

DREAM

<http://dream-journal.org>

ISSN 2410-9908

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5

Diagnostics, Resource and Mechanics *of materials and structures*



5, 2017
September-October

<http://dream-journal.org>

Editor-in-Chief: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)
Deputy Editors-in-Chief: **Sergey V. Smirnov**, **Sergey V. Gladkovsky**

Editorial Council

Chairman: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)

Anatoly A. Burenin (Russia)
Robert V. Goldshtein (Russia)
Irina G. Goryacheva (Russia)
Janez Grum (Slovenia)
Mikhail P. Lebedev (Russia)
Leopold I. Leontiev (Russia)
Evgeny V. Lomakin (Russia)
Valery P. Matveenko (Russia)
Nikolay A. Makhutov (Russia)
Mitko M. Mihovski (Bulgaria)
Nikita F. Morozov (Russia)
Vladimir V. Moskvichev (Russia)
Sergey V. Panin (Russia)
Sergey G. Psakhye (Russia)
Vasily M. Fomin (Russia)
Shao Wen-zhu (China)

Editorial Board

Boris V. Artyemyev (Moscow)
Vladimir A. Bataev (Novosibirsk)
Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg)
Vera V. Berezovskaya (Ekaterinburg)
Alexander A. Bogatov (Ekaterinburg)
Sergey V. Burov (Ekaterinburg)
Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg)
Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg)
Mladen N. Georgiev (Sofia, Bulgaria)
Vladimir G. Degtyar (Miass)
Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg)
Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg)
Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg)
Anatoly V. Konovalov (Ekaterinburg)
Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg)
Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg)
Lev A. Merzhievsky (Novosibirsk)
Radik R. Mulyukov (Ufa)
Vitaly V. Muravyov (Izhevsk)
Aleksandr P. Nichipuruk (Ekaterinburg)
Oleg A. Plekhov (Perm)
Anna M. Povlotskaya (Ekaterinburg)
Nataliya B. Pugacheva (Ekaterinburg)
Igor Yu. Pyshmintsev (Chelyabinsk)
Anatoly B. Rinkevich (Ekaterinburg)
Roman A. Savray (Ekaterinburg)
Alexander S. Smirnov (Ekaterinburg)
Yury V. Subachev (Ekaterinburg)
Alexander I. Ulyanov (Izhevsk)
Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Eelena E. Verstakova, editor of the English translation
Irina M. Tsiklina, editor of Russian texts
Anna V. Garieva, maker-up
Galina V. Torlopova, associate editor
Raul N. Shakirov, site admin

Postal address: Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., 620049, Ekaterinburg, Russian Federation
phone: +7 (343) 375-35-83,
fax: +7 (343) 374-53-30
e-mail: dream-journal@mail.ru
<http://dream-journal.org>

Главный редактор: Горкунов Эдуард Степанович – академик РАН, д.т.н.
Заместители главного редактора: **Сергей Витальевич Смирнов**, д.т.н.; **Сергей Викторович Гладковский**, д.т.н.

Редакционный совет:

Председатель совета – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Буренин Анатолий Александрович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Гольдштейн Роберт Вениаминович, д.ф.-м.н., член-корр. РАН (Россия)
Горячева Ирина Георгиевна, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Грум Янез, Ph.D, (Республика Словения)
Лебедев Михаил Петрович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)
Леонтьев Леопольд Игоревич, академик РАН, д.т.н. (Россия)
Ломакин Евгений Викторович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Матвеев Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия)
Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)
Миховски Митко Минков, д.т.н. (Республика Болгария)
Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия)
Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия)
Псахье Сергей Григорьевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Шао Вэнь-чжу, профессор (Китай)

Редакционная коллегия:

Главный редактор – **Горкунов Эдуард Степанович**, академик РАН, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Смирнов Сергей Витальевич**, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Гладковский Сергей Викторович**, д.т.н. (Екатеринбург)

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)
Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)
Беляев Александр Константинович, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)
Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург)
Богатов Александр Александрович, д.т.н. (Екатеринбург)
Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)
Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария)
Дегтярь Владимир Григорьевич, академик РАН, д.т.н. (Миасс)
Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Задворкин Сергей Михайлович, к.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург)
Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Макаров Алексей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)
Мержиевский Лев Алексеевич, д.т.н. (Новосибирск)
Мулюков Радик Рафикович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Уфа)
Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск)
Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург)
Плехов Олег Анатольевич, д.ф.-м.н. (Пермь)
Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург)
Пугачева Наталия Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург)
Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск)
Ринкевич Анатолий Брониславович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург)
Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург)
Субачев Юрий Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск)
Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык
Циклина Ирина Михайловна – редактор текста
Гариева Анна Валерьевна – верстальщик текста
Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора
Шакиров Рауль Нурович, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции:

Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УРО РАН
телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30
e-mail: dream-journal@mail.ru
http://dream-journal.org

CONTENTS

Vykhodets V. B., Kurennykh T. E. Solubility of deuterium in YSZ10 zirconium dioxide nanoparticles.	6
Stolbovsky A. V., Popov V. V., Popova E. N., Falakhutdinov R. M. Effect of severe plastic deformation by high-pressure torsion on the structure and properties of copper and tin bronze.	13
Saraev Yu. N., Gladkovsky S. V., Lepikhin S. V., Dvoynikov D. A., Kamantsev I. S., Veselova V. E. Influence of welding technology on the structure, mechanical properties and fracture toughness of 09G2S steel welded joints.	23
Savrai R. A., Makarov A. V., Malygina I. Yu., Rogovaya S. A., Osintseva A. L. Improving the strength of the AISI 321 austenitic stainless steel by frictional treatment.	43
Dmitriev S. F., Ishkov A. V., Katasonov A. O., Malikov V. N., Sagalakov A. M. Superminiature eddy-current transducers for thickness studies.	63
Egorova L. Yu., Khlebnikova Yu. V., Pilyugin V. P., Chernyshev E. G. Initial stages in the evolution of the structure of a zirconium pseudo-single crystal during shear deformation under pressure.	70

СОДЕРЖАНИЕ

Выходец В. Б., Куренных Т. Е. Растворимость дейтерия в наночастицах диоксида циркония YSZ10.	6
Столбовский А. В., Попов В. В., Попова Е. Н., Фалахутдинов Р. М. Влияние интенсивной пластической деформации методом кручения под высоким давлением на структуру и свойства меди и оловянистой бронзы.	13
Сараев Ю. Н., Гладковский С. В., Лепихин С. В., Двойников Д. А., Каманцев И. С., Веселова В. Е. Влияние технологии сварки на структуру, механические свойства и характеристики трещиностойкости сварных соединений из стали 09Г2С.	23
Саврай Р. А., Макаров А. В., Малыгина И. Ю., Роговая С. А., Осинцева А. Л. Повышение прочности коррозионностойкой аустенитной стали AISI 321 фрикционной обработкой.	43
Дмитриев С. Ф., Ишков А. В., Катасонов А. О., Маликов В. Н., Сагалаков А. М. Сверхминиатюрные вихретоковые преобразователи для задач толщинометрии.	63
Егорова Л. Ю., Хлебникова Ю. В., Пилюгин В. П., Чернышев Е. Г. Начальные этапы эволюции структуры псевдомоноткристаллического циркония при деформации сдвигом под давлением.	70



SOLUBILITY OF DEUTERIUM IN YSZ10 ZIRCONIUM DIOXIDE NANOPARTICLES

V. B. Vykhodets, T. E. Kurennykh*

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., 620990, Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: kurennykh@imp.uran.ru

Address for correspondence: 18 S. Kovalevskoy St., 620990, Ekaterinburg, Russian Federation
Tel.: +7 343 378 38 46; fax: +7 (343) 374 52 44

For cubic zirconia doped with yttrium oxide, data have been obtained that attest to the high sensitivity of the solubility of deuterium in nanopowders to oxygen deficiency in the volume of nanoparticles and to surface structural defects. The investigation is performed on nanopowders synthesized by laser sputtering of a ceramic target. An accelerating technique of nuclear reactions is used to measure deuterium concentration. It has also been found that the deuterium concentration on the surface of nanoparticles decreases when they are irradiated with deuterons, this effect being due to the selective sputtering of dissolved deuterium atoms by accelerator beam ions. It is concluded that investigations of deuterium solubility and ion sputtering of deuterium atoms by accelerated deuterons are an effective tool for obtaining information on the defect structure of oxide nanoparticles.

Keywords: solubility of deuterium, nanopowder, nanoparticle, oxygen deficiency, nuclear reaction technique, ion sputtering, zirconia

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.006-012

References

1. Kamat P. V. TiO₂ Nanostructures: Recent Physical Chemistry Advances // J. Phys. Chem. C. – 2012. – Vol. 116. – P. 11849–11851. – DOI: 10.1021/jp305026h
2. Size-Controlled Growth of TiO₂ nanowires by Oxidation of Titanium Substrates in the Presence of Ethanol Vapor / S. Daothong, N. Songmee, S. Thongtem, P. Singjai // Scr. Mater. – 2007. – Vol. 57. – P. 567–570. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2007.06.030
3. High-Temperature Ferromagnetism in Co-implanted TiO₂ Rutile / N. Akdogan, A. Nefedov, H. Zabel, K. Westerholt, H.-W. Becker, C. Somsen, Ş. Gök, A. Bashir, R. Khaibullin, L. Tagirov // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2009. – Vol. 42. – P. 115005-1–115005-11. – DOI: 10.1088/0022-3727/42/11/115005
4. Direct Observation of Tunable Surface Structure and Reactivity in TiO₂ Nanopowders / V. B. Vykhodets, K. G. Johnson, T. E. Kurennykh, I. V. Beketov, O. M. Samatov, A. I. Medvedev, E. A. A. Jarvis // Surface Science. – 2017. – Vol. 665 C. – P. 10–19. – DOI: 10.1016/j.susc.2017.08.001
5. Brunauer S., Emmett P. H., Teller E. Adsorption of gases in multimolecular layers // J. Am. Chem. Soc. – 1938. – Vol. 60. – P. 309–319. – DOI: 10.1021/ja01269a023
6. Sputtering by Particle Bombardment I. Physical sputtering of Single-Element Solid / ed. by R. Behrisch. – Berlin, Heidelberg, New York : Springer-Verlag, 1981. – 335 p.
7. Sputtering by Particle Bombardment II. Sputtering of Alloys and Compounds, Electron and Neutron Sputtering. Surface Topography / ed. by R. Behrisch. – Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo : Springer-Verlag, 1983. – 485 p.



Подана в журнал: 06.11.2017
УДК 544.6:544.16:539.2:517.958
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.006-012

РАСТВОРИМОСТЬ ДЕЙТЕРИЯ В НАНОЧАСТИЦАХ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ YSZ10

В. Б. Выходец, Т. Е. Куренных*

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

*Ответственный автор. Электронная почта: kurennykh@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация
Телефон: +7 (343)3783846; факс: +7 (343)3745244

Для кубического диоксида циркония, легированного оксидом иттрия, получены данные, свидетельствующие о высокой чувствительности растворимости дейтерия в нанопорошках к кислородному дефициту в объеме наночастиц и к поверхностным структурным дефектам. Исследование выполнено на нанопорошках, синтезированных по технологии лазерного распыления керамической мишени. Для измерения концентрации дейтерия использована ускорительная методика ядерных реакций. Также установлено, что концентрация дейтерия на поверхности наночастиц уменьшается при их облучении дейтронами, этот эффект обусловлен селективным распылением растворенных атомов дейтерия ионами пучка ускорителя. Сделано заключение, что исследования растворимости дейтерия и ионного распыления атомов дейтерия ускоренными дейтронами являются эффективным инструментом для получения информации о дефектной структуре оксидных наночастиц.

Ключевые слова: растворимость дейтерия, нанопорошок, наночастица, кислородный дефицит, методика ядерных реакций, ионное распыление, диоксид циркония.

1. Введение

Оксидные нанопорошки широко используются в различных областях техники: в машиностроении – для получения конструкционных материалов, электронике, оптоэлектронике, катализе, электрохимических генераторах, преобразователях солнечной энергии, устройствах для получения водорода, спинтронике, газовых сенсорах и т. д. [1–3]. В связи с этим во многих работах проводились исследования кристаллической и дефектной структуры оксидных наночастиц, их магнитных свойств, эволюции дефектной структуры при термической обработке нанопорошков и т. д. Соответствующие исследования проводились с использованием широкого набора методик: рентгеновской дифракции, просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, позитронной аннигиляции, спектроскопии Доплеровского уширения, намагниченности насыщения. В этих исследованиях были получены данные о существовании в наночастицах оксидов широкого спектра точечных дефектов: моновакансий кислорода и металла, кластеров кислородных вакансий, междоузельных атомов металла и более сложных по составу точечных дефектов. Общей проблемой подобного типа исследований является получение информации о концентрации точечных дефектов в наночастицах, включая данные о концентрациях точечных дефектов, расположенных на поверхности и в объеме наночастиц, типах и характеристиках дефектов. В целом с помощью существующих классических методик не удалось получить детальную информацию о дефектной структуре оксидных наночастиц и актуальной задачей является разработка новых подходов для исследования этих вопросов.



В настоящей работе ставилась задача получения информации о дефектной структуре оксидных наночастиц с помощью измерений в них растворимости дейтерия. Эти исследования были начаты в работе [4], их постановка определялась следующими соображениями. В массивных оксидах металлов с совершенной структурой водород практически не растворим, и заметная растворимость имеет место только в оксидах, содержащих структурные вакансии в кислородной подрешетке, следовательно, можно ожидать, что в оксидных наночастицах растворимость водорода будет чувствительна к точечным дефектам, расположенным в объеме и на поверхности наночастиц, а также к их типу. Поскольку атомы водорода (дейтерия) очень быстро диффундируют в твердых телах, в случае малого размера частиц можно определенно рассчитывать на то, что атомы водорода (дейтерия) будут взаимодействовать с точечными дефектами, расположенными как в объеме, так и на поверхности наночастиц. Другими словами, подход к исследованию точечных дефектов в оксидных наночастицах, основанный на измерении растворимости водорода, может иметь универсальный характер с точки зрения пространственного расположения дефектов. Выбор для настоящего исследования газообразного дейтерия, а не водорода в качестве среды, в которой проводился отжиг нанопорошков, обусловлен двумя обстоятельствами. Во-первых, концентрация дейтерия в нанопорошках легко может быть измерена с помощью ускорительной методики ядерных реакций. В противоположность этому, измерение концентрации основного изотопа водорода (протия) в нанопорошках является более сложной задачей. Во-вторых, использование атомов дейтерия в качестве зонда предпочтительнее, чем атомов протия, поскольку дейтерий практически отсутствует в природной смеси изотопов водорода, что позволяет избежать его неконтролируемого поступления в порошки.

В настоящее время нет возможности сделать обоснованные прогнозы по поводу эффективности предлагаемого подхода с точки зрения дифференциации типов точечных дефектов, например, нельзя утверждать, что методика, основанная на измерении растворимости дейтерия, будет способна отличить моновакансии от кластеров вакансий или вакансии в катионной и анионной подсистемах оксида. Учитывая это, мы рассматриваем исследуемый здесь подход как дополнение к существующим методикам, при использовании которых может быть идентифицирован тип точечных дефектов.

Выбор в работе в качестве объекта исследований кубического диоксида циркония, легированного оксидом иттрия, обусловлен тем, что в этом массивном оксиде имеются точечные дефекты, а именно – вакансии в кислородной подрешетке и связанный с ними кислородный дефицит. По этой причине в наночастицах легированного диоксида циркония неизбежно будут присутствовать точечные дефекты как на поверхности, так и в объеме наночастиц. При выборе материала для исследования также принималось во внимание что диоксид YSZ10, содержащий 10 мол. % оксида Y_2O_3 , является важным техническим материалом.

2. Образцы и методики

Исследование проведено на нанопорошках, полученных с помощью технологии лазерного испарения керамической мишени. Исходным материалом для изготовления мишени был коммерческий микропорошок YSZ10 (ZrO_2-10 моль % Y_2O_3). По данным рентгенофазового анализа (РФА), он имел кубическую структуру с периодом решетки 0,5145 нм. Формула оксида может быть представлена в виде $Zr_{0,82}Y_{0,18}O_{2-\delta}$, или $Zr_{0,82}Y_{0,18}O_{1,91}$. Из соображений электронейтральности можно сделать следующую оценку концентрации структурных кислородных вакансий в оксиде YSZ10: она равна $\delta/3 = 3$ ат. %. Перед изготовлением мишени кислородная подсистема исходного микропорошка была обогащена изотопом ^{18}O . Для этого проводился отжиг исходного порошка в проточном кислороде, обогащенном на 80 % изотопом ^{18}O . Температура отжига была 800 °С, продолжительность 24 ч, давление кислорода 1 атм. Отжиг проводился в алундовой трубе, в ней размещались таблетки, полученные прессованием из исходного порошка. Диаметр



таблеток был 15 мм, толщина 10–15 мм, плотность – 35–40 % от теоретической. Прессование проводилось при комнатной температуре. Плотность таблеток составляла 35–40 % от теоретической. После отжига проводился размол таблеток в механической ступке из оксида циркония. Удельная поверхность порошка после размолта таблеток составила 2,2 м²/г. По данным методики ядерного анализа (NRA), степень обогащения кислородной подсистемы оксида изотопом ¹⁸O была около 15 %. Из микропорошка, обогащённого изотопом ¹⁸O, была изготовлена таблетка диаметром 60 мм, которая служила мишенью при использовании технологии лазерного испарения. При изготовлении мишени осуществлялось прессование порошка на воздухе при комнатной температуре.

Для получения нанопорошков использовался волоконный иттербиевый лазер с длиной волны 1,07 мкм, максимальная мощность 1 кВт. Для того чтобы исключить протекание процессов кислородного изотопного обмена при синтезе нанопорошков, лазерное испарение керамической мишени проводилось в среде инертных газов (аргона или гелия). Методика, которая использовалась в работе, предполагает синтез нанопорошков с различным средним размером частиц в широком диапазоне значений удельной поверхности. С этой целью при синтезе варьировались сорт инертного газа (аргон или гелий), давление газа, мощность лазера, использовался как импульсный, так и непрерывный режим лазерного облучения мишени. При использовании импульсного режима длительность импульсов была 60 мкс, частота 5 кГц. Излучение лазера фокусировалось на мишени с помощью оптической системы Optoskand d25 f60/200, она обеспечивала плотность мощности лазерного облучения на поверхности мишени до 10⁷ Вт/см². Для достижения равномерного износа мишени при лазерном облучении осуществлялось вращение мишени вокруг своей оси и её возвратно-поступательные перемещения в плоскости, перпендикулярной оси лазерного пучка.

Удельные поверхности порошков определялись с помощью БЭТ-методики [5]. По данным просвечивающей электронной микроскопии, нанопорошки имели узкие распределения частиц по размерам и частицы с размером больше 1 мкм в них отсутствовали. Это связано с тем, что установка для синтеза содержала устройство для отделения крупных частиц. Все нанопорошки и исходный микропорошок были однофазными и имели кубическую решётку. Ширина дифракционных линий монотонно увеличивалась при возрастании удельной поверхности порошков. Форма линий свидетельствовала о практическом отсутствии в нанопорошках аморфной фазы и микронапряжений.

Средние концентрации дейтерия ²H в порошках определяли с помощью методики ядерных реакций на 2 МВ ускорителе Ван де Граафа, использовали реакцию ²H(d, p)³H при энергии дейтронов 650 кэВ. Для проведения измерений частицы нанопорошков оксида впрессовывали в индиевую пластину. Измерения в основном проводили при комнатной температуре образцов, а некоторые исследования – при 60 и –60 °С. В этих случаях применяли специальный держатель образцов. В нем для получения необходимой температуры использовали проточный жидкий азот и резистивный нагреватель. Температуру образца измеряли с помощью хромель-алюмелевой термопары, диаметр первичного пучка дейтронов составлял 2 мм. Регистрация продуктов ядерной реакции (протонов) проводилась с помощью кремниевого поверхностно-барьерного детектора диаметром около 10 мм, угол регистрации был 160°. Доза облучения, т. е. число частиц первичных пучков, падающих на образец, определялась с помощью вторичного монитора, статистическая погрешность в этих измерениях была около 0,5 %. При математической обработке спектров продуктов ядерной реакции использовали приближенную процедуру сравнения спектров от исследуемых образцов и эталонного образца с постоянной по глубине концентрацией дейтерия. Систематическая ошибка в измерении концентрации, связанная с использованием приближенной процедуры, не превышала 1 %. Эталонным образцом при измерении концентрации дейтерия был дейтерид ZrCr₂D₄. Среднеквадратичные ошибки при измерениях концентрации дейтерия были около 10 %.



Изотермические отжиги нанопорошков в газообразном дейтерии проводили в кварцевой трубе при 400 °С, продолжительность отжигов была 1 ч, давление дейтерия – 0,6 атм., Кварцевая труба с порошками размещалась внутри массивного металлического цилиндра. В этих условиях градиент температуры в зоне расположения порошков практически отсутствовал. Температуру измеряли с помощью хромель-алюмелевой термопары с точностью 1 °С. Время, необходимое для достижения температуры отжига, составляло 10 мин, а время охлаждения образцов до комнатной температуры – 1 мин. Удельная поверхность порошков при отжиге уменьшалась, максимальное ее изменение составляло 1,5 раза.

3. Результаты и обсуждение

Из данных рис. 1 видно, что концентрация дейтерия C_D линейно возрастала при увеличении удельной поверхности S нанопорошков, при этом значение концентрации дейтерия при экстраполяции на $S = 0$ составило $C_{D0} \approx 0,75$ ат. %.

В работе [4] при исследовании нанопорошков диоксида титана было установлено, что концентрация дейтерия уменьшалась при облучении порошков дейтронами. Из рис. 2 видно, что в случае оксида YSZ10 также имеет место уменьшение концентрации C_D , при этом C_D уменьшалась до значения, близкого к концентрации дейтерия в объеме наночастиц. Соответствующие исследования были проведены при комнатной температуре нанопорошка, а также при –60 и 60 °С. Было установлено, что кинетика уменьшения концентрации дейтерия не зависела от температуры образца. В то же время, концентрация дейтерия в порошках не изменялась при их хранении на воздухе или в вакууме в течение нескольких суток при комнатной температуре.

Полученные результаты были интерпретированы в модели, согласно которой атомы дейтерия взаимодействуют с точечными дефектами, расположенными в объеме оксида YSZ10, а именно – со структурными кислородными вакансиями, а также с точечными дефектами, локализованными вблизи поверхности наночастицы. Об этом свидетельствует наличие линейной зависимости $C_D(S)$. Обращает на себя внимание, что концентрация дейтерия в объеме наночастиц C_{D0} имеет тот же порядок величины, что и концентрация структурных кислородных вакансий в оксиде YSZ10. В разд. 2 приведено ее значение – 3 ат. %, что свидетельствует о том, что энергия связи атома дейтерия с кислородной вакансией не очень сильно отличается от энергии связи атомов дейтерия в молекуле D_2 , т. е. превышает 2 эВ.

На основании полученных результатов было сделано заключение, что уменьшение концентрации дейтерия в нанопорошках при их облучении дейтронами обусловлено распылением ионами пучка атомов дейтерия, расположенных вблизи поверхности наночастиц. Распыление твердых тел при ионной бомбардировке было предметом многочисленных исследований [6, 7], они представляют большой интерес для технических приложений и для получения информации об энергетических состояниях атомов на поверхности твердых тел. В то же время, по нашим данным, в литературе отсутствуют сведения о селективном распылении ионами пучка атомов примесей, локализованных вблизи поверхности наночастиц. Вероятно, полученные в работе данные по этому эффекту свидетельствуют о слабом взаимодействии атомов дейтерия с точечными дефектами на поверхности наночастиц. В контексте данной работы нужно отметить, что исследование этого эффекта на оксидных нанопорошках позволит получить новые данные не только по эффекту распыления, но также по дефектной структуре поверхностного слоя оксидных наночастиц и состоянию атомов водорода в этом слое.

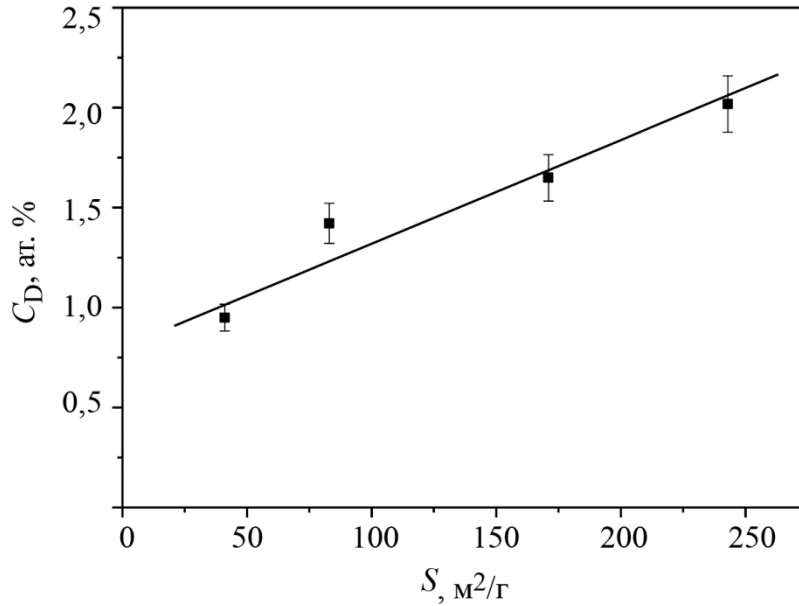


Рис. 1. Зависимость концентрации дейтерия C_D в нанопорошках оксида YSZ10 от удельной поверхности S

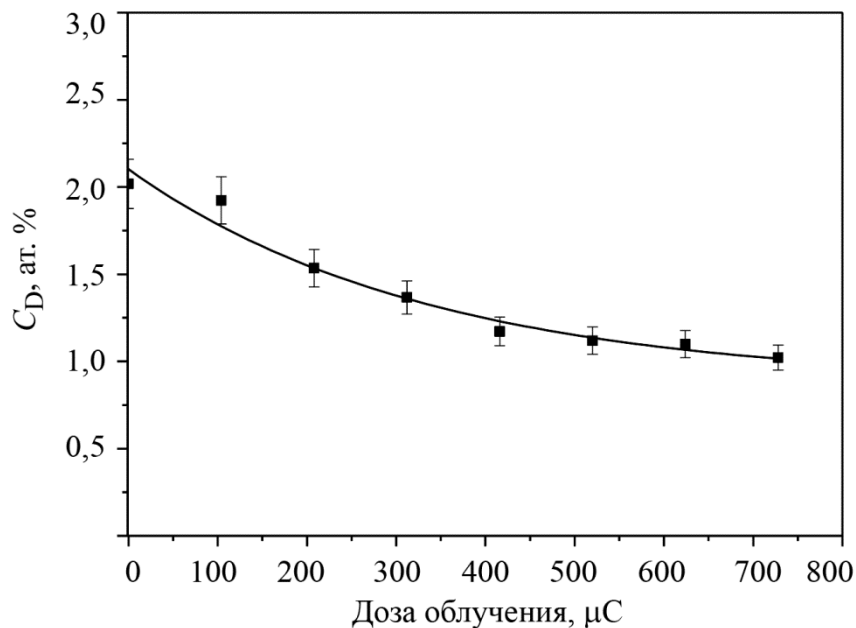


Рис. 2. Зависимость концентрации дейтерия C_D от дозы облучения дейтронами для нанопорошка YSZ10 с удельной поверхностью $S = 247 m^2/g$

4. Заключение

1. Установлено, что растворимость дейтерия в оксидных нанопорошках чувствительна к точечным дефектам, расположенным в объеме и на поверхности оксидных наночастиц.
2. Концентрация дейтерия на поверхности оксидных наночастиц уменьшается при их облучении дейтронами за счет эффекта распыления.
3. Результаты работы могут быть использованы для получения информации о дефектной структуре оксидных наночастиц.



Благодарность

Работа выполнена в рамках проекта УрО РАН №15–17–2–10.

Литература

1. Kamat P.V. TiO₂ Nanostructures: Recent Physical Chemistry Advances. *J. Phys. Chem. C*, 2012, vol. 116, pp. 1149–11851. DOI: 10.1021/jp305026h
2. Daothong, S., Songmee, N., Thongtem, S., Singjai, P. Size-Controlled Growth of TiO₂ nanowires by Oxidation of Titanium Substrates in the Presence of Ethanol Vapor. *Scr. Mater.*, 2007, vol. 57, pp. 567–570. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2007.06.030
3. Akdogan N., Nefedov A., Zabel H., Westerholt K., Becker H.-W., Somsen C., Gök Ş., Bashir A., Khaibullin R., Tagirov L. High-Temperature Ferromagnetism in Co-implanted TiO₂ Rutile. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2009, vol. 42, pp. 115005-1–115005-11. DOI: 10.1088/0022-3727/42/11/115005
4. Vykhodets V.B., Johnson K.G., Kurennykh T.E., Beketov I.V., Samatov O.M., Medvedev A.I., Jarvis E.A.A. Direct Observation of Tunable Surface Structure and Reactivity in TiO₂ Nanopowders. *Surface Science*, 2017, vol. 665 C, pp. 10–19. DOI: 10.1016/j.susc.2017.08.001
5. Brunauer S., Emmett P.H., Teller E. Adsorption of gases in multimolecular layers. *J. Am. Chem. Soc.*, 1938, vol. 60, pp. 309–319. DOI: 10.1021/ja01269a023
6. Sputtering by Particle Bombardment I: Physical sputtering of Single-Element Solid, R. Behrisch, ed., Berlin, Heidelberg, New York, Springer–Verlag, 1981, 335 p.
7. Sputtering by Particle Bombardment II: Sputtering of Alloys and Compounds, Electron and Neutron Sputtering. Surface Topography, R. Behrisch, ed., Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, Springer–Verlag, 1983, 485 p.



EFFECT OF SEVERE PLASTIC DEFORMATION BY HIGH-PRESSURE TORSION ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF COPPER AND TIN BRONZE

A. V. Stolbovsky*, V. V. Popov, E. N. Popova, R. M. Falakhutdinov

*M. N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: stolbovsky@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, Russian Federation, 620990
Tel.: +7 343 378 35 74; fax: +7 343 374 52 44

The evolution of the structure of Cu–1Sn tin bronze under severe plastic deformation by high-pressure torsion has been studied and compared with that of commercially pure copper. It is demonstrated that high-pressure torsion of bronze results in much higher strengthening and structure refinement than that of commercially pure copper, as the presence of the doping element in the former promotes the retardation of dynamic recrystallization and relaxation processes. Besides, contrary to copper, which undergoes not only dynamic, but also post-dynamic recrystallization, all the bronze samples studied are stable after the HPT at room temperature, and they do not suffer any changes after unloading and prolonged ageing.

Key words: nanostructuring, nanostructures, severe plastic deformation, high-pressure torsion, grain boundaries, thermal stability, tin bronze, copper.

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.013-022

References

1. Stolbovsky A.V., Popov V.V., Popova E.N. Structure and thermal stability of tin bronze nanostructured by high pressure torsion. *Diagnosics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 5, pp. 118–132. Available at: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5_52.html (accessed: 30.10.2017).
2. Krinitsina T.P., Popova E.N., Sudareva S.V., Romanov E.P., Nikulin A.D., Shikov A.K., Vorobyova A.Y. Natural and artificial aging of bronzes used as matrix in Nb3Sn-base composites. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1991, no. 11, pp. 90–98.
3. Tsubakino H. Discontinuous precipitation in Cu-Sn alloy. *Metallography*, 1984, vol. 17, no. 4, pp. 371–382. DOI: 10.1016/0026-0800(84)90074-0
4. Williams D.B., Butler E.P. Grain boundary discontinuous precipitation reaction. *International Metals Reviews*, 1981, vol. 26, iss. 1, pp. 153–183. DOI: 10.1179/imtr.1981.26.1.153
5. Suchkov D.I. *Med i ee splavy* [Copper and its Alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1967, pp. 104–176. (In Russian).
6. Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Kopylov V.I. Correlation among strain, hardness, and structure element size in iron and structural steels under various severe plastic deformations. *Fizicheskaya mezomekhanika*, 2013, vol. 16, no. 6, pp. 71–80. (In Russian).
7. Vishnyakov Ya.D. *Defekty Upakovki v Kristallicheskoj Strukture* [Stacking Faults in Crystal Structure]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1970, 66 p. (In Russian).
8. Popov V.V., Popova E.N., Stolbovskii A.V., Pilyugin V.P., Arkhipova N.K. Nanostructurization of Nb by high-pressure torsion in liquid nitrogen and the thermal stability of the structure obtained. *The Physics of Metals and Metallography*, 2012, vol. 113, no. 3, pp. 295–301. DOI: 10.1134/S0031918X1203009X
9. Popov V.V., Valiev R.Z., Popova E.N., Sergeev A.V., Stolbovsky A.V., Kazihanov V.U. Structure and properties of grain boundaries in submicrocrystalline W obtained by severe



plastic deformation. *Defect and Diffusion Forum*, 2009, vol. 283–286, pp. 629–639. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DDF.283-286.629

10. Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Degtyarev M.V., Pokryshkina D.K. Deformation and dynamic recrystallization in copper at different deformation rates in Bridgman anvils. *The Physics of Metals and Metallography*, 2011, vol. 111, pp. 304–313. DOI: 10.1134/S0031918X11020049



Подана в журнал: 25.10.2017
УДК 669.293:539.89:536.425
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.013-022

ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МЕДИ И ОЛОВЯНИСТОЙ БРОНЗЫ

А. В. Столбовский*, В. В. Попов, Е. Н. Попова, Р. М. Фалахутдинов

*Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18*

*Ответственный автор. Электронная почта: stolbovsky@imp.uran.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620990, Российская Федерация
Телефон: +7 (343) 378-35-74; факс: (343) 374-52-44

Выполнено исследование эволюции структуры оловянистой бронзы Cu–1Sn при интенсивной пластической деформации методом кручения под высоким давлением и произведено сравнение с данными, полученными для меди технической чистоты при такой же обработке. Показано, что кручение бронзы под высоким давлением приводит к значительно более высокому упрочнению и измельчению структуры по сравнению с медью технической чистоты, вследствие того, что присутствие легирующего элемента способствует торможению динамической рекристаллизации и релаксационных процессов. Кроме того, в отличие от меди, в которой протекает не только динамическая, но и постдинамическая рекристаллизация, все исследованные образцы бронзы после КВД стабильны при комнатной температуре и не претерпевают каких-либо изменений после снятия нагрузки и при длительном вылеживании.

