УДК 621.778:539.37

## СТРУКТУРА ЛИСТОВОГО ПРОКАТА ИЗ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ УДАЛЕНИЯ ОКАЛИНЫ

*Ю.Ф. Иванов*<sup>1, 2</sup>, д.ф.-м.н., профессор, ст.н.с. *В.Е. Громов*<sup>3</sup>, д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой *Д.А. Косинов*<sup>3</sup>, студент *С.В. Коновалов*<sup>3</sup>, к.т.н., доцент *С.А. Баранникова*<sup>4</sup>, д.ф.-м.н., ведущ. научн. сотрудник

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет (Томск, Россия) <sup>2</sup> Институт сильноточной электроники СО РАН (Томск, Россия)

<sup>3</sup> Сибирский государственный индустриальный университет (Новокузнецк, Россия) <sup>4</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (Томск, Россия)

Аннотация. Методами оптической и просвечивающей электронной микроскопии выполнен анализ структурно-фазовых изменений в низколегированной стали в процессе удаления окалины. Отмечено формирование полос с повышенным содержанием перлита, обусловленное ликвацией углерода.

*Ключевые слова*: низкоуглеродистая сталь, дислокационная субструктура, фазовый состав, пластическая деформация, окалина, плотность дислокаций.

*E-MAIL*: gromov@physics.sibsiu.ru

Листовой прокат является одним из основных материалов, потребляемых различными отраслями народного хозяйства. В процессе горячей прокатки и охлаждения поверхность горячекатаной полосы вследствие окисления при взаимодействии с окружающей средой покрывается окалиной, что отрицательно сказывается на потребительских свойствах. Постоянно возрастающие требования к качеству листового проката, его механическим свойствам выдвигают в число первоочередных задач выяснение природы формирования и эволюции структурно-фазовых состояний при изготовлении, термической обработке и удалении окалины [1-3].

Цель настоящей работы – выявление и анализ структурно-фазовых изменений в низкоуглеродистой стали в процессе удаления окалины.

В качестве материала исследования использовали конструкционную сталь марки Cт08пс (0,05 - 0,11 % C; 0,05 - 0,17 % Si; 0,35 - 0,65 % Mn; до 0,25 % Ni; до 0,1 % Cr; до 0,25 % Cu; до 0,04 % S; до 0,035 % P; остальное железо (по массе)) [4]. Образцы стали Ст08пс для исследований вырезали из горячекатаных полос в состоянии поставки (после прокатки с температурой начала (1250 °C) и конца (860 – 890 °C) прокатки, сматывания в рулоны при температуре 670 °C и охлаждения на воздухе до комнатной температуры) и после удаления окалины с поверхности металла сначала механическим способом (путем перегиба полосы

между роликами с одновременным растяжением), а затем пропусканием через ванны с растворами серной кислоты. Исследования фазового состава и дефектной субструктуры образцов стали осуществляли методами оптической и просвечивающей дифракционной электронной микроскопии ПЭМ [5, 6].

В результате термомеханической обработки в стали формируется поликристаллическая структура на основе  $\alpha$ -фазы (твердый раствор на основе ОЦК кристаллической решетки железа). Зерна  $\alpha$ -фазы фрагментированы, т.е. разделены малоугловыми границами на области преимущественно неравноосной формы (рис. 1). Относительная площадь зерна, занятая фрагментами, составляет примерно 0,8.

Средние поперечные размеры фрагментов составляют  $0,603 \pm 0,310$  мкм; интервал изменения поперечных размеров – от 0,3 до 1,5 мкм (рис. 2, *a*). Азимутальная



Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение структуры стали после прокатки (стрелками указаны изгибные экстинкционные контуры)



Рис. 2. Гистограммы поперечных размеров фрагментов стали после прокатки (*a*), а также после прокатки и удаления окалины (*б*)

составляющая угла полной разориентации фрагментов ( $\Delta$ ), определенная по относительному уширению рефлексов на микроэлектронограммах [5], составляет 2,8°. В объеме фрагментов, а также в объеме зерен, не содержащих малоугловых границ, присутствует дислокационная субструктура сетчатого типа (0,56 объема зерен) и хаотически распределенные дислокации (0,44 объема зерен). Скалярная плотность дислокаций , усредненная по всем типам субструктуры, составляет примерно 2,4·10<sup>10</sup> см<sup>-2</sup>.

