

ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРЫ В МАССИВНЫХ ИЗДЕЛИЯХ И ВЛИЯНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ НА ИХ СВОЙСТВА

С.С. Дьяченко¹, И.В. Пономаренко¹, В.А. Золотко²

¹Харьковский национальный автомобильно-дорожный университет

Украина

²ЧП "З LINE", Харьков

Украина

Поступила в редакцию 24.11.2009

В статье рассматриваются возможные способы получения нанокристаллических структур в реальных изделиях, оцениваются их технологичность, сложность осуществления и вероятность достижения требуемых свойств. Особое внимание уделено поверхностному наноструктурированию и установлению связей между характером структуры, формирующейся на поверхности изделий при ее обработке различными методами, и изменениями свойств в объеме изделия. На основе механических (статических, циклических) испытаний установлено, что наиболее эффективным методом наноструктурирования поверхности является ионно-плазменная обработка (ИПО), которая не только модифицирует свойства поверхностного слоя, но и существенно увеличивает прочность всего изделия (объемную прочность): временное сопротивление повышается на 24%, предел текучести – на 42%. При этом относительное удлинение остается на том же уровне, а относительное поперечное сужение даже имеет тенденцию к росту (на 3 – 4%). Главную роль в повышении конструктивной прочности играет операция ионной бомбардировки. Последующее нанесение покрытия может увеличить прочность не более чем на 4 – 5%. Установленное явление объяснено залечиванием дефектов, особым поведением наноструктурных слоев при деформации, реализацией механизмов недислокационной пластичности.

Ключевые слова: Гидроэкструзия, ионно-плазменная обработка, сталь, наноструктурирование поверхности, ультрамелкое зерно, конструктивная и объемная прочность, нанотвердость, залечивание дефектов, сверхпластичность

В статті розглядаються можливі способи отримання нанокристалічних структур в реальних виробках, оцінюються їх технологічність, складність здійснення та ймовірність досягнення необхідних властивостей. Особливу увагу приділено поверхневому наноструктуруванню та встановленню зв'язків між характером структури, що формується на поверхні виробів при її обробці різними методами, і зміною властивостей в об'ємі виробу. На підставі механічних випробувань встановлено, що найефективнішим методом наноструктурування поверхонь є іонно-плазмова обробка (ІПО), яка не тільки модифікує властивості поверхневого шару, але й суттєво підвищує міцність усього виробу (об'ємну міцність): тимчасовий опір збільшується на 24%, границя текучості – на 42%. При цьому відносно подовження залишається на тому ж рівні, а відносно звуження навіть має тенденцію до збільшення (на 3 – 4%). Головну роль у підвищенні міцності грає операція іонного бомбардування. Наступне нанесення покриття може збільшити міцність не більше ніж на 4 – 5%. Встановлене явище пояснюється заліковуванням дефектів, особливою поведінкою наноструктурних шарів при деформації, реалізацією механізму недислокаційної пластичності.

Ключові слова: Гідроекструзія, іонно-плазмова обробка, сталь, наноструктурування поверхні, ультрадрібне зерно, конструктивна та об'ємна міцність, нанотвердість, заліковування дефектів, надпластичність.

This paper regards the possible methods of nanostructure obtaining in real articles, estimates their manufacturability, complicity of realization, probability of the required properties attaining. Peculiar emphases has been given to the nanostructure creation in the surface layers and to ascertain the relations between their structure depending on the treatment method and the volume properties. It was shown that the most effective method of nanostructure formation is the ion-plazma treatment (IPT) which not only modifies the surface properties of the articles but it also substantially increases their strength as a whole ("the volume strength") without ductility decrease (ultimate strength σ_B rises by 24%, yield strength $\sigma_{0.2}$ by 42%, percent elongation r is kept practically the same, reduction in area ψ even has a tendency to the elevation – by 3 – 4%). So such a treatment improves the structural strength. It is shown that during IPT the ion bombardment operation (IB) plays a major role in structural strength improvement and ensures 80 – 88% of total strengthening. The following coating deposition can raise the strength no more than by 4%. The found phenomenon is explained by the surface defects healing during IB, the formation of the surface thin nanocrystalline layer and realization of superplasticity mechanism during deformation.