Ключевые слова: наноструктурирование, наноструктуры, интенсивная пластическая деформация, кручение под высоким давлением, границы зерен, термическая стабильность, оловянистая бронза, медь

1. Введение

Ранее были проведены исследования по возможностям наноструктурирования оловянистой бронзы состава Cu–7,4Sn. Однако такое достаточно большое содержание легирующего элемента не предоставляет возможности адекватно произвести сравнение по влиянию олова, присутствующего в сплаве, с данными, полученными при исследовании чистой меди. При этом большинство исследований нацелено именно на исследование составов, применяемых в промышленности, где содержание олова может превышать 10 % по весу в сплаве, например при производстве композитов или других работ прикладного значения [1]. Известно, что структурное состояние и механические свойства бронзы определяются, главным образом, содержанием в ней олова [3] и с увеличением количества Sn возрастают твердость и прочность сплавов, а пластичность их понижается. При этом работы, посвященные исследованиям бронз с низким содержанием олова, практически не встречаются.

Поэтому в настоящей работе ставились задачи провести сравнительное исследование формирования структуры оловянистой бронзы с меньшим содержанием олова (Cu–1Sn) при интенсивной пластической деформации кручением под высоким давлением (КВД) и сравнить полученные результаты с результатами исследования формирования структуры меди технической чистоты.



2. Материал и методика исследования

Для исследований использовалась оловянистая бронза, химический состав которой приведен в табл. 1, и медь технической чистоты стандарта М1.

Таблица 1 – Химический состав оловянистой бронзы Cu–1Sn

Sn	Pb	Fe	Si	Ni	Zn	Bi
1,05	~ 0,01	~ 0,001	< 0,001	~ 0,001	< 0,001	< 0,001

На образцах оловянистой бронзы после литья и высокотемпературнойковки проводился гомогенизирующий отжиг в вакуумной печи при 800 °С в течение 1 ч, чтобы исключить влияние дендритной ликвации и выровнять состав по сечению образцов.

При деформации методом КВД использовались цилиндрические образцы диаметром 10 мм и начальной высотой 0,5 мм. Деформирование проводилось в открытых наковальнях Бриджмена диаметром 10 мм, при комнатной температуре на 1, 3 и 5 оборотов при давлении 6 ГПа, с угловой скоростью 0,3 об/мин.

Истинную деформацию e рассчитывали, в соответствии с применяемой в аналогичных исследованиях методикой, например, [6, 8–1], как сумму истинной деформации сдвигом и осадкой: $e = e_{\text{сдв}} + e_{\text{осадки}}$. При этом истинную деформацию сдвигом рассчитывали по формуле: $e_{\text{сдв}} = \ln(1 + \lambda^2)^{1/2}$, где $\lambda = (\varphi R)/h$, λ – деформация сдвигом при кручении, φ – угол скручивания в радианах, h – толщина образца (мм), R – расстояние от оси вращения (мм). Истинную деформацию осадкой рассчитывали как $e_{\text{осадки}} = \ln(h_0/h_k)$, где h_0 и h_k – толщина образца до и после деформации. Отметим, что поскольку степень деформации зависит от расстояния деформируемого участка от оси вращения, то при этом способе ИПД деформация распределена неравномерно по радиусу образца, увеличиваясь от центра к периферии, и, соответственно, структура измельчается неравномерно, и самая мелкая структура формируется в периферийных областях деформируемых дисков. Для корректного сравнения структуры после разной обработки (например, после разного числа оборотов), как правило, рассматривают структуру на середине радиуса образцов.

Оценочные величины истинной деформации на середине радиуса образцов представлены в табл. 2.

Таблица 2 – Расчетная величина истинной деформации, достигаемой при деформировании методом КВД, на середине радиуса образцов

Обороты КВД	1	3	5
e	~ 4,6	~ 5,9	~ 6,5

Структуру исследовали с помощью просвечивающих электронных микроскопов JEM-200CX и Philips CM-30. Измерение микротвердости материала после динамического сжатия проводили на приставке к микроскопу Neophot-21 при нагрузке, эквивалентной 40 г, по методике, описанной в работе.

3. Результаты исследования и их обсуждение

Проведенные исследования показали, что после одного оборота КВД в бронзе формируется градиентная по радиусу диска дисперсная субмикроструктурная структура, с преимущественно высокоугловыми разориентировками между кристаллитами.

Поскольку при малых оборотах структура заметно изменяется по радиусу образца, в центральной части, где степень деформации минимальна, средний размер кристаллитов составляет ~ 200 нм. С увеличением степени деформации при удалении от центра структура



измельчается, и на середине радиуса образцов средний размер кристаллитов уменьшается до ~ 170 нм (рис. 1 *а* и *б*), и, наконец, на периферии структура измельчается до среднего размера ~ 160 нм.

В центральной части медного образца структура также наименее фрагментирована. Уровень внутренних упругих напряжений не очень высокий, поэтому границы кристаллитов достаточно четкие, почти ровные и тонкие (рис. 1 *в* и *г*). Имеются и высокоугловые границы, обрамляющие крупные зерна полиэдрической формы, с низкой плотностью дислокаций. Размеры некоторых из них достигают 400 нм. Но сохраняются и малоугловые границы, о чем свидетельствует плавное изменение контраста в некоторых зернах на темнопольных изображениях.

На электронограммах при этом небольшое количество близко расположенных рефлексов видны на Дебаевских кольцах. Некоторые электронограммы являются переходными от точечных, характерных для крупнокристаллической структуры, к кольцевым, которые указывают на образование субмикрокристаллической структуры при более высокой степени деформации.

В периферийной части рассматриваемого образца сохраняются, в целом, те же особенности структуры, что и на середине радиуса. Можно только отметить несколько большее измельчение кристаллитов, более равномерную структуру и высокую плотность близкорасположенных рефлексов на Дебаевских кольцах на электронограммах.

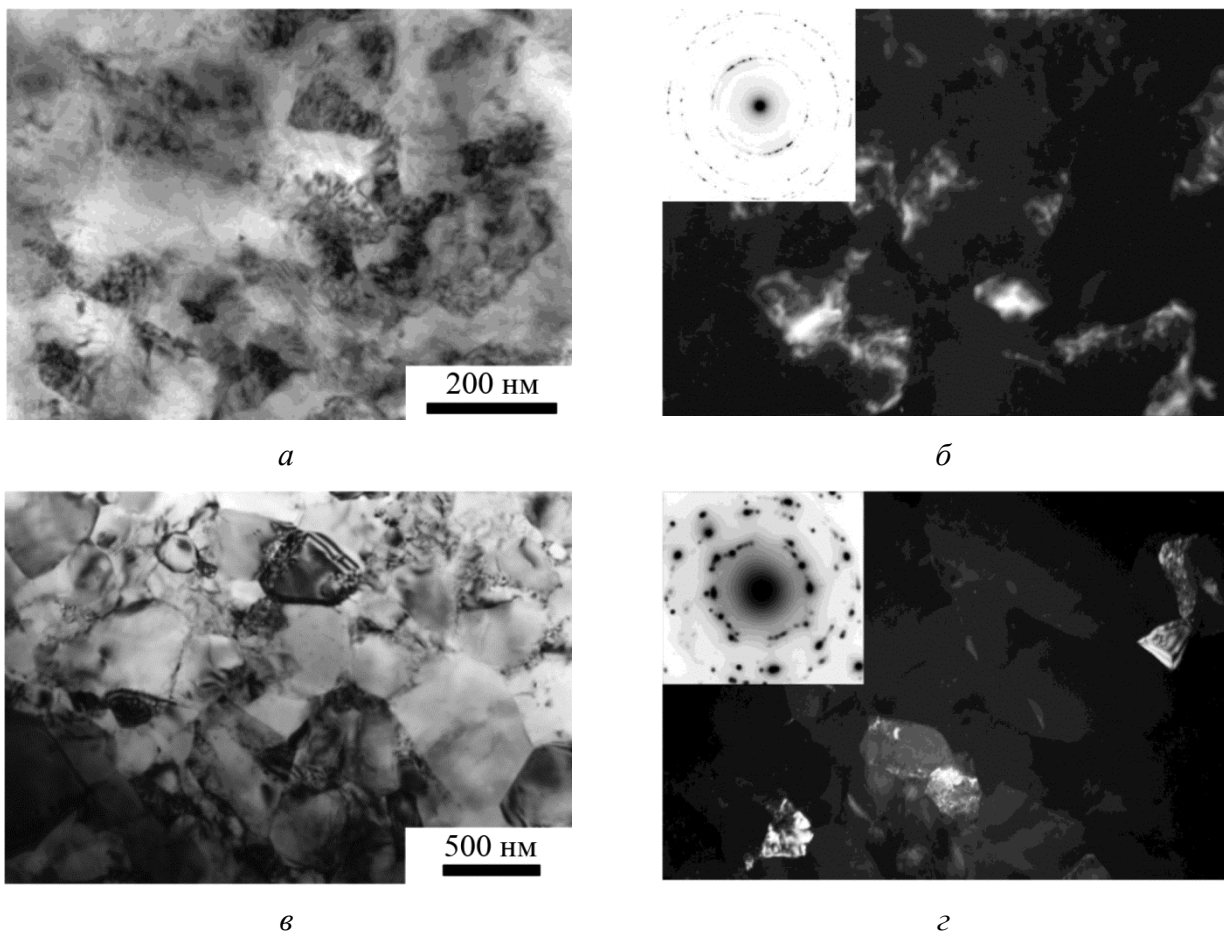


Рис. 1. Электронные микрофотографии структуры на середине радиуса образца бронзы Cu-1Sn (*а*, *б*) и меди (*в*, *г*) после КВД на 1 оборот; *а*, *в* – светлые поля; *б*, *г* – темные поля и электронограммы



На некоторых участках сильно фрагментированной структуры (на середине радиуса и на периферии) в кристаллитах виден тонкий полосчатый контраст (например на рис. 1 *a*). Мы полагаем, что его появление связано с образованием дефектов упаковки и тонких двойниковых прослоек, что в свою очередь обусловлено понижением ЭДУ меди при легировании ее оловом [7].

О градиентном характере структуры свидетельствует также характер изменения микротвердости по радиусу образца (рис. 2). Значения микротвердости составляют 2260 ± 30 МПа в центре образца, 2330 ± 30 МПа – на середине радиуса и 2410 ± 20 МПа – на краю образца.

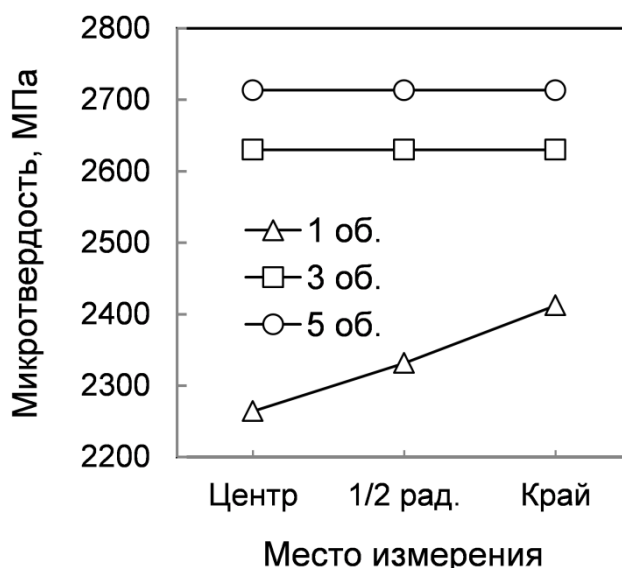


Рис. 2. Изменение микротвердости оловянистой бронзы по радиусу образца после деформирования методом КВД при различном количестве оборотов

С увеличением степени деформации (числа оборотов) КВД происходят одновременно два процесса, а именно, повышение микротвердости и выравнивание ее по радиусу образца (рис. 2). Повышение микротвердости с ростом степени деформации вполне ожидаемо, а тот факт, что структура практически перестает зависеть от положения того или иного участка в плане его удаленности от центра, представляется весьма интересным. Однако это некая общая закономерность, которую мы обнаружили ранее и при КВД ниобия [8], и при деформации этим методом бронзы с более высоким содержанием олова. Мы полагаем, что с ростом степени деформации уровень внутренних упругих напряжений настолько повышается, что они равномерно распределяются по всему сечению, приводя к одинаковому упрочнению и измельчению структуры. С учетом достаточно малых размеров дисков при КВД такое предположение представляется вполне разумным.

Как видно из данных рис. 2, при деформации на 3 оборота микротвердость возрастает до 2630 ± 40 МПа и остается практически одинаковой по радиусу образца. Еще более высокое и одинаковое по радиусу значение микротвердости достигается после 5 оборотов КВД, 2710 ± 40 МПа.

Интересно отметить, что в бронзе с более высоким содержанием олова (7,4 % Sn) градиентная по радиусу микротвердость наблюдается при КВД только на 0,25 и 0,5 оборота, в диапазоне 2800–3300 и 3100–3600 МПа соответственно. При КВД высокооловянистой бронзы на 1 оборот уже достигается насыщение и микротвердость остается на уровне 3800 МПа и после 1, и после 5 оборотов. Из этого можно сделать вывод, что с увеличением содержания олова измельчение структуры и упрочнение при КВД происходят значительно более интенсивно.



Более наглядно интенсивное упрочнение с ростом степени деформации бронзы Cu–1 % Sn демонстрирует рис. 3, на котором значения микротвердости нанесены в зависимости от числа оборотов КВД при комнатной температуре в сравнении с данными, полученными на меди технической чистоты [9].

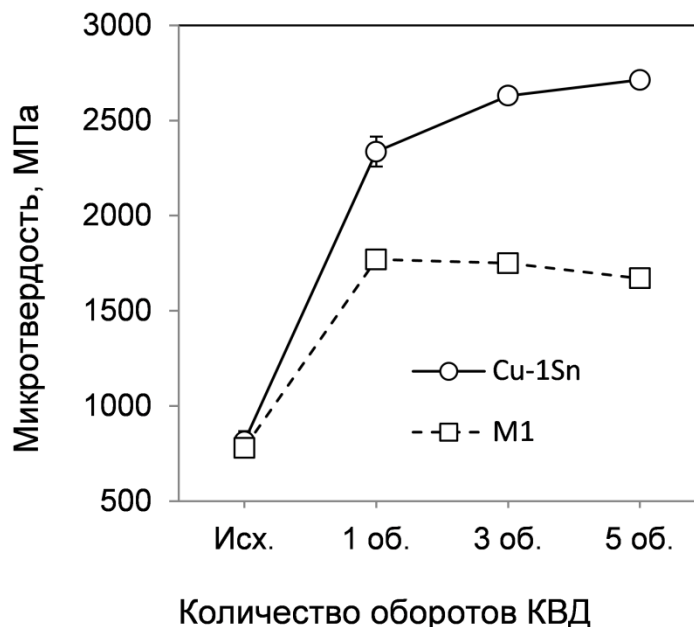


Рис. 3. Изменение микротвердости оловянистой и меди после деформирования методом КВД при различном количестве оборотов (измерения на середине радиуса образцов)

Поскольку в бронзе после КВД на 3 и 5 оборотов микротвердость выравнивается по радиусу образцов, то можно ожидать и достаточно однородной структуры.

Действительно, после 3 оборотов КВД структура оказалась достаточно однородной и для удобства дальнейшего анализа и сравнения мы приводим структуру на середине радиуса образцов (рис. 4). Структура заметно измельчилась по сравнению с представленной выше структурой после 1 оборота КВД. Средний размер кристаллитов в этом состоянии составляет 150 нм. Границы кристаллитов сильно искривлены и не очень четкие, что косвенно свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений и особом «неравновесном» состоянии границ. Контраст на темнопольных изображениях меняется от кристаллита к кристаллиту резко, что указывает на преобладание высокоугловых разориентаций. Практически на всех электронограммах Дебаевские кольца плотно заселены большим количеством рефлексов. Все эти особенности характерны для субмикро- и нанокристаллического состояния, формирующегося под действием КВД. Отметим, что на некоторых участках присутствует тонкий полосчатый контраст, обусловленный образованием дефектов упаковки и двойников (рис. 4 а и в). Как отмечено выше, мы связываем его появление с понижением ЭДУ при легировании меди оловом.

Структура меди технической чистоты, деформированной КВД при комнатной температуре на 1–3 оборота, является субмикрокристаллической, со средним размером зерен 240 нм (рис. 4 в и г). В структуре практически отсутствуют крупные рекристаллизованные зерна с низкой плотностью дислокаций, но размер кристаллитов существенно больше, чем в случае бронзы.

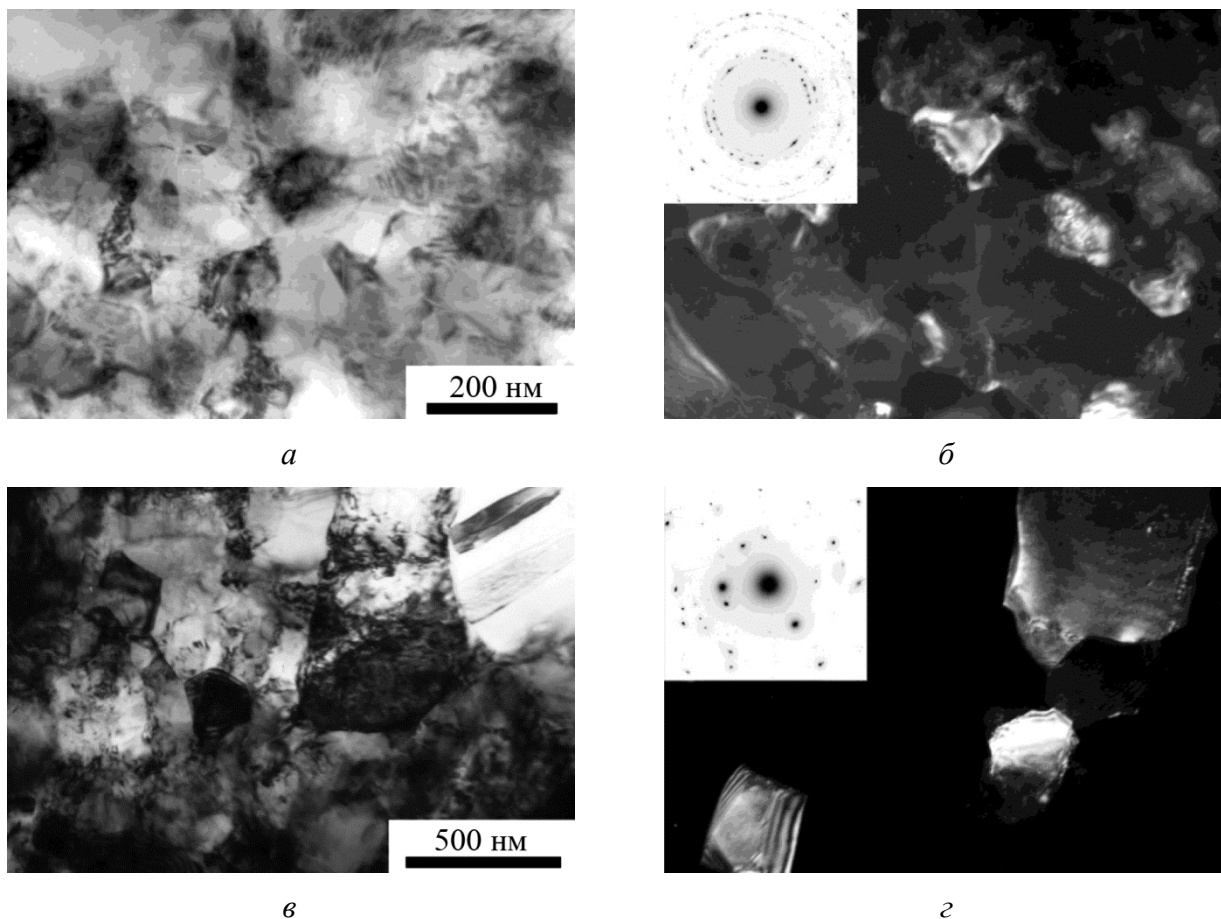


Рис. 4. Электронные микрофотографии структуры оловянистой бронзы (*а, б*) и меди (*в, з*) после КВД на 3 оборота (на середине радиуса образца); *а, в* – светлые поля; *б, з* – темные поля и электронограммы

Поскольку при увеличении степени деформации до 5 оборотов микротвердость повышается до 2710 ± 40 МПа (рис. 3), то можно было ожидать и дальнейшего измельчения структуры, которая представлена на рис. 5 и в целом очень похожа на структуру после 3 оборотов, но, действительно, она более дисперсна (рис. 5 *а* и *б*). Средний размер кристаллитов оловянистой бронзы, достигаемый при КВД на 5 оборотов, составляет приблизительно 120 нм. Структура еще более однородна, на Дебаевских кольцах электронограмм еще больше равномерно распределенных рефлексов, а разброс кристаллитов по размерам еще меньше.

В то же время, увеличение степени деформации меди до 5 оборотов приводит к появлению в структуре крупных зерен с низкой плотностью дислокаций, что свидетельствует о начале процессов динамической рекристаллизации (рис. 5 *в* и *з*). При этом, как следует из рис. 3, начинается снижение микротвердости.

Таким образом, результаты исследования меди после КВД показывают, что в ней возможно протекание процессов не только возврата, но и динамической рекристаллизации. Следует также отметить, что в отличие от меди технической чистоты, в которой протекает не только динамическая, но и может наблюдаться постдинамическая рекристаллизация [1], все исследованные образцы бронзы после КВД оставались стабильными при комнатной температуре и не претерпевали каких-либо изменений после снятия нагрузки и при длительном вылеживании.

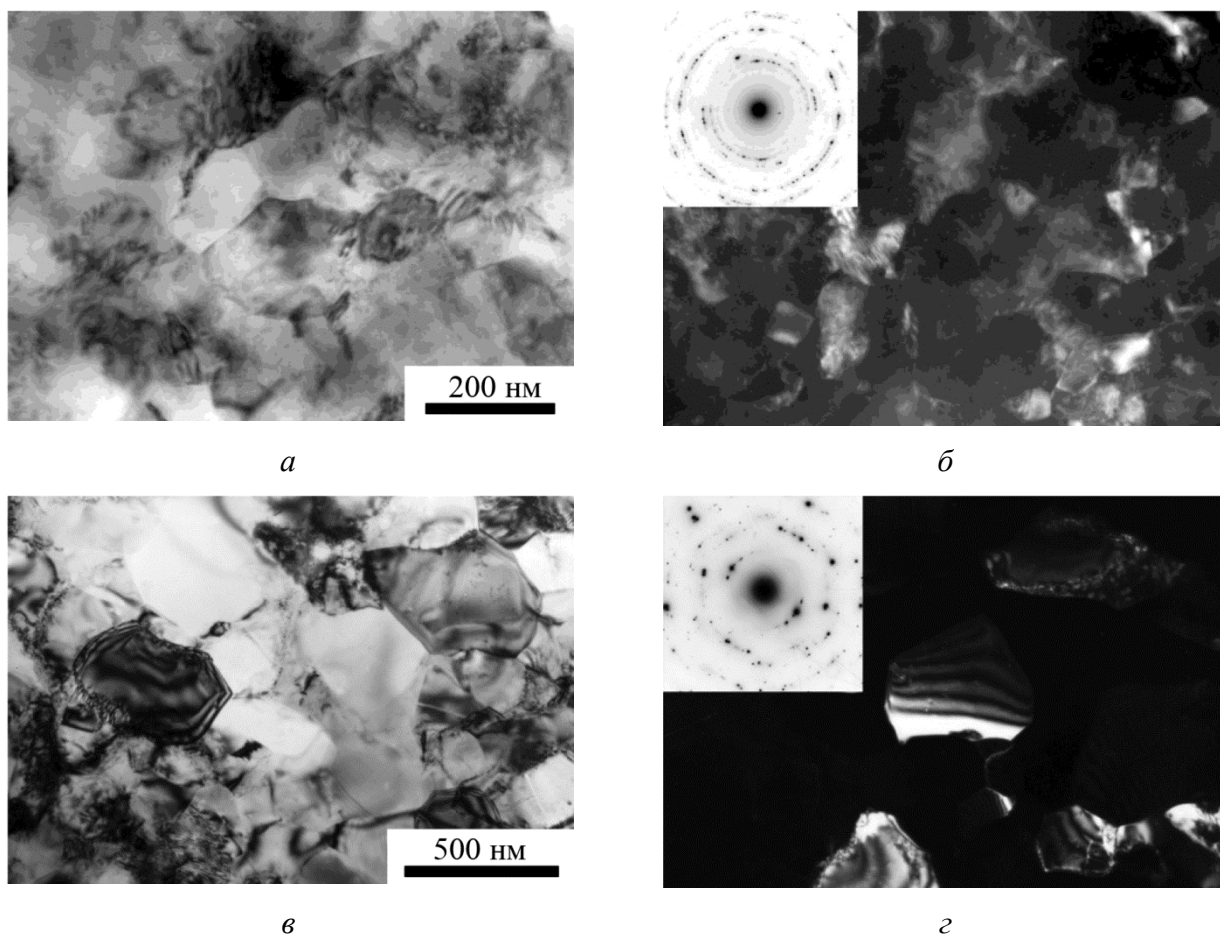


Рис. 5. Электронные микрофотографии структуры оловянистой бронзы (а, б) и меди (в, з) после КВД на 5 оборотов (на середине радиуса образца); а, в – светлые поля, б, з – темные поля и электронограммы

4. Заключение

Выполнено исследование эволюции структуры оловянистой бронзы при интенсивной пластической деформации методом кручения под высоким давлением и произведено сравнение с данными, полученными для меди технической чистоты при такой же обработке.

Сравнение влияния кручения под высоким давлением на структуру и микротвердость оловянистой бронзы и меди показывает, что в случае бронзы достигается значительно более высокое упрочнение и измельчение структуры вследствие того, что тормозятся релаксационные процессы. Кроме того, в отличие от меди технической чистоты, в которой протекала не только динамическая, но и постдинамическая рекристаллизация, все исследованные образцы бронзы после КВД остаются стабильными при комнатной температуре и не претерпевали каких-либо изменений после снятия нагрузки и длительном вылеживании.

Благодарность

Электронно-микроскопическое исследование выполнено на оборудовании центра коллективного пользования в Испытательном центре нанотехнологий и перспективных материалов ИФМ УрО РАН. Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин», номер госрегистрации 01201463330), при частичной поддержке Программы фундаментальных исследований УрО РАН (проект 15-9-2-44) и РФФИ (проект 15-03-03103).



Литература

1. Stolbovsky A. V., Popov V. V., Popova E. N. Structure and Thermal Stability of Tin Bronze Nanostructured by High Pressure Torsion // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2015. – Iss. 5. – P. 118–132. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5_52.html (accessed: 30.10.2017).
2. Natural and artificial aging of bronzes used as matrix in Nb₃Sn-base composites / T. P. Krinitsina, E. N. Popova, S. V. Sudareva, E. P. Romanov, A. D. Nikulin, A. K. Shikov, A. Y. Vorobyova // *Fizika metallov i metallovedenie*. – 1991. – No. 11. – P. 90–98.
3. Tsubakino H. Discontinuous precipitation in Cu-Sn alloy // *Metallography*. – 1984. – Vol. 17, no. 4. – P. 371–382. – DOI: 10.1016/0026-0800(84)90074-0
4. Williams D. B., Butler E. P. Grain boundary discontinuous precipitation reaction // *International Metals Reviews*. – 1981. – Vol. 26, iss. 1. – P. 153–183. – DOI: 10.1179/imtr.1981.26.1.153
5. Сучков Д. И. Медь и ее сплавы. – М. : *Металлургия*, 1967. – С. 104–176.
6. Установление соответствия между степенью деформации, твердостью и размерами элементов структуры железа и конструкционных сталей при большой пластической деформации различными способами / М. В. Дегтярев, Т. И. Чашухина, Л. М. Воронова, В. И. Копылов // *Физическая мезомеханика*. – 2013. – Т. 16, № 6. – С. 71–80.
7. Вишняков Я. Д. Дефекты упаковки в кристаллической структуре // М. : *Металлургия*, 1970. – 66 с.
8. Nanostructurization of Nb by high-pressure torsion in liquid nitrogen and the thermal stability of the structure obtained / V. V. Popov, E. N. Popova, A. V. Stolbovskii, V. P. Pilyugin, N. K. Arkhipova // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2012. – Vol. 113, no. 3. – P. 295–301. – DOI: 10.1134/S0031918X1203009X
9. Structure and Properties of Grain Boundaries in Submicrocrystalline W Obtained By Severe Plastic Deformation / V. V. Popov, R. Z. Valiev, E. N. Popova, A. V. Sergeev, A. V. Stolbovsky, V. U. Kazihanov // *Defect and Diffusion Forum*. – 2009. – Vol. 283–286. –P. 629–639. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DDF.283-286.629
10. Deformation and dynamic recrystallization in copper at different deformation rates in Bridgman anvils / T. I. Chashchukhina, L. M. Voronova, M. V. Degtyarev, D. K. Pokryshkina // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2011. – Vol. 111. – P. 304–313. – DOI: 10.1134/S0031918X11020049



**INFLUENCE OF WELDING TECHNOLOGY ON THE STRUCTURE,
MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE TOUGHNESS
OF 09G2S STEEL WELDED JOINTS**

Yu. N. Saraev¹, S. V. Gladkovsky², S. V. Lepikhin^{2*}, D. A. Dvoynikov²,
I. S. Kamantsev², V. E. Veselova²

¹*Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk, Russian Federation*

²*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: lsy@imach.uran.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation
Tel.: +7 (343) 362 34 48; fax: +7 (343) 374 53 30

The effect of direct current welding and adaptive pulse welding with current modulation on the structure and mechanical properties of a 09G2S steel welded joint under tensile and impact bending testing, as well as on its static, dynamic and cyclic crack resistance characteristics (fracture toughness), is comparatively evaluated. The efficiency of using the welding process with current modulation to increase the brittle fracture resistance of products and structural components made of low-carbon steel to operate in low-temperature climates is shown.

Keywords: welded joints, weld metal, heat-affected zone, pulse arc welding, microstructure, residual stresses, impact strength, fracture toughness.

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.023-042

References

1. Grabin V.F., Denisenko A.V. *Metallovedeniye Svarki Nizko- i Srednelegirovannykh Staley* [Material Science of Welding Low- and Medium-Alloy Steels]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1978, 256 p. (In Russian).
2. Livshits L.S., Khakimov A.N. *Metallovedeniye Svarki i Termicheskaya Obrabotka Svarnykh Soyedineniy* [Material Science of Welding and Heat Treatment of Welded Joints]. Moscow, Mashinostroenie Publ, 1989, 336 p. (In Russian).
3. Makhutov N.A., Lyglayev A.V., Bolshakov A.M. *Khladostoykost (Metod Inzhenernoy Otsenki)* [Cold Resistance (Engineering Evaluation Method)]. Novosibirsk, SB RAS Publ., 2011, 195 p. (In Russian).
4. Goritsky V.M. *Primeneniye Kharakteristik Udarnoy Vyazkosti v Inzhenernoy Praktike* [Application of Fracture Toughness Characteristics in Engineering Practice]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 2016, 304 p. (In Russian).
5. Saraev Yu.N., Poletika I.M., Kozlov A.V., Khomchenko E.G. Formation of the structure and properties of welds under conditions of heat input during pulse welding *Fizicheskaya Mezomekhanika, Spets. Vypusk*, 2005, no. 8, pp. 137–140. (In Russian).
6. Gorkunov E.S., Saraev Yu.N., Zadvorkin S.M., Putilova E.A. The effect of technological welding conditions on the physical and mechanical properties of the metal of different zones of low-alloy steel welds. *Voprosy Materialovedeniya*, 2015, no. 1 (81), pp. 120–126 (In Russian).
7. Saraev Yu.N., Gladkovsky S.V., Golikov N.I., Veselova V.E. Improving the service properties of metal structures working under conditions of low climatic temperatures by methods of adaptive pulsed arc welding. *Svarochnoye Proizvodstvo*, 2015, no. 11, pp. 33–40. (In Russian).
8. Saraev Yu.N., Bezborodov V.P., Gladovsky S.V., Golikov N.I. Properties of the welded joints of manganese steel made by low-frequency pulsed arc welding. *Russian Metallurgy*, 2017, no. 4, pp. 287–292. DOI: 10.1134/S0036029517040206



9. Saraev Yu.N., Bezborodov V.P., Gladovskiy S.V., Golikov N.I. Improving the reliability of metallic structures in service in the conditions with low climatic temperatures by efficient application of advanced methods of modification of the zone of the welded joint. *Welding International*, 2017, vol. 31, no. 8, pp. 631–636. DOI: 10.1080/09507116.2017.1307512
10. Botvina L.R. Razrusheniye. *Kinetika, Mekhanizmy, Obshchiye Zakonomernosti* [Fracture Kinetics, General Regularities]. Moscow, Nauka Publ., 2008, 334 p. (In Russian).
11. Terentiev V.F. *Ustalostnaya Prochnost Metallov i Splavov* [Fatigue Strength of Metals and Alloys]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2002, 288 p. (In Russian).
12. Rusakov A.A. *Rentgenografiya Metallov* [X-ray Diffraction of Metals]. Moscow, Atomizdat Publ., 1977, 480 p. (In Russian).
13. Pugacheva N.B., Michurov N.S., Trushina E.B. Peculiarities of the structure of welded aluminum alloy joints. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 5, pp. 58–71. Available at: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5_43.html
14. Honeycombe R.W.K. *Plasticheskaya Deformatsiya Metallov* [Plastic Deformation of Metals]. Moscow, Mir Publ., 1972, 408 p. (In Russian).



