

E xperimentální 2007

A nalýza

N apětí

RESIDUAL STRESS AND MICROHARDNESS DEPTH PROFILES IN SURFACE LAYERS OF SHOT-PEENED STEELS

HLOUBKOVÉ PROFILY ZBYTKOVÝCH NAPĚTÍ A MIKROTVRDOTI V POVRCHOVÝCH VRSTVÁCH BALOTINOVANÝCH OCELÍ

Nikolaj Ganev¹, Marian Čerňanský², Jan Drahokoupil³, Petr Boháč⁴, Radim Čtvrtlík⁵,
Martin Stranyánek⁶

Abstract: *The aim of the contribution is to present the results of X-ray diffraction analysis of both the macroscopic and microscopic residual stress (RS) gradients in shot-peened surface layers of two steels of the Czech grade ČSN 14220 and 17135. Mechanical properties of as-received materials were obtained by tensile tests. The instrumented nanoindentation testing was applied for surface layer characterization as well. The main goal of the investigations was to find correlations between the obtained depth distributions of lattice deformation and microhardness, and the mechanical properties of the studied materials.*

Keywords: *X-ray diffraction, residual stress, steel, microhardness*

1. Úvod

Kuličkování – brokování (shot peening, Kugelstrahlen, droběstnaja obrabotka) je metodou umožňující *za studena* opracovat povrch kovových dílů nárazy kovových, skleněných, případně keramických kuliček o průměru 0,3 až 3 mm. Jejich kinetická energie je dána rychlostí proudu stlačeného vzduchu, kapaliny nebo obvodovou rychlostí metacího kola. Tento způsob opracování povrchu je zvlášť vhodný pro členité součásti nepravidelných tvarů, s těžko přístupnými plochami.

¹ Doc. Ing. Nikolaj Ganev, CSc.: Katedra inženýrství pevných látek, FJFI ČVUT v Praze, Trojanova 13, 120 00 Praha 2, tel.: +420-224358604, e-mail: ganev@troja.fjfi.cvut.cz

² Ing. Marian Čerňanský, CSc.: Oddělení kovů, Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-266052898, e-mail: cernan@fzu.cz

³ Ing. Jan Drahokoupil: Oddělení kovů, Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-266052898, e-mail: jandrahokoupil@seznam.cz

⁴ Ing. Petr Boháč, CSc.: Oddělení vícevrstevných struktur, Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-266052959, e-mail: bohac@fzu.cz

⁵ Mgr. Martin Stranyánek: Oddělení vícevrstevných struktur, Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-266052963, e-mail: stranyanek@fzu.cz

⁶ Mgr. Radim Čtvrtlík: Oddělení vícevrstevných struktur, Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-266052963, e-mail: ctvrtlik@fzu.cz

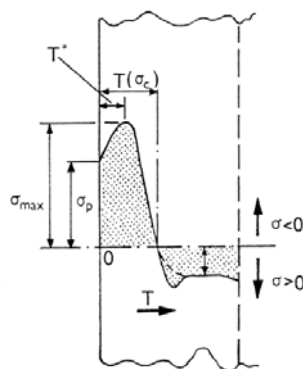
Údery kuliček vyvolávají v tenké povrchové vrstvě plastickou deformaci. Protože spodní vrstvy brání, aby se povrchová vrstva mohla rozšířit, vzniká v ní zbytkové tlakové napětí, které se při cyklickém namáhání v tahu odečítá od napětí tahového a tím vede ke zvýšení meze únavy materiálu. Relativně velké povrchové tlaky jsou uvnitř uvažovaného objektu kompenzovány malými tahy. Plastické tečení na povrchu materiálu vede ke stejným změnám mechanických vlastností jako při mechanickém zpevňování (tváření za studena).

Tato technologie se užívá zejména ke zvýšení únavové životnosti, k prevenci koroze pod napětím, k rovnání a tvarování součástí, čištění povrchu, odstraňování stop a závad po předchozím obrábění, k mechanickému zpevnění povrchů apod. [1]. Mikroskopické nerovnosti povrchu, vruby apod. se plasticky vyrovnají, resp. zacelí a tím se zabrání vzniku trhlin. Tlakové pnutí v povrchové vrstvě současně brání šíření již vzniklých trhlin. Protože téměř všechna únavová poškození a defekty generované korozí pod napětím vznikají na povrchu součástí, umožňuje kuličkování redukci hmotnosti součástí.

Pro optimalizaci únavových vlastností z toho vyplývá obecný požadavek: dosáhnout co největší tloušťky tlakově ovlivněné povrchové vrstvy, co největších zbytkových tlaků i zpevnění a zároveň co nejmenší drsnosti. Pro splnění uvedeného požadavku pomocí kuličkování lze využít několik empiricky zjištěných prakticky důležitých zákonitostí, jako např., že příznivý účinek kuličkování se mnohem výrazněji projeví na objektech s nehomogenitami napětí, než na součástkách, které mají napěťové pole homogenní [2].

Pro optimální konstrukci součástí je nutné vědět jaká je tloušťka tlakově předpjaté povrchové vrstvy, jaký je v ní průběh napětí, např. v jaké hloubce pod povrchem je maximum tlakových napětí apod. Zmíněné veličiny závisí na struktuře a vlastnostech materiálu a na intenzitě balotínování. Ta se určuje jako průhyb pásku s definovanými rozměry, strukturou a tepelným zpracováním (tzv. Almelův pásek). Např. intenzita 0.5 mmA způsobuje průhyb 0.5 mm pásku A [2].