На электронно-микроскопических изображениях структуры стали присутствуют изгибные экстинкционные контуры (рис. 1). Наличие изгибных экстинкционных контуров указывает на изгиб-кручение кристаллической решетки α-фазы, что, в свою очередь, свидетельствует о внутренних полях напряжений, формирующихся в стали в процессе термомеханической обработки [5-8]. Морфология изгибных экстинкционных контуров характеризует градиент изгиба-кручения кристаллической решетки материала, величина поперечного размера контуров – степень изгиба-кручения кристаллической решетки и амплитуду внутренних полей напряжений. В исследуемой стали контуры начинаются на границах раздела зерен и фрагментов. Следовательно, источниками кривизны-кручения материала (концентраторами напряжения) являются внутрифазные границы раздела. Статистический анализ изгибных экстинкционных контуров показал, что их средний поперечный размер  $h \approx 190$  нм. Плотность контуров (число контуров на единице площади изображения фольги)  $\eta \approx 1.3 \cdot 10^5$  мм<sup>-2</sup>; отметим, что эта характеристика указывает на количество концентраторов напряжений в стали. В обобщенном виде рассмотренные выше параметры структуры листового проката стали Ст08пс представлены в табл. 1, 2.

Удаление окалины не приводит к существенному изменению структуры стали (рис. 3): зерна фрагментированы; в объеме фрагментов выявляется дислокационная сетчатая субструктура или хаотически распределенные дислокации; границы зерен и фрагментов являются источниками кривизны-кручения кристаллической решетки стали, о чем свидетельствуют изгибные экстинкционные контуры. Отличия в структуре стали после удаления окалины выявляются при количественном

Таблица 1

Состояние	Размеры фрагментов, мкм		(2) 10 <sup>10</sup> at $-2$	Размеры контуров		
	Н	L	10 <sup>10</sup> , cm <sup>2</sup>	<i>h</i> , нм	η·10 <sup>5</sup> , мм <sup>−2</sup>	Δα, град.
1	$\frac{0,603 \pm 0,31}{\frac{0,28}{1,44}}$	>2,5	2,4	188,6	1,3	2,8
2	$\frac{0,31 \pm 0,14}{0,09} \\ 0,92$	$     \underbrace{\begin{array}{c}       0.80 \pm 0.32 \\       \underline{0.32} \\       2.20     \end{array}     $	3,0	196,0	2,3	3,6

Количественные характеристики субструктуры стали в состоянии после прокатки (1) и после прокатки и удаления окалины (2)

П р и м е ч а н и е. Через дробную черту приведены среднее, минимальное и максимальное значения.

Таблица 2

#### Объемные доли дислокационных субструктур в стали в состоянии после прокатки (1) и после прокатки и удаления окалины (2)

	Количество	Количество ДСС, %		
Состояние	без фрагментов	с неравноосными фрагментами	xaoc	сетки
1	20	80	56	44
2	25	75	6	94



Рис. 3. Электронно-микроскопическое изображение структуры стали Ст08пс после прокатки и последующего удаления окалины

анализе. Анализируя результаты (табл. 1, 2), обратим внимание на следующие моменты.

Во-первых, процесс удаления окалины приводит к существенному (в два и более раз) уменьшению средних размеров (рис. 2,  $\delta$ ) и увеличению (примерно в 1,3 раза) азимутальной составляющей угла полной разориентации фрагментов. Во-вторых, к эволюции дислокационной субструктуры, заключающейся в замещении хаотически распределенных дислокаций сетчатой дислокационной субструктурой, объемная доля которой увеличивается более чем в два раза; скалярная плотность дислокаций при этом увеличивается незначительно. В-третьих, к существенному (примерно в 1,8 раза) увеличению плотности концентраторов напряжений (количества изгибных экстинкционных контуров на единице площади фольги) при незначительном уменьшении поперечных размеров контуров. В-четвертых, к увеличению в 2,6 раза плотности дислокаций в границах раздела фрагментов, что вытекает из оценок, осуществленных с использованием соотношения работ [5, 6], связывающего величину плотности дислокаций, сосредоточенных в субграницах ( $<\rho>$ ), угол разориентации субграниц ( $\Delta$ ) и расстояние между субграницами (d):  $<\rho> = 2\Delta/bd$  (где b – вектор Бюргерса дислокаций).