Подана в журнал: 19.10.2017
УДК 621.791.053:620.178.74
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.023-042

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ СВАРКИ НА СТРУКТУРУ, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ХАРАКТЕРИСТИКИ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ СТАЛИ 09Г2С

Ю. Н. Сараев¹, С. В. Гладковский², С. В. Лепихин^{2*}, Д. А. Двойников²,
И. С. Каманцев², В. Е. Веселова²

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, просп. Академический, 2/4, Томск, Российская Федерация

²Федеральное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: lsv@imach.uran.ru

Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 362-34-48; факс: +7 (343) 374-53-30

Проведена сравнительная оценка методов сварки на постоянном токе и адаптивно-импульсной сварки с модуляцией тока на структуру, механические свойства при испытаниях на растяжение и ударный изгиб, а также характеристики статической, динамической и циклической трещиностойкости (вязкости разрушения) сварного соединения из стали 09Г2С. Показана эффективность использования сварочного процесса с модуляцией тока с целью повышения сопротивления хрупкому разрушению изделий и элементов конструкций из низкоуглеродистой стали для работы в условиях низких климатических температур.

Ключевые слова: сварные соединения, металл шва, зона термического влияния, импульсная дуговая сварка, структура, остаточные напряжения, ударная вязкость, трещиностойкость

1. Введение

Повышение надежности изделий и элементов конструкций, эксплуатирующихся при низких климатических температурах в условиях Сибири и Крайнего Севера, в значительной степени определяются качеством сварных соединений и уровнем их прочностных и пластических свойств, а также сопротивлением хрупкому разрушению. Известно, что неблагоприятные структурные изменения в околошовной зоне (образование охрупчивающих фаз при полной и частичной закалке, рост зерна в зоне перегрева) могут способствовать снижению пластичности и ударной вязкости сварного соединения, а также образованию горячих и холодных трещин [1–2]. Фазовый состав и структура различных участков сварных соединений в значительной степени зависят и от химического состава свариваемых сталей, и ряда определяемых технологическим процессом сварки факторов, таких как способ сварки и режим сварки, количество проходов и используемые сварочные материалы. Изменяя технологические процессы сварки и вызывая соответствующие изменения скорости охлаждения, можно регулировать соотношение между структурными составляющими и тем самым оказывать влияние на механические свойства сварного соединения. При этом обеспечение надежности и долговечности эксплуатирующихся в условиях Сибири и Крайнего Севера газопроводов, транспортных систем и элементов строительных конструкций со сварными соединениями может достигаться только на основе анализа результатов комплексных стандартных и специализированных испытаний различных участков сварных соединений на одноосное растяже-



ние, ударную вязкость, статическую, циклическую и динамическую трещиностойкость в широком температурном диапазоне [3–4].

Для выявления возможностей улучшения качества и повышения механических свойств и сопротивления сварных соединений хрупкому разрушению значительный интерес представляют работы, направленные на развитие новых прогрессивных сварочных технологий. Так, в работах [5–9] установлено, что сварные соединения, полученные методом адаптивной импульсной дуговой сварки, вследствие регулируемого тепловложения и интенсивного перемешивания сварочной ванны по однородности и дисперсности структуры значительно превосходят сварные швы, получаемые при стационарном режиме сварки.

Цель работы – изучение влияния режимов адаптивной импульсной дуговой сварки с модуляцией тока (СМТ) в сопоставлении с режимами сварки на постоянном токе (СПТ) на механические свойства и характеристики трещиностойкости сварных соединений из низкоуглеродистой стали 09Г2С при различных условиях нагружения.

2. Материал и методика

Исследованы сварные образцы пластин размером 300×200×6 мм из конструкционной стали 09Г2С, выполненных ручной дуговой сваркой с применением режима импульсного изменения энергетических параметров с низкочастотной модуляцией тока (СМТ) и режима сварки на постоянном токе (СПТ). Сварка производилась в ИФПМ СО РАН на сварочном источнике питания ФЕБ-315 «МАГМА», оснащенный пультом дистанционного режима «Пульс», обеспечивающим реализацию импульсно-дугового процесса сварки. Режимы и параметры сварки образцов приведены в табл. 1.

Таблица 1 – Режимы и параметры сварки пластин из стали 09Г2С

Серия	Режим сварки	Параметры тока и напряжения	Ток имп. $I_{и}$, длит. имп. $t_{и}$	Ток паузы $I_{п}$, длит. паузы $t_{п}$
3	СМТ	Корень: Ø 3 мм, УОНИ 13/55: $I_{д\ ср} = 74,38\text{ А}$; $U_{д\ ср} = 20,4\text{ В}$. Заполнение: Ø 3 мм, УОНИ 13/55: $I_{д\ ср} = 74,38\text{ А}$; $U_{д\ ср} = 20,4\text{ В}$	$I_{и} = 94\text{ А}$, $t_{и} = 0,012\text{ с}$	$I_{п} = 17,8\text{ А}$, $t_{п} = 0,030\text{ с}$
4	СМТ	Корень: Ø 3 мм, СЗСМ-01К: $I_{д\ ср} = 88,1\text{ А}$; $U_{д\ ср} = 19,76\text{ В}$. Заполнение: Ø 3 мм, СЗСМ-01К: $I_{д\ ср} = 88\text{ А}$; $U_{д\ ср} = 19,76\text{ В}$.	$I_{и} = 132\text{ А}$, $t_{и} = 0,014\text{ с}$	$I_{п} = 32\text{ А}$, $t_{п} = 0,027\text{ с}$
5	СПТ	Корень: Ø 3 мм, СЗСМ-01К: $I_{д} = 80\text{ А}$; $U_{д} = 19\text{ В}$. Облицовка: Ø 3 мм, СЗСМ-01К: $I_{д} = 93\text{ А}$; $U_{д\ ср} = 20,5\text{ В}$		–

Результаты химического анализа стали основы – 09Г2С, проведенного на оптическом эмиссионном спектрометре SPECTROMAXx представлены в табл. 2.

Таблица 2 – Химический состав исследуемой стали 09Г2С

Химический состав, мас. %										
Элемент	Fe	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	As	Cu
Хим. анализ	Осн.	0,098	0,66	1,40	0,007	0,03	0,029	0,045	0,022	0,049
ГОСТ 19281-89	Осн.	≤0,12	0,5–0,8	1,3–1,7	≤0,04	≤0,035	≤0,3	≤0,3	0,08	≤0,3



Для выявления макроструктуры сварных соединений использовали 50 %-й раствор соляной кислоты. Макроструктуру изучали при помощи оптического микроскопа МБС-10. При исследовании микроструктуры сварных швов (СШ) зоны термического влияния (ЗТВ) с прилегающими к ней участками основного металла (ОМ) шлифы подвергали химическому травлению в 3 %-ном спиртовом растворе азотной кислоты. Микроструктуру исследовали на оптическом микроскопе НЕОРНОТ-21. Фрактографический и микрорентгеноспектральный анализ изломов проводили на растровом электронном микроскопе TESCAN VEGA II XMU с системой энергодисперсионного микроанализа INCA ENERGY 450. Измерения микротвердости сварных соединений выполняли на микротвердомере SHIMADZU HNV G при нагрузке 490,3 мН (0,05 кгс) с шагом 100 мкм.

Для испытаний на растяжение использовали плоские пропорциональные образцы тип XIII толщиной 5 мм в соответствии с требованиями ГОСТ 6996-66. Испытания на растяжение проводили при комнатной температуре на сервогидравлической универсальной испытательной машине INSTRON 8801 при скорости перемещения подвижного захвата 1 мм/мин с использованием навесного экстензометра с базой 50 мм. В процессе нагружения образцов с использованием программного обеспечения Bluehill строили кривые растяжения и рассчитывали значения стандартных механических свойств: σ_B , $\sigma_{0,2}$, δ и ψ .

Испытания на ударный изгиб проводили при 20 и минус 60 °С на стандартных образцах с V-образным надрезом тип X по ГОСТ 6996-66 с использованием инструментированного маятникового копра «Tinius Olsen» IT542, обеспечивающего запись диаграмм ударного нагружения в координатах «нагрузка–перемещение». Надрез наносили по границе усиления и основного металла (перпендикулярно сварному шву). Для испытания при температуре минус 60 образцы охлаждали в смеси жидкого азота и бензина Галоша. Температуру контролировали поверенным термометром ТН-8М. Разделение общей работы разрушения (А) при ударных испытаниях на составляющие ударной вязкости: работу зарождения (A_3) и работу распространения трещины (A_p) проводили на основе анализа экспериментальных диаграмм ударного нагружения в соответствии с рекомендациями ГОСТ 22848-77. Значения параметра динамической трещиностойкости (J_{1d}) рассчитывали по формуле, приведенной в работе [10]: $J_{1d} = 2 A_3 / B (W-a)$, где A_3 – работа зарождения трещины; B – ширина образца; W – высота образца; a – длина концентратора напряжений (надреза).

Создание усталостных трещин и испытания на циклическую трещиностойкость (вязкость разрушения) проводили при комнатной температуре на компактных СТ-образцах 32×30×5 мм по схеме знакопостоянного внецентренного растяжения с использованием высокочастотной резонансной испытательной машины MIKROTRON (20 кН) в соответствии с рекомендациями РД 50345-82. Частота нагружения составляла 100 Гц, а коэффициент асимметрии цикла соответствовал величине $R = 0,1$. По результатам испытаний строили кинетические диаграммы усталостного разрушения (КДУР) в координатах «скорость роста усталостной трещины – размах коэффициента интенсивности напряжений», линейный участок которых аппроксимировался уравнением Париса [11]. Испытания на статическую трещиностойкость (вязкость разрушения) проводились при комнатной температуре по ГОСТ 25.506-85 на образцах тип 3 с предварительно наведенной усталостной трещиной с использованием испытательной машины INSTRON 8801. Значения показателей прочности, пластичности и ударной вязкости усредняли по результатам испытаний трех идентичных образцов. Разброс значений механических характеристик при испытаниях на растяжение, ударную вязкость, статическую и циклическую трещиностойкость не превышал 5 %.

Определение остаточных напряжений в отдельных зонах сварного соединения проводили на дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 с использованием монохроматизированного K_α -излучения хромового анода. Макронапряжения определяли методом « $\sin^2 \psi$ » [12] по линии (211) α -фазы в направлении, перпендикулярном шву. Для обеспечения локальности съемки использовали коллиматор диаметром 2 мм. Исследуемый объект снимали при нескольких значениях угла наклона брэгговской плоскости ψ



к нормали к поверхности объекта. В эксперименте $\psi = 0^\circ; 15^\circ; 30^\circ; 45^\circ$. Для каждого значения ψ определяли двойной угол дифракции, соответствующий центру тяжести дифракционного максимума линии (211) ($2\theta_\psi$). Величину макронапряжений вычисляли по формуле:

$$\sigma_\varphi = \frac{E \cdot \text{ctg} \theta_0 (2\theta_0 - 2\theta_\psi)}{2(1 + \mu) \cdot \sin^2 \psi}, \quad (1)$$

где μ – коэффициент Пуассона; E – модуль упругости (модуль Юнга), Па; $2\theta_0$ – центр тяжести рефлекса (211) при $\psi = 0$; $2\theta_\psi$ – центр тяжести линии (211) при наклонной съемке при $\psi = 15 \dots 45^\circ$.

Углы дифракции в формуле (1) приведены в радианах.

Исследования структуры и определение механических характеристик сварных соединений из стали 09Г2С проводили на оборудовании, входящем в состав ЦКП «Пластомерия» ИМАШ УрО РАН.

3. Результаты и обсуждение

Макроструктура сварных соединений исследуемых образцов и распределение микротвердости представлены на рис. 1. Из приведенной макроструктуры сварных соединений и результатов измерения твердости следует, что образец серии 5 (СПТ) характеризуется наибольшей шириной СШ в срединном сечении (около 5 мм). Распределение микротвердости по ширине сварного шва, захватывая зоны термического влияния и основного металла, указывает на незначительные различия между значениями $HV_{0,05}$ в зависимости от исследуемого участка сварного соединения (рис. 1).

Средние значения микротвердости $HV_{0,05}$ в исследуемых участках сварных соединений представлены в табл. 3.

Таблица 3 – Средние значения микротвердости в различных зонах сварных соединений

Серия	Режим сварки	Микротвердость $HV_{0,05}$		
		ОМ	ЗТВ	СШ
3	СМТ	237±4	244±4	247±4
4	СМТ		243±4	253±4
5	СПТ		243±4	235±4

Микротвердость в зоне СШ и ЗТВ для образцов серии 3 и 4, выполненных в режиме сварки с модуляцией тока, превышает среднее значение микротвердости основного металла. В образцах серии 5 (СПТ) значения микротвердости СШ ниже, чем микротвердость основного металла. Образец серии 4 (СМТ) отличается более высокой твердостью СШ. В ЗТВ исследованные образцы имеют практически одинаковые значения микротвердости $HV_{0,05} = 243-244$. Распределение микротвердости для образцов серии 3 (СМТ) и 4 (СМТ) имеет равномерный характер, в то время как на графике распределения микротвердости образцов серии 5 (СПТ) наблюдаются резкие перепады значений $HV_{0,05}$ (рис. 1).

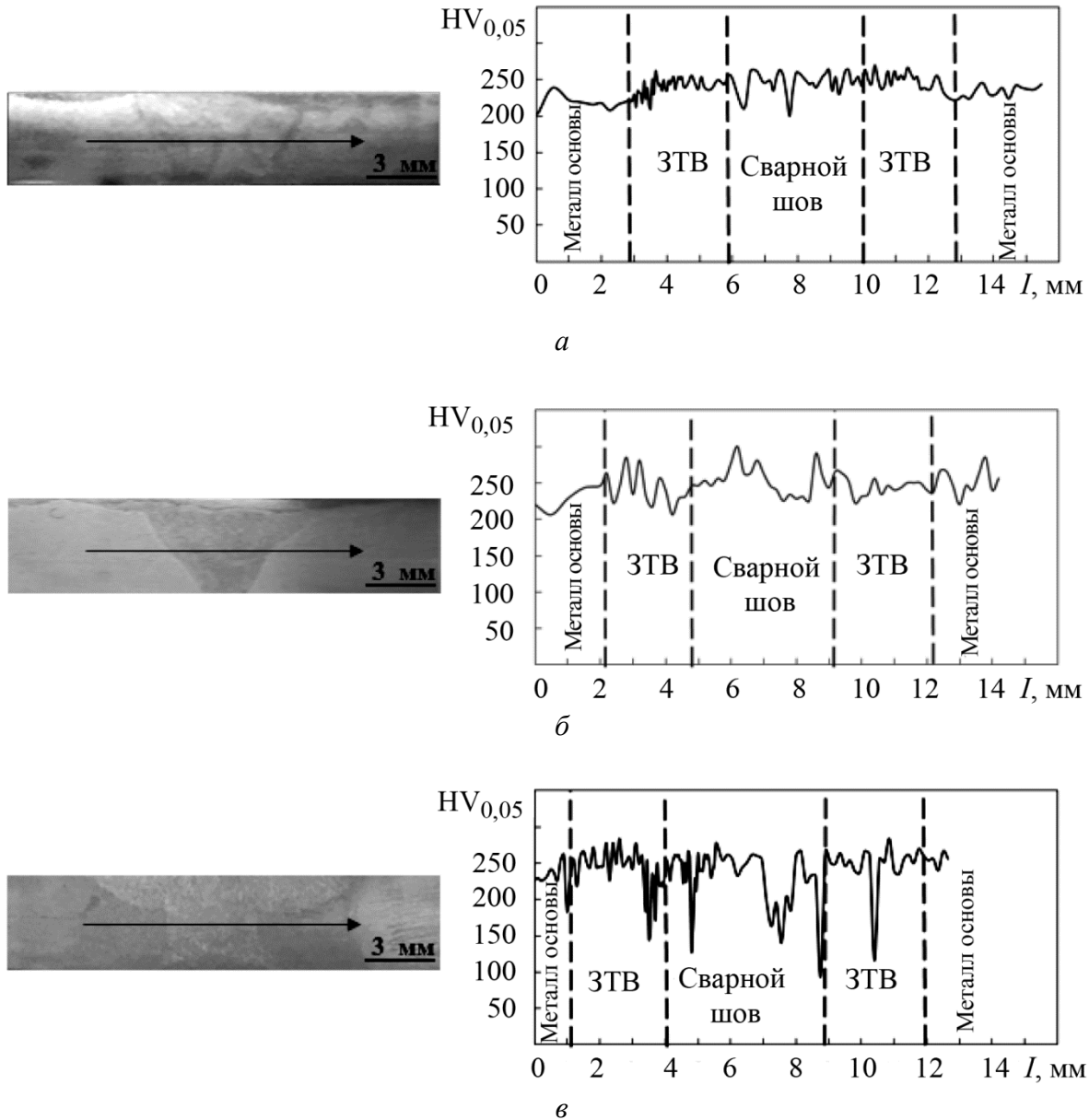


Рис. 1. Макроструктура сварных соединений и распределение микротвердости $HV_{0,05}$ в образцах серии 3 (а), 4 (б) и 5 (в). Стрелкой указано сечение замера микротвердости

Таким образом, установлено, что импульсно-дуговая сварка по сравнению со сваркой на постоянном токе позволяет получить наиболее однородное распределение значений микротвердости по ширине всех зон сварного соединения стали 09Г2С. Ранее максимально однородное распределение значений микротвердости по ширине всех зон сварного соединения наблюдалось при импульсно-дуговой сварке листа из сплава АМг6 авторами работы [13].

Согласно результатам структурных исследований металл основы представляет собой феррито-перлитную смесь (ФПС) с соотношением объемной доли структурных составляющих в количестве 90/10 (феррит/перлит) (рис. 2). Средний диаметр зерна феррита около 6 мкм. Основной металл имеет однородную полигональную структуру.

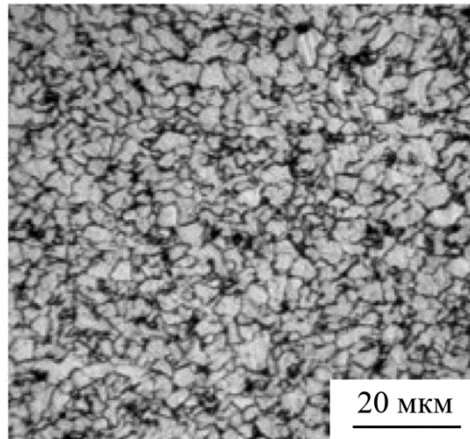


Рис. 2. Микроструктура основного металла

ЗТВ исследуемых сварных соединений состоит из ФПС, которая содержит феррит оскольчатой формы, отдельных участков видманштеттова феррита игольчатой формы и пластинчатого перлита (рис. 3 *a, в, д*). Наибольшее содержание феррита данного типа отмечается в образцах серии 4 (СМТ). Средний размер феррита в ЗТВ образцов серий 3 и 4 (СМТ) составляет около 10 мкм. В ЗТВ образца серии 5 (СПТ) отмечается более высокая объемная доля зерен феррита с размером более 12 мкм по сравнению с ЗТВ образцов серий 3 и 4 (СМТ). В целом, дисперсность структурных элементов металла ЗТВ образцов серии 3 и 4 (СМТ) примерно в 1,5 раза выше по сравнению с аналогичным участком сварного соединения, полученного по технологии СПТ (образцы серии 5).

Структура СШ образцов серий 3, 4 и 5 представляет собой ФПС: игольчатый и полигональный феррит с пластинчатым перлитом. Полигональный феррит выделился по границам бывших аустенитных зерен в виде цепочек (рис. 3 *б, г и е*). Наибольший размер игл отмечен в образце серии 3 (до 20 мкм), а наименьший размер игл – в серии 4 (до 5 мкм). Мелкоигольчатый феррит в СШ серии 4 обеспечивает повышенную микротвердость этой зоны в отличие от других образцов (табл. 3). В образце серии 5 (СПТ) размер игл феррита занимает промежуточное значение и составляет 10 мкм при практически равной микротвердости с ОМ (табл. 3).

Проведенные при комнатной температуре испытания сварных соединений стали 09Г2С на одноосное растяжение показали, что разрушение всех исследованных образцов произошло по основному металлу. Согласно представленным в табл. 4 результатам, механические свойства сварных соединений всех изученных серий независимо от технологии сварки различаются незначительно и находятся в пределах $\sigma_{0,2} = 455\text{--}480$ МПа; $\sigma_b = 580\text{--}590$ МПа; $\delta = 22\text{--}26,5$ %; $\psi = 57,5\text{--}59,5$ %. Прочностные свойства ОМ стали 09Г2С составляют $\sigma_{0,2} = 475$ МПа; $\sigma_b = 585$ МПа и соответствуют уровню прочностных свойств изученных сварных соединений 09Г2С. При этом основной металл характеризуется более высокими пластическими свойствами $\delta = 28,5$ % и $\psi = 60,5$ % по сравнению со сварными соединениями (табл. 4).

Как видно из рис. 4 *a*, на кривой растяжения основного металла наблюдается выраженная площадка текучести. В то же время, на кривых растяжения всех исследованных образцов сварных соединений стали 09Г2С выявлены скачки нагрузки, характерные для проявления эффекта Портевена-Ле-Шателье [14] (рис. 4 *б*). Результаты испытаний на растяжение показывают, что при незначительном снижении характеристик пластичности сварных соединений по сравнению с ОМ прочностные свойства находятся на одинаковом уровне. Это свидетельствует о достаточно высоком качестве изученных сварных соединений стали 09Г2С независимо от метода их получения.

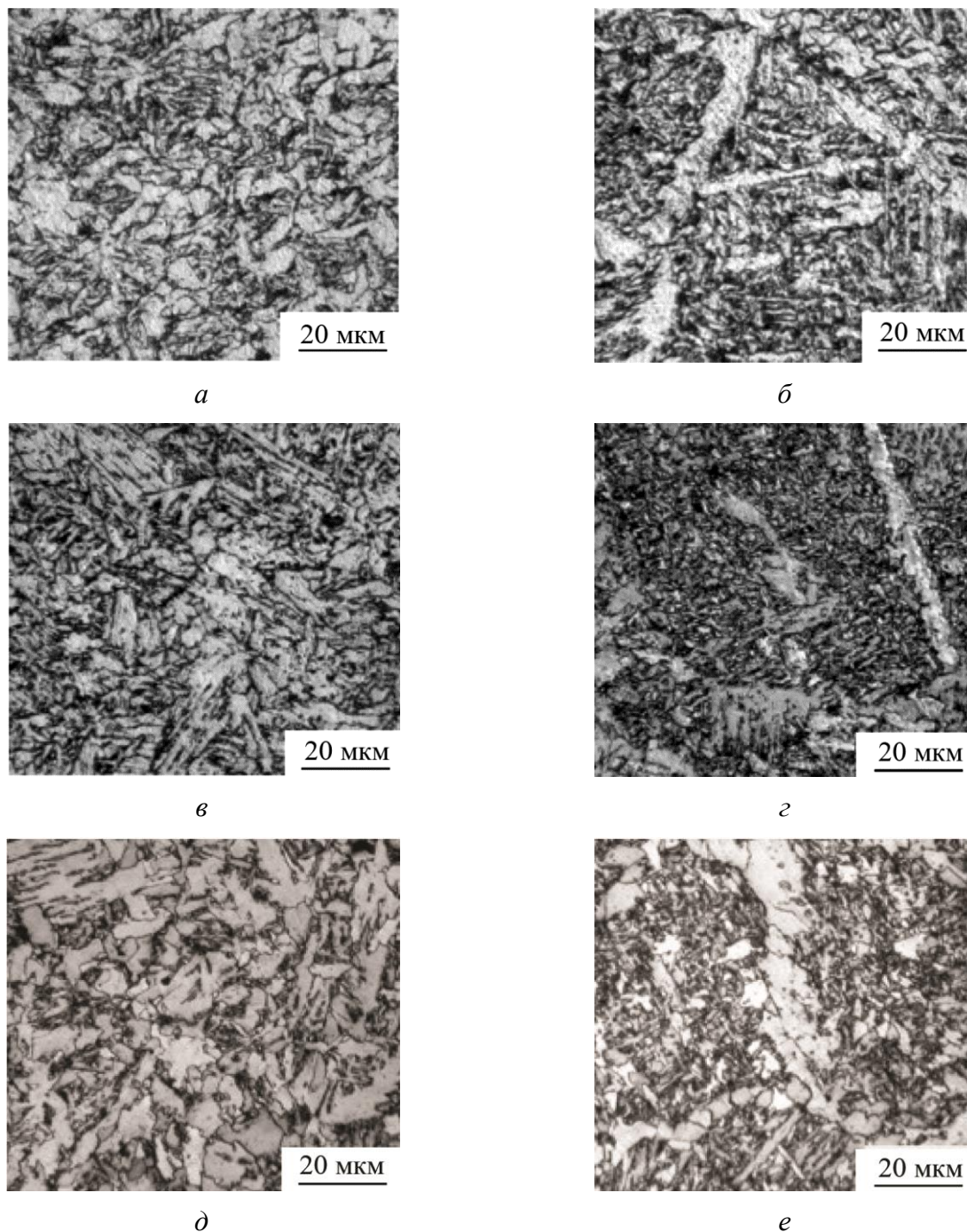


Рис. 3. Микроструктура зоны термического влияния (*а, в, д*) и сварного шва (*б, з, е*) образцов серии 3 (*а, б*), 4 (*в, з*) и 5 (*д, е*)

Таблица 4. Результаты испытаний на растяжение образцов сварных соединений и основного металла 09Г2С

Серия	Режим сварки	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %
ОМ	–	475	585	28,5	60,5
3	СМТ	455	580	22,5	59,5
4	СМТ	465	590	26,5	57,5
5	СПТ	480	590	22,0	58,5

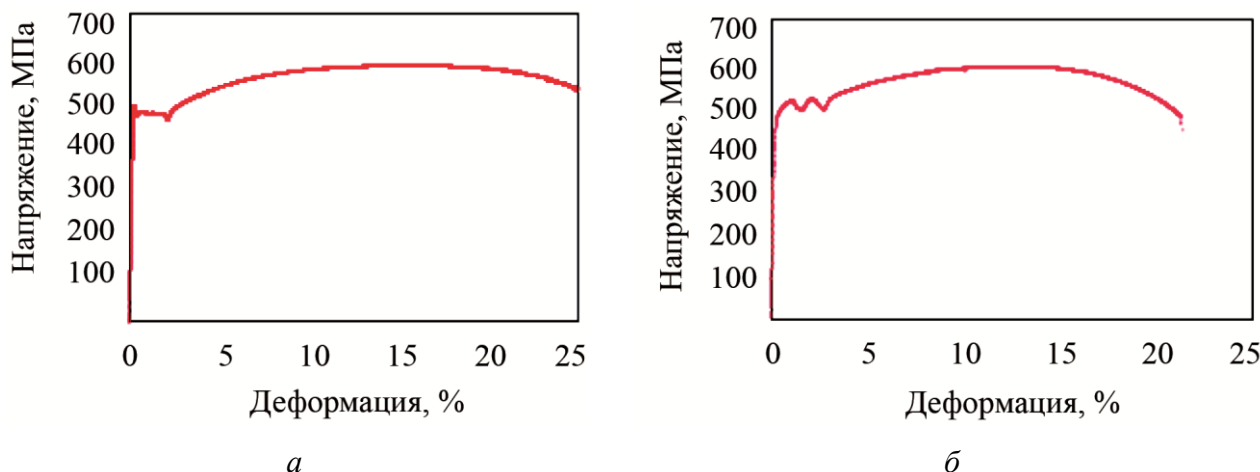


Рис. 4. Типичные кривые растяжения основного металла (а) и исследуемых сварных соединений (б), $t_{исп.} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$

Приведенные в табл. 5 результаты ударных испытаний указывают на то, что понижение температуры испытаний от комнатной до минус $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к снижению ударной вязкости (KCV), а также значений A_3 (работа зарождения трещины) и рассчитываемых по ним значений параметра динамической трещиностойкости J_{id} . В наименьшей степени с понижением температуры испытаний снижаются значения A_p (работы распространения трещины). О сохранении значительного запаса вязкости при температуре испытания минус $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ свидетельствует типично вязкий характер диаграммы нагружения (рис. 5 б) и присутствие определенной доли вязких ямок в изломе (рис. 6 з).

Разрушение ударных образцов основного металла при температурах 20 и $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ происходило с образованием крупного расщепления в центральной части образцов. В образце, испытанном при комнатной температуре, формируются более выраженные боковые утяжки, что свидетельствует о значительном вкладе пластической деформации в процессе разрушения, относящегося к вязкому типу (рис. 6 а, б). Разрушение основного металла образца, испытанного при температуре минус $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, происходило также преимущественно по вязкому микромеханизму, но при этом в изломе присутствовали участки с элементами хрупкого разрушения, классифицируемые как фасетки скола (рис. 6 в, з).