Obecný charakter hloubkového profilu zbytkových napětí v povrchové vrstvě po kuličkování je na obr. 1.



Obr. 1. Průběh zbytkových napětí σ v různých vzdálenostech T od povrchu kuličkováného materiálu; $T(\sigma_c)$ – tloušťka tlakově předpjaté vrstvy, σ_p – povrchové napětí, σ_{max} – maximální hodnota tlakového napětí (v hloubce T^* pod povrchem), $\sigma > 0$ je tahové zbytkové napětí, tlakové zbytkové napětí $\sigma < 0$.

Zbytková tlaková napětí generovaná kuličkováním vzrůstají obecně s tvrdostí otryskávaného materiálu. Pokud jde však o tloušťku ovlivněné vrstvy, ta se při větší tvrdosti kuličkováného objektu naopak zmenšuje. Hodnota této veličiny závisí rovněž na kinetické energii E částic: $E = (\pi/12) s d^3 v^2$, kde s je hustota kuliček, d jejich průměr a v rychlost.

Účelem příspěvku je experimentální stanovení podpovrchových průběhů napětí a mikrotvrdosti ve vybraných materiálech po různých intenzitách balotínování a určení jejich vzájemné korelace, popř. jejich vztah k mechanickým vlastnostem materiálů.

2. Zkoumané materiály a použité metody

K výrobě zkušebních vzorků s rozměry $50 \times 50 \times 5 \text{ mm}^3$ byly použity dva materiály (**B**, **C**) na bázi železa:

- Mn–Cr ocel pro chemicko–tepelné zpracování - ČSN 14 220 (**B**),
- Cr–Mo speciální korozivzdorná ocel ČSN 17 135 (**C**).

Steel	Zastoupení příměsí ,váhová %			
	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>Mo</i>	<i>Cr</i>
B	0.14 – 0.19	1.1 – 1.4	–	0.8 – 1.1
C	0.17 – 0.23	0.5 – 1	0.8 – 1.2	10 – 12.5

Tabulka. 1 Chemické složení zkoumaných materiálů.

Připravené vzorky byly žihány při teplotě $550 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 2 hodin v argonové atmosféře za účelem odstranění zbytkových napětí vložených při jejich výrobě. Ochlazení na pokojovou teplotu bylo realizováno samovolně v uzavřené peci.

Balotínování obou čtvercových povrchů $50 \times 50 \text{ mm}^2$ vzorků bylo realizováno se dvěma odlišnými intenzitami dopadajících částic – $0,2 \text{ mmA}$, $0,4 \text{ mmA}$. Vzorek materiálu **B** s nižší intenzitou balotínování má označení **B11**, vyšší intenzita balotínování byla u vzorku **B13** a podobně je to u vzorků materiálu **C**.

2.1 Difrakční studium mřížkových deformací

Ke stanovení makroskopických napětí byla použita rentgenografická tenzometrická metoda „ $\sin^2\psi$ ” [3] na ω -goniometru *Siemens* se zářením rentgenky s chromovou anodou. Byla analyzována difrakční linie $\{211\}$ α -Fe. Hodnoty mřížkových deformací byly interpretovány napětím za předpokladu dvojsového stavu zbytkové napjatosti z experimentálně stanovených závislostí difrakčního úhlu 2θ na $\sin^2\psi$; ψ je úhel mezi povrchem vzorku a difraktujícími atomovými mřížkovými rovinami. K výpočtu napětí byly použity rentgenografické elastické konstanty $\frac{1}{2} s_2 = 5,76 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$, $-s_1 = 1,25 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$.

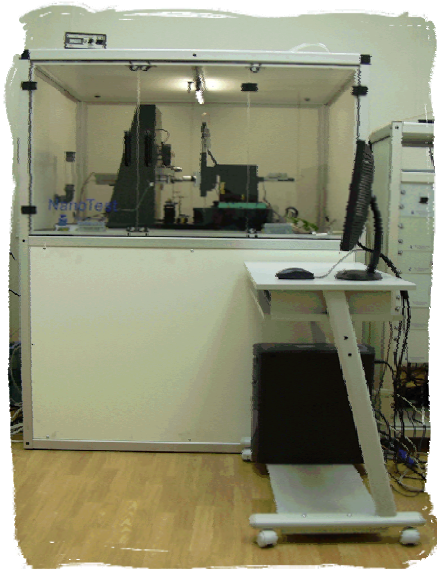
Mikroskopické deformace, resp. napětí byly určovány z tvaru difrakčních profilů stejné difrakční linie jako pro určení makroskopických napětí metodou Voigtovy funkce (tvarového faktoru – Single line Voigt function method) [4].