Таким образом, выполненный методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии анализ дефектной субструктуры позволяет заключить, что удаление окалины с поверхности листового проката стали Ст08пс сопровождается существенным увеличением степени ее дефектности.

Удаление окалины с листового проката сопровождается появлением на металлографических шлифах полос повышенной (полосы типа *I*) и пониженной (полосы типа *II*) травимости, характерное изображение которых приведено на рис. 4. Структурно-фазовое состояние полос анализировали, изучая фольги, приготовленные из данных объемов материала.

Выполненные исследования показали, что оба типа полос имеют морфологически подобную, но количественно существенно различающуюся структуру. Анализируя количественные характеристики стали в полосах и вне полос (табл. 3, 4), можно выявить следующее.

Таблица З

Companya	Размеры фрагментов, мкм		$(2) 10^{10} \text{ ss}^{-2}$	Размеры контуров		A
Состояние	Н	L	<р>. 101, см -	<i>h</i> , нм	η·10 <sup>5</sup> , мм <sup>−2</sup>	Д, град.
	$0,31 \pm 0,14$	<u>0,76 ± 0,31</u>				
Тип <i>I</i>	<u>0,09</u> 0,92	<u>0,32</u> 1,52	3,2	192,0	2,6	2,80
	$0,31 \pm 0,14$	$0,83 \pm 0,33$				
Тип <i>II</i>	<u>0,12</u> 0,84	<u>0,32</u> 2,20	2,8	198,5	1,9	4,43
Примечание. Через дробную черту приведены среднее, минимальное и максимальное значения.						

Количественные характерстики субструктуры стали в полосах повышенной (тип *I*) и пониженной (тип *II*) травимости

Таблица 4

Объемные доли дислокационных субструктур в полосах повышенной (тип *I*) и пониженной (тип *II*) травимости

	Количество	Количество ДСС, %		
Состояние	без фрагментов	с неравноосными фрагментами	xaoc	сетки
Тип І	41	59	5	95
Тип ІІ	8	92	7	93



Рис. 4. Структура поверхности стали Ст08пс после удаления окалины с поверхности металла (стрелками указаны участки стали, выбранные для электронно-микроскопического анализы структуры и фазового состава)

Степень фрагментации и уровень разориентации (соответственно и количество дислокаций, сосредоточенных в границах) фрагментов существенно выше в полосах пониженной травимости; с другой стороны, количество концентраторов напряжений выше в полосах повышенной травимости.

Формирование полосчатой структуры при прокатке стали, как правило, связывают с ликвацией углерода и других легирующих элементов [9-12]. Действительно, выполненные в настоящей работе структурно-фазовые исследования показали, что относительное содержание перлита в полосах повышенной травимости в 2 – 3 раза выше по отношению к областям стали с пониженной травимостью. Этот факт означает, что формирование слитка стали сопровождается расслоением твердого раствора с образованием областей, обогащенных и обедненных углеродом. Последующая термомеханическая обработка слитков не способствует гомогенизации материала. Охлаждение листа от температуры конца прокатки сопровождается фазовым превращением с образованием зерен феррита и зерен перлита. При этом зерна перлита располагаются в стали неравномерно, группируются, как показали выполненные в настоящей работе исследования, преимущественно в полосах повышенной травимости.

Очевидно, что области стали с более высокой концентрацией углерода (большим содержанием зерен перлита), являются и более прочными, такие области будут подвергаться в меньшей степени деформационному воздействию при удалении окалины. Действительно, сравнительно малый уровень фрагментации и меньшая степень разориентации (соответственно, и меньшее количество дислокаций, сосредоточенных в границах) фрагментов в полосах повышенной травимости однозначно свидетельствуют о меньшей степени пластической деформации материала данных объемов стали. С другой стороны, различная прочность зерен феррита и перлита приводит, вследствие несовместности пластической деформации, к формированию упруго-напряженного состояния, что проявляется при электронно-микроскопических исследованиях материала методом тонких фольг, в повышенном уровне плотности концентраторов напряжений, выявляемых в полосах повышенной травимости (табл. 3).