Таблица 5 – Характеристики ударной вязкости и динамической трещиностойкости металла сварного соединения из стали 09Г2С

Серия	Режим сварки	Место вырезки	$t_{исп.},\text{ }^{\circ}\text{C}$	KCV, МДж/м ²	$A_3,$ Дж	$A_p,$ Дж	$J_{id},$ МДж/м ²
–	–	ОМ	20	0,95	16,80	27,21	0,73
			-60	0,69	9,16	21,42	0,39
3	СМТ	ЗТВ	20	0,99	18,19	24,77	0,97
			-60	0,53	13,39	7,49	0,64
4	СМТ	ЗТВ	20	0,94	21,11	25,96	1,01
			-60	0,67	16,7	8,81	0,80
5	СПТ	ЗТВ	20	0,93	10,31	19,26	0,70
			-60	0,39	13,55	4,00	0,64

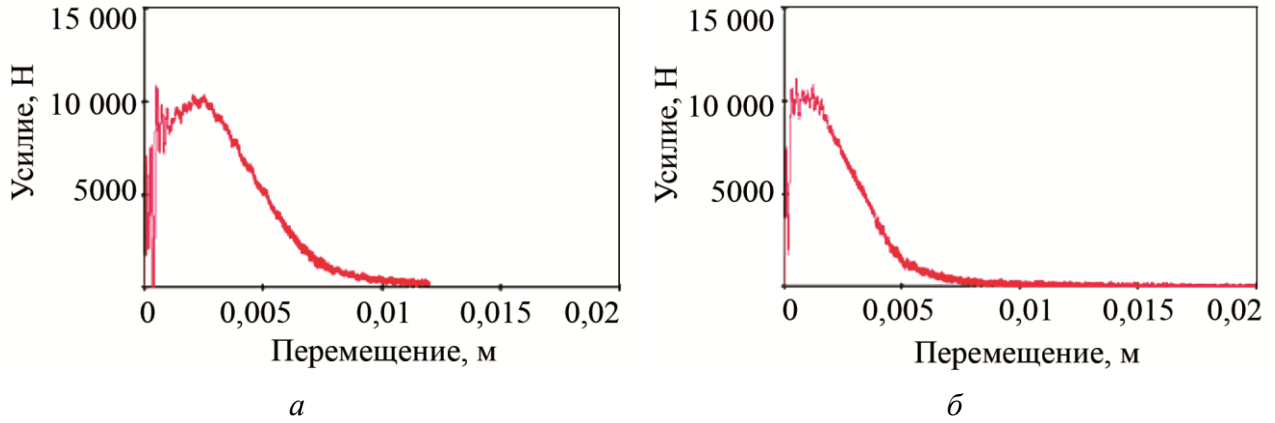


Рис. 5. Диаграммы ударного нагружения основного металла при температуре: 20 °С (а) и – 60 °С (б)

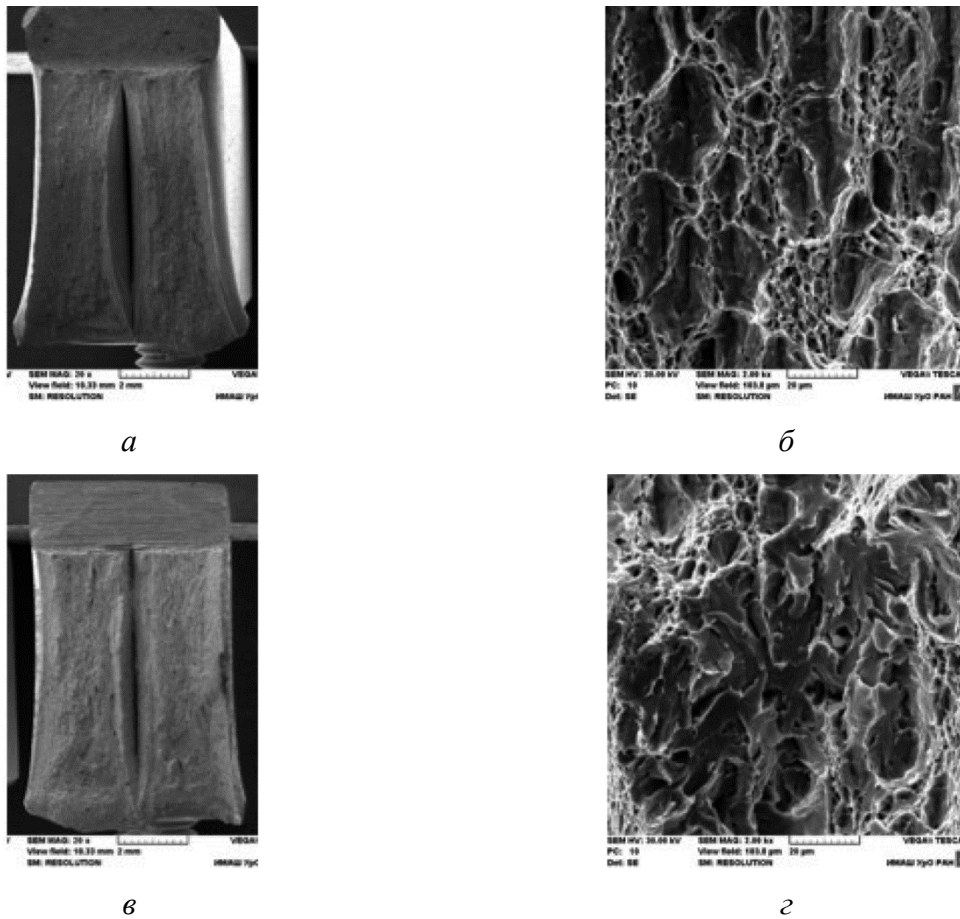


Рис. 6. Строение изломов ударных образцов основного металла после испытаний при температуре: 20 °С (а, б) и –60 °С (в, з)



На образцах металла ЗТВ серии 3 и 4, полученных методом СМТ, по сравнению с образцами из основного металла, ударная вязкость с понижением температуры уменьшается более заметно, но сохраняется на достаточно высоком уровне (табл. 5). На этих образцах выявлено резкое снижение значений работы распространения трещины A_p – примерно в 3 раза. Следует отметить, что значения работы зарождения трещины A_z и рассчитываемые по ним параметры динамической трещиностойкости J_{id} металла ЗТВ, независимо от режима сварки, с понижением температуры испытаний от комнатной до $-60\text{ }^\circ\text{C}$ снижаются не так заметно, как на образцах основного металла. Наименьшие значения KCV и A_p выявлены на образцах ЗТВ сварного соединения, полученного на постоянном токе методом СПТ. Хрупкий скачок трещины на образцах серии 3 и 4, испытанных при температуре $-60\text{ }^\circ\text{C}$, выражен в меньшей степени по сравнению с образцами серии 5, полученных по технологии СПТ (рис. 7 и 10).

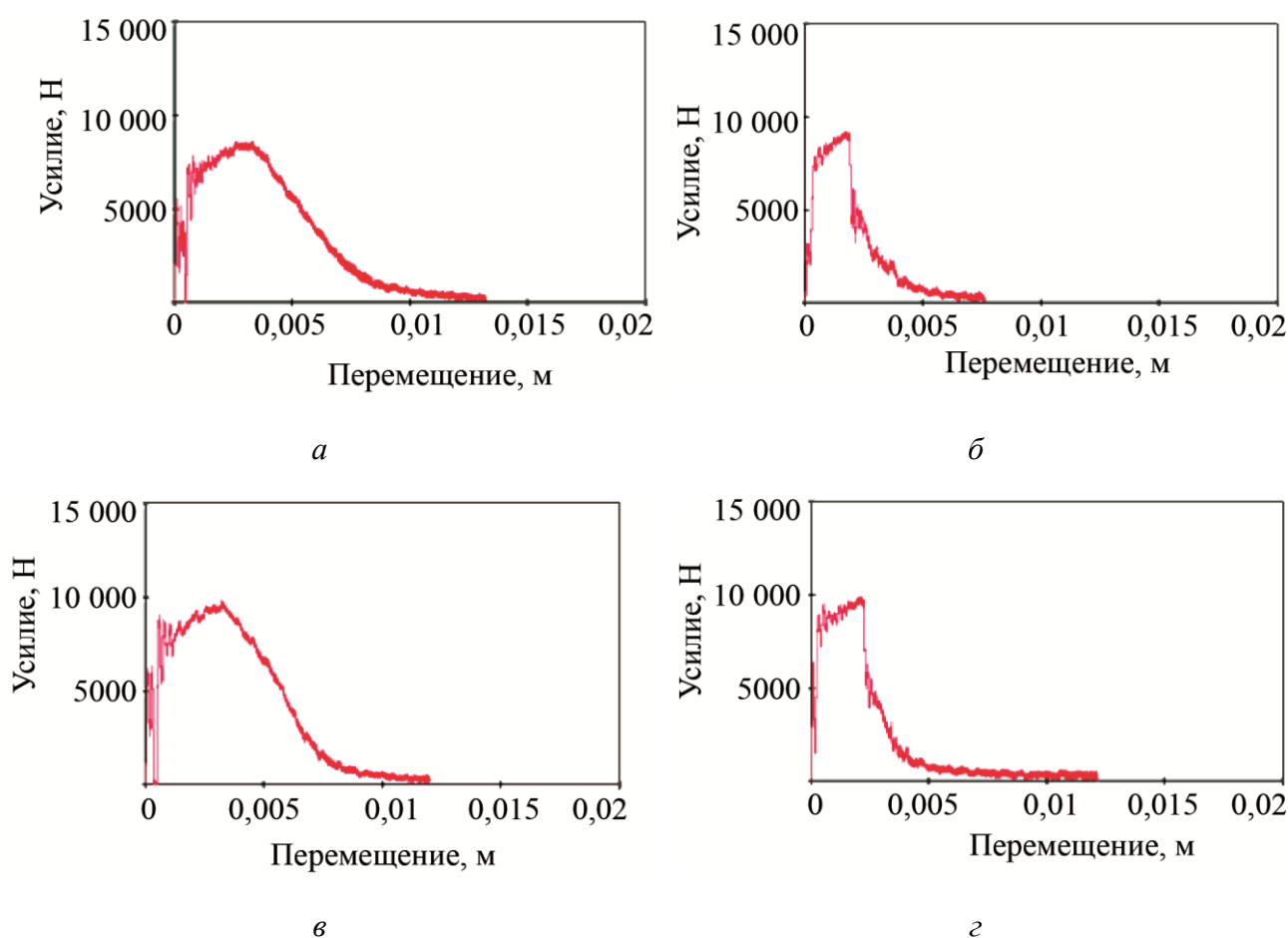


Рис. 7. Диаграммы ударного нагружения образцов ЗТВ серии 3 (а, б) и 4 (в, г) при температуре: $20\text{ }^\circ\text{C}$ (а, в) и $-60\text{ }^\circ\text{C}$ (б, г); а, б – ЗТВ образцов серии 3 (СМТ); в, г – ЗТВ образцов серии 4 (СМТ)

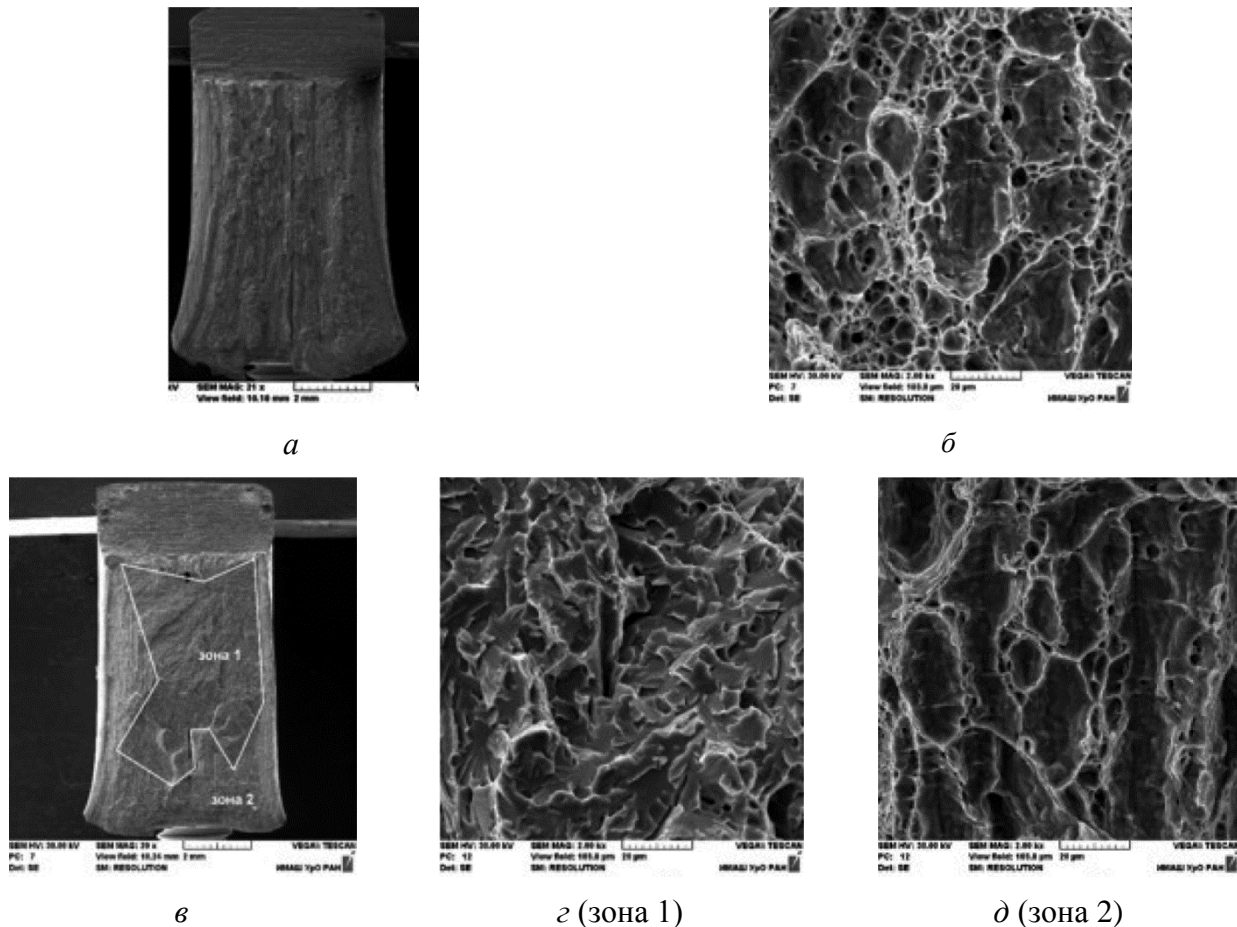


Рис. 8. Строение изломов ударных образцов ЗТВ серии 3 (СМТ) после испытаний при температуре: 20 °С (а, б) и – 60 °С (в–д)

Изломы образцов серии 3 и 4 имеют выраженную утяжку, свидетельствующую о значительном вкладе пластической деформации в процесс разрушения. Эти образцы в ходе низкотемпературного ударного нагружения разрушаются с образованием смешанного излома. Центральная часть излома (зона 1) разрушается по хрупкому механизму квазискола, а периферийные участки излома (зона 2) – по вязкому механизму слияния микропор с образованием ямочного рельефа. В образце серии 3 доля хрупкого разрушения превосходит долю вязкого разрушения, а в образце серии 4 присутствуют сопоставимые по объему участки вязкого ямочного и хрупкого разрушения по механизму квазискола (рис. 8 и 9). В образцах серии 5 после ударных испытаний отсутствует боковая утяжка и излом имеет полностью хрупкий вид и состоит из фасеток квазискола (рис. 11).

На образцах серии 5 (СПТ) при комнатной температуре испытания разрушение идет по вязкому ямочному механизму (рис. 11 а). При температуре испытания –60 °С реализуются наиболее низкие значения KCV (табл. 5), и процесс низкотемпературного разрушения развивается хрупко без выраженной боковой утяжки с образованием фасеток квазискола и вторичных трещин на всей поверхности разрушения (рис. 11 з).

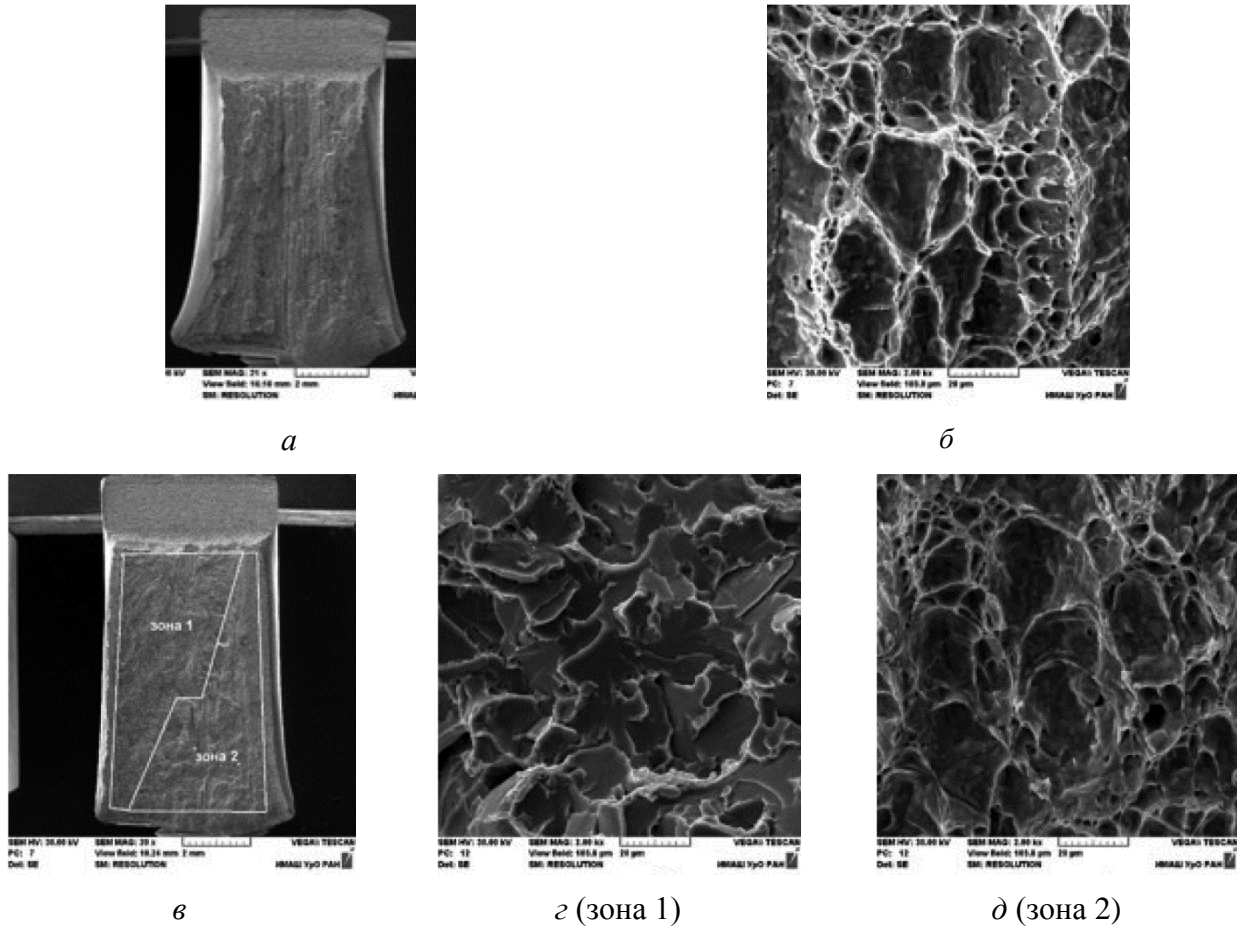


Рис. 9. Строение изломов ударных образцов ЗТВ серии 4 (СМТ) после испытаний при температуре: 20 °С (а, б) и – 60 °С (в–д)

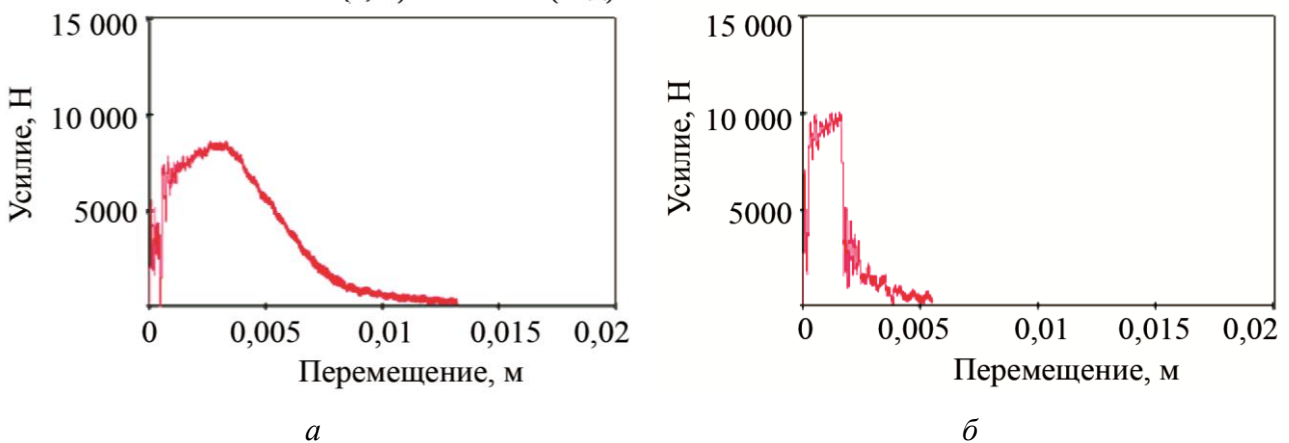


Рис. 10. Диаграммы ударного нагружения образцов ЗТВ серии 5 (СПТ) при температуре: 20 °С (а) и – 60 °С (б)

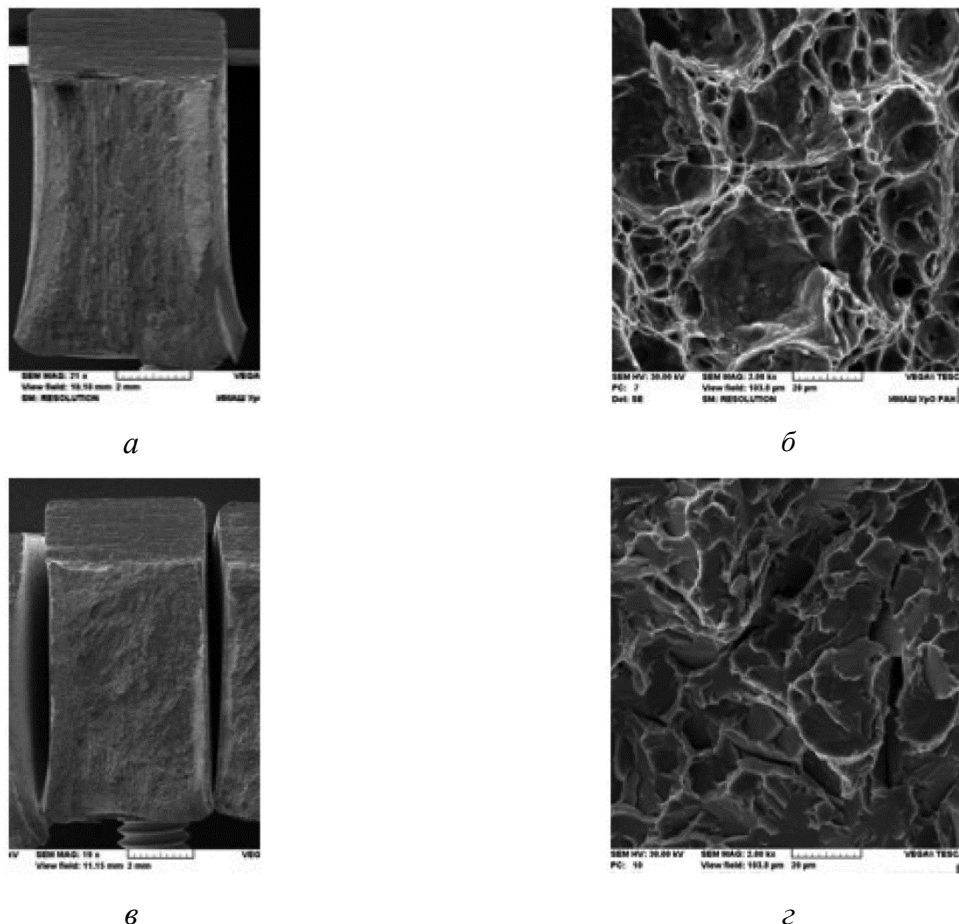


Рис. 11. Строение изломов ударных образцов ЗТВ серии 5 (СПТ) после испытаний при температуре: 20 °С (а, б) и – 60 °С (в, г)

Результаты проведенных при комнатной температуре испытаний компактных СТ-образцов (тип 3 по ГОСТ 25.506-85) на статическую трещиностойкость представлены в табл. 6.

Таблица 6 – Значения статической трещиностойкости различных участков сварного соединения стали 09Г2С ($t_{исп.} = 20\text{ °С}$)

Серия	Режим сварки	Место вырезки	$K_{с}, \text{МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$
–	–	ОМ	71,7
3	СМТ	ЗТВ	79,8
4	СМТ	ЗТВ	74,1
5	СПТ	ЗТВ	71,3

Установлено, что наиболее высокие значения статической трещиностойкости (вязкости разрушения) металла ЗТВ в условиях плоского напряженного состояния ($K_{с} = 79,8 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) достигаются на образцах сварного соединения серии 3, полученного методом СМТ, а наименьшие ($K_{с} = 71,3 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) – на образцах серии 5, полученного методом СПТ. Показатели статической трещиностойкости металла ЗТВ серии 5 и основного металла практически находятся на одном уровне. Согласно представленным на рис. 12 фрактограммам участков статического роста трещины (зон долома) в ЗТВ и в основном металле разрушение всех изученных образцов носит вязкий ямочный характер.

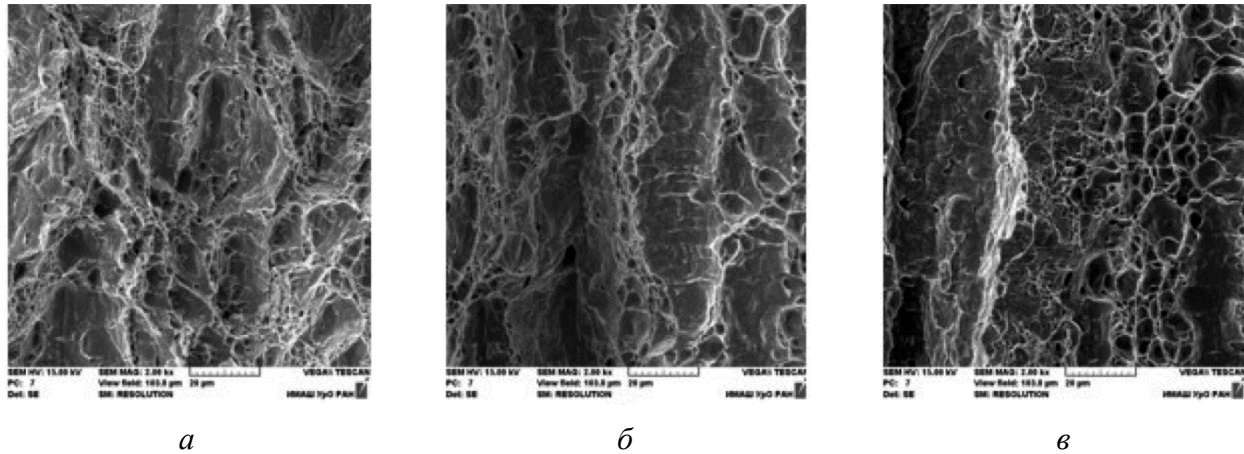


Рис. 12. Микростроение участков статического роста трещины в металле сварного соединения стали 09Г2С: *а* – образцов ОМ; *б* – ЗТВ образцов серии 3 (СМТ), *в* – ЗТВ образцов серии 5 (СПТ)

Приведенные на рис. 13 результаты сравнительных циклических испытаний металла ЗТВ сварных соединений, полученных по технологиям СМТ и СПТ (серии 3 и 5 соответственно), свидетельствуют о том, что в области размаха значений $\Delta K = 23\text{--}26 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ образцы серии 3 характеризуются меньшими значениями скорости роста усталостной трещины по сравнению с образцами серии 5. Это указывает на преимущество в циклической трещиностойкости металла ЗТВ сварных соединений, полученных по технологии СМТ по сравнению с СПТ на начальных стадиях роста усталостной трещины в области размаха значений $\Delta K = 23\text{--}26 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$. При дальнейшем продвижении усталостной трещины и соответствующем подрастании размаха коэффициента интенсивности напряжений в ее вершине в пределах значений $\Delta K = 27\text{--}33 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ скорость роста усталостной трещины на образцах серии 3 и 5 уравнивается и становится независимой от способа получения сварного соединения (рис. 13). Наблюдаемое изменение скорости роста усталостной трещины в зависимости от размаха значений ΔK для металла ЗТВ сварных соединений, полученных методами СМТ и СПТ, хорошо согласуется с различием в рассчитанных по экспериментальным данным значений коэффициентов m и C уравнения Париса для линейного участка КДУР:

$$dl/dN = C \Delta K^m . \quad (2)$$

Проведенный фрактографический анализ показал, что заметное различие в микростроении поверхности роста усталостной трещины в образцах металла ЗТВ серии 3 (СМТ) и 5 (СПТ) наблюдается только в начальной области испытаний, соответствующей достигнутым значениям $\Delta K = 23\text{--}26 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ (рис. 14 *а, б*). На данном участке поверхности при циклических испытаниях в ЗТВ образцов серии 3 (СМТ) усталостные бороздки носят фрагментарный характер, а элементы рельефа разрушения существенно различаются по высоте, что может быть связано с реализацией смешанных циклических и статических мод нагружения [10]. На аналогичном участке циклического роста трещины в образцах серии 5 (СПТ) усталостные бороздки также отчетливо не выявляются, а элементы рельефа разрушения в виде плоских фасеток имеют незначительные перепады по высоте.

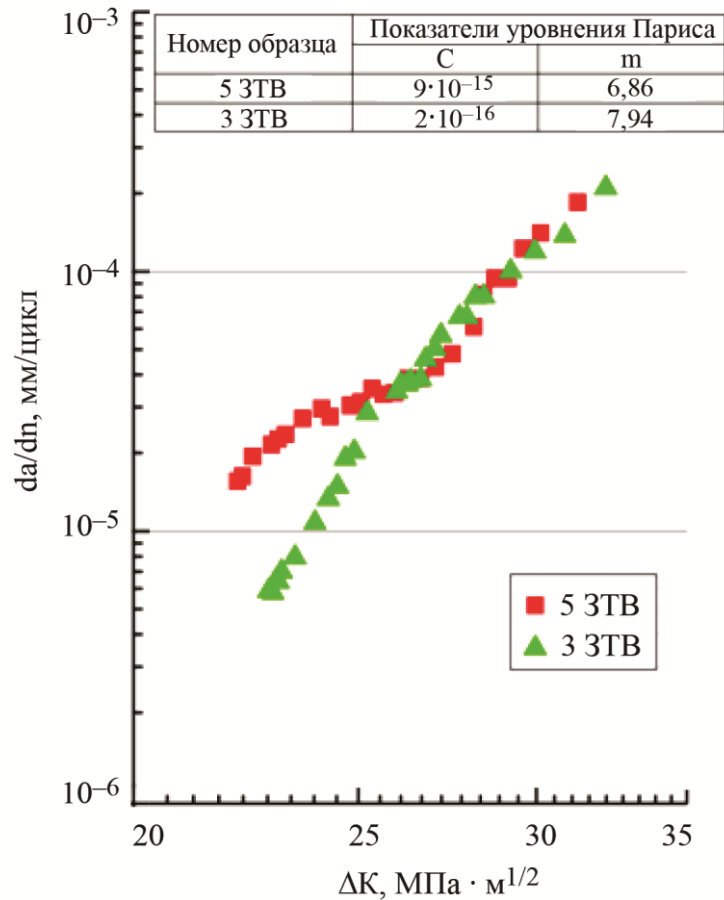


Рис. 13. Кинетические диаграммы усталостного разрушения металла ЗТВ сварных образцов серии 3 (СМТ) и серии 5 (СПТ)

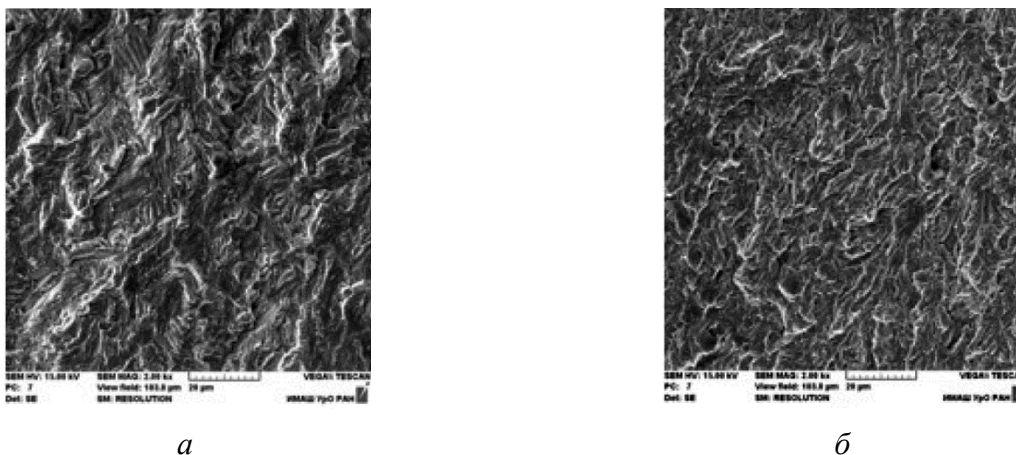
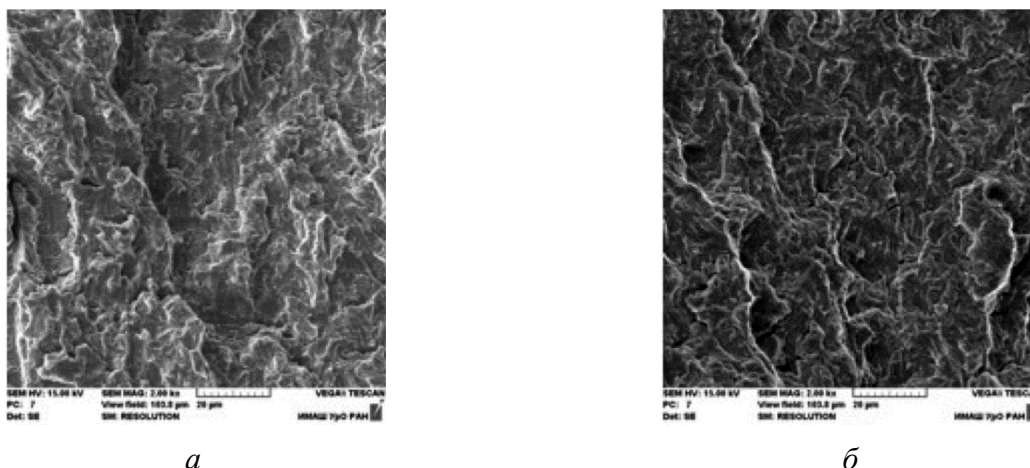


Рис. 14. Микростроение зоны циклического роста трещины в металле ЗТВ сварных образцов серии 3 – СМТ (а) и серии 5 – СПТ (б) в области значений $\Delta K < 26 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$

В области более высоких значений $\Delta K = 29\text{--}33 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, реализуемых в процессе циклических испытаний, при практически одинаковой скорости роста трещины, усталостные изломы имеют близкое микростроение, для которого характерно наличие более выраженных усталостных бороздок и вторичных трещин (рис. 15).



a

б

Рис. 15. Микростроение зоны циклического роста трещины в металле ЗТВ сварных образцов серии 3 – СМТ (*a*) и серии 5 – СПТ (*б*) в области значений $\Delta K = 27\text{--}33 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$

Известно [14], что сопротивление металлических материалов усталостному разрушению в значительной мере зависит от величины и знака сформировавшихся в поверхностных слоях образцов остаточных напряжений. В связи с этим для объяснения причин повышенной циклической трещиностойкости металла ЗТВ образцов серии 3 (СМТ), по сравнению с образцами серии 5 (СПТ), проведена оценка остаточных макронапряжений в центре СШ и в ЗТВ металла сварных соединений. При определении напряжений в ЗТВ образец в гониометре дифрактометра размещали таким образом, чтобы рентгеновский пучок падал на образец в непосредственной близости от сварного шва, но не попадал на него. Остаточные напряжения в ЗТВ определяли на расстоянии 5 мм по обе стороны от центра шва, ширина которого в зоне его усиления составляла около 10 мм, в корне шва – около 3 мм. Для всех исследуемых образцов зависимости $2\theta_{\psi}$ от $\sin^2\psi$ хорошо описываются линейной функцией, что свидетельствует об отсутствии градиента напряжений в поверхностном слое материала. Представленные в табл. 7 результаты свидетельствуют о том, что остаточные макронапряжения в центре шва для образцов серии 3 (СМТ) являются сжимающими, что благоприятно сказывается на сопротивлении материала росту усталостных трещин. В ЗТВ происходит некоторое повышение напряжений сжатия, по сравнению с остаточными напряжениями в середине шва.