Elektrolytické leptání vzorků bylo prováděno na leštičce zn. *LectroPol-5* firmy *Struers* elektrolytem *A2* dodávaným výrobcem přístroje. Výkon pumpy čerpající elektrolyt byl nastaven na stupni 19, chladič systém udržoval teplotu elektrolytu v intervalu $15 - 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

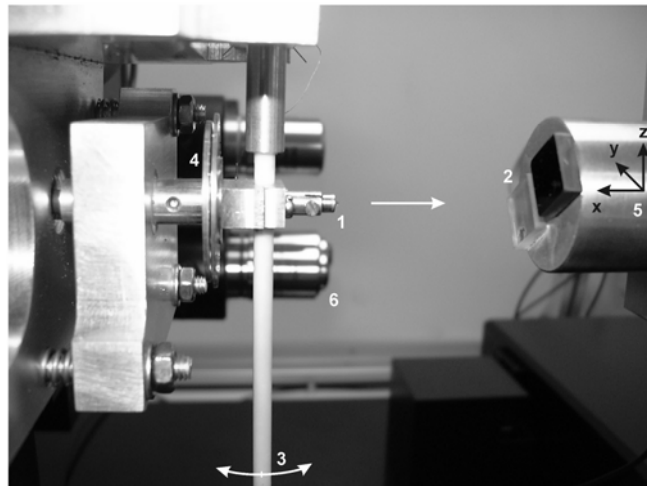
2.2 Nanoindentace

Použité zařízení *NanoTest NT600* (obr. 2 – 3) umožňuje hloubkově citlivou indentaci (*DSI* – depth sensing indentation), která byla provedena s diamantovým indentorem Berkovichova typu. Výpočet tvrdosti byl proveden z *DSI* křivek dle metody Olivera-Pharra [5].

Pro nanoindentační experimenty po hloubce, byly ze vzorků vyřezány menší kousky o rozměrech $10 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$. Zkoumaná strana byla vyleštěna. Každý vzorek byl indentován v několika různých bodech odpovídajících stejné vzdálenosti od balotinovaného povrchu. Maximální zatížení bylo 50mN. Celkový čas zatížení a odtížení byl 20s, doba výdrže při maximálním zatížení byla 10s.



Obr. 2. Celkový pohled na NanoTest NT600.

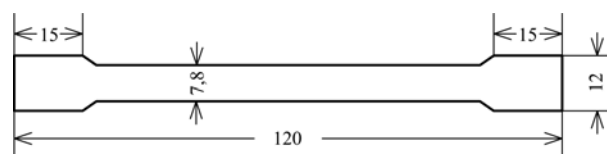


Obr. 3. Detail zařízení: 1 – indentor, 2 – vzorek, 3 – kyvadlo, 4 – desky kondenzátoru, 5 – držák vzorku (pohyb x-y-z), 6 - mikroskop

2.3 Metalografická analýza a mechanické zkoušky

Metalografické výbrusy připravené na příčných řezech, na kterých byla provedena nanoindentace, byly zkoumány v optickém mikroskopu *Zeiss Axio Imager Z1m*.

Ze studovaných materiálů byly připraveny speciální vzorky tvaru plochých tyček tloušťky 2 mm, viz obr. 4. Ty byly deformovány při pokojové teplotě na trhacím stroji *INSTRON 1195* s rychlostí deformace $4 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.



Obr. 4. Tvar vzorku pro trhací zkoušku, rozměry jsou v mm.

3. Výsledky a jejich diskuse

3.1 Rentgenová difrakce

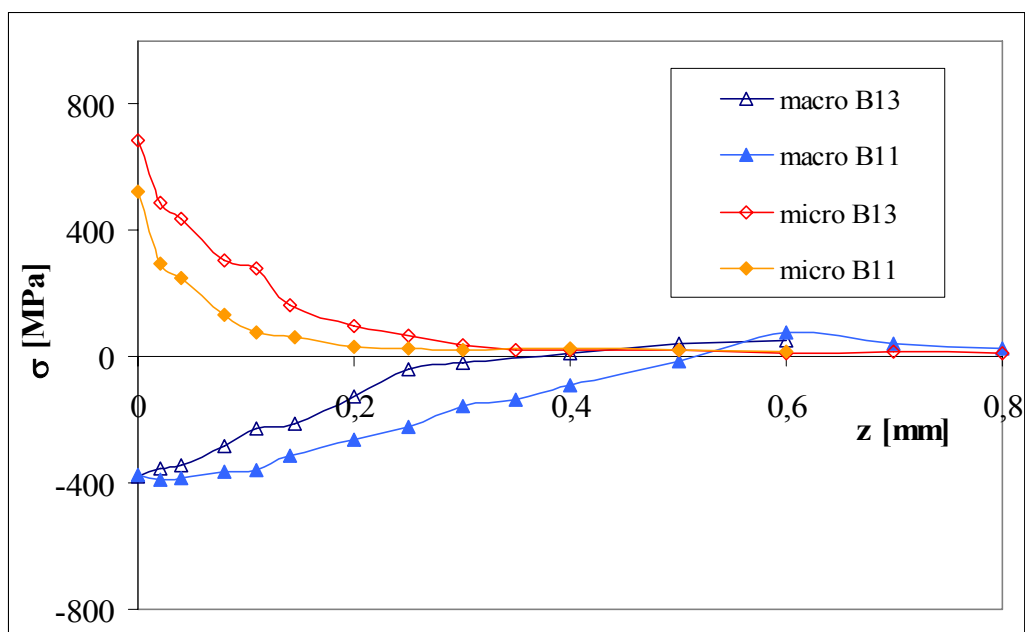
V následujících tabulkách (tab.2 a tab.3) jsou uvedeny závislosti makroskopických σ^{macro} a mikroskopických napětí σ^{micro} materiálu **B** na hloubce z . Na obr. 5 jsou tyto průběhy vyneseny do grafů.