**Выводы.** Процесс удаления окалины с тонколистового проката из стали Ст08пс, заключающийся в механическом воздействии (перегибание полосы между роликами с одновременным растяжением) и пропускании через ванны с растворами серной кислоты, сопровождается количественными изменениями структурно-фазовых состояний. Установлен факт неоднородного протекания деформации стали, что обусловлено эффектом ликвации углерода, выражающимся в формировании полос с повышенным содержанием зерен перлита.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Производство листового проката в валках переменного сечения / О.Е. Браунштейн, В.И. Базайкин, В.Е. Громов, В.В. Дорофеев. – Новокузнецк: изд. СибГИУ, 2008. – 116 с.
- Ефимов О.Ю., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф. Формирование структуры, фазового состава сталей и сплавов в упрочняющих технологиях обработки давлением. Новокузнецк: ИнтерКузбасс, 2012. 345 с.
- Матюк В.Ф. // Неразрушающий контроль и диагностика. 2011. № 1. С. 3 – 31.
- **4.** Сорокин В.Г. Марочник сталей и сплавов. М.: Машиностроение, 1989. – 640 с.
- 5. У тевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. М.: Металлургия, 1973. 584 с.
- Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон и др. – М.: Мир, 1968. – 574 с.
- Физика и механика волочения и объемной штамповки / В.Е. Громов, Э.В. Козлов, В.И. Базайкин и др. – М.: Недра, 1997. – 293 с.
- Закаленная конструкционная сталь: структура и механизмы упрочнения / Ю.Ф. Иванов, Е.В. Корнет, Э.В. Козлов, В.Е. Громов. – Новокузнецк: изд. СибГИУ, 2010. – 174 с.
- 9. Цепкин А.С., Румянцев М.И., Шубин И.Г., Питринина М.А. // Бюллетень «Черная металлургия». 2008. № 5. С. 37-40.
- Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей. – М.: Металлургия, 1982. – 184 с.
- Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1978. – 568 с.
- **12.** Франценюк И.В., Захаров А.Е. Ускоренное охлаждение листа. М: Металлургия, 1992. 186 с.

© 2014 г. Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов, Д.А. Косинов, С.В. Коновалов, С.А. Баранникова, Н.С. Дербичева Поступила 23 апреля 2013 г.

## THE STRUCTURE OF LOW CARBON STEEL ROLLED SHEETS AFTER MILL SCALE REMOVING

Yu.F. Ivanov<sup>1, 2</sup>, Dr. Eng., Professor
V.E. Gromov<sup>3</sup>, Dr. Eng., Professor
D.A. Kosinov<sup>3</sup>, student
S.V. Konovalov<sup>3</sup>, Cand. Eng., Assist. Professor
S.A. Barannikova<sup>4</sup>, Dr. Eng., Heading Researcher

<sup>1</sup>National Research Tomsk Polytechnic University (Tomsk, Russia)

<sup>2</sup> Institute of High Current Electronics Siberian Branch Russian Academy of Sciences (Tomsk, Russia)

<sup>3</sup> Siberian State Industrial University (Novokuznetsk, Kemerovo Region, Russia)

<sup>4</sup> Institute of Strength Physics and Materials Science Siberian Branch Russian Academy of Sciences (Tomsk, Russia)

*E-MAIL*: gromov@physics.sibsiu.ru

- *Abstract.* The analysis of structure-phase state changes in the low carbon steel during mill scale removing is carried out by methods of optical and transmission electron microscopy. The bands formation with the increased perlite content caused by carbon liquation is noted.
- *Keywords*: low-carbon steel, dislocation substructure, phase composition, plastic deformation, scale, density of dislocations.

### REFERENCES

- Braunshteyn O.E., Bazaykin V.I., Gromov V.E., Dorofeev V.V. Proizvodstvo listovogo prokata v valkah peremennogo sechenija (Production of flat rolled steel in beams of variable section). Novokuzneck: izd. SibGIU, 2008. 116 p.
- Efimov O.Yu., Gromov V.E., Ivanov Yu.F. Formirovanie struktury, fazovogo sostava staley i splavov v uprochnyayushchikh tehnologiyah obrabotki davleniem (Formation of the structure, phase composition of steels and alloys in hardening technologies forming). Novokuznetsk: InterKuzbass, 2012. 345 p.
- Matyuk V.F. Nerazrushajushhij kontrol' i diagnostika. 2011. № 1. Pp. 3-31.