Таблица 7 – Макронапряжения в различных зонах сварного соединения

Серия	Режим сварки	Макронапряжения, МПа		
		ЗТВ (слева в 5 мм от середины СШ)	Середина СШ	ЗТВ (справа в 5 мм от середины СШ)
3	СМТ	-22	-20	-29
5	СПТ	-4	35	26

Для образцов серии 5 (СПТ) в отличие от образцов серии 3 (СМТ) характерно наличие растягивающих остаточных напряжений поперек сварного шва, что создает благоприятные условия для зарождения и роста трещин. В металле ЗТВ с одной стороны от сварного шва остаточные напряжения растягивающие, так же, как и в сварном шве, а в ЗТВ, расположенной с другой стороны шва, остаточные напряжения являются сжимающими. В образцах серии 5 преобладают растягивающие остаточные макронапряжения, что способствует более ускоренному росту усталостных трещин при циклических испытаниях в области значений $\Delta K < 25 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ в металле ЗТВ сварного соединения, полученного по технологии СПТ.



4. Заключение

1. Установлено, что импульсно-дуговая сварка по сравнению со сваркой на постоянном токе позволяет получить наиболее однородное распределение значений микротвердости по ширине всех зон сварного соединения стали 09Г2С. При этом дисперсность структурных элементов металла ЗТВ образцов серии 3 и 4 (СМТ) примерно в 1,5 раза выше по сравнению с аналогичным участком сварного соединения, полученного по технологии СПТ (образцы серии 5).

2. При испытаниях на растяжение сварных соединений, полученных методами СМТ и СПТ, выявлены скачки нагрузки, характерные для проявления эффекта прерывистой пластической деформации (эффект Портевена-Ле-Шателье). Показано, что при незначительном снижении характеристик пластичности сварного соединения по сравнению с основным металлом, прочностные свойства соответствуют основному металлу стали 09Г2С и это свидетельствует о достаточно высоком качестве сварного соединения.

3. Установлено, что в ЗТВ сварных соединений стали 09Г2С, полученных сваркой с модуляцией тока более высокие значения ударной вязкости (КСУ) и работы распространения трещины (A_p) при пониженной температуре (-60 °С), по сравнению с соединениями, сваренными на постоянном токе. Выявлена взаимосвязь между характеристиками ударной вязкости образцов основного металла и ЗТВ, видом диаграмм ударного нагружения и фрактурграфическими особенностями микростроения изломов.

4. Показано, что высокие значения статической трещиностойкости (вязкости разрушения) металла ЗТВ в условиях плоского напряженного состояния ($K_{Ic} = 79,8 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) достигаются на образцах сварного соединения серии 3, полученного методом СМТ, а наименьшие ($K_{Ic} = 71,3 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$) – на образцах серии 5, полученной методом СПТ. Показатели статической трещиностойкости металла ЗТВ серии 5 и основного металла практически находятся на одном уровне

5. Сравнительные циклические испытания металла ЗТВ сварных соединений, полученных по технологиям СМТ и СПТ (серии 3 и 5 соответственно), свидетельствуют о том, что в области размаха значений $\Delta K = 23\text{--}26 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ на начальных стадиях роста усталостной трещины образцы серии 3 (СМТ) характеризуются меньшими значениями скорости роста усталостной трещины по сравнению с образцами серии 5 (СПТ). Замедление роста усталостной трещины в сварных образцах серии 3, выполненных в режиме сварки с модуляцией тока, связано с тем, что в сварном шве и ЗТВ этих образцов формируются макронапряжения сжатия, а в образцах, выполненных на постоянном токе (серии 5), на всех участках сварного соединения преобладают ускоряющие рост трещин растягивающие макронапряжения.

6. При дальнейшем продвижении усталостной трещины в области значений $\Delta K = 27\text{--}33 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ скорость ее роста на образцах серии 3 и 5 уравнивается и становится независимой от способа получения сварного соединения. Заметное различие в микростроении усталостного излома образцов металла ЗТВ серий 3 (СМТ) и 5 (СПТ) наблюдается только на начальных участках поверхности роста усталостной трещины, соответствующей достигнутым значениям $\Delta K = 23\text{--}26 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$.

Благодарность

Авторы выражают благодарность с.н.с., к.ф.-м.н. С.М. Задворкину и м.н.с. Л.С. Горулевой за помощь в определении остаточных напряжений рентгеновским методом, а также м.н.с. С. В. Кутеневой за проведение металлографического анализа.

Работа выполнена за счет средств РФФИ, проект № 16-19-10010.



Литература

1. Грабин В. Ф., Денисенко А. В. *Металловедение сварки низко- и среднелегированных сталей.* – Киев : Наукова думка, 1978. – 256 с.
2. Лившиц Л. С., Хакимов А. Н. *Металловедение сварки и термическая обработка сварных соединений.* – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 1989. – 336 с.
3. Махутов Н. А., Лыглаев А. В., Большаков А. М. *Хладостойкость (метод инженерной оценки) / ИФТПС им. В.П. Ларионова СО РАН; отв. ред. М. П. Лебедев, Ю. Г. Матвиенко.* – Новосибирск : Изд-во СО РАН, 2011. – 195 с.
4. Горицкий В. М. *Применение характеристик ударной вязкости в инженерной практике.* – М. : Металлургиздат, 2016. – 304 с.
5. Формирование структуры и свойств сварных соединений в условиях регулируемого тепловложения при импульсно-дуговой сварке / Ю. Н. Сараев, И. М. Полетика, А. В. Козлов, Е. Г. Хомченко // *Физическая мезомеханика.* – 2005. – Т. 8 (Спец. выпуск). – С. 137–140.
6. Влияние технологий сварки на физико-механические характеристики металла различных зон сварных соединений низколегированной стали / Э. С. Горкунов, Ю. Н. Сараев, С. М. Задворкин, Е. А. Путилова // *Вопросы материаловедения.* – 2015. – № 1 (81). – С. 120–126.
7. Повышение эксплуатационных свойств металлоконструкций для работы в условиях низких климатических температур методами адаптивной импульсно-дуговой наплавки / Ю. Н. Сараев, С. В. Gladkovskiy, Н. И. Голиков, В. Е. Веселова // *Сварочное производство.* – 2015. – № 11. – С. 33–40.
8. Properties of the Welded Joints of Manganese Steel Made by Low-Frequency Pulsed Arc Welding / Yu. N. Saraev, V. P. Bezborodov, S. V. Gladovskii, N. I. Golikov // *Russian Metallurgy.* – 2017 – No. 4. – P. 287–292. – DOI: 10.1134/S0036029517040206
9. Saraev Yu. N., Bezborodov V. P., Gladovskiy S. V., Golikov N. I. Improving the reliability of metallic structures in service in the conditions with low climatic temperatures by efficient application of advanced methods of modification of the zone of the welded joint // *Welding International,* 2017. – Vol. 31, No 8, pp. 631–636. DOI: 10.1080/09507116.2017.1307512
10. Ботвина Л. Р. *Разрушение. Кинетика, механизмы, общие закономерности / Ин-т металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН.* – М. : Наука, 2008. – 334 с.
11. Терентьев В. Ф. *Усталостная прочность металлов и сплавов.* – М. : Интермет Инжиниринг, 2002. – 288 с. – ISBN 5-89594-076-5.
12. Русаков А. А. *Рентгенография металлов* – М. : Атомиздат, 1977. – 480 с.
13. Pugacheva N. B., Michurov N. S., Trushina E. B. Peculiarities of the structure of welded aluminum alloy joints // *Diagnosics, Resource and Mechanics of materials and structures.* – 2015. – Iss. 5. – P. 58–71. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5_43.html
14. Хоникомб Р. *Пластическая деформация металлов.* – М. : Мир, 1972. – 408 с.



IMPROVING THE STRENGTH OF THE AISI 321 AUSTENITIC STAINLESS STEEL BY FRICTIONAL TREATMENT

R. A. Savrai^{1*}, A. V. Makarov^{1,2}, I. Yu. Malygina¹,
 S. A. Rogovaya¹, A. L. Osintseva¹

¹*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russian Federation*

²*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: ras@imach.uran.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation
 Tel.: +7 (343) 362 34 48; fax: +7 (343) 374 53 30

The influence of frictional treatment on the micromechanical characteristics, phase composition, residual stresses, surface roughness and damage of the AISI 321 austenitic stainless steel is investigated. The frictional treatment is performed with a hemispherical synthetic diamond indenter, loaded with 294 N, in a non-oxidizing argon medium, by varying the number of indenter strokes over the same part of the surface. It has been established that, to achieve substantial hardening, high quality and sufficient contact strength of the steel surface, it is expedient that, with the used process parameters, the frictional treatment of the AISI 321 steel be carried out with the number of double strokes not exceeding 14. Herewith, frictional treatment with 14 double strokes increases microhardness by a factor of 3.7, up to 730 HV0.025, while providing low surface roughness with $R_a = 0.23$ μm and highly increased ability of the surface to resist mechanical contact, this being supported by the data of kinetic microindentation.

Keywords: austenitic stainless steel, frictional treatment, microhardness, kinetic micro-indentation, phase composition, residual stresses, surface roughness, damage

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.043-062

References

1. Sun Y. Sliding wear behavior of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel. *Tribology International*, 2013, vol. 57, pp. 67–75. DOI: 10.1016/j.triboint.2012.07.015
2. Lee H., Kim D., Jung J., Pyoun Y., Shin K. Influence of peening on corrosion properties of AISI 304 stainless steel. *Corrosion Science*, 2009, vol. 51, iss. 12, pp. 2826–2830. DOI: 10.1016/j.corsci.2009.08.008
3. Mordyuk B.N., Prokopenko G.I. Ultrasonic impact peening for the surface properties' management. *Journal of Sound and Vibration*, 2007, vol. 308, iss. 3–5, pp. 855–866. DOI: 10.1016/j.jsv.2007.03.054
4. Baraz V.P., Kartak B.P., Mineeva O.N. Special features of friction hardening of austenitic steel with unstable gamma-phase. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 52, iss. 9–10, pp. 473–475. DOI: 10.1007/s11041-010-9302-x
5. Hajian M., Abdollah-zadeh A., Rezaei-Nejad S.S., Assadi H., Hadavi S.M.M., Chung K., Shokouhimehr M. Improvement in cavitation erosion resistance of AISI 316L stainless steel by friction stir processing. *Applied Surface Science*, 2014, vol. 308, pp. 184–192. DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.04.132
6. Lin Y., Wang J., Zeng D., Huang R., Fan H. Advance complex liquid nitriding of stainless steel AISI 321 surface at 430 C. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2013, vol. 22, no. 9, pp. 2567–2573. DOI: 10.1007/s11665-013-0545-8



7. Levcovici S.M., Levcovici D.T., Munteanu V., Paraschiv M.M., Preda A. Laser surface hardening of austenitic stainless steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2000, vol. 9, no. 5, pp. 536–540. DOI: 10.1361/105994900770345665
8. Golzar Shahri M., Salehi M., Hosseini S.R., Naderi M. Effect of nanostructured grains on martensite formation during plasma nitriding of AISI 321 austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2017, vol. 310, pp. 231–238. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2016.12.019
9. Makarov A.V. Nanostructuring friction treatment of carbon and low-alloy steels. In: *Perspektivnye Materialy. T. IV: Uchebnoe posobie* [Promising Materials, vol. IV: Schoolbook], D.L. Merson, ed., Tolyatti, TGU Publ., 2011, 434 p. (In Russian).
10. Makarov A.V., Skorynina P.A., Osintseva A.L., Yurovskikh A.S., Savrai R.A. Improving the tribological properties of austenitic 12Kh18N10T steel by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka Metallov*, 2015, no. 4 (69), pp. 80–92. DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92 (In Russian).
11. Makarov A.V., Korshunov L.G. Strength and wear resistance of nanocrystal structures on friction surfaces of steels with martensitic base. *Russian Physics Journal*, 2004, vol. 47, no. 8, pp. 857–871. DOI: 10.1007/s11182-005-0005-5
12. Wang T.S., Yang J., Shang C.J., Li X.Y., Lv B., Zhang M., Zhang F.C. Sliding friction surface microstructure and wear resistance of 9SiCr steel with low-temperature austempering treatment. *Surface and Coatings Technology*, 2008, vol. 202, iss. 16, pp. 4036–4040. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2008.02.013
13. Li J.G., Umemoto M., Todaka Y., Tsuchiya K. Role of strain gradient on the formation of nanocrystalline structure produced by severe plastic deformation. *Journal of Alloys and Compounds*, 2007, vol. 434–435, pp. 290–293. DOI: 10.1016/j.jallcom.2006.08.167
14. Makarov A.V., Savrai R.A., Pozdejeva N.A., Smirnov S.V., Vichuzhanin D.I., Korshunov L.G., Malygina I.Yu. Effect of hardening friction treatment with hard-alloy indenter on microstructure, mechanical properties, and deformation and fracture features of constructional steel under static and cyclic tension. *Surface and Coatings Technology*, 2010, vol. 205, iss. 3, pp. 841–852. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.025
15. Vichuzhanin D.I., Makarov A.V., Smirnov S.V., Pozdeeva N.A., Malygina I.Y. Stress and strain and damage during frictional strengthening treatment of flat steel surface with a sliding cylindrical indenter. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2011, vol. 40, iss. 6, pp. 554–560. DOI: 10.3103/S1052618811050190
16. Kuznetsov V.P., Makarov A.V., Psakhie S.G., Savrai R.A., Malygina I.Yu., Davydova N.A. Tribological aspects in nanostructuring burnishing of structural steels. *Physical Mesomechanics*, 2014, vol. 17, iss. 4, pp. 250–264. DOI: 10.1134/S102995991404002X
17. Makarov A.V., Skorynina P.A., Yurovskikh A.S., Osintseva A.L. Effect of the technological conditions of frictional treatment on the structure, phase composition and hardening of metastable austenitic steel. In: *AIP Conference Proceedings*, 2016, vol. 1785, no. 040035. DOI: 10.1063/1.4967092
18. Wang T., Yu J., Dong B. Surface nanocrystallization induced by shot peening and its effect on corrosion resistance of 1Cr18Ni9Ti stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2006, vol. 200, pp. 4777–4781. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.04.046
19. Pugacheva N.B., Michurov N.S., Bykova T.M. structure and properties of the Al/SiC composite material. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 6, pp. 634–640. DOI: 10.1134/S0031918X16060119
20. Pugacheva N.B., Michurov N.S., Senaeva E.I., Bykova T.M. Structure and thermophysical properties of aluminum-matrix composites. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 11, pp. 1144–1151. DOI: 10.1134/S0031918X16110119
21. Savrai R.A., Makarov A.V., Soboleva N.N., Malygina I.Yu., Osintseva A.L. The behavior of gas powder laser clad NiCrBSi coatings under contact loading. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2016, vol. 25, iss. 3, pp. 1068–1075. DOI: 10.1007/s11665-016-1925-7



22. Pugacheva N.B., Trushina E.B., Bykova T.M. Research on the tribological properties of iron borides as diffusion coatings. *Journal of Friction and Wear*, 2014, vol. 35, no. 6, pp. 489–496. DOI: 10.3103/S1068366614060117
23. Pugacheva N.B., Bykova T.M., Trushina E.B. Effect of the composition of the steel base on the structure and properties of diffusion boride coatings. *Uprochnyayushchie Tekhnologii i Pokrytiya*, 2013, no. 4, pp. 3–7. (In Russian).
24. Makarov A.V., Savrai R.A., Gorkunov E.S., Yurovskikh A.S., Malygina I.Yu., Davydova N.A. Structure, mechanical characteristics, and deformation and fracture features of quenched structural steel under static and cyclic loading after combined strain-heat nanostructuring treatment. *Physical Mesomechanics*, 2015, vol. 18, iss. 1, pp. 43–57. DOI: 10.1134/S1029959915010063
25. Makarov A.V., Soboleva N.N., Savrai R.A., Malygina I.Yu. The improvement of micromechanical properties and wear resistance of chrome-nickel laser coating using the finishing friction treatment. *Science Vector of Togliatti State University*, 2015, no. 4 (34), pp. 60–67. DOI: 10.18323/2073-5073-2015-4-60-67 (In Russian).
26. Smirnov S.V., Pugacheva N.B., Myasnikova M.V., Smirnova E.O. Heterogeneity of an Al alloy weld and simulation of its elastic deformation. *Fizicheskaya Mezomekhanika*, 2014, no. 1, pp. 51–56. (In Russian).
27. Smirnov S.V., Pugacheva N.B., Myasnikova M.V. Evaluating ultimate strains to fracture of the zones of a diffusion aluminide coating. *Deformatsiya i Razrushenie Materialov*, 2014, no. 12, pp. 17–22. (In Russian).
28. Pugacheva N.B., Myasnikova M.V., Michurov N.S. Simulation of the elastic deformation of laser-welded joints of an austenitic corrosion-resistant steel and a titanium alloy with an intermediate copper insert. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 2, pp. 195–203. DOI: 10.7868/S0015323015120074
29. Makarov A.V., Korshunov L.G., Osintseva A.L. *Sposob Obrabotki Stalnykh Izdeliy* [Method for Steel Articles Working]. RU Patent 2194773, 2002. (In Russian).
30. Rusakov A.A. *Rentgenografiya Metallov* [Roentgenography of Metals]. Moscow, Atomizdat Publ., 1977, 480p. (In Russian).
31. ISO 14577-1:2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method.
32. Oliver W.C., Pharr J.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583. DOI:10.1557/JMR.1992.1564
33. Makarov A.V., Savrai R.A., Schastlivtsev V.M., Tabatchikova T.I., Yakovleva I.L., Egorova L.Yu. Structural features of the behavior of a high-carbon pearlitic steel upon cyclic loading. *The Physics of Metals and Metallography*, 2011, vol. 111, iss. 1, pp. 95–109. DOI: 10.1134/S0031918X11010091
34. Benito J.A., Jorba J., Manero J.M., Roca A. Change of Young's modulus of cold-deformed pure iron in a tensile test. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, vol. 36, iss. 12, pp. 3317–3324. DOI: 10.1007/s11661-005-0006-6
35. Cheng Y.T., Cheng C.M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation. *Applied Physics Letters*, 1998, vol. 73, no. 5, pp. 614–618. DOI: 10.1063/1.121873
36. Page T.F., Hainsworth S.V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surface and Coatings Technology*, 1993, vol. 61, iss. 1–3, pp. 201–208. DOI: 10.1016/0257-8972(93)90226-E
37. Mayrhofer P.H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 174–175, pp. 725–731. DOI: 10.1016/S0257-8972(03)00576-0
38. Milman Yu.V., Chugunova S.I., Goncharova I.V. Plasticity characteristic defined indentation method. *Voprosy atomnoy nauki i tekhniki*, 2011, iss. 4, pp. 182–187. (In Russian).



This work was done within the Complex program of UB RAS, project no. 15-10-1-22, within the state order of FASO Russia on the subject “Structure” no. 01201463331 and with partial financial support of the Russian Foundation for Basic Research grant no. 15-08-06754_a.

Electron scanning microscopy, optical profilometry and micromechanical tests were performed in Collective Use Center “Plastometriya” of the Institute of Engineering Science UB RAS.



Подана в журнал: 10.10.2017
УДК 669.14:621.787.4
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.043-062

ПОВЫШЕНИЕ ПРОЧНОСТИ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ AISI 321 ФРИКЦИОННОЙ ОБРАБОТКОЙ

Р. А. Саврай^{1*}, А. В. Макаров^{1,2}, И. Ю. Малыгина¹,
С. А. Роговая¹, А. Л. Осинцева¹

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук,
д. 34, ул. Комсомольская, г. Екатеринбург, 620049, Российская Федерация

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
д. 18, ул. С. Ковалевской, г. Екатеринбург, 620990, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: ras@imach.uran.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 362–34–48; факс: +7 (343) 374–53–30

Исследовано влияние фрикционной обработки полусферическим индентором из синтетического алмаза в безокислительной среде аргона и нагрузке на индентор 294 Н с различным числом проходов индентора по одному участку поверхности на микромеханические характеристики, фазовый состав, остаточные напряжения, шероховатость и поврежденность поверхностного слоя коррозионностойкой аустенитной стали AISI 321. Установлено, что для обеспечения существенного упрочнения, высокого качества поверхности и стойкости при контактных нагрузках, фрикционную обработку стали AISI 321 при использованных технологических параметрах целесообразно проводить с числом двойных проходов не более 14. При этом в результате фрикционной обработки с числом двойных проходов индентора 14, микротвердость стали AISI 321 возрастает в 3,7 раза до 730 HV_{0,025}, обеспечивается низкая шероховатость поверхности с параметром $R_a = 0,23$ мкм, а также значительно повышается способность поверхности сопротивляться механическому контактному воздействию, что подтверждается данными микроиндентирования.

Ключевые слова: коррозионностойкая аустенитная сталь, фрикционная обработка, микротвердость, кинетическое микроиндентирование, фазовый состав, остаточные напряжения, шероховатость поверхности, поврежденность.

1. Введение

Аустенитные хромоникелевые стали обладают высокой технологичностью и коррозионной стойкостью. Благодаря этому они находят широкое применение в нефтегазовой, химической, пищевой и других отраслях промышленности. Однако этим сталям свойственны низкие прочностные свойства и склонность к схватыванию, которые могут быть устранены различными поверхностными модифицирующими обработками [1–8].

В частности, эффективным способом упрочнения и наноструктурирования поверхностного слоя металлических изделий является фрикционная обработка, проводимая в условиях трения скольжения, исключаящих заметный фрикционный нагрев обрабатываемой поверхности [9]. При фрикционной обработке в результате интенсивной пластической деформации на поверхности практически любых металлических материалов, включая высокопрочные и труднодеформируемые термоупрочненные стали, формируются нанокристаллические структуры с уникальными прочностными и трибологическими характеристиками [10–12].



Фрикционная обработка имеет следующие основные научно-технологические аспекты. Важнейшим условием формирования нанокристаллических структур в металлических материалах при интенсивной пластической деформации является неомогенная деформация сдвигом с наличием резкого градиента [13]. В работах [14, 15] было показано, что именно сдвиговая компонента деформации вносит определяющий вклад в накопление пластической деформации (и соответственно в деформационное упрочнение) металла при контактном фрикционном воздействии.

Для формирования качественной поверхности при фрикционной обработке также необходим обоснованный выбор материала индентора, который должен исключать адгезионное схватывание и разрушение поверхности, обеспечивая при этом достаточно высокий коэффициент трения для накопления деформации. В качестве материала индентора могут быть использованы такие сверхтвердые материалы, как твердый сплав, природный и синтетический алмаз, плотный нитрид бора [16]. Для аустенитных нержавеющей сталей, при фрикционной обработке наиболее эффективно использование индентора из синтетического алмаза [17].

При контактном нагружении в воздушной среде происходит активное насыщение кислородом нанокристаллических структур трения, обусловленное их высокой дефектностью (большая плотность дислокаций, сильно развитая система границ фрагментов), а также действием ротационного механизма пластической деформации, способствующего ускоренной транспортировке атомов (ионов) кислорода с контактной поверхности в объем материала. Обогащение кислородом сильнодеформированного поверхностного слоя увеличивает его хрупкость и приводит к ускоренному разрушению [11]. Поэтому деформационная поверхностная обработка в окислительной среде воздуха вследствие охрупчивания поверхностных слоев из-за механохимического взаимодействия металла с кислородом воздуха может приводить к шелушению и отслаиванию упрочненного слоя, а также усиленному износу деформирующего инструмента, который также охрупчивается при контакте с кислородом. При этом безокислительная среда обработки (например инертный газ) обеспечивает накопление максимальных степеней пластической деформации и формирование нанокристаллических структур в возможно более толстом поверхностном слое.

Поскольку аустенитные стали типа X18Ni9Ti характеризуются деформационной нестабильностью, важным также является вопрос влияния поверхностных обработок на коррозионную стойкость. В работе [18] показано, что при поверхностной пластической деформации стали 1Cr18Ni9Ti не происходит ухудшения её коррозионных свойств. Это может быть обусловлено сильным диспергированием структуры и изменением электрохимических свойств деформированного поверхностного слоя. Следует отметить, что в настоящее время данный вопрос недостаточно рассмотрен в научной литературе и требует дополнительных исследований.

Для оценки прочности, пластичности и способности поверхностного слоя выдерживать контактные нагрузки могут быть эффективно использованы механические характеристики, определяемые при инструментальном индентировании. Метод кинетического микроиндентирования успешно применяется для определения механических свойств композитных материалов [19, 20], различных покрытий, состав и свойства которых существенно отличаются от таковых для основного металла [21–23], а также для материалов, поверхность которых подвергнута различным упрочняющим обработкам, в том числе, фрикционной обработке [24, 25]. Полученные методом кинетического микроиндентирования характеристики используются при определении напряженно-деформированного состояния материала и прогнозирования развития процессов поврежденности в условиях высоких нагрузок и напряжений [26–28].

Интенсивная пластическая деформация поверхностных слоев материала в процессе фрикционной обработки может сопровождаться образованием микродефектов разрушения (поврежденности) в виде микропор и микротрещин, которые на определенной стадии развития приводят к появлению разрушающей трещины [14, 15]. Поэтому цель данной работы – определение научно-обоснованных параметров фрикционной обработки стали AISI 321 для обеспечения существенного упрочнения, высокого качества поверхности и стойкости при контактных нагрузках.



2. Материал и методика эксперимента

Исследовали коррозионностойкую аустенитную сталь AISI 321 промышленной плавки состава (мас. %): 0,05 С; 16,80 Cr; 8,44 Ni; 0,33 Ti; 1,15 Mn; 0,67 Si; 0,26 Mo; 0,13 Co; 0,03 Nb; 0,31 Cu; 0,036 P; 0,005 S; остальное Fe. В состоянии поставки сталь представляла собой прокатанный лист толщиной 10 мм.

Образцы для фрикционной обработки изготавливали в виде пластин размерами 40×40 мм. Термическую обработку (закалку) подготовленных образцов из стали AISI 321 проводили по следующему режиму: нагрев до температуры 1100 °С, выдержка при этой температуре в течение 40 мин, охлаждение в воду. Поверхность образцов готовили с помощью механической шлифовки на абразивных шкурках (электрокорунд марки 14A16 зернистостью 160 мкм и марки 64СМ63СП зернистостью 64 мкм) и последующей полировки на алмазных пастах (зернистостью 60/40 мкм; 40/28 мкм; 28/20 мкм; 20/14 мкм; 14/10 мкм; 10/7 мкм и 7/5 мкм) до достижения зеркальной поверхности. После механической полировки, поверхность образцов дополнительно электрополировали в серно-фосфорном электролите состава 100 г H₂SO₄ + 400 г H₃PO₄ + 50 г CrO₃ (ангидрид) при температуре 60–70 °С и плотности тока 1,4–1,5 А/см².

Фрикционную обработку осуществляли в безокислительной среде аргона при сканировании поверхности подготовленных плоских образцов полусферическим индентором из синтетического алмаза с радиусом полусферы 3 мм при нормальной нагрузке на индентор $P = 294$ Н, длиной прохода индентора 15 мм и средней скорости скольжения 0,022 м/с (рис. 1). Число двойных проходов индентора по одному участку поверхности p варьировали от 2 до 160. При $p = 2, 8, 10, 12$ и 14 обработку проводили без поперечного смещения индентора и формировали участки шириной 1,6 мм (ширина деформационного следа, оставляемого индентором на поверхности образца). При $p = 16$ обработку проводили с поперечным смещением 0,1 мм после каждого двойного прохода индентора и формировали участки шириной 10 мм для структурных исследований. Число двойных проходов индентора p при обработке со смещением определяли как частное от деления ширины деформационного следа на величину поперечного смещения индентора. При $p = 48, 96, 112$ и 160 обработку проводили с теми же параметрами, что и при $p = 16$, многократно сканируя обработанный участок поверхности с числом сканирований 3, 6, 7 и 10 соответственно. Данная обработка соответствует авторскому способу обработки стальных изделий при скольжении инденторами из твердых и сверхтвердых материалов при скоростях и нагрузках, исключающих заметный фрикционный нагрев поверхности [29]. В процессе фрикционной обработки при $m \geq 16$ производили запись силы трения $P_{тр}$ и рассчитывали коэффициент трения f ($f = P_{тр}/P$).

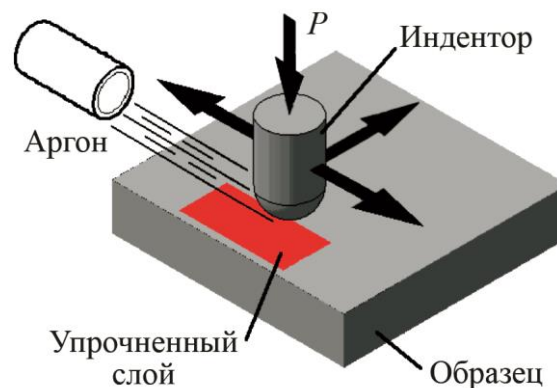


Рис. 1. Схема фрикционной обработки полусферическим индентором



Поверхности образцов после фрикционной обработки изучали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с применением микроскопа Tescan VEGA II XMU. Параметры шероховатости поверхности образцов определяли с помощью оптического профилометра Wyko NT-1100. Рентгеноструктурное исследование выполняли на дифрактометре Shimadzu XRD-7000 в CrK_α -излучении. Определяли фазовый состав и остаточные напряжения в α -фазе σ_α для чего использовали метод наклонной съемки [30].

Микротвердость по методу восстановленного отпечатка определяли на приборе Shimadzu HMV-G21DT при нагрузке 0,245 Н, скорости нагружения 40 мкм/с и выдержке под нагрузкой 15 с. Кинетическое микроиндентирование с записью диаграммы нагружения проводили на измерительной системе Fischerscope HM2000 XUm с использованием индентора Виккерса и программного обеспечения WIN-HCU при максимальной нагрузке 0,245 Н, времени нагружения 20 с, выдержке при нагрузке 15 с и времени разгрузки 20 с (рис. 2). Согласно стандарту ISO 14577 [31] определяли максимальную глубину вдавливания индентора h_{max} и остаточную глубину вдавливания индентора после снятия нагрузки h_p , контактный модуль упругости E^* ($E^* = E/(1-\nu^2)$, где E – модуль Юнга; ν – коэффициент Пуассона), твердость вдавливания при максимальной нагрузке H_{IT} , твердость по Мартенсу НМ, работу обратной упругой деформации вдавливания W_e и общую механическую работу вдавливания W_t ($W_t = W_e + W_{\text{o.ф.}}$) (рис. 2). Погрешность характеристик микротвердости и микроиндентирования по 10 измерениям определяли с доверительной вероятностью $p = 0,95$.

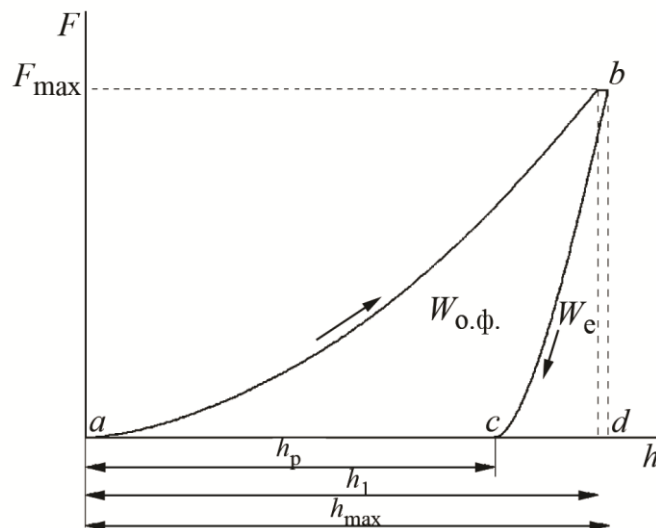


Рис. 2. Диаграмма индентирования. F – нагрузка на индентор; h – глубина внедрения индентора; $a \rightarrow b$ – участок нагружения; $b \rightarrow c$ – участок разгрузки; F_{max} – максимальная нагрузка; h_{max} – максимальная глубина вдавливания индентора; h_p – остаточная глубина вдавливания индентора после снятия нагрузки; h_1 – глубина внедрения индентора, соответствующая начальной точке горизонтального участка; $W_{\text{o.ф.}}$ – работа сил остаточного формоизменения, соответствует площади участка под кривой abc ; W_e – работа обратной упругой деформации вдавливания, соответствует площади участка под кривой cbd



3 Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 3 *а* представлена микроструктура стали AISI 321 после термической обработки. Она состоит из аустенитных зерен (γ -фазы) и отдельных включений карбида титана TiC. Поверхность стали AISI 321 характеризуется типичным для электрополированной поверхности сглаженным рельефом с ямками травления (рис. 3 *б*) и имеет параметры шероховатости: $R_a = 0,09$ мкм; $R_z = 2,23$ мкм.