Keywords: Hydrostatic extrusion, ion-plazma treatment, steel, nanostructure creation in the surface layers, ultra-fine-grained, structural and bulk strength, nanohardness, surface defects healing, superplasticity deformation.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что наиболее эффективным методом повышения конструктивной прочности (КП) стальных изделий является создание в металле ультрамелкого зерна с развитой ячеистой субструктурой. В настоящее время высокодисперсное состояние в реальных изделиях достигается применением наследственно мелкозернистых сталей, в том числе, с карбонитридным упрочнением, гидроэкструдированного материала, ускорением нагрева под закалку (проходящим током или индукционным способом), термомеханической обработкой [1, 2].

В последнее время большое внимание уделяется нанокристаллическим материалам. Проблеме прочности и пластичности таких материалов посвящены десятки исследований, монографий, серьезных критических обзоров, однако и на сегодня остается много нерешенных вопросов, связанных с поведением наноструктурного материала при деформации. Так, практически во всех работах отмечается существенное повышение прочности (предела текучести, твердости) нанокристаллических материалов, хотя для очень мелких зерен (< 10 нм) наблюдается так называемая инверсионная зависимость Холла Петча (“анти ХП”), т.е. снижение предела текучести. Что же касается пластичности этих материалов, то здесь имеются существенные различия результатов. В одних работах обнаружено повышение пластичности или хотя бы ее сохранение на том же уровне, в других – очень резкое ее снижение.

Фактором, определяющим свойства нанокристаллических материалов, может быть не только размер зерна, но и другие структурные характеристики, например размер ламелей двойниковой структуры [3]. Следует также отметить, что для сочетания высокой прочности и пластичности в некоторых работах рекомендуется создание бимодальных структур (нанокристаллическая матрица с включениями более крупных зерен размером 1 – 3 мкм). Предполагается, что матрица обеспечивает высокую прочность, а более крупные зерна – пластичность [4].

На основании сказанного можно заключить, что вопрос о возможности повышения

КП изделий путем создания в их объеме нанокристаллической структуры до сих пор остается дискуссионным. В значительной степени это связано с трудностью получения такой структуры в реальном изделии с макроскопическими размерами.

Поверхностное наноструктурирование можно осуществить гораздо проще. В настоящее время это достигается высокими степенями поверхностной пластической деформации в процессе трения либо ионно-плазменной обработкой [5]. Однако до сих пор нет достаточного количества экспериментальных данных о влиянии поверхностного наноструктурного слоя на свойства материала в объеме тела (объемную прочность).

В данной работе рассматривается новый подход к проблеме повышения КП – не за счет получения нанокристаллической структуры во **всем объеме** изделия, а только в его **поверхностном слое**. Для сопоставления проведена оценка свойства изделий с ультрамелким зерном, созданным во всем объеме испытуемого материала, и после поверхностной обработки, что позволило более объективно оценить возможности того и другого подхода к проблеме повышения конструктивной прочности реальных изделий, поскольку необходимым условием высокого значения этого показателя является сохранение пластичности.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследования выполнены на ряде конструкционных сталей с различным содержанием углерода и легирующих элементов (18ХГТ, 20Х, 40, 40Х, 40ХФА, 45ХН2МФА). Для создания объемного ультрадисперсного состояния образцы с различной исходной структурой (с пластинчатыми и зернистыми карбидами) подвергали холодной пластической деформации со степенью от 5 до 40% методами осадки и гидроэкструзии (ГЭ). Количественные данные о субструктурных характеристиках деформированных сталей получали путем исследования тонких фольг на просвет (не менее 200 полей зрения на каждом образце) и рентгеноструктурного анализа с последующей статистической обработкой результатов.