z [mm]	σ^{macro} [MPa]	σ^{micro} [MPa]
0	-380	522
0,02	-352	295
0,04	-345	251
0,08	-282	131
0,11	-227	78
0,145	-213	63
0,2	-127	32
0,25	-37	29
0,3	-19	24
0,4	11	27
0,5	40	21
0,6	52	17

Tab. 2. Hloubkový průběh σ^{macro} a σ^{micro} vzorku **B11**.

z [mm]	σ^{macro} [MPa]	σ^{micro} [MPa]
0	-376	687
0,02	-390	487
0,04	-384	440
0,08	-362	305
0,11	-358	281
0,14	-314	163
0,2	-260	96
0,25	-224	67
0,3	-156	34
0,35	-134	21
0,4	-90	20
0,5	-15	22
0,6	76	11
0,7	39	16
0,8	26	14

Tab. 3. Hloubkový průběh σ^{macro} a σ^{micro} vzorku **B13**.



Obr. 5. Porovnání průběhu mikroskopických a makroskopických napětí pro materiál **B**.

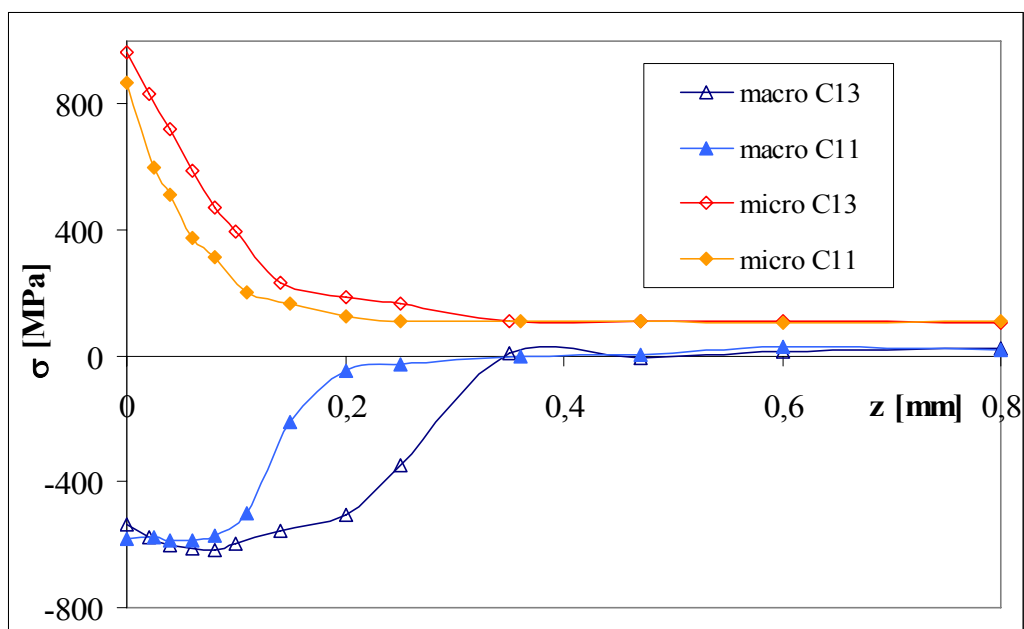
Tab. 4. a 5. obsahují hloubkové průběhy makroskopických a mikroskopických napětí pro materiál C a na obr. 6. jsou tyto závislosti vyneseny do grafů.

z [mm]	σ^{macro} [MPa]	σ^{micro} [MPa]
0	-580	868
0,025	-576	600
0,04	-589	514
0,06	-585	376
0,08	-571	314
0,11	-501	202
0,15	-213	164
0,2	-46	125
0,25	-27	110
0,36	-2	109
0,47	5	111
0,6	29	103
0,8	18	108

Tab. 4. Hloubkový průběh σ^{macro} a σ^{micro} vzorku C11.

z [mm]	σ^{macro} [MPa]	σ^{micro} [MPa]
0	-535	966
0,02	-575	832
0,04	-602	720
0,06	-612	587
0,08	-619	470
0,1	-598	396
0,14	-555	232
0,2	-504	185
0,25	-345	166
0,35	7	110
0,47	-7	111
0,6	11	109
0,8	23	107

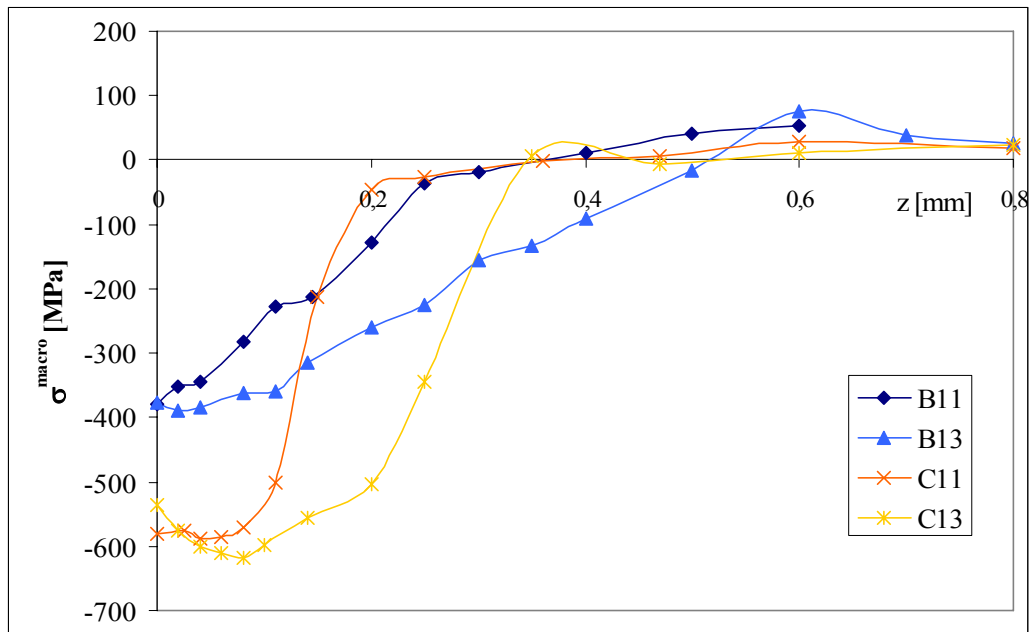
Tab. 5. Hloubkový průběh σ^{macro} a σ^{micro} vzorku C13.



