zwrotu działającego obciążenia. Z drugiej strony wiadomo, że stopień nieproporcjonalności obciążenia zależy m.in. od zakresu obrotu wektora maksymalnego naprężenia stycznego. Tak więc w jednym i drugim przypadku ważna jest zmienność kierunku działającego obciążenia. Ponadto wiadomo, że w przypadku obu zjawisk ważną rolę odgrywają te same parametry materiałowe, m.in. energia błędu ułożenia [2, 8]. Czy w związku z powyższym oraz biorąc pod uwagę dostrzeżoną korelację pomiędzy intensywnością przemiany a uzyskanymi wynikami trwałości (intensywniejsza przemiana  $\equiv$  spadek trwałości) można stwierdzić, że intensywność przemiany martenzytycznej ma związek ze stopniem nieproporcjonalności obciążenia (tzn. większy stopień nieproporcjonalności  $\equiv$  intensywniejsza przemiana)?

W literaturze dotyczącej zmęczenia nieproporcjonalnego aspekt przemian fazowych pod wpływem obciążeń zmęczeniowych, charakteryzujących się obrotem osi głównych, nie jest podnoszony. Prace na temat przemiany fazowej pod wpływem obciążeń nieproporcjonalnych dotyczą jedynie zjawiska plastyczności materiału [9, 10].

W ziarnach austenitu były również, obok wydzieleni martenzytu odkształceniowego, pasma poślizgu. Ich udział był zauważalny, lecz występowały one w mniejszym zakresie w części resztkowej ziaren austenitu i przyjąć można, że powstały przed martenzytem odkształceniowym.

Z analizy badania mikrotwardości próbki B wynika, że austenit niepoddany obciążeniom zmęczeniowym miał średnią twardość 183 HV 0,05. Twardość przy brzegu próbki wynosiła ok. 315 HV 0,05, a w jej środku – 237 HV 0,05. Natomiast ziarna austenitu z wydzieleniami martenzytu miały twardość ok. 265 HV 0,05. Porównując te wyniki twardości można uważać, że wskutek działania obciążenia zmęczeniowego nastąpiło umocnienie materiału, odpowiednio o ok. 72, 30 i 45%. Wzrost twardości austenitu w strefie środkowej próbki o ok. 30% jest dowodem działania umacniającego w całym jej przekroju, pomimo braku widocznych zmian mikrostruktury.

Badania mikrotwardości potwierdzają zaistniałe zmiany w mikrostrukturze stali na przekroju zmęczeniowej próbki B.

#### 4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań i ich analizy można sformułować następujące wnioski:

1. Intensywność przemiany martenzytycznej na przekroju próbki zmęczeniowej jest zależna od wartości naprężenia. W próbce B intensywność przemiany odpowiada rozkładowi naprężeń stycznych od skręcania.
2. Stopień nieproporcjonalności obciążenia zmęczeniowego wpływa na intensywność przemiany indukowanej odkształceniem plastycznym. Intensywność przemiany była większa w próbce C niż w próbkach A i B.
3. Na podstawie badania mikrotwardości można uważać, że obciążenie zmęczeniowe wywołało umocnienie stali w całym przekroju próbki. Nie zawsze jednak jest ono jednorodne.
4. Do badania kinetyki przemiany indukowanej odkształceniem plastycznym w stali austenitycznej próbek zmęczeniowych można wykorzystać rentgenostrukturalną analizę fazową.

#### LITERATURA

- [1] Chen X., Gao Q., Sun X.F. Low-cycle fatigue under non-proportional loading. *FFEMS* 19(7), 839-854.
- [2] Borodii M.V., Shukaev S.M., 2007. Additional cyclic strain hardening and its relation to material structure, mechanical characteristics and lifetime. *International Journal of Fatigue* 29, 1184-1191
- [3] Skibicki D., 2007. Experimental verification of fatigue loading nonproportionality model. *Journal of Theoretical and Applied Mechanics* 45(2), 373-348.
- [4] Skibicki D., 2007. Experimental verification of fatigue loading non-proportionality model. Abstracts of the 8th International Conference on Multiaxial Fatigue and Fracture, Sheffield Hallam University, S7B1.
- [5] Kaleta J., 1996. Cykliczne odkształcenie plastyczne jako przyczyna przemiany martenzytycznej w stalach austenitycznych. Materiały XVI Sympozjum Zmęczenie i Mechanika Pękania Materiałów i Konstrukcji, Wyd. Uczeln. ATR w Bydgoszczy, 99-102.
- [6] Kaleta J., Lewandowski D., Wiśniewski W., 2001. Kinetyka efektów krzyżowych w procesie przemiany martenzytycznej indukowanej cyklicznym odkształceniem w próbkach maszynowych. *Zesz. Nauk. Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach, Mechanika* 73, 391-400.
- [7] Bomba J., Kaleta J., Ziętek G., 2001. Modelowanie stanu naprężenia w cyklicznie obciążonym materiale z wyróżnioną warstwą wierzchnią. *Zesz. Nauk. Politechniki Świętokrzyskiej w Kielcach, Mechanika* 73, 383-390.
- [8] Jeleńkowski J., 2005. Kształtowanie struktury stali z wykorzystaniem przemiany martenzytycznej. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej.
- [9] Coret M., Calloch S., Combescure A., 2004. Experimental study of the phase transformation plasticity of 16MND5 low carbon steel induced by proportional and nonproportional biaxial loading paths. *European Journal of Mechanics A/Solids* 23, 823-842.
- [10] Bouvet C., Calloch S., LExcellent C., 2004. A phenomenological model for pseudoelasticity of shape memory alloys under multiaxial proportional and nonproportional loadings. *European Journal of Mechanics A/Solids* 23, 37-61.

Praca naukowa finansowana ze środków na naukę w latach 2006-2007 jako projekt badawczy.