Поверхностное наноструктурирование осуществляли ионно-плазменной обработкой (ИПО). Как известно, ИПО состоит из двух операций – ионной бомбардировки (ИБ), назначением которой является очистка поверхности от загрязнений и повышение адгезионного взаимодействия покрытия с основным металлом, и нанесения того или иного покрытия. В работе изучалось влияние на свойства как самого процесса ИБ, так и ИБ с последующим нанесением покрытия TiN.

Поскольку было необходимо получить данные об объемных свойствах, эксперименты выполняли непосредственно на стандартных образцах для испытания на растяжение. Заготовки сталей подвергали закалке в масле от 880 °С с последующим низким (220 °С) и высоким (500 °С) отпуском, после чего из них были изготовлены разрывные образцы (ГОСТ 1497 84) диаметром 5 и 10 мм. Разброс значений показателей свойств определялся среднеквадратическим отклонением S . Для анализа роли шероховатости поверхности в изменении свойств были изготовлены две партии образцов – шлифованные и полированные.

ИПО проводилась на установке “ННВ 66 И1”. Режим ИБ: ток дуги 105 А, напряжение 1000 В, атмосфера – аргон, давление в камере 0,13 Па; режим нанесения покрытия: ток дуги 105 А, напряжение 170 В, атмосфера – азот, давление в камере 0,2 Па. Поскольку энергия ионов при ИБ значительно выше, чем при нанесении покрытия, для предотвращения перегрева образцов бомбардировку проводили циклически, обеспечивая их охлаждение во время пауз – 2 мин бомбардировка, 1 мин пауза, 2 мин бомбардировка. Для получения однородных свойств на поверхности образцы вращались относительно катода с помощью планетарного механизма.

Шероховатость и профиль поверхности определяли контактным методом с помощью профилографа-профилометра TR-200 (радиус вершины алмазного щупа 5 мкм). Данные непосредственно передавались на ПК и систематизировались. Ошибка в измерении параметра R_a не превышала 10%, диапазон измерений – 0,005–16 мкм.

Микротвердость измеряли с помощью прибора ПМТ-3 при нагрузках 200 и 50 г, что позволило оценить твердость на разном расстоянии от поверхности: при нагрузке 200 г глубина проникновения индентора равнялась 5 мкм, при нагрузке 50 г – 0,9 мкм.

Определение нанотвердости проводили на приборе “Nano Indentor II” фирмы “MTC Systems” при нагрузке 5 г (~50 мН). В качестве индентора использовали трехгранную алмазную пирамиду (индентор Берковича)*.

Рентгеноструктурные исследования выполняли на дифрактометре ДРОН-3 в излучении K_{α} –Cr. Для определения размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) и напряжений второго рода Γ_{II} сопоставляли ширину линий (110) и (211), аппроксимацию профиля дифракционных линий осуществляли с использованием функции Гаусса.

СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ИЗ СТАЛЕЙ С УЛЬТРАМЕЛКИМ ЗЕРНОМ

На сегодняшний день известны такие способы объемного наноструктурирования металла: изготовление изделий ГЭ или другими методами объемного всестороннего деформирования (например, равноканального углового прессования) [4], применение многократной обработки с высокими степенями деформации и последующей реализацией начальных стадий рекристаллизации [6], порошковая металлургия [7].

Перечисленные методы деформации достаточно сложны в осуществлении, требуют специального оборудования. При использовании порошковой металлургии также возникают большие, часто непреодолимые трудности. Во-первых, необходимо получить нанодispersный порошок, а это само по себе является серьезной проблемой. Такой порошок, в связи с сильно развитой поверхностью и большой поверхностной энергией, является высокоактивным, комкуется, интенсивно окисляется, что требует применения защитных атмосфер и существенно усложняет про-

*Нанотвердость определялась в институте сверхтвердых материалов С.Н. Дубом.

Для измерения напряжений первого рода σ_I применяли $\sin^2\psi$ -метод.

изводство. Кроме того, порошковые изделия, даже при использовании специальных методов формовки (например, гидростатического или горячего прессования), как правило, содержат остаточную пористость, что разупрочняет металл и снижает его пластичность.