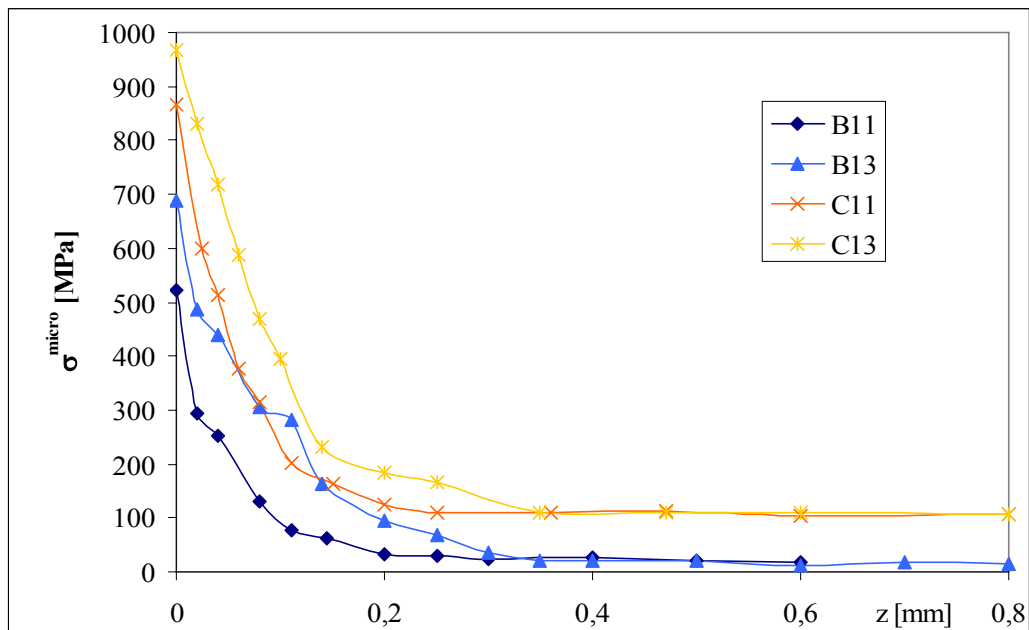
Obr 6. Porovnání průběhů mikroskopických a makroskopických napětí pro materiál C.

Povrchové hodnoty mikroskopických napětí intenzivněji balotinovaných vzorků **B13**, **C13** jsou pro oba materiály větší. Naproti tomu povrchové hodnoty makroskopických napětí téměř nezávisí na intenzitě balotinování. Intenzita balotinování se projevuje zejména v podpovrchových hodnotách napětí, a to jak mikroskopických tak makroskopických. Ovlivněná vrstva intenzivněji upravených povrchů je širší.

Porovnání hloubkového průběhu makroskopických napětí pro všechny čtyři sledované vzorky je na obr. 7. Hloubkový průběh mikroskopických napětí je znázorněn na obr. 8



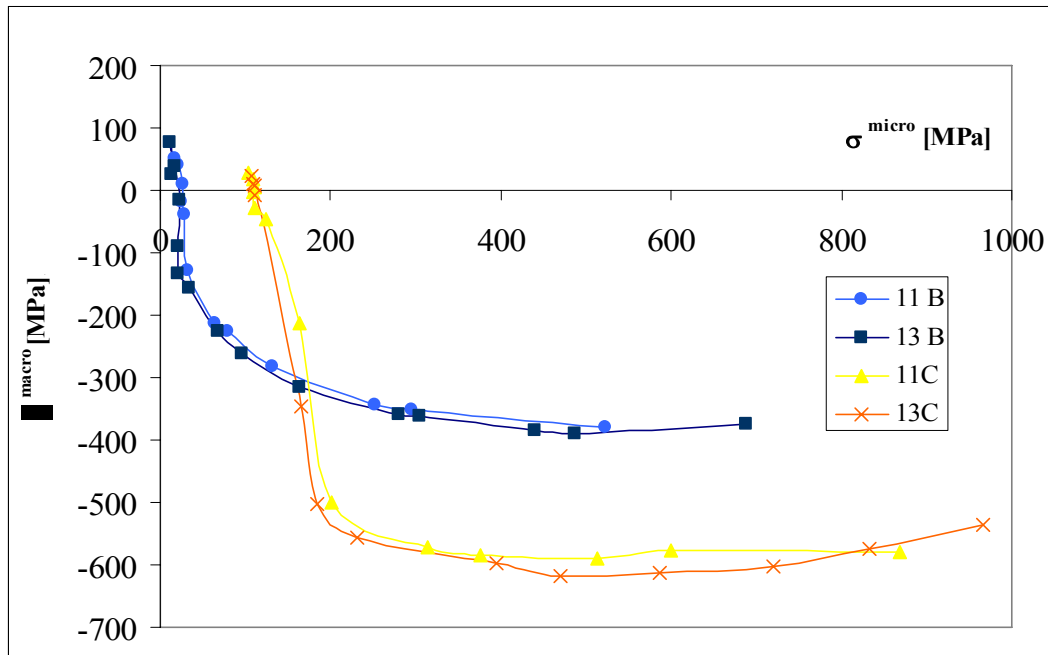
Obr. 7. Hloubkový průběh makroskopických napětí.