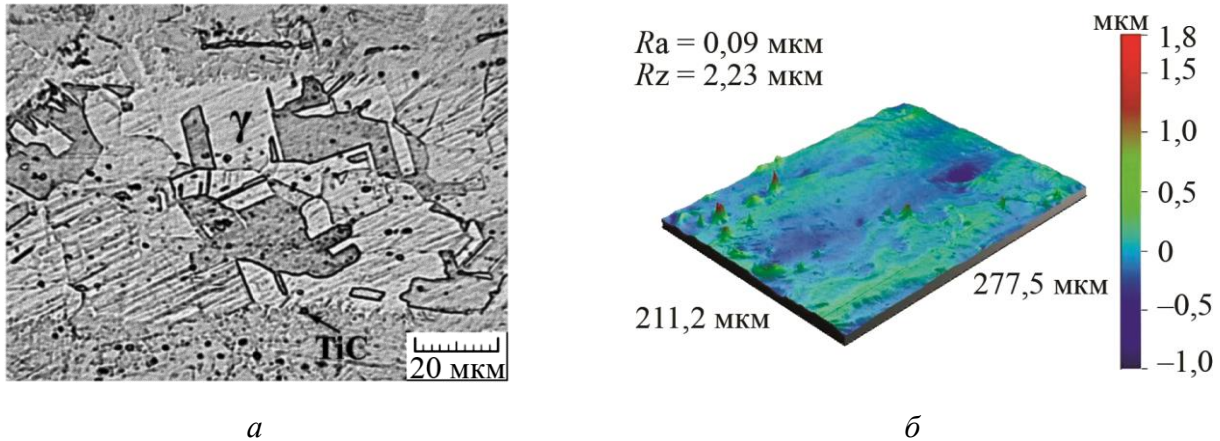


Рис. 3. Микроструктура (*а*) и вид поверхности (оптическая профилометрия) перед фрикционной обработкой (*б*) стали AISI 321

В табл. 1 и на рис. 4 и 5 представлены результаты о состоянии поверхности аустенитной стали AISI 321 после фрикционной обработки. Видно, что при увеличении числа двойных проходов индентора от 2 до 14 не наблюдается признаков разрушения поверхности стали AISI 321 (рис. 4 *а*). Первые отдельные трещины на обработанной поверхности стали AISI 321 появляются при 16 двойных проходах (табл. 1). Дальнейшее увеличение числа двойных проходов до 48 и более приводит к росту количества и протяженности трещин (рис. 4 *б-г*, указаны стрелками 1), выкрашиванию материала с поверхности образца на некоторых участках (рис. 4 *в, г*, указаны стрелками 2) и формированию характерных ступенек (рис. 5 *в, г*). Разрушение поверхности также сопровождается ростом коэффициента трения от 0,39 до 0,52 (табл. 1) и шероховатости поверхности от $R_a = 0,23$ мкм, $R_z = 2,18$ мкм при 14 двойных проходах индентора до $R_a = 1,64$ мкм, $R_z = 13,24$ мкм при 160 двойных проходах (рис. 5).

Таким образом, для формирования качественной поверхности с низкой шероховатостью и без трещин фрикционную обработку коррозионностойкой аустенитной стали AISI 321 при использованных технологических параметрах следует проводить с числом двойных проходов индентора не более 14.

На рис. 6 представлены данные о влиянии числа двойных проходов индентора p при фрикционной обработке на микротвердость $HV_{0,025}$, количество мартенсита деформации V_α и остаточные напряжения в β -фазе σ_β в поверхностном слое стали AISI 321. Видно, что изменение микротвердости наиболее интенсивно происходит на начальном участке фрикционного нагружения: уже при двух двойных проходах индентора она достигает 375 $HV_{0,025}$, при 14 проходах возрастает до 730 $HV_{0,025}$, а при 16 проходах, когда появляются первые трещины, возрастает до 740 $HV_{0,025}$ (рис. 6 *а*). При 48 двойных проходах микротвердость достигает максимального значения, равного 865 $HV_{0,025}$. Максимальный уровень микротвердости сохраняется при фрикционной обработке с числом двойных проходов индентора до 112, после чего наблюдается некоторое снижение микротвердости до 750 $HV_{0,025}$ при 160 двойных проходах.



Таблица 1 – Влияние числа двойных проходов индентора p при фрикционной обработке на состояние поверхности и коэффициент трения f стали AISI 321

Число двойных проходов индентора p	Состояние поверхности	Коэффициент трения f
2	Признаки разрушения отсутствуют	–
8	– « –	–
10	– « –	–
12	– « –	–
14	– « –	–
16	Отдельные трещины	0,39
48	– « –	0,49
96	Многочисленные трещины, участки с выкрашиванием	0,51
112	– « –	0,51
160	– « –	0,52

В процессе фрикционной обработки в поверхностном слое стали AISI 321 происходит непрерывный рост количества мартенсита деформации V_α , которое достигает практически 100 % при 160 двойных проходах индентора (рис. 6 б).

Фрикционная обработка также способствует формированию остаточных напряжений сжатия в поверхностном упрочненном слое (рис. 6 в). При 16 двойных проходах индентора остаточные напряжения в α -фазе σ_α составляют – 380 МПа. Максимального уровня, равного –515 МПа, остаточные напряжения достигают при 96 двойных проходах. Дальнейшее увеличение числа двойных проходов приводит к снижению уровня остаточных напряжений и для 160 двойных проходов остаточные напряжения составляют порядка – 380 МПа (рис. 6 в).

Наблюдаемый характер изменения микротвердости (рис. 6 а) обусловлен накоплением деформации в поверхностном слое с одновременным увеличением толщины упрочненного слоя, увеличением количества мартенсита деформации (рис. 6 б) и измельчением структуры поверхностного слоя до субмикро- и нанокристаллического состояния [10, 17]. Уменьшение микротвердости при фрикционной обработке с числом двойных проходов индентора более 112 вызвано развитием процесса разрушения поверхности (табл. 1; рис. 4 в–г; 5 в–г) и, как следствие, уменьшением толщины деформированного упрочненного слоя. Об интенсивном разрушении поверхности при фрикционной обработке с числом двойных проходов 112 и более также свидетельствует снижение уровня остаточных напряжений сжатия в поверхностном слое (рис. 6 в).

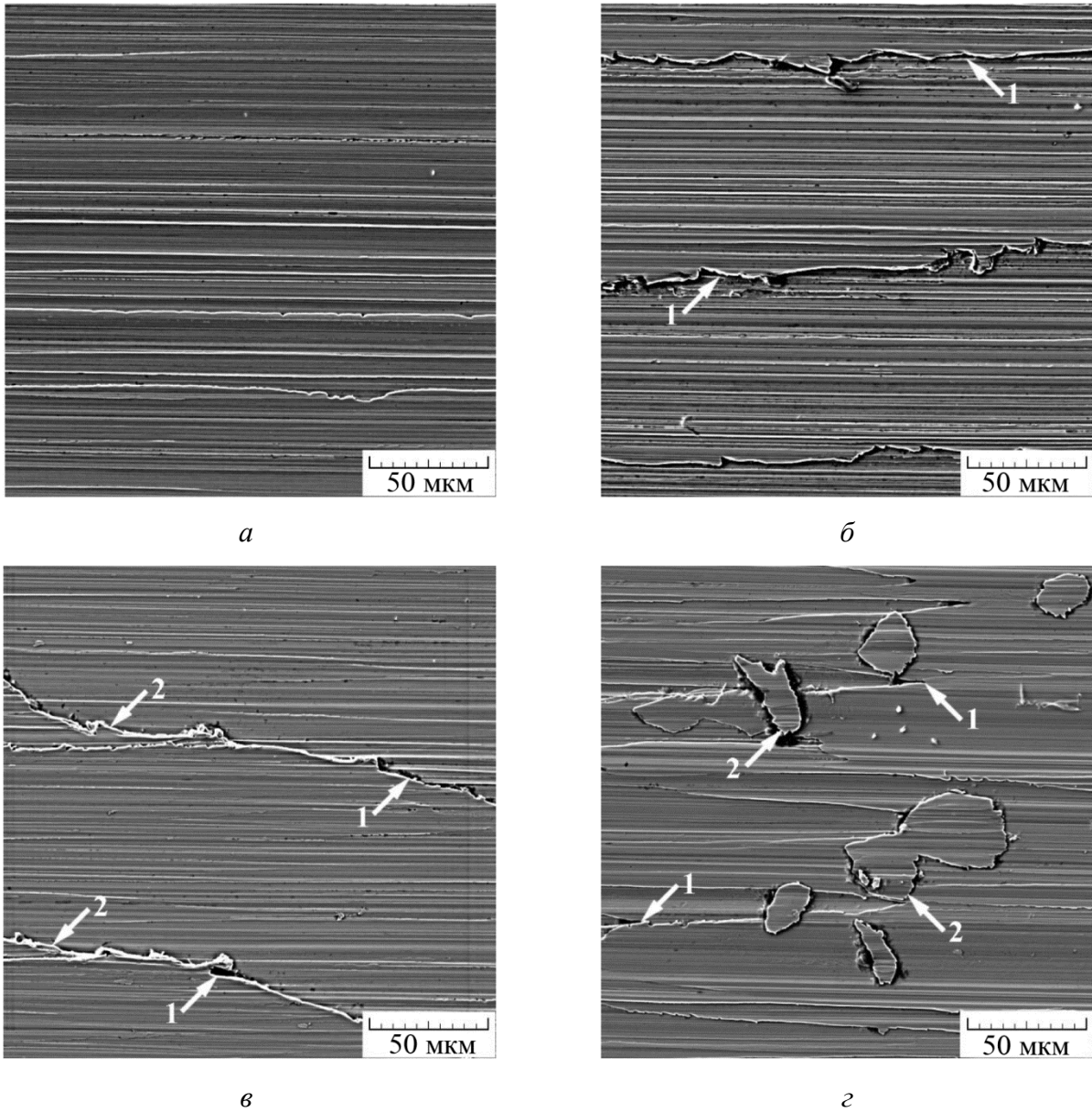


Рис. 4. Вид поверхности (электронная сканирующая микроскопия) после фрикционной обработки стали AISI 321 с числом двойных проходов индентора $p = 14$ (а); 48 (б); 112 (в) и 160 (г). Стрелками 1 указаны трещины, стрелками 2 – участки поверхности со следами выкрашивания

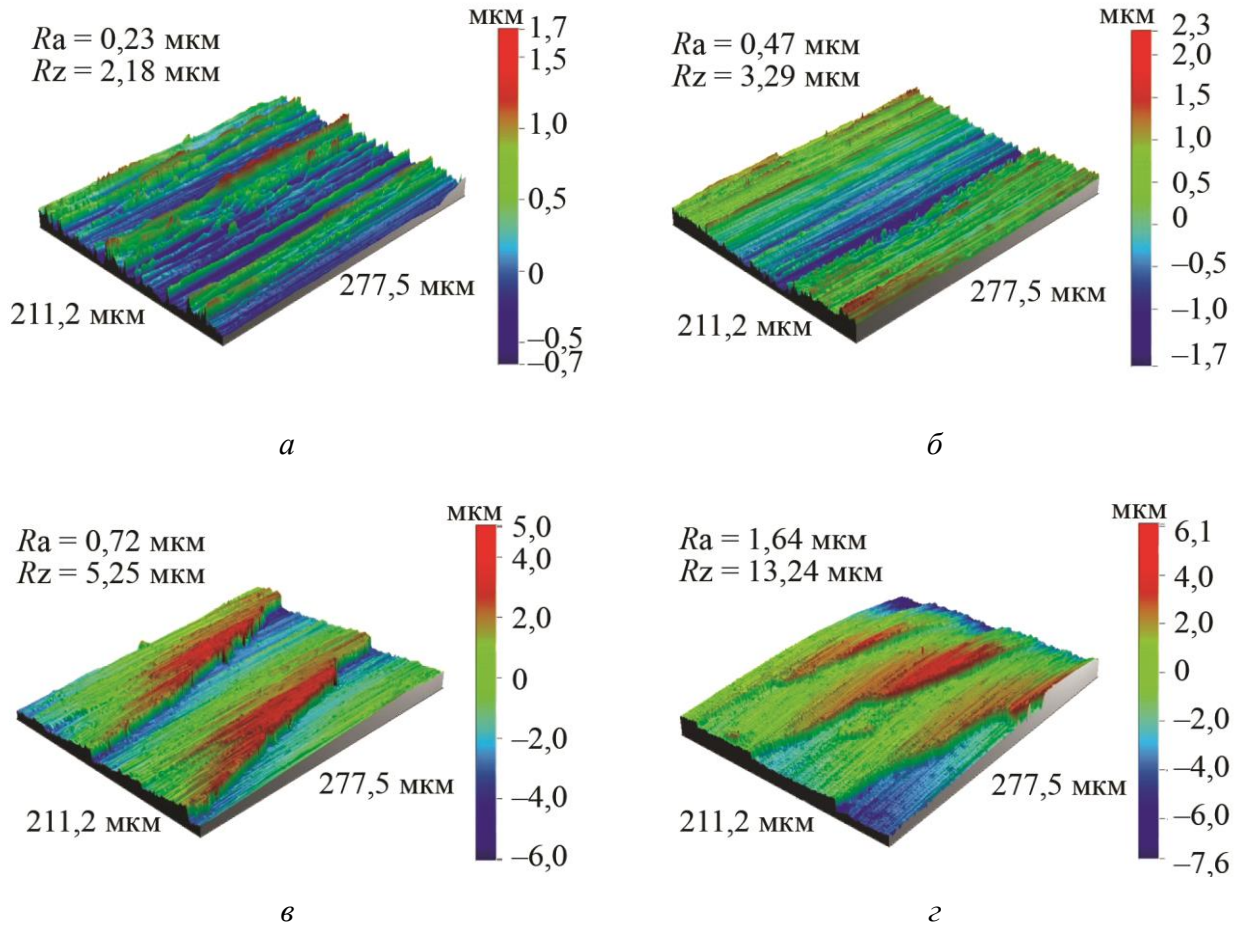


Рис. 5. Вид поверхности (оптическая профилометрия) после фрикционной обработки стали AISI 321 с числом двойных проходов индентора $p = 14$ (а); 48 (б); 112 (в) и 160 (г)

Таким образом, результаты дюрометрического и рентгеноструктурного анализа и свидетельствуют об упрочнении стали AISI 321 при фрикционной обработке. При этом фрикционная обработка с числом двойных проходов индентора 14, когда разрушения поверхности еще не происходит, существенно (в 3,7 раза) повышает микротвердость стали AISI 321 до 730 HV0,025.

В табл. 2 и на рис. 7 и 8 приведены данные кинетического индентирования, из которых следует, что в результате фрикционной обработки стали AISI 321 при увеличении числа двойных проходов индентора происходит уменьшение значений максимальной и остаточной глубины вдавливания индентора h_{max} и h_p , рост твердости по Мартенсу НМ, которая учитывает не только пластическую, но и упругую деформации и твердости вдавливания при максимальной нагрузке H_{IT} . Наблюдается также рост работы обратной упругой деформации вдавливания W_e . Величина W_e зависит от отношения твердости к модулю упругости материала: чем выше это отношение, тем большая работа затрачивается на упругую деформацию и тем большая энергия упругой деформации высвобождается при снятии измерительной нагрузки [32]. Общая механическая работа вдавливания W_t , которая состоит из работы пластической деформации и работы упругого восстановления, после фрикционной обработки, напротив, снижается (табл. 2), поскольку упрочненный с помощью фрикционной обработки поверхностный слой обладает меньшей пластичностью, чем металл, подвергнутый термической обработке, и, соответственно, меньше деформируется при микроиндентировании. Отметим, что фрикционная обработка привела к росту модуля контактной упругости E^* стали (табл. 2). Известно, что модули упругости металлов и сплавов являются, за редким исключе-



нием (например [33, 34]), структурно малочувствительными свойствами. В работе [33] при циклическом растяжении углеродистой перлитной стали наблюдали снижение величины модуля упругости, обусловленное уменьшением содержания углерода в ферритной составляющей перлита. В работе [34] при исследовании модуля упругости поликристаллического железа после механических испытаний на растяжение был установлен некоторый рост модуля упругости при больших деформациях, обусловленный формированием ячеистой дислокационной структуры. Следовательно, наблюдаемое изменение модуля контактной упругости E^* стали AISI 321 может быть обусловлено изменением структурно-фазового состояния и, в частности, плотности дислокаций и типа дислокационной структуры, формирующейся при фрикционной обработке.

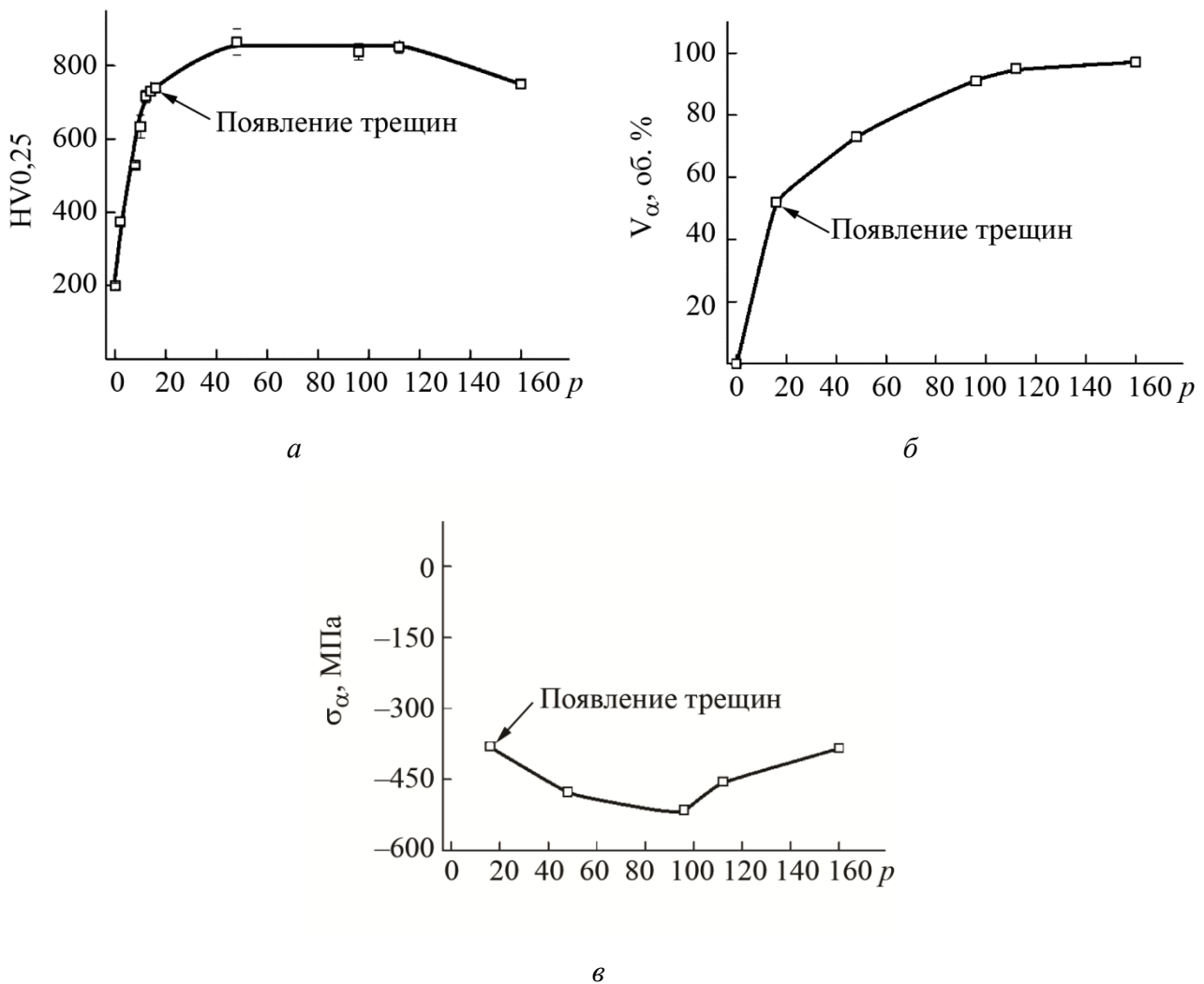


Рис. 6. Влияние числа двойных проходов индентора p при фрикционной обработке на микротвердость $HV_{0,025}$ (a), количество мартенсита деформации V_{α} (b) и остаточные напряжения в α -фазе σ_{α} (v) в поверхностном слое стали AISI 321

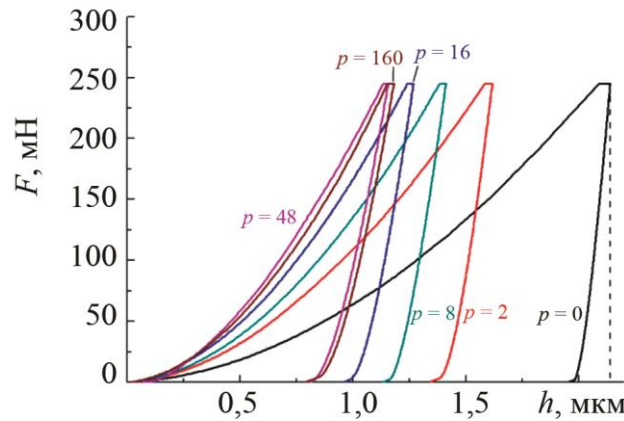


Рис. 7. Кривые нагружения при кинетическом микроиндентировании стали AISI 321 после фрикционной обработки с различным числом двойных проходов индентора p

Таблица 2 – Результаты микроиндентирования при максимальной нагрузке на индентор 0,245 Н образцов из стали AISI 321 без обработки и после фрикционной обработки с различным числом двойных проходов индентора p

Число двойных проходов индентора p	h_{\max} , мкм	h_p , мкм	h_1 , мкм	НМ, ГПа	$H_{ГТ}$, ГПа	E^* , ГПа	W_e , нДж	W_t , нДж
0 (без Обработки)	2,15±0,04	2,06±0,05	2,10±0,04	1,9±0,1	2,2±0,1	188±6	16,8±0,5	186±4
2	1,62±0,02	1,45±0,03	1,58±0,03	3,3±0,1	4,0±0,1	187±5	23,1±0,4	141±3
8	1,42±0,02	1,23±0,03	1,39±0,02	4,2±0,1	5,4±0,2	190±3	26,2±0,5	125±2
10	1,37±0,02	1,16±0,03	1,33±0,03	4,6±0,2	6,0±0,2	194±5	27,3±0,5	120±2
12	1,29±0,04	1,07±0,04	1,26±0,05	5,1±0,3	6,8±0,5	190±6	29,8±0,4	117±4
14	1,24±0,02	1,04±0,02	1,21±0,02	5,5±0,2	7,3±0,2	209±8	28,4±0,8	112±4
16	1,27±0,04	1,05±0,04	1,24±0,04	5,2±0,3	7,0±0,4	201±9	28,9±0,5	112±3
48	1,16±0,04	0,89±0,03	1,14±0,04	6,2±0,4	8,8±0,6	205±9	32,4±0,6	102±5
96	1,15±0,05	0,86±0,04	1,13±0,05	6,3±0,5	8,7±0,8	224±13	30,0±0,3	99±3
112	1,15±0,02	0,89±0,01	1,12±0,02	6,3±0,2	8,8±0,3	219±10	30,6±1,0	98±4
160	1,17±0,04	0,89±0,04	1,15±0,04	6,1±0,4	8,4±0,6	206±15	31,9±1,1	99±7

На основе измеряемых при индентировании характеристик определяли также параметры, по которым оценивают способность поверхностных слоев различных материалов сопротивляться механическому контактному воздействию и, соответственно, выдерживать эксплуатационные нагрузки. Так, отношение твердости вдавливания к контактному модулю упругости $H_{ГТ}/E^*$ (удельная контактная твердость) [35] и упругое восстановление $R_e = ((h_{\max} - h_p)/h_{\max}) \times 100\%$ [36] характеризуют упругую деформацию (долю упругой деформации в общей деформации) и, соответ-



ственно, способность материала сопротивляться нагружению без пластического деформирования. Отношение H^3/E^{*2} принято считать качественной сравнительной характеристикой сопротивления пластической деформации, поскольку напряжение течения пропорционально указанному отношению ($P_y \sim H^3/E^{*2}$) [37]. Чем выше значения указанных параметров, тем выше способность материала выдерживать более высокие контактные нагрузки до начала пластического деформирования и сопротивляться разрушению при контактных нагрузках.

Показатель пластичности δ_A ($\delta_A = (W_{o.ф.}/W_t)$, где $W_{o.ф.}$ – работа остаточного формоизменения (рис. 2)) характеризует пластичность материалов долей пластической деформации в общей упругопластической деформации. Чем выше значения данного параметра, тем выше пластичность материала. При этом показано, что для пластичных при растяжении материалов $\delta_A \geq 0,9$ [38].

Ползучесть C_{IT} ($C_{IT} = ((h_{max} - h_1)/h_1) \times 100\%$, где h_1 – глубина внедрения индентора, соответствующая начальной точке горизонтального участка на кривой нагружения (рис. 2)) характеризует способность материала к формоизменению при постоянно действующей нагрузке. Чем ниже значения данного параметра, тем ниже ползучесть материала.

Таблица 3 – Упругое восстановление R_e , отношения H_{IT}/E^* , H_{IT}^3/E^{*2} , пластичность δ_A и ползучесть C_{IT} образцов из стали AISI 321 без обработки и после фрикционной обработки с различным числом двойных проходов индентора p

Число двойных проходов индентора p	R_e , %	H_{IT}/E^*	H_{IT}^3/E^{*2} , ГПа	δ_A	C_{IT} , %
0 (без обработки)	4,2	0,012	0,0003	0,91	2,38
2	10,5	0,021	0,0018	0,84	2,53
8	13,4	0,028	0,0044	0,79	2,16
10	15,3	0,031	0,0057	0,77	3,01
12	17,1	0,036	0,0087	0,75	2,38
14	16,1	0,035	0,0089	0,75	2,48
16	17,3	0,035	0,0085	0,74	2,42
48	23,3	0,043	0,0162	0,68	1,75
96	25,2	0,039	0,0131	0,70	1,77
112	22,6	0,040	0,0142	0,69	2,68
160	23,9	0,041	0,0140	0,68	1,74

Из данных табл. 3 и рис. 8 следует, что после фрикционной обработки параметры R_e , H_{IT}/E^* и H_{IT}^3/E^{*2} стали AISI 321 значительно возрастают (рис. 8 а–в). Следовательно, фрикционная обработка стали AISI 321 повышает стойкость поверхности в условиях интенсивного контактного взаимодействия. При этом пластичность δ_A снижается (рис. 8 г), что усиливает склонность упрочненной поверхности к трещинообразованию.

Ползучесть C_{IT} после фрикционной обработки существенным образом не изменяется и в среднем составляет 2,3 %, хотя при фрикционной обработке с числом двойных проходов индентора 48 и более наблюдается тенденция к некоторому снижению ползучести (рис. 8 д). Это может быть обусловлено достаточно малой толщиной упрочненного поверхностного слоя, формируемого фрикционной обработкой. Поэтому при данных условиях индентирования ползучесть определяется преимущественно свойствами нижележащих слоев.

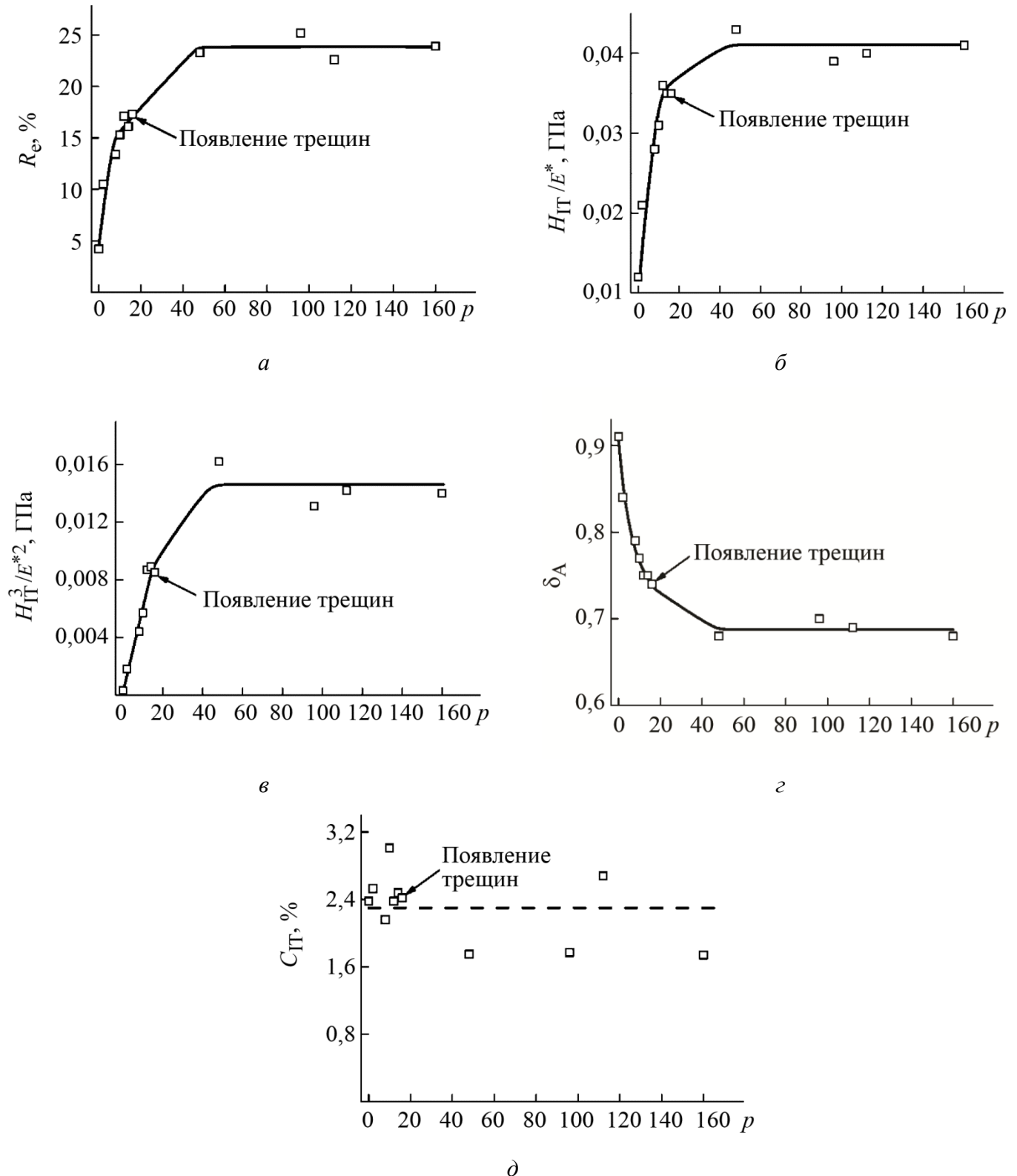


Рис. 8. Влияние числа двойных проходов индентора p при фрикционной обработке на упругое восстановление R_e (а), отношения $H_{ГТ}/E^*$ (б), $H_{ГТ}^3/E^{*2}$ (в), пластичность δ_A (г) и ползучесть $C_{ГТ}$ (д) образцов из стали AISI 321

Таким образом, данные кинетического микроиндентирования согласуются с результатами металлографического, дюрOMETрического и рентгеноструктурного анализа и свидетельствуют об упрочнении и повышении стойкости поверхности в условиях интенсивного контактного взаимодействия стали AISI 321 в результате фрикционной обработки. При этом

Savrai R.A. et al. / Improving the strength of the AISI 321 austenitic stainless steel by frictional treatment



фрикционная обработка с числом двойных проходов индентора 14, когда разрушения поверхности еще не происходит, значительно повышает способность поверхности сопротивляться механическому контактному воздействию, о чем свидетельствует рост параметров R_c в 3,9 раза, H_{IT}/E^* в 3 раза и H_{IT}^3/E^{*2} в 29,6 раза. Следует также отметить, что, используя сочетание определяемых при кинетическом микроиндентировании характеристик прочности и пластичности, можно подобрать наилучшие параметры фрикционной обработки с точки зрения заданных условий эксплуатации.

4. Заключение

Исследовано влияние фрикционной обработки полусферическим индентором из синтетического алмаза в безокислительной среде аргона и нагрузке на индентор 294 Н с различным числом проходов индентора на микромеханические характеристики, фазовый состав, остаточные напряжения, шероховатость и поврежденность поверхностного слоя коррозионностойкой аустенитной стали AISI 321.