Следует обратить внимание еще на одну сложность обеспечения высокой КП в реальных изделиях с наноструктурой или ультрамелким зерном, полученных указанными методами. Как правило, указанными методами получают заготовки, которые затем подвергаются термической обработке, в большинстве случаев, закалке с соответствующим отпуском. При высоких температурах протекает рекристаллизация, поэтому для сохранения размеров зерен и их внутренней субструктуры необходимо применять специальную стабилизирующую термическую обработку [8] и осуществлять процесс таким образом, чтобы в наиболее полной степени реализовать явление структурной наследственности при $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ -превращения [9]. Естественно, это сильно осложняет и удорожает получение изделий с требуемыми свойствами.

В данном разделе приведен анализ структур, формирующихся при осадке и ГЭ, и свойства изделий, созданных этим методом.

На рис. 1 приведена схема формирования дислокационной структуры с увеличением степени деформации для осадки (а) и гидроэкструзии (б), построенная на основании данных трансмиссионной электронной микроскопии и микроэлектронографии.

При малых степенях деформации осадкой последовательно протекают процессы накопления хаотически расположенных дислокаций, формирования простейших дислокационных ансамблей ($\epsilon = 5\%$) и их трансформации в ячеистую нерасориентированную субструктуру ($\epsilon = 10\%$) с широкими дислокационными границами и довольно большим (около 2 мкм) размером ячеек. С увеличением степени деформации ($\epsilon = 20\%$) наблюдается повышение плотности дислокаций в теле ячеек и формирование новых дислокационных субграниц. Иными словами, происходит измельчение ячеек с сохранением в них высокой плотности единичных дислокаций. По мере нарастания деформации процесс транс-

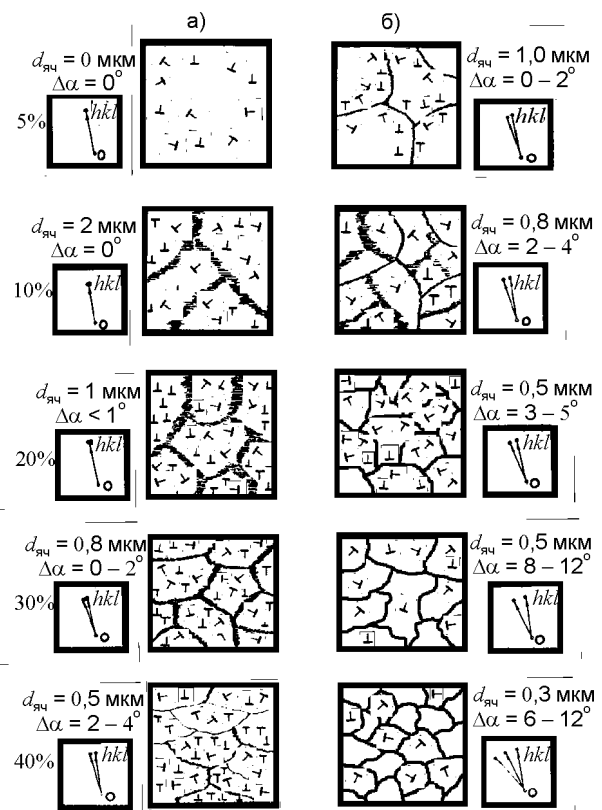


Рис. 1. Эволюция дислокационной структуры при росте деформации (схема); а) – осадка; б) – гидроэкструзия.

формирования субструктуры идет в направлении дальнейшего измельчения ячеек, увеличения плотности дислокаций в стенках, накопления в них дислокаций одного знака и, как следствие, появления дискретной разориентировки между соседними ячейками. О переходе от плавной к дискретной разориентировке свидетельствует изменение вида рефлексов на электронограммах: при $\epsilon < 30\%$ рефлекс размыт в азимутальном направлении, но не расщеплен на отдельные пятна. В случае же деформаций со степенью $> 30\%$ рефлекс разбивается на отдельные отражения. Увеличение деформации до 40% сопровождается дальнейшим измельчением ячеек и сужением их дислокационных границ при сохранении довольно высокой плотности хаотически расположенных дислокаций внутри ячеек. Углы разориентировки между ячейками не превосходят 4° .