Obr. 8. Hloubkový průběh mikroskopických napětí.

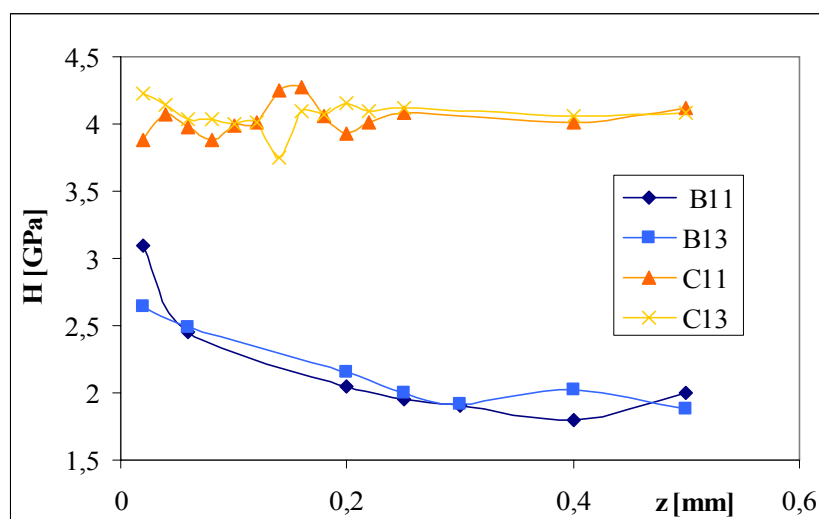
Porovnáním hloubkových průběhů makroskopických napětí můžeme konstatovat, že materiály **B** a **C** se výrazně liší. Průběh u materiálu **C** je strmější a je na něm dokonce pozorováno jisté maximum tlakových napětí v hloubce přibližně 70 μm . Tloušťka ovlivněné vrstvy se z hlediska obou sledovaných napět'ových charakteristik liší a bude ji dále věnována samostatná kapitola. V materiálu **C** jsou pozorovány nenulové hodnoty mikroskopických deformací i v neovlivněné části materiálu.

Na obr. 9. je patrný vzájemný vztah mezi mikroskopickým a makroskopickým napětím, který prakticky nezávisí na intenzitě tryskání a je převážně charakterizován vlastnostmi materiálu.



Obr. 9. Závislost makroskopických napětích na napětích mikroskopických.

3.2 Měření mikrotvrdosti



Obr. 10. Hloubkový průběh mikrotvrdosti H [GPa] pro zkoumané vzorky.

Na obr. 10. je zobrazen hloubkový průběh mikrotvrdomosti H [GPa] pro všechny čtyři zkoumané vzorky. Konkrétní hodnoty jsou v tab. 6. a 7. Je patrné, že balotínování u materiálu **C** tvrdost výrazně neovlivní. Pro materiál **B** lze pozorovat určitý pokles mikrotvrdomosti směrem od opracovaného povrchu do středu materiálu.

z [mm]	H [GPa]	
	B11	B13
0,02	3,1	2,65
0,06	2,45	2,48
0,2	2,05	2,16
0,25	1,95	2,01
0,3	1,9	1,91
0,4	1,8	2,02
0,5	2	1,88

Tab. 6. Závislost mikrotvrdomosti na hloubce pro vzorek B11 a B13.

z [mm]	H [GPa]	
	C11	C13
0,02	3,88	4,22
0,04	4,07	4,14
0,06	3,98	4,04
0,08	3,88	4,04
0,1	3,98	4,01
0,12	4,01	4,01
0,14	4,25	3,75
0,16	4,27	4,09
0,18	4,06	4,07
0,2	3,93	4,15
0,22	4,01	4,10
0,25	4,08	4,12
0,4	4,01	4,06
0,5	4,12	4,08

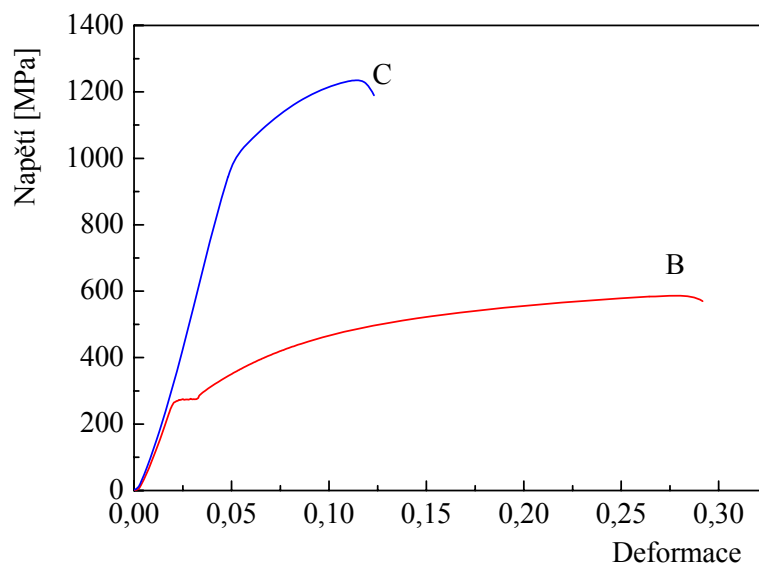
Tab. 7. Závislost mikrotvrdomosti na hloubce pro vzorek C11 a C13.