- 4. Sorokin V.G. *Marochnik staley i splavov* (Grade list steels and alloys). Moscow: Mashinostroenie, 1989. 640 p.
- 5. Utevskiy L.M. *Difraktsionnaya elektronnaya mikroskopiya v metallovedenii* (Diffractive electron microscopy in physical metallurgy). Moscow: Metallurgiya, 1973. 584 p.
- Hirsh P., Hovi A., Nikolson R. etc. *Elektronnaya mikroskopiya tonkih kristallov* (Electron microscopy of thin crystals). Moscow: Mir, 1968. 574 p.
- Gromov V.E., Kozlov Ye.V., Bazaykin V.I. etc. Fizika i mehanika volocheniya i ob'emnoy shtampovki (Physics and mechanics of drawing and volume punching). Moscow: Nedra, 1997. 293 p.
- 8. Ivanov Yu.F., Kornet E.V., Kozlov Ye.V., Gromov V.E. Zakalennaya konstruktsionnaya stal': struktura i mekhanizmy uprochneniya (Hardened steel for construction: the structure and mechanisms of hardening). Novokuzneck: izd. SibGIU, 2010. 174 p.
- Tsepkin A.S., Rumyantsev M.I., Shubin I.G., Pitrinina M.A. Byulleten' «Chernaya metallurgiya». 2008. № 5. Pp. 37-40.
- Pikering F.B. *Fizicheskoe metallovedenie i razrabotka staley* (Physical metallurgy of steels and development). Moscow: Metallurgiya, 1982. 184 p.
- 11. Gorelik S.S. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* (Recrystallization of metals and alloys). Moscow: Metallurgija, 1978. 568 p.
- Frantsenyuk I.V., Zaharov A.E. Uskorennoe ohlazhdenie lista (Accelerated cooling the sheet). Moscow: Metallurgiya, 1992. 186 p.

Received April 23, 2013

УДК 621.793.184+539.216.2

# ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ КОМПОЗИТА TiN – TiNi, ПОЛУЧЕННОГО ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМ ОСАЖДЕНИЕМ

В.В. Рубаник<sup>1, 2</sup>, д.т.н., профессор, директор В.В. Рубаник<sup>1, 2</sup> (мл.), к.ф.-м.н., вед. научн. сотрудник, заведующий кафедрой Д.А. Багрец<sup>1</sup>, мл. научн. сотрудник В.П. Бобров<sup>1</sup>, научный сотдрудник

## <sup>1</sup> Институт технической акустики НАН Беларуси (Витебск, Беларусь) <sup>2</sup> Витебский государственный технологический университет (Витебск, Беларусь)

Аннотация. Исследовалась микротвердость композиции TiN – TiNi, полученной ионно-плазменным осаждением пленки нитрида титана на поверхность сплава TiNi. Показана возможность аналитически определять микротвердость тонких поверхностных слоев по методу восстановленного отпечатка. Предложенный режим осаждения защитного покрытия TiN на поверхность сплава TiNi позволил получить барьерный слой с твердостью, близкой к твердости основы, удовлетворяющей требованиям, предъявляемым к изделиям на основе никелида титана для применения в медицине.

Ключевые слова: никелид титана, сверхупругость, эффект памяти формы, защитные покрытия, ионно-плазменное осаждение, микротвердость.

*E-MAIL*: ita@vitebsk.by

В настоящее время сплавы на основе никелида титана (TiNi) широко применяются в различных отраслях науки и техники благодаря уникальным эффектам памяти формы и сверхэластичности. Проблема практического применения этих сплавов в медицине связана с необходимостью снижения концентрации атомов никеля, оказывающих токсическое воздействие на организм, в поверхностных слоях изделий из никелида титана и исключения их диффузии в биологическую среду [1-4]. Одним из способов повышения коррозионной стойкости и биосовместимости сплавов TiNi является создание на их поверхности барьерных слоев, в частности, методами ионно-плазменного осаждения покрытий на основе TiN [3, 5].

Известно, что покрытия TiN толщиной 5 – 10 мкм характеризуются высокими физико-механическими