Установлено, что при увеличении числа двойных проходов индентора от 2 до 14 не наблюдается признаков разрушения поверхности стали AISI 321. Процесс разрушения обработанной поверхности начинается при 16 двойных проходах, когда появляются отдельные трещины. Дальнейшее увеличение числа двойных проходов до 48 и более приводит к росту количества и протяженности трещин с последующим выкрашиванием участков поверхности и формированием характерных ступенек. Разрушение поверхности также сопровождается ростом коэффициента трения от 0,39 до 0,52 и шероховатости поверхности от $Ra = 0,23$ мкм, $Rz = 2,18$ мкм при 14 двойных проходах индентора до $Ra = 1,64$ мкм, $Rz = 13,24$ мкм при 160 двойных проходах.

В процессе фрикционной обработки стали AISI 321 происходит непрерывное увеличение содержания мартенсита деформации, которое достигает 97 % при 160 двойных проходах индентора. При этом в поверхностном слое формируются сжимающие остаточные напряжения.

Фрикционная обработка стали AISI 321 приводит к значительному упрочнению поверхностного слоя уже на начальных этапах нагружения. При этом фрикционная обработка с числом двойных проходов индентора 14, когда разрушения поверхности еще не происходит, повышает микротвердость стали AISI 321 в 3,7 раза от 200 до 730 HV_{0,025}. Максимального значения, равного 865 HV_{0,025}, микротвердость достигает при 48 двойных проходах, однако при такой обработке качество поверхности заметно снижается.

Результаты кинетического микроиндентирования также свидетельствуют об упрочнении и повышении стойкости поверхности в условиях интенсивного контактного взаимодействия стали AISI 321 в результате фрикционной обработки. При этом фрикционная обработка с числом двойных проходов индентора 14, когда не наблюдается разрушения поверхности, значительно повышает способность поверхности сопротивляться механическому контактному воздействию.

Таким образом, для обеспечения существенного упрочнения, высокого качества поверхности и стойкости при контактных нагрузках, фрикционную обработку стали AISI 321 при использованных технологических параметрах целесообразно проводить с числом двойных проходов не более 14.

Благодарность

Работа выполнена в рамках Комплексной программы УрО РАН (проект № 15-10-1-22) и в рамках государственного задания ФАНО России по теме «Структура» № 01201463331 при частичной поддержке гранта РФФИ 15-08-06754 а.

Электронная сканирующая микроскопия, профилометрия и микромеханические испытания выполнены в ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.



Литература

1. Sun Y. Sliding wear behavior of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel // *Tribology International*. – 2013. – Vol. 57. – P. 67–75. – DOI: 10.1016/j.triboint.2012.07.015
2. Influence of peening on corrosion properties of AISI 304 stainless steel / H. Lee, D. Kim, J. Jung, Y. Pyoun, K. Shin // *Corrosion science*. – 2009. – Vol. 51, iss. 12. – P. 2826–2830. – DOI: 10.1016/j.corsci.2009.08.008
3. Mordyuk B. N., Prokopenko G. I. Ultrasonic impact peening for the surface properties' management // *Journal of Sound and Vibration*. – 2007. – Vol. 308, iss. 3–5. – P. 855–866. – DOI: 10.1016/j.jsv.2007.03.054
4. Baraz V. P., Kartak B. P., Mineeva O. N. Special features of friction hardening of austenitic steel with unstable gamma-phase // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2011. – Vol. 52, iss. 9–10. – P. 473–475. – DOI: 10.1007/s11041-010-9302-x
5. Improvement in cavitation erosion resistance of AISI 316L stainless steel by friction stir processing / M. Hajian, A. Abdollah-zadeh, S. S. Rezaei-Nejad, H. Assadi, S. M. M. Hadavi, K. Chung, M. Shokouhimehr // *Applied Surface Science*. – 2014. – Vol. 308. – P. 184–192. – DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.04.132
6. Advance Complex Liquid Nitriding of Stainless Steel AISI 321 Surface at 430 °C / Y. Lin, J. Wang, D. Zeng, R. Huang, H. Fan // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2013. – Vol. 22, no. 9. – P. 2567–2573. – DOI: 10.1007/s11665-013-0545-8
7. Laser Surface Hardening of Austenitic Stainless Steel / S. M. Levcovici, D. T. Levcovici, V. Munteanu, M. M. Paraschiv, A. Preda // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2000. – Vol. 9, no. 5. – P. 536–540. – DOI: 10.1361/105994900770345665
8. Effect of nanostructured grains on martensite formation during plasma nitriding of AISI 321 austenitic stainless steel / M. Golzar Shahri, M. Salehi, S. R. Hosseini, M. Naderi // *Surface and Coatings Technology*. – 2017. – Vol. 310. – P. 231–238. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2016.12.019
9. Макаров А. В. Наноструктурирующая фрикционная обработка углеродистых и низколегированных сталей / Т. IV : Перспективные материалы : учебное пособие / под ред. Д. Л. Мерсона. – Тольятти : ТГУ, 2011. – 434 с. – Гл. 3. – С. 123–208.
10. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12Х18Н10Т наноструктурирующей фрикционной обработкой / А. В. Макаров, П. А. Скорынина, А. Л. Осинцева, А. С. Юровских, Р. А. Саврай // *Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты*. – 2015. – № 4 (69). – С. 80–92.
11. Makarov A. V., Korshunov L. G. Strength and wear resistance of nanocrystal structures on friction surfaces of steels with martensitic base // *Russian Physics Journal*. – 2004. – Vol. 47, no. 8. – P. 857–871. – DOI: 10.1007/s11182-005-0005-5
12. Sliding friction surface microstructure and wear resistance of 9SiCr steel with low-temperature austempering treatment / T. S. Wang, J. Yang, C. J. Shang, X. Y. Li, B. Lv, M. Zhang, F. C. Zhang // *Surface and Coatings Technology*. – 2008. – Vol. 202, iss. 16. – P. 4036–4040. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2008.02.013
13. Role of strain gradient on the formation of nanocrystalline structure produced by severe plastic deformation / J. G. Li, M. Umemoto, Y. Todaka, K. Tsuchiya // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2007. – Vol. 434–435. – P. 290–293. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2006.08.167
14. Effect of hardening friction treatment with hard-alloy indenter on microstructure, mechanical properties, and deformation and fracture features of constructional steel under static and cyclic tension / A. V. Makarov, R. A. Savrai, N. A. Pozdejeva, S. V. Smirnov, D. I. Vichuzhanin, L. G. Korshunov, I. Yu. Malygina // *Surface and Coatings Technology*. – 2010. – Vol. 205, iss. 3. – P. 841–852. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.025
15. Stress and strain and damage during frictional strengthening treatment of flat steel surface with a sliding cylindrical indenter / D. I. Vychuzhanin, A. V. Makarov, S. V. Smirnov,



- N. A. Pozdeeva, I. Y. Malygina // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. – 2011. – Vol. 40, iss. 6. – P. 554–560. – DOI: 10.3103/S1052618811050190
16. Трибологические аспекты наноструктурирующего выглаживания конструкционных сталей / В. П. Кузнецов, А. В. Макаров, С. Г. Псахье, Р. А. Саврай, И. Ю. Малыгина, Н. А. Давыдова // *Физическая мезомеханика*. – 2014. – Т. 17, № 3. – С. 14–30.
17. Effect of the Technological Conditions of Frictional Treatment on the Structure, Phase Composition and Hardening of Metastable Austenitic Steel / A. V. Makarov, P. A. Skorynina, A. S. Yurovskikh, A. L. Osintseva // *AIP Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1785, no. 040035. – DOI: 10.1063/1.4967092
18. Wang T., Yu J., Dong B. Surface nanocrystallization induced by shot peening and its effect on corrosion resistance of 1Cr18Ni9Ti stainless steel // *Surface and Coatings Technology*. – 2006. – Vol. 200. – P. 4777–4781. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2005.04.046
19. Pugacheva N. B., Michurov N. S., Bykova T. M. structure and properties of the Al/SiC composite material // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2016. – Vol. 117, no. 6. – P. 634–640. – DOI: 10.1134/S0031918X16060119
20. Structure and thermophysical properties of aluminum-matrix composites. *The Physics of Metals and Metallography* / N. B. Pugacheva, N. S. Michurov, E. I. Senaeva, T. M. Bykova. – 2016. – Vol. 117, no. 11. – P. 1144–1151. – DOI: 10.1134/S0031918X16110119
21. The Behavior of Gas Powder Laser Clad NiCrBSi Coatings Under Contact Loading / R. A. Savrai, A. V. Makarov, N. N. Soboleva, I. Yu. Malygina, A. L. Osintseva // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2016. – Vol. 25, iss.3. – P. 1068–1075. – DOI: 10.1007/s11665-016-1925-7
22. Pugacheva N. B., Trushina E. B., Bykova T. M. Research on the tribological properties of iron borides as diffusion coatings // *Journal of Friction and Wear*. – 2014. – Vol. 35, no. 6. – P. 489–496. – DOI: 10.3103/S1068366614060117
23. Пугачева Н. Б., Быкова Т. М., Трушина Е. Б. Влияние состава стали-основы на структуру и свойства диффузионных боридных покрытий // *Упрочняющие технологии и покрытия*. – 2013. – № 4. – С. 3–7.
24. Structure, mechanical characteristics, and deformation and fracture features of quenched structural steel under static and cyclic loading after combined strain-heat nanostructuring treatment / A. V. Makarov, R. A. Savrai, E. S. Gorkunov, A. S. Yurovskikh, I. Yu. Malygina, N. A. Davydova // *Physical Mesomechanics*. – 2015. – Vol. 18, iss. 1. – P. 43–57. – DOI: 10.1134/S1029959915010063
25. Повышение микромеханических свойств и износостойкости хромоникелевого лазерного покрытия финишной фрикционной обработкой / А. В. Макаров, Н. Н. Соболева, Р. А. Саврай, И. Ю. Малыгина // *Вектор науки ТГУ*. – 2015. – № 4 (34). – С. 60–67. – DOI: 10.18323/2073-5073-2015-4-60-67
26. Структурная неоднородность сварного соединения алюминиевого сплава и моделирование его упругой деформации / С. В. Смирнов, Н. Б. Пугачева, М. В. Мясникова, Е. О. Смирнова // *Физическая мезомеханика*. – 2014. – № 1. – С. 51–56.
27. Смирнов С. В., Пугачева Н. Б., Мясникова М. В. Определение предельных деформаций до разрушения зон диффузионных алюминидных покрытий // *Деформация и разрушение материалов*. – 2014. – № 12. – С. 17–22.
28. Pugacheva N. B., Myasnikova M. V., Michurov N. S. Simulation of the elastic deformation of laser-welded joints of an austenitic corrosion-resistant steel and a titanium alloy with an intermediate copper insert // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2016. – Vol. 117, no. 2. – P. 195–203. – DOI: 10.7868/S0015323015120074
29. Способ обработки стальных изделий : пат. №2194773 Рос. Федерация / Макаров А. В., Коршунов Л. Г., Осинцева А. Л., БИМП. – 2002. – № 35.
30. Русаков А. А. Рентгенография металлов. – М : Атомиздат, 1977. – 480 с.



31. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002). Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. – Ч. 1. Метод испытаний.
32. Oliver W. C., Pharr J. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *Journal of Materials Research*. – 1992. – Vol. 7, no. 6. – P. 1564–1583. – DOI:10.1557/JMR.1992.1564
33. Structural features of the behavior of a high-carbon pearlitic steel upon cyclic loading / A. V. Makarov, R. A. Savrai, V. M. Schastlivtsev, T. I. Tabatchikova, I. L. Yakovleva, L. Yu. Egorova // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2011. – Vol. 111, iss. 1. – P. 95–109. – DOI: V10.1134/S0031918X11010091
34. Change of Young's modulus of cold-deformed pure iron in a tensile test / J. A. Benito, J. Jorba, J. M. Manero, A. Roca // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2005. – Vol. 36, iss. 12. – P. 3317–3324. – DOI: 10.1007/s11661-005-0006-6
35. Cheng Y. T., Cheng C. M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation // *Applied Physics Letters*. – 1998. – Vol. 73, no. 5. – P. 614–618. – DOI: 10.1063/1.121873
36. Page T. F., Hainsworth S. V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique // *Surface and Coatings Technology*. – 1993. – Vol. 61, iss. 1–3. – P. 201–208. – DOI: 10.1016/0257-8972(93)90226-E
37. Mayrhofer P. H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2003. – Vol. 174–175. – P. 725–731. – DOI: 10.1016/S0257-8972(03)00576-0
38. Мильман Ю. В., Чугунова С. И., Гончарова И. В. Характеристика пластичности, определяемая методом индентирования // *Вопросы атомной науки и техники*. – 2011. – № 4. – С. 182–187.



SUPERMINIATURE EDDY-CURRENT TRANSDUCERS FOR THICKNESS STUDIES

S. F. Dmitriev¹, A. V. Ishkov², A. O. Katasonov¹,
V. N. Malikov^{1*}, A. M. Sagalakov¹

¹Altai State University, 61 Lenina St., Barnaul, Russian Federation

²Altai State Agrarian University, 98 Krasnoarmeyskiy Ave., Barnaul, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: osys@me.com

Address for correspondence: Krasnoarmeyskiy, 90, 012, 656049, Barnaul, Russian Federation
Tel.: 8 983 172 59 18

On the basis of an eddy-current transformer of a transformer type, a measuring system is made, which makes it possible to estimate the possibility of using the vortex method for measuring the thickness of conductive and dielectric coatings placed on a conductive base. The design of the measuring system and measurement techniques is described. The article presents data demonstrating the dependence of the amplitude part of the signal on objects of different thicknesses; limiting object dimensions at which these measurements are expedient are experimentally established.

Keywords: thickness gauging, eddy-current converters, aluminum, copper, layered structures, electrical conductivity.

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.063-069

References

1. Neumeier P. Eddy current phase method for measuring the thickness of galvanic coatings. *V mire nerazrushayushchego kontrolya*, 2008, no. 2 (40), pp. 29–30. (In Russian).
2. Sjas'ko V.A., Bulatov A.S., Koroteev M.Ju., Solomenchuk P.V. Eddy Current Meter. *RF Patent 2384839*, 2011. (In Russian).
3. Bakunov A.S., Kaloshin V.A. Evolution of thickness coating measurement. *Kontrol. Diagnostika*, 2016, no. 1 (211), pp. 27–31. (In Russian). DOI: 10.14489/td.2016.01.pp.027-031
4. Bogdanov N.G., Prihod'ko V.A., Suzdal'cev A.I. Eddy current method of dual frequency control of products. *Patent RF 2184931*, 2002. (In Russian).
5. Malikov V.N., Dmitriev S.F., Sagalakov A.M., Ishkov A.V. Subminiature Eddy Current Transducers for Studying Metal-Dielectric Junctions. *Instruments and experimental techniques*, 2014, vol. 57, iss. 6, pp. 751–754. DOI: 10.1134/S0020441214060037
6. Dmitriev S.F., Katasonov A.O., Malikov V.N., Sagalakov A.M. Flaw Detection of Alloys Using the Eddy Current Method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2016, vol. 52, no. 1, pp. 32–37. DOI: 10.1134/S1061830916010058



Подана в журнал: 28.06.2017
УДК 620.179.14
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.063-069

СВЕРХМИНИАТЮРНЫЕ ВИХРЕТОКОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛИ ДЛЯ ЗАДАЧ ТОЛЩИНОМЕТРИИ

С. Ф. Дмитриев¹, А. В. Ишков², А. О. Катасонов¹,
 В. Н. Маликов^{1*}, А. М. Сагалаков¹

¹ФГБОУ ВО, Алтайский государственный университет,
 Ленина, 61, Барнаул, Российская Федерация

²ФГБОУ ВО Алтайский государственный аграрный университет,
 Красноармейский, 98, Барнаул, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: osys@me.com

Адрес для переписки: 656049, г. Барнаул, Красноармейский 90, 012; Российская Федерация
 Тел.: 8–983–172–59–18

Новая измерительная система была изготовлена на базе вихретокового преобразователя. Система позволяет оценить возможность использования вихретокового метода для измерения толщины проводящих и диэлектрических покрытий, размещаемых на проводящей основе. Одним из важных преимуществ разработанной измерительной системы является возможность локального измерения толщин проводящих и непроводящих покрытий. В статье описаны подробно особенности проведения измерений, а также специфика измерительной системы. Также приведены данные, демонстрирующие зависимости амплитуды сигнала от объектов различной толщины и экспериментально установлены предельные размеры объектов, при которых данные измерения целесообразны.

Ключевые слова: толщинометрия, вихретоковые преобразователи, алюминий, медь, слоистые структуры, электрическая проводимость.

1. Введение

Для контроля толщины электропроводящих листов, пленок, пластин, покрытий на них, стенок труб, цилиндрических и сферических баллонов и определения величины воздушного зазора между пластинами из одного материала используются толщинометры, основанные на методе вихревых токов.

Проведение вихретоковой толщинометрии объекта, являющегося по своей сути диэлектрическим или проводящим слоем (покрытием), размещенном на проводящем основании, требует контроль, основанный на измерении фазы сигнала вихретокового преобразователя (ВТП). Использование данного метода, дает возможным определить толщину покрытия d . Как правило, при измерениях используется накладной ВТП. Такой преобразователь может содержать до трех обмоток: возбуждающая (создающая поле возбуждения), измерительная (предназначена непосредственно для проведения измерений) и компенсационная, предназначенная для снижения влияния возбуждающей обмотки на *итоговый* сигнал. При этом в качестве опорного сигнала становится возможным использовать электродвижущую силу в компенсационной обмотке преобразователя, а фаза отсчитывается исходя из синусоидального сигнала на возбуждающей обмотке. Такой подход используется с целью повышения точности измерения. Вносимая в измерительную обмотку электродвижущая сила имеет фазу, зависящую от геометрических параметров ВТП, используемой частоты тока f на возбуждающей обмотке. В качестве важных параметров, оказывающих влияние на фазу, также являются зазор между преобразователем и покрытием, электрическая проводимость покрытия σ_1 и основания σ_1 , а также магнитная проницаемость основания.



К числу проблем такого подхода следует отнести вариацию величины электрической проводимости σ_l в разных точках поверхности покрытия толщины d , а также при контроле различных объектов со схожими покрытиями. Это вызывает колебания величины фазы электродвижущей силы, что приводит к увеличению погрешностей при измерении толщины покрытия. Различные виды отстроек (амплитудные, фазовые, амплитудно-фазовые) от влияния электрической проводимости σ_l при этом практически не дают эффекта. Понижение частоты f возбуждения тока на возбуждающей обмотки позволяет снизить влияние электрической проводимости. Однако в этом случае важным фактором влияния становится толщина подложки и магнитная проницаемость подложки.

Учитывая вышеприведенные факторы, необходимо выбрать такую частоту работы прибора, чтобы применить отстройку от колебаний электрической проводимости, не допуская при этом влияния магнитной проницаемости подложки. Оптимальным при этом становится измерять не фазу φ , а амплитуду A сигнала, на которую параметры подложки оказывают существенно более низкое влияние, нежели на фазу.

При этом при измерении амплитуды сигнала ВТП с целью измерения толщины покрытия учитывается определенное значение электрической проводимости. Пример реализации такого способа контроля приведен в [4].

Цель данного исследования заключалась в оценке возможности локального (2500 мкм^2) определения толщины проводящих и диэлектрических покрытий с использованием амплитуды сигналов ВТП.

2. Описание установки

Сверхминиатюрный ВТП [5, 6] разработан для локального исследования толщины различных покрытий в экспериментах, а также для выявления влияния различных покрытий на величину выходного сигнала.

Разработанный сверхминиатюрный ВТП состоит из сердечника, на который нанесены измерительные, возбуждающие и компенсационные обмотки. Обмотки и сердечник пропитываются компаундом, заключены они в шайбу из корунда. Это дает возможность увеличить стойкость преобразователя к механическому воздействию.

Для проведения тестирования разных проводящих материалов применяется разработанный преобразователь, который подключается к персональному компьютеру при помощи звуковой карты, используемой в роли генератора, и преобразователя сигнала. Сигнал при этом посылается непосредственно на возбуждающую обмотку.

Программное обеспечение способно управлять величиной сигнала, подаваемого на возбуждающую обмотку, и позволяет считывать значения напряжения с измерительной обмотки, которые с учетом калибровки переводятся в значения электропроводности. Разработанное программное обеспечение позволяет проводить измерение толщины проводящих и диэлектрических неферромагнитных покрытий и проводящих материалов

Намотанные витки ВТП состоят из медной проволоки, толщина которой равна 5 мкм . Сердечник изготовлен из феррита 2000 НМЗ со значением начальной магнитной проницаемости 2000 и имеет пирамидальную форму. Характеристики разработанного преобразователя позволяют добиться высокой локальности контроля, а именно – локализовать поле в пределах 2500 мкм^2 . Разработанная система обеспечивает значительную глубину проникновения поля в исследуемый объект вплоть до величин $\sim 5 \text{ мм}$ (при частотах порядка 500 Гц .)

Программное обеспечение, написанное на языке C++ под операционную систему Windows, позволяет управлять сигналом на возбуждающей обмотке и принимать сигнал с измерительной обмотки. При помощи программного обеспечения возможно эффективно управлять сигналом, который подается непосредственно на возбуждающую обмотку. Также при помощи данного программного обеспечения можно принимать сигнал непосредственно с измерительной обмотки. Управлять подаваемым напряжением можно при помощи специ-



ального микшера, встроенного в операционную систему Windows. При помощи микшера задаются параметры частоты и амплитуды синусоидального сигнала генератора. В свою очередь звуковая карта дает возможность расширить диапазон частот сигнала, который подается непосредственно на возбуждающую обмотку.

3. Результаты эксперимента и их обсуждение

Для тестирования новой измерительной системы осуществляли сканирование алюминиевого покрытия размещенного на основе, состоящей из меди. Измерения производились при частоте 700 Гц. При этом покрытие имело различную толщину, а толщина медного основания составляла 3 мм. На рис. 1 представлена зависимость величины сигнала от толщины алюминиевого покрытия на ферромагнитной основе. В случае увеличения значения толщины покрытия до значения в 1200 мкм размер сигнала уменьшается от 28 до 22 у.е., при значениях от 750 до 1500 мкм размер сигнала меньше сигнала монолита, это свидетельствует о том, что толщина покрытия недостаточно большая. При толщине диэлектрика от 1500 и до 2500 мкм размер сигнала постоянен и полностью соответствует показаниям величины поля от монолита.

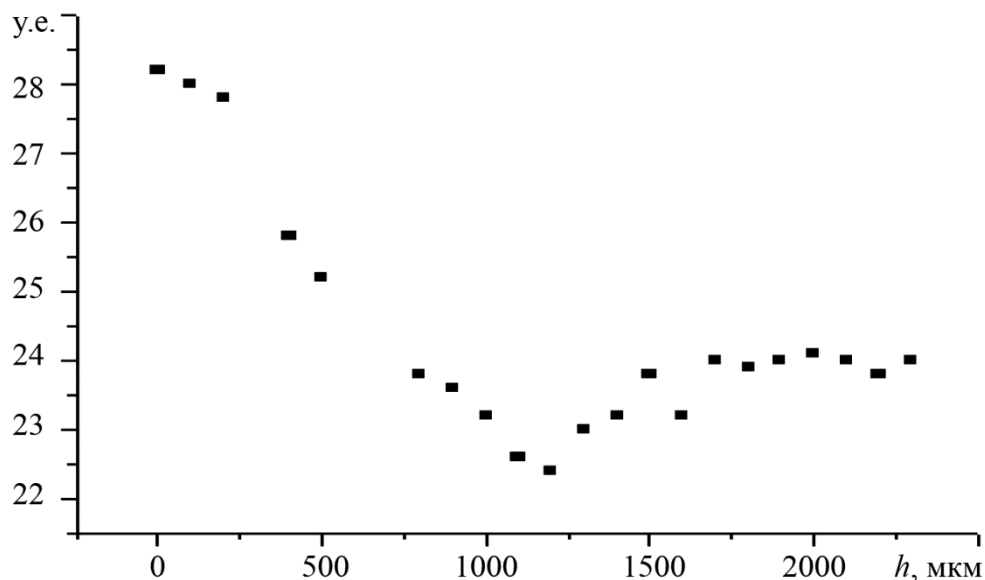


Рис. 1. Зависимость величины сигнала от толщины алюминиевого покрытия на медной основе

Также проводили эксперимент по определению зависимости толщины слоистого покрытия, в котором слои полиэтилена чередуются попеременно со слоями фольги. Объект исследования представлял чередование слоев алюминиевой фольги 20 мкм и полиэтилена 20 мкм. Измерения производились при частоте 1500 Гц.

На рис. 2. представлена зависимость интенсивности сигнала от толщины слоистого покрытия с чередованием слоев фольги и полиэтилена, размещаемых на медной основе. При изменении толщины слоистого покрытия от 0 до 100 мкм, величина поступающего от основы сигнала варьируется в пределах от 29 и до 24 у.е. В случае если толщина слоистого покрытия состоящего из полиэтилена и фольги варьируется от 100 до 250 мкм, вносимый сигнал демонстрирует более пологие значения. В диапазоне от 250 мкм до 400 мкм сигнал изменяется от 26 до 23 у.е., что обусловлено вкладом сигнала от слоистого покрытия и уменьшением вклада сигнала от медной основы.

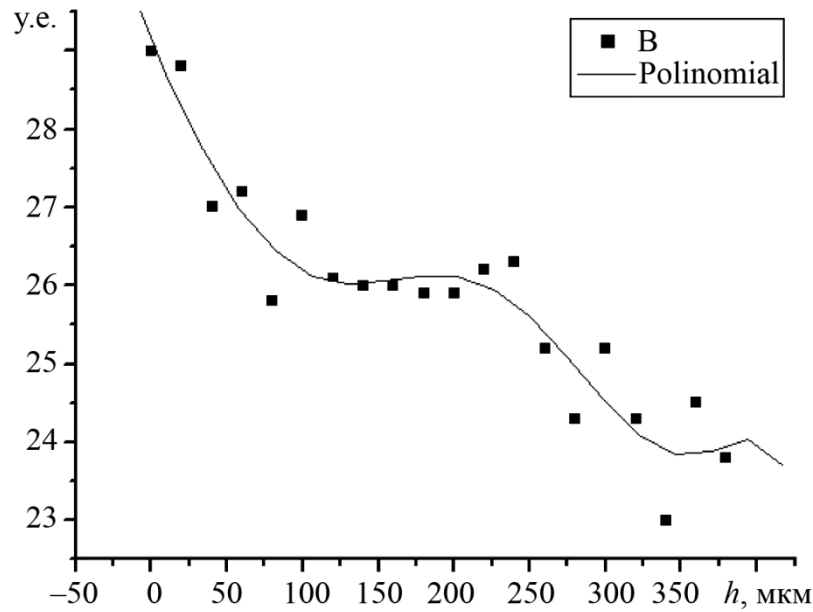


Рис. 2. Зависимость интенсивности сигнала при сканировании слоистой структуры

В третьем тестовом эксперименте осуществлялось сканирование образца, представляющего цельный объект из алюминия различной толщины. Измерения производились при частоте 500 Гц. На рис. 3 представлена зависимость величины сигнала от толщины образца из алюминия. С увеличением толщины образца увеличивается вклад в амплитуду сигнала более глубоких слоев образца. При изменении толщины от 100 до 1200 мкм величина сигнала возрастает от 7 до 25 у.е. При изменении толщины от 1200 до 2200 мкм величина сигнала постоянна и соответствует значению амплитуды от монолита (25,5 у.е.).

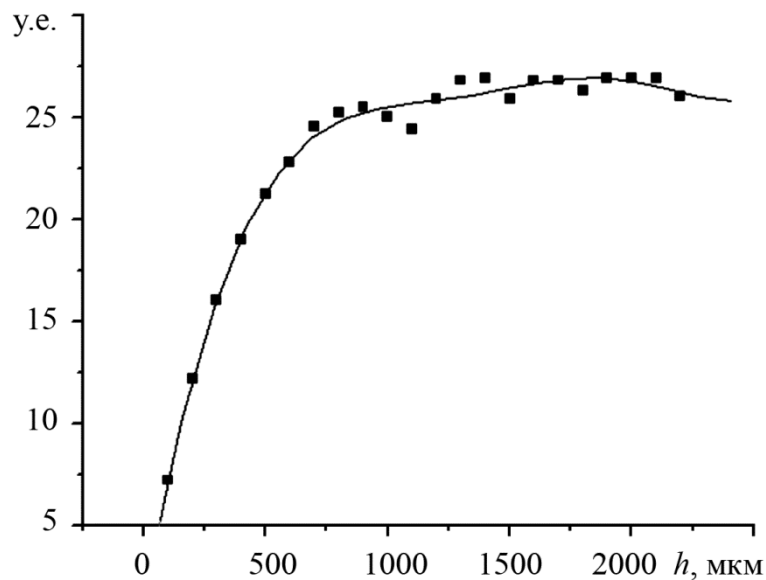


Рис. 3. Зависимость сигнала от толщины образца из алюминия

В заключительном исследовании эксперимент проводился также с медными образцами и лакокрасочным покрытием. На предварительно выпиленные образцы меди наносили слой лакокрасочного покрытия. Измерения производили при частоте 400 Гц.

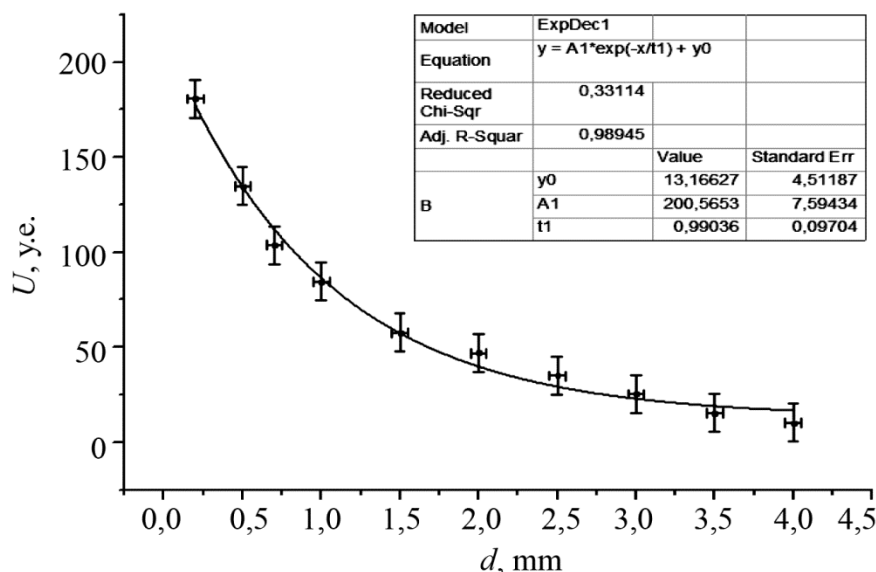


Рис. 4. Зависимость отклика вихретокового преобразователя от толщины диэлектрического покрытия (аппроксимированная экспоненциальной функцией)

Как видно из зависимости амплитуды сигнала от толщины диэлектрического покрытия (рис. 4), величина выходного сигнала быстро уменьшается при увеличении толщины покрытия. Эту зависимость можно аппроксимировать экспоненциальной функцией:

Графически данная зависимость и параметры аппроксимирующей функции представлены на рис. 4, из которого следует, что полученный сигнал уменьшается по экспоненте при возрастании толщины диэлектрического покрытия.

4. Заключение

Представленную измерительную систему использовали для исследования объектов, представляющих из себя проводящие и непроводящие покрытия, размещенные на проводящей основе, а также для измерения толщины монолитных проводящих объектов. Производилась оценка возможности локального определения толщины проводящих и диэлектрических покрытий с использованием амплитуды сигналов ВТП.

Установлено, что толщина покрытия оказывает влияние на сигнал вихретокового преобразователя. Это позволяет в перспективе использовать амплитудный метод контроля подобного класса объекта для локальных измерений толщины проводящих и непроводящих покрытий, а также других объектов.

Благодарность

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (код проекта – 17-48-220044) «Создание и исследование высокоэффективных композиционных и наноструктурированных упрочняющих покрытий»

Литература

1. Ноймайер П. Вихретоковый фазовый метод измерения толщины гальванических покрытий // В мире неразрушающего контроля. – 2008. – № 2 (40). – С. 29–30.
2. Вихретоковый измеритель: пат. 2384839 Рос. Федерация / Сясько В. А., Булатов А. С., Коротеев М. Ю., Соломенчук П. В., ЗАО «Константа». – № 2000548658/09 ; заявл. 13.10.08 ; опубл. 20.03.11, Бюл. № 8. – 7 с.