3.3 Tahové zkoušky a mikroskopie

Na obr. 11. jsou vyneseny hodnoty napětí v závislosti na deformaci pro studované materiály. Významné body těchto křivek jako mez kluzu, mez pevnosti a maximální prodloužení jsou shrnuty v tab. 8. Je patrné, že materiál **B** je snadněji tažitelný oproti materiálu **C**, který je pevnější, ale křehčí.

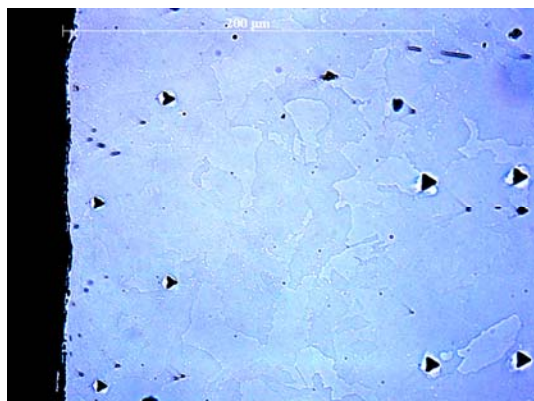
Materiál	Mez kluzu R_p [MPa]	Mez pevnosti R_m [MPa]	Max. prodlouž. ϵ_{max}
B	269	585	0,288
C	1007	1232	0,113

Tab. 8. Významné body tahových zkoušek

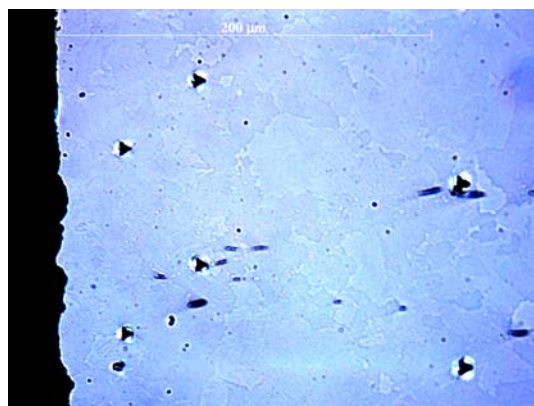


Obr. 11. Zkouška tahem plochých tyček z materiálu **B** a **C**.

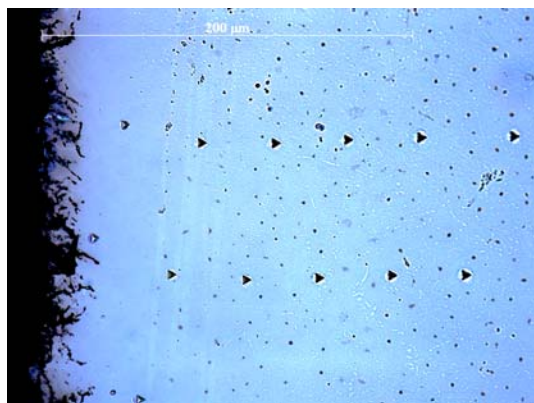
Po měření mikrotvrdomosti byly vzorky pozorovány v optickém mikroskopu (obr. 12, 13, 14, 15). Snímky jsou pořízeny v 50násobném zvětšení. Na levé straně je opracovaný povrch vzorku.



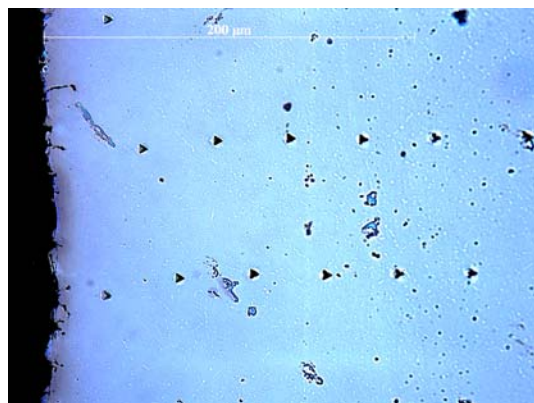
Obr. 12. Vzorek **B11**, zvětšeno 50x.



Obr. 13. Vzorek **B13**, zvětšeno 50x.



Obr. 14. Vzorek **C11**, zvětšeno 50x.



Obr. 15. Vzorek **C13**, zvětšeno 50x.

Černé tečky tvaru trojúhelníku, jsou místa, kde byla provedena nanoindentace. Vzorek **C11** má hodně porušenou povrchovou vrstvu. Ovlivněná povrchová oblast u vzorku **C11** je výrazně menší než u vzorku **C13**.

3.4 Šířka ovlivněné vrstvy a korelace sledovaných veličin

Tabulka 9. ilustruje tloušťku ovlivněné oblasti z hlediska jednotlivých sledovaných veličin, tj. tvrdost z_H , mikronapětí z_{micro} , makronapětí z_{macro} a tloušťka vizuálně odlišné povrchové vrstvy pozorované v mikroskopu z_m . Je to hranice kde hodnoty či struktura odpovídá neovlivněnému materiálu. V případě makronapětí uvažujeme hloubku, kde $\sigma^{macro} = 0$; kvůli rovnováze přechází pak makroskopické napětí ještě do oblasti tahů.

	z_H [μm]	z_{micro} [μm]	z_{macro} [μm]	z_m [μm]
B11	300	200	300	-
B13	300	350	500	-
C11	-	200	200	100
C13	-	350	350	150

Tab. 9. Tloušťka ovlivněné vrstvy vzorku z hlediska jednotlivých sledovaných parametrů.

Pro sledované veličiny byly spočteny korelační koeficienty, jejich definici lze nalézt např. v [6]. Korelační koeficient nabývá hodnoty z oboru -1 až $+1$. Hodnota -1 odpovídá úplně závislým nepřímo úměrným datům, hodnota 0 úplně nezávislým a hodnota $+1$ úplně přímo úměrně závislým datům. Hodnoty makroskopických a mikroskopických napětí byly interpolovány k hloubkám měření mikrotvrdomosti. Hodnoty korelačního koeficientu jsou v tab. 10. Je patrné, že pro materiál **B** všechny tři sledované parametry spolu korelují. Přitom je nejvýraznější korelace mezi mikrotvrdomostí a mikroskopickým napětím. Pro materiál **C** nejsou pozorovány významné korelace, s výjimkou nepřímo úměrné závislosti makroskopických a mikroskopických napětí.

	$H - \sigma^{macro}$	$H - \sigma^{micro}$	$\sigma^{micro} - \sigma^{macro}$
B11	-0,90	0,98	-0,94
B13	-0,91	0,98	-0,88
C11	0,36	-0,41	-0,80
C13	0,08	0,30	-0,55

Tab. 10. Hodnoty korelačního koeficientu sledovaných parametrů.

4. Závěry

- Materiál **C** má větší povrchové hodnoty zbytkových napětí (jak mikroskopických tak tlakových makroskopických) než materiál **B**.
- Intenzita balotínování se z hlediska napětí projevuje zejména hloubkou ovlivněné vrstvy. Povrchové hodnoty mikroskopických napětí jsou v případě větší intenzity větší. Naproti tomu povrchové hodnoty makroskopických napětí vzorků opracovaných s různou intenzitou balotínování jsou přibližně stejné.
- Pro balotínované vzorky materiálu **C** nebyla prokázána závislost mikrotvrdosti ani na vzdálenosti do povrchu ani na intenzitě balotínování. Pro vzorky materiálu **B** je patrná závislost mikrotvrdosti na vzdálenosti od opracovaného povrchu.
- Tahové zkoušky potvrdily větší tažnost a menší pevnost materiálu **B** vůči materiálu **C** [7].
- Mikroskopické snímky materiálu **B11** a **B13** jsou si podobné. Naproti tomu pro vzorky **C11** a **C13** je pozorována rozdílná ovlivněná oblast oproti výchozímu stavu, která je pro intenzivněji balotínovaný vzorek **C13** větší.
- Je pozorována významná korelace mezi mikrotvrdostí a mikroskopickými napětími pro materiál **B**.
- Ovlivněná oblast vzorků balotínovaných s menší intenzitou (**B11** a **C11**) je zhruba 250 μm hluboká, pro větší intenzitu balotínování (vzorky **B13** a **C13**) je tato oblast zhruba o 100 μm hlubší, tj. je cca 350 μm .

Poděkování: Tato práce vznikla v rámci realizace projektu Grantové agentury České republiky č. 106/07/0805.

Literatura

- [1] Behnken, H., Hauk, V., Kruger, B.: *Microstresses caused by uniaxial deformation and by mechanical surface treatments*. Zeitschrift für Metallkunde, 93 (2002) 147-154.
- [2] Ganev, N., Čerňanský, M., Drahekoupil, J., Kolařík, K.: *Contribution to Diffraction Analysis of Macroscopic and Microscopic Residual Stresses in Surface Layers of Shot-peened Steels*. CD-ROM of Proceedings EAN 2005.
- [3] Kraus I., Ganev N.: *Technické aplikace difrakční analýzy*. Vydavatelství ČVUT, Praha, 2004, s. 171.
- [4] De Keijser, Th.H., Langford, J.I., Mittemeijer, E.J., Vogels, A.B.P.: *Use of the Voigt function in a single-line method for the analysis of X-ray diffraction line broadening*. Journal of Applied Crystallography, 15 (1978) 308-314.
- [5] Oliver, W.C., Pharr, G.M.: *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and sensing indentation experiments*. Journal of Materials Research, 7 (1992) 1564-1583.
- [6] Brant, S.: *Statistical and Mechanical Methods in Data Analysis*. North Holland Publishing, New York, 1970.
- [7] Ganev, N. – Čerňanský, M. – Novák, V. – Drahekoupil, J.: In: 23rd Danubia-Adria Symposium on Experimental Methods in Solid Mechanics, September 26 – 29, 2006, Podbanské – Žilina: University of Žilina, 2006, s. 17 – 18.