3. Бакунов А. С., Калошин В. А. Развитие вихретоковой толщинометрии защитных покрытий // Контроль. Диагностика. – 2016. – № 1 (211). – С. 27–31.
4. Вихретоковый способ двухчастотного контроля изделий: пат. 2184931 Рос. Федерация / Богданов Н. Г., Приходько В. А., Суздальцев А. И., Орловский государственный техн. унив. – № 2000625485/09 ; заявл. 03.02.00 ; опубл. 10.07.02, Бюл. № 19. – 5 с.
5. Subminiature Eddy Current Transducers for Studying Metal-Dielectric Junctions / V. N. Malikov, S. F. Dmitriev, A. M. Sagalakov, A. V. Ishkov // Instruments and Experimental Techniques. – 2014. – Vol. 57, iss. 6. – P. 751–754. – DOI: 10.1134/S0020441214060037
6. Flaw Detection of Alloys Using the Eddy Current Method / S. F. Dmitriev, A. O. Katasonov, V. N. Malikov, A. M. Sagalakov // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2016. – Vol. 52, no. 1. – P. 32–37. – DOI: 10.1134/S1061830916010058



INITIAL STAGES IN THE EVOLUTION OF THE STRUCTURE OF A ZIRCONIUM PSEUDO-SINGLE CRYSTAL DURING SHEAR DEFORMATION UNDER PRESSURE

L. Yu. Egorova*, Yu. V. Khlebnikova, V. P. Pilyugin, E. G. Chernyshev

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail:

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, Russian Federation, 620990
Tel.: +7 343 378 36 73

The structural-phase transformation in a pseudo-single crystal of zirconium during deformation on Bridgman anvils is studied by X-ray spectroscopy with synchrotron radiation. The angles of rotation in Bridgman anvils is varied from $\varphi = 0^\circ$ (deformation by upsetting, $e = 0.2$) to $\varphi = 45^\circ$ ($e = 4.6$). It is demonstrated that the α -phase lattice is compressed at the value of true strain $e = 4.6$. On the contrary, the ω -phase arising in the process of deformation under pressure shows a tendency to stretching. This behavior can probably be explained by low atomic density and strong anisotropy in terms of the atomic density of the planes and series of the ω -phase. It has been determined that the structure of the baric ω -phase arising during deformation under the deformation conditions ranging from $e = 0.5$ to $e = 4.6$ undergoes no textural changes. The formation of groups of planar defects in the ω -phase is a mechanism for the compensation of elastic stresses during the $\alpha \rightarrow \omega$ lattice transformation under conditions of high quasi-hydrostatic pressure.

Keywords: pseudo-single crystal of zirconium, deformation, high quasihydrostatic pressure, $\alpha \leftrightarrow \omega$ phase transitions.

DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.070-079

References

1. Adachi Nozomu, Todaka Yoshikazu, Suzukib Hiroshi and Umemotoa Minoru. Orientation relationship between α -phase and high-pressure ω -phase of pure group IV transition metals. *Scripta Materialia*, 2015, vol. 98, pp. 1–4. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.10.029
2. Fenga Biao, Levitas Valery I. Plastic flows and strain-induced alpha to omega phase transformation in zirconium during compression in a diamond anvil cell: Finite element simulations. *Materials Science & Engineering A*, 2017, vol. 680, pp. 130–140. DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.082
3. Srinivasarao B., Zhilyaev A.P., Pérez-Prado M.T. Orientation dependency of the alpha to omega plus beta transformation in commercially pure zirconium by high-pressure torsion. *Scripta Mater.*, 2011, vol. 65, no. 3, pp. 241–244. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.04.017
4. Shen X., Yu P.F., Jing Q., Yao Y., Gu L., Wang Y.G., Duan X.F., Yu R.C. and Liu R.P. Transmission electron microscopy observations of structural modulation in the phase transition from α -Zr to ω -Zr induced by shear strain. *Scripta Materialia*, 2012, vol. 67, pp. 653–656. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.07.017
5. Degtyarev M.V., Voronova L.M., Chashchukhina T.I., Vykhodets V.B., Davydova L.S., Kurennykh T.E., Patselov A.M., Pilyugin V.P. Formation and Evolution of Submicrocrystalline Structure in Pure Iron upon Shear under Pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2003, vol. 96, no. 6, pp. 642–650.
6. Ancharov A.I., Manakov A.Yu., Mezentsev N.A., Tolochko B.P., Sheromov M.A., Tsukanov V.M. New station at the 4th beamline of the VEPP-3 storage ring. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2001, vol. 470, pp. 80–83. DOI: 10.1016/S0168-9002(01)01029-4



7. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P. Influence value of deformation on the evolution of structure of monocrystal zirconium shear pressure. *Letters on materials*, 2016, vol. 6, no. 3, pp. 237–242. DOI: 10.22226/2410-3535-2016-3-237-242
8. Grigorovich V.K. *Metallicheskaya Svyaz i Struktura Metallov* [Metallic Bonding and Metal Structure]. Moscow, Nauka Publ., 1988, 296 p. (In Russian).
9. Cerreta E.K., Escobedo J.P., Rigg P.A., Trujillo C.P., Brown D.W., Sisneros T.A., Clausen B., Lopez M.F., Lookman T., Bronkhorst C.A., Addessio F.L. The influence of phase and substructural evolution during dynamic loading on subsequent mechanical properties of zirconium. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, pp. 7712–7719. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.09.009
10. Dobromyslov A.V., Taluts N.I. Mechanism of alpha-omega transformation in zirconium, titanium and alloys on their base. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1990, no. 5, pp. 108–115.
11. Alshevsky Y.L., Kulnitsky B.A., Konyaev Y.S., Usikov M.P. Structure peculiarities of omega-phase arising in titanium and zirconium under high-pressures. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1984, vol. 58, no. 4, pp. 795–803.
12. Rybin V.V. *Bolshie Plasticheskie Deformatsii i Razrushenie Metallov* [Large Plastic Deformations and Fracture of Metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986, 224 p. (In Russian).



Подана в журнал: 30.10.2017
УДК 669.295:539.89
DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.070-079

НАЧАЛЬНЫЕ ЭТАПЫ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ ПСЕВДОМОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ЦИРКОНИЯ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Л. Ю. Егорова*, Ю. В. Хлебникова, В. П. Пилюгин, Е. Г. Чернышев

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов
им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, 620137, Екатеринбург, Российская Федерация*

*Ответственный автор. Электронная почта: egorova@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620990, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378-36-73

Проведено исследование начальных этапов эволюции структуры псевдомонокристаллического циркония при деформации на наковальнях Бриджмена с использованием метода рентгеновской дифрактометрии в синхротронном излучении на просвет. Углы поворота наковальни варьировали от $\varphi = 0^\circ$ (деформация осадкой, $e = 0,2$) до $\varphi = 45^\circ$ ($e = 2,7$). Установлено, что при величине истинной деформации $e = 2,7$ параметры кристаллической решетки α -фазы уменьшаются. В то же время параметры решетки барической ω -фазы, наоборот, незначительно увеличиваются. Такое поведение, вероятно, можно объяснить небольшой атомной плотностью и сильной анизотропией по атомной плотности плоскостей и рядов ω -фазы. Определено, что структура возникающей в процессе деформации барической ω -фазы в условиях деформирования от $e = 0,3$ до $e = 2,7$ не претерпевает текстурных изменений. Образование групп планарных дефектов в ω -фазе представляет собой механизм компенсации упругих напряжений при трансформации кристаллической решетки $\alpha \rightarrow \omega$ в условиях высокого квазигидростатического давления.

Ключевые слова: псевдомонокристалл циркония, деформация, высокое квазигидростатическое давление, $\alpha \leftrightarrow \omega$ фазовые переходы.

1. Введение

Применение титана и циркония, а также их сплавов в условиях экстремальных воздействий в авиа- и космической отраслях, в качестве радиационноустойчивых материалов в атомной энергетике порождает интерес к исследованию структурных превращений, которые возможны в этих металлах в разных термобарических условиях. В литературе можно встретить работы, посвященные обсуждению $\alpha \rightarrow \omega$ и $\omega \rightarrow \alpha$ превращений [1–4]. Так, в работе [1] обсуждается вероятность диффузионной природы обратного $\omega \rightarrow \alpha$ превращения, авторы работы [2] отмечают, что при $\alpha \rightarrow \omega$ превращении в центре испытуемого образца наблюдается значительный локальный рост давления в связи с более высоким пределом текучести ω -фазы. В [4] наблюдали искажения кристаллической структуры под воздействием сдвиговой деформации, что привело к возникновению модулированной структуры α -фазы.

На сегодняшний день детально не выяснен вопрос о начальных этапах образования и последующей эволюции метастабильной барической ω -фазы, образующейся в данных металлах при сдвиге под давлением.

С этой целью в настоящей работе при использовании метода рентгеновской спектроскопии с синхротронным излучением на просвет, исследованы образцы псевдомонокристалла циркония, подвергнутых нагружению в наковальнях Бриджмена с малыми углами сдвига



от $\varphi = 0^\circ$ до $\varphi = 45^\circ$. Исследование позволит получить новые сведения о механизме образования барической ω -фазы и спрогнозировать дальнейшую эволюцию структуры при увеличении степени деформации. Кроме того, немаловажным фактором для изучения эволюционных процессов, происходящих в цирконии и титане при деформации и механизме образования ω -фазы, может быть использование в эксперименте исходного материала в виде псевдомоннокристалла, что исключает влияние исходных границ зерен на картину эволюции деформируемой структуры.

3. Материал и методика эксперимента

Для решения поставленных задач методом бестигельной электронно-лучевой зонной плавки были получены образцы исходного иодидного псевдомоннокристалла α -циркония чистотой 99,9 %. Выполненные ранее [5] электронно-микроскопические исследования позволили определить, что образовались пакеты α -реек шести возможных вариантов кристаллографической ориентации $\{0001\}_\alpha$. Пластическую деформацию дисковых образцов осуществляли в твердосплавных наковальнях Бриджмена при давлении 8 ГПа с угловой скоростью $\omega = 0,3$ об/мин, угол поворота наковальни варьировали от $\varphi = 0^\circ$ (деформация осадкой) до $\varphi = 45^\circ$. Степень истинной деформации ($e_{ист}$) рассчитывали по формуле [6]:

$$e_{ист} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(1 + \left(\frac{\varphi \cdot r}{h_{кон}} \right)^2 \right)^{1/2} + \ln \frac{h_0}{h_{кон}},$$

где, h_0 – исходная толщина образца, мкм; $h_{кон}$ – толщина образца после испытаний в наковальнях Бриджмена, мкм; φ – угол поворота наковален, рад.; r – середина радиуса образца, мкм. Вычисления были проведены на серии образцов, начальная толщина которых варьировалась от 300 мкм до 400 мкм, конечная толщина изменялась от 190 мкм до 300 мкм, середина радиуса образца изменялась от 1250 до 2500 мкм.

Структурно-фазовое состояние образцов циркония после деформации исследовали рентгеновским методом в синхротронном излучении (СИ) на просвет [7] в пучке сечением $0,3 \times 0,3$ мм, длиной волны $0,3685 \text{ \AA}$. Для регистрации дифракционной картины СИ использовали детектор Magg-345. СИ-рентгенограммы были перестроены в привычные для представления и последующей численной обработки дифрактограммы интенсивности по шкале углов 2θ . По положению пиков определяли параметры решетки.

4. Результаты эксперимента и их обсуждение

В работе [5] методом просвечивающей электронной микроскопии было выявлено, что при деформации осадкой псевдомоннокристалла циркония на наковальнях Бриджмена с приложенным давлением до 8 ГПа фазовое $\alpha \rightarrow \omega$ превращение происходит не во всем объеме материала, а только в областях ранее появившихся в α -фазе деформационных двойников. Было определено, что барическая ω -фаза зарождается путем сдвига кристаллической решетки α -фазы и что преимущественными местами появления новой фазы являются области, ориентированные таким образом, что в образующейся ω -фазе плоскости залегания планарных дефектов соответствуют плоскостям двойникования α -фазы.

В настоящей работе структурно-фазовые превращения, происходящие в псевдомоннокристаллическом Zr на начальных этапах деформации в наковальнях Бриджмена (от $\varphi = 0^\circ$ (деформация осадкой) до $\varphi = 45^\circ$, где φ – угол поворота наковален Бриджмена при испытаниях), исследовались с применением метода рентгеновской дифрактометрии с использованием синхротронного излучения на просвет. Данный метод съемки и применение малого (в сечении) пучка позволяет оценить структурное состояние образца по всей его толщине и аттестовать состояние с более точной оценкой истинной деформации.



По полученным рентгенограммам (рис. 1) были вычислены параметры « a » и « c » (табл. 1) для решеток α - и ω -фазы. Особенностью синхротронного излучения является тот факт, что рентгеноструктурные данные получают на малых углах рассеяния, поэтому несмотря на то, что метод обладает высокой точностью полученных результатов, расчеты проведены вопреки установленным рекомендациям – на малых углах, что может вносить некоторые отклонения от истинных значений в параметрах решеток исследуемых фаз.

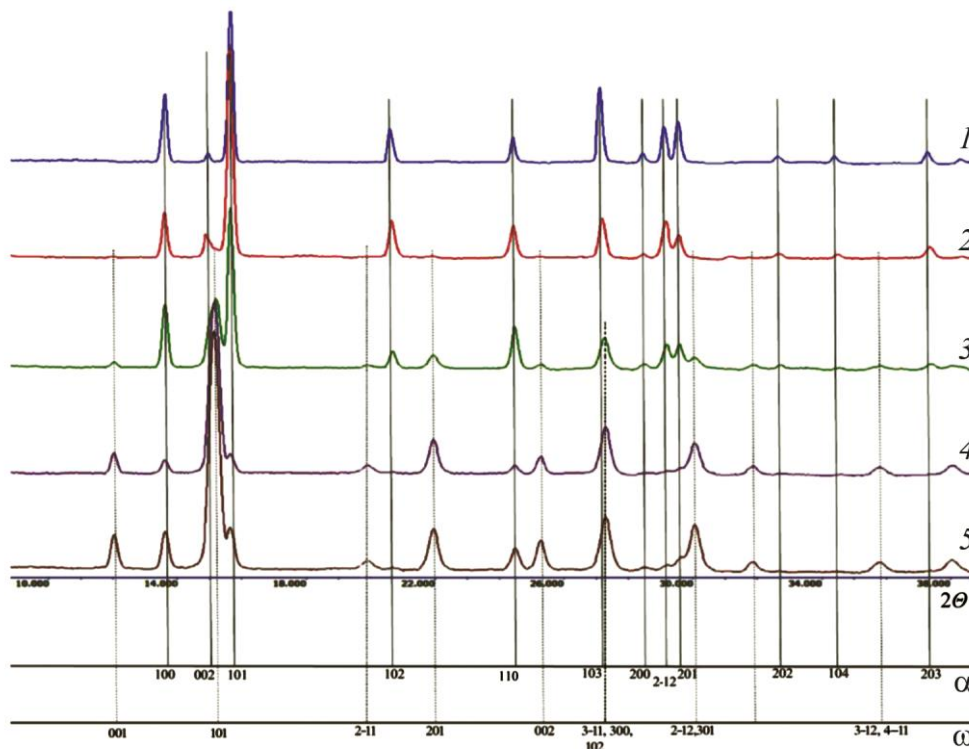


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы после разной истинной деформации (e) псевдомонокристаллического циркония при 293 К, где 1 – $e=0$; 2 – $e=0,2$; 3 – $e=0,3$; 4 – $e = 0,8$; 5 – $e = 2,7$

Таблица 1 – Расчетные значения: истинной деформации (e); параметров решеток α - и ω -фаз

Угол поворота, °	$e_{\text{ист}}$	α		ω	
		$a, \text{Å}$	$c, \text{Å}$	$a, \text{Å}$	$c, \text{Å}$
исх.	0	3,2234	5,0949	–	–
0	0,2	3,2220	5,0656	–	–
5	0,3	3,2181	5,0473	5,0170	3,1165
15	0,8	3,2150	4,8430	5,0170	3,1200
45	2,7	3,2165	4,8262	5,0170	3,1209

Из расчетов было определено, что при исследуемых деформациях кристаллическая решетка α -фазы сжимается: параметр « a » уменьшается незначительно, в пределах 0,2 % (от $a = 3,2234 \text{ Å}$ для исходного состояния ($e = 0$) до $a = 3,2165 \text{ Å}$ для $e = 2,7$), в то время как более длинная сторона элементарной ячейки « c » уменьшается на 5,3 % (от $c = 5,0949 \text{ Å}$ для исходного состояния ($e = 0$) до $c = 4,8262 \text{ Å}$ при $e = 2,7$). Такое значительное изменение параметра « c » решетки α -фазы противоречит известным представлениям и требует



дальнейших подробных исследований. Кроме того, полученный результат может быть связан с методикой проводимых расчетов – для расчета была выбрана не базисная плоскость α -фазы, а пирамидальная $(21-1)\alpha$, ввиду того, что на полученных рентгенограммах отражение от базисной плоскости $(002)\alpha$ совпадает с отражением от плоскости $(101)\omega$.

В возникающей при деформации сдвигом под давлением ω -фазе наблюдается более сложная картина, параметр « a » практически не изменяется (уменьшение составило 0,0003 % от $a = 5,01698 \text{ \AA}$ при $e = 0,3$ до $a = 5,01696$ при $e = 2,7$), в то время как параметр « c » не уменьшается, а увеличивается с увеличением степени деформации на 0,14 % (от $c = 3,1165 \text{ \AA}$ при $e = 0,3$ до $c = 3,1209$ при $e = 2,7$). Увеличение параметра решетки ω -фазы может свидетельствовать о совокупном влиянии растягивающих напряжений при деформационном воздействии и фазовом $\alpha \rightarrow \omega$ превращении. Изменение параметров решетки в процессе деформации отражается на смещении дифракционных пиков по шкале 2θ в сторону больших углов для α -фазы, что свидетельствует об уменьшении параметра элементарной ячейки и в сторону меньших углов для линий ω -фазы, особенно это смещение становится заметным для дальних пиков на рентгенограмме (рис. 1).

Известно, что пластическая деформация металлов происходит путем сдвигов наиболее прочных плотноупакованных плоскостей в направлении наиболее прочных плотноупакованных рядов, в случае гексагональной решетки это направление $\langle 110 \rangle$. Скольжение вдоль плотноупакованных рядов отвечает наименьшему перемещению атомов в акте единичного сдвига [8]. Используя вычисленные по рентгеноструктурным данным значения параметров « a » и « c » для обеих фаз, сосуществующих в структуре циркония после испытаний в наковальнях Бриджмена, были определены значения атомной плотности и расстояние между плоскостями исследованных фаз, рассчитанные по формулам (1) (табл. 2).

$\rho(001) = \frac{2}{(a^2 \cdot \sqrt{3})}$; $\rho(100) = \frac{2}{a \cdot c}$; $\rho(101) = \frac{4}{a \sqrt{3a^2 + 4c^2}}$ – атомная плотность по кристаллографическим плоскостям;

$r(001) = \frac{c}{2}$; $r(100) = \frac{a}{\sqrt{3/2}}$; $r(101) = \frac{ac \cdot \sqrt{3}}{\sqrt{3a^2 + 4c^2}}$ – расстояние между плоскостями.

(1)

Из полученных расчетов видно, что ω -фаза обладает сильной анизотропией по атомной плотности плоскостей и рядов, в то время как атомная плотность α -фазы более равномерно распределена по основным плоскостям и рядам. Так, атомная плотность семейства призматических плоскостей $\{100\}$ ω -фазы выше плотности базисных плоскостей $\{001\}$ в 2,8 раза, а пирамидальных $\{101\}$ в 1,7 раз в отличие от α -фазы, в которой эти соотношения равны – примерно 1,2 в обоих случаях. Самые плотноупакованные и наиболее прочные плоскости $\{100\}$ – самые отдаленные друг от друга для обеих фаз. В ω -фазе данное расстояние в разы больше, в отличие от других направлений. Из табл. 2 следует, что в α -фазе значения плотности атомов на плоскостях увеличиваются с увеличением степени деформации: для плоскостей (001) на 0,4 %, для $\{100\}$ – на 6 % и для плоскостей $\{101\}$ – на 4,5 %. Расстояния между базисными (001) , призматическими $\{100\}$ и пирамидальными $\{100\}$ плоскостями при этом уменьшаются: между плоскостями (001) – на 5,3 %, между $\{100\}$ – на 0,2 % и между $\{100\}$ – на 1,4 %. Эти же значения в ω -фазе остаются практически неизменными с увеличением степени деформации.



Таблица 2 – Расчетные значения атомной плотности основных плоскостей и расстояния между ними

Сдвиг $\varphi, ^\circ$	$e_{\text{ист}}$	α					
		Атомная плотность, ρ			Расстояние между плоскостями, r		
		(001)	{100}	{101}	(001)	{100}	{101}
Исх.	0	0,1111	0,1218	0,1068	2,5474	2,6319	2,4481
0	0,2	0,1112	0,1225	0,1073	2,5328	2,6308	2,4441
5	0,3	0,1115	0,1231	0,1078	2,5237	2,6275	2,4397
15	0,8	0,1117	0,1285	0,1114	2,4215	2,6250	2,4138
45	2,7	0,1116	0,1288	0,1116	2,4131	2,6262	2,4125
Сдвиг $\varphi, ^\circ$	$e_{\text{ист}}$	ω					
		Атомная плотность, ρ			Расстояние между плоскостями, r		
		(001)	{100}	{101}	(001)	{100}	{101}
Исх.	0	–	–	–	–	–	–
0	0,2	–	–	–	–	–	–
5	0,3	0,0459	0,1279	0,0746	1,5582	4,0963	2,5324
15	0,8	0,0459	0,1278	0,0745	1,5600	4,0963	2,5343
45	2,7	0,0459	0,1277	0,0745	1,5605	4,0963	2,5348

Определенное выше увеличение параметров решетки ω -фазы при деформации в наковальнях Бриджмена связано, по-видимому, с тем, что атомные плотности основных плоскостей в ω -фазе значительно ниже, чем в α -фазе, а расстояния между рядами плоскостей $\{100\}\omega$ в 1,5 раза выше, чем в α -фазе, т.е. металлические связи-перекрытия значительно слабее, что позволяет решетке, в процессе сжимающих нагрузок испытать растягивающие искажения [8] (табл. 2).

Ранее в работе [5] нами было показано, что стимулом к образованию ω -фазы на начальных этапах деформации циркония является наличие двойников в α -фазе, плоскости двойникования которых соответствуют плоскостям залегания планарных дефектов в образующейся ω -фазе. Наличие плоских (планарных) дефектов характерно для ω -фазы, что отмечалось ранее в работах [9, 10, 11], но связь планарных дефектов с наличием двойников в исходной α -фазе этими авторами не анализировалась. Вероятно, в процессе деформации под давлением и фазовом превращении, в результате сдвигов плоскостей $\{100\}\omega$ в направлении $[001]\omega$ возникает периодичность, отличная от стандартной в гексагональной решетке, соответствующая расстоянию между плоскостями $\{100\}\omega$.

Из рис. 1 видно, что при увеличении степени деформации сдвигом под давлением происходит перераспределение относительной интенсивности рентгеновских линий α -фазы. Можно наблюдать, что линия $(100)\alpha$ имеет провал интенсивности при осадке ($e = 0,2$), а при деформации на $\varphi = 5^\circ$ ($e = 0,3$) интенсивность вновь возрастает. Заметное уменьшение интенсивности всех основных линий α -фазы наблюдается при $\varphi = 15^\circ$ ($e = 0,8$), но при деформации на $\varphi = 45^\circ$ ($e = 2,7$) интенсивность основных линий α -фазы вновь возрастает. Можно предположить, что при величине деформации выше $e = 1,5$ происходит смена деформационного механизма: в процесс активно начинают включаться ротационные составляющие [12], что приводит к возникновению текстуры деформации и возрастанию пиков на рентгенограммах.

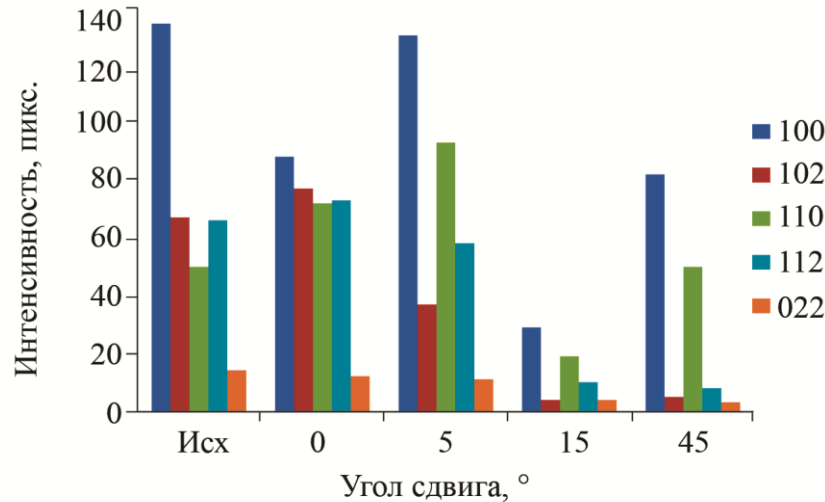


Рис. 2. Зависимость относительной интенсивности дифракционных максимумов отдельных линий α -фазы от деформации

Изменения, обусловленные текстурой деформации, наблюдали в работе [6]. Исследуя поведение структуры α -железа (ОЦК решетка) после испытаний на наковальнях Бриджмена, авторы отмечали, что повышение степени деформации на стадии ячеистой структуры сопровождается усилением относительной интенсивности линии (110) α . Наибольшая относительная интенсивность этой линии и, соответственно, наименьшая интенсивность всех остальных отражений соответствует стадии смешанной структуры – ячеистой и сверхмелкозернистой (СМК). На стадии СМК структуры при увеличении степени деформации относительные интенсивности линий изменяются в обратной последовательности, приближаясь к значениям, характерным для бестекстурного поликристаллического железа. Авторы [6] сделали вывод, что на стадии СМК-структуры изменяется взаимная разориентировка микрокристаллитов.

Закономерности текстурных и структурных преобразований при увеличении степени деформации для каждой из сосуществующих фаз, как показали наши наблюдения, могут отличаться. В отличие от α -фазы, интенсивность дифракционных пиков, полученных от ω -фазы циркония, с возрастанием степени деформации монотонно увеличивается (рис. 3), вероятно, это происходит вследствие увеличения массовой доли барической ω -фазы. Текстурное перераспределение интенсивностей линий ω -фазы не наблюдается. Из этих наблюдений может следовать вывод, что появляющаяся в результате приложенного давления барическая ω -фаза при испытаниях на наковальнях Бриджмена с углом поворота наковален от $\varphi = 5^\circ$ до $\varphi = 45^\circ$ не претерпевает заметных текстурных изменений и до степени деформации $e = 2,7$ ($\varphi = 45^\circ$) сохраняется в исходном состоянии, в независимости от направления приложенной нагрузки. Этот факт еще раз свидетельствует о том, что ω -фаза возникает только при определенных кристаллографических условиях. Таким образом, при анализе результатов, полученных на псевдомонокристаллических образцах циркония, следует учитывать тот факт, что начиная с появления первых зародышей ω -фазы деформации подвергается двухфазная структура.

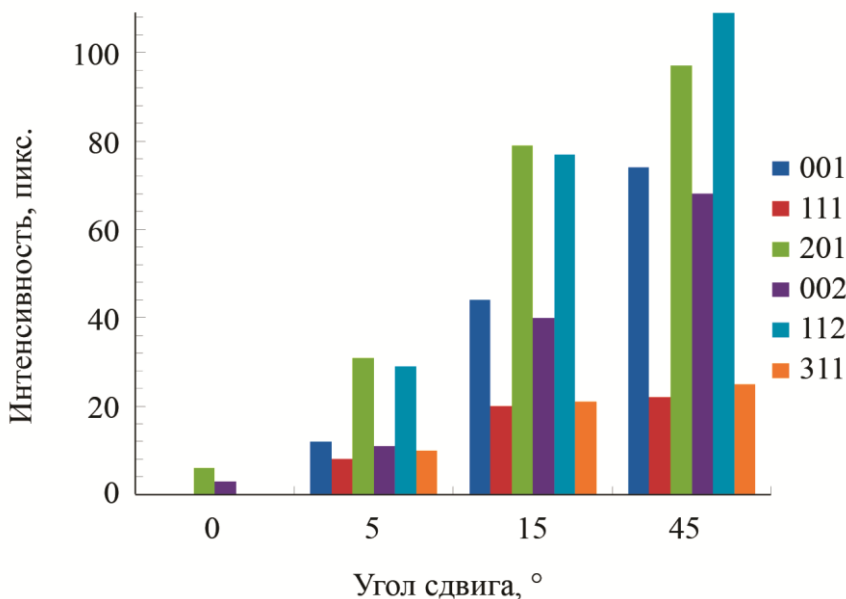


Рис. 3. Зависимость относительной интенсивности дифракционных максимумов отдельных линий ω -фазы от деформации

5. Заключение

Исследования образцов псевдомонокристаллического циркония рентгеновским методом в синхротронном излучении на просвет показали, что в процессе деформации на накопальных Бриджмена с приложенным давлением 8 ГПа и величиной истинной деформации $e = 2,7$ происходит сжатие кристаллической решетки α -фазы, при этом параметр « a » уменьшается на 0,2 %, а параметр « c » на 5,3 %. Такое значительное изменение параметра « c » решетки α -фазы противоречит известным представлениям и требует дальнейших подробных исследований. Кристаллическая решетка, возникающая при сдвиге под давлением ω -фазы, в реализуемом интервале деформаций, показала склонность к растягиванию, если параметр « a » решетки данной фазы практически не меняется при увеличении степени деформации, то параметр « c » незначительно (на 0,14 %) увеличивается. Этот факт, вероятно, можно объяснить небольшой атомной плотностью и сильной анизотропией по атомной плотности плоскостей и рядов ω -фазы. При этом структура ω -фазы в исследованных условиях деформирования (от $e = 0,3$ до $e = 2,7$) не претерпевает текстурных изменений, а образование групп планарных дефектов в ω -фазе представляет собой механизм компенсации упругих напряжений при трансформации кристаллической решетки $\alpha \rightarrow \omega$ в условиях высокого квазигидростатического давления.

Электронно-микроскопическое исследование деформированных образцов титана проводили на микроскопе JEM-200CX в отделе электронной микроскопии ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» Института физики металлов УрО РАН.

Благодарность

Авторы выражают благодарность А. И. Анчарову за организацию рентгеновской съемки образцов деформированного циркония в синхротронном излучении.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России по теме «Структура», № 01201463331.



Литература

1. Orientation relationship between α -phase and high-pressure ω -phase of pure group IV transition metals / N. Adachi, Y. Todaka, H. Suzukib, M. Umemotoa // *Scripta Materialia*. – 2015. – Vol. 98. – P. 1–4. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.10.029
2. Fenga Biao, Levitas Valery I. Plastic flows and strain-induced alpha to omega phase transformation in zirconium during compression in a diamond anvil cell: Finite element simulations // *Materials Science & Engineering A*. – 2017. – Vol. 680. – P. 130–140. – DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.082
3. Srinivasarao B., Zhilyaev A. P., Pérez-Prado M. T. Orientation dependency of the alpha to omega plus beta transformation in commercially pure zirconium by high-pressure torsion // *Scripta Mater.* – 2011. – Vol. 65, no. 3. – P. 241–244. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.04.017
4. Transmission electron microscopy observations of structural modulation in the phase transition from α -Zr to ω -Zr induced by shear strain / X. Shen, P. F. Yu, Q. Jing, Y. Yao, L. Gu, Y. G. Wang, X. F. Duan, R. C. Yu, R. P. Liu // *Scripta Materialia*. – 2012. – Vol. 67. – P. 653–656. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.07.017
5. Formation and Evolution of Submicrocrystalline Structure in Pure Iron upon Shear under Pressure / M. V. Degtyarev, L. M. Voronova, T. I. Chashchukhina, V. B. Vykhodets, L. S. Davydova, T. E. Kurennykh, A. M. Patselov, V. P. Pilyugin // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2003. – Vol. 96, no. 6. – P. 642–650.
6. New station at the 4th beamline of the VEPP-3 storage ring / A. I. Ancharov, A. Yu. Manakov, N. A. Mezentsev, B. P. Tolochko, M. A. Sheromov, V. M. Tsukanov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A*. – 2001. – Vol. 470. – P. 80–83. – DOI: 10.1016/S0168-9002(01)01029-4
7. Egorova L. Yu., Khlebnikova Yu. V., Pilyugin V. P. Influence value of deformation on the evolution of structure of monocrystal zirconium shear pressure // *Letters on materials*. – 2016. – Vol. 6, no. 3. – P. 237–242. (In Russian). – DOI: 10.22226/2410-3535-2016-3-237-242
8. Григорович В. К. Металлическая связь и структура металлов. – М. : Наука, 1988. – 296 с.
9. The influence of phase and substructural evolution during dynamic loading on subsequent mechanical properties of zirconium / E. K. Cerreta, J. P. Escobedo, P. A. Rigg, C. P. Trujillo, D. W. Brown, T. A. Sisneros, B. Clausen, M. F. Lopez, T. Lookman, C. A. Bronkhorst, F. L. Addessio // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61. – P. 7712–7719. – DOI: 10.1016/j.actamat.2013.09.009
10. Dobromyslov A. V., Taluts N. I. Mechanism of alpha-omega transformation in zirconium, titanium and alloys on their base // *Fizika Metallov i Metallovedenie*. – 1990. – No. 5. – P. 108–115.
11. Structure peculiarities of omega-phase arising in titanium and zirconium under high-pressures / Y. L. Alshevsky, B. A. Kulnitsky, Y. S. Konyaev, M. P. Usikov // *Fizika Metallov i Metallovedenie*. – 1984. – Vol. 58, no. 4. – P. 795–803.
12. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М. : Металлургия, 1986. – 224 с.