Основные отличия субструктуры, полученной в условиях деформации под высоким (1300 – 1400 МПа) гидростатическим давлением (рис. 1б), заключаются, прежде всего, в более раннем формировании ячеистой суб-

структуры (уже при $\varepsilon = 5\%$) и ее разориентации на дискретные углы. Это явление известно как барофрагментация (барополигонизация) [10]. Отличительным признаком такой структуры является дискретная среднеугловая разориентировка ячеек (до 12°) и малая плотность дислокаций в теле ячеек.

Характер формирующейся субструктуры отражается на виде деформационных кривых (рис. 2а). Видно, что при осадке (кр. 1) увеличение степени деформации приводит к непрерывному росту напряжений с монотонным уменьшением коэффициента упрочнения. Первое обусловлено повышением плотности дислокаций, второе – их постепенной перестройкой в субграницы.

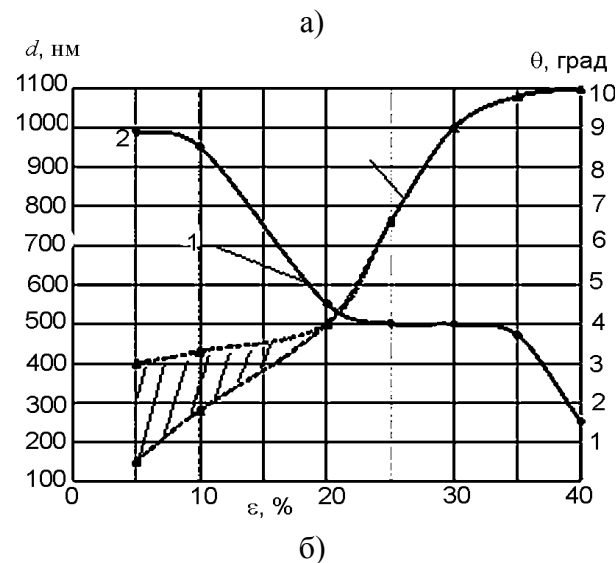
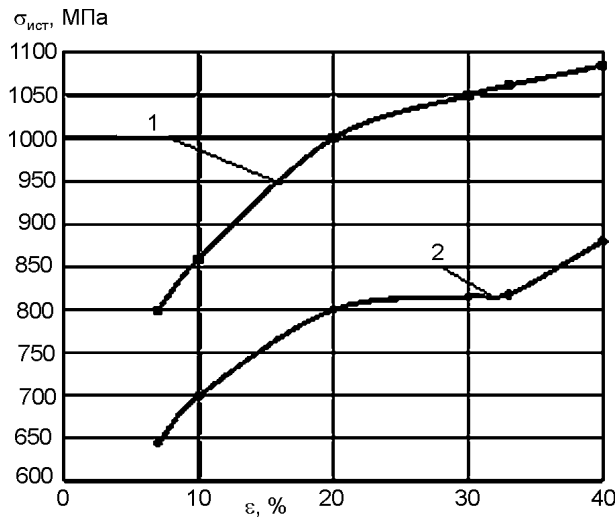


Рис. 2. Кривые напряжение деформация (а) при осадке (1) и ГЭ (2) и изменение тонкой структуры (б) в зависимости от степени деформации при ГЭ (1 – размер ячеек, 2 – угол их разориентировки); сталь 45ХН2МФА; исходная обработка сфероидизирующий отжиг.

Гидроэкструзия принципиально меняет ход кривой – при определенной степени деформации на ней появляется площадка, свидетельствующая о протекании деформации без увеличения напряжения. Подчеркнем, что на рис. 2 приведены кривые для высокопрочной стали 45ХН2МФА, тогда как площадка текучести характерна для малопрочных высокопластичных материалов. На этом же рисунке (рис. 2б) показано изменение размера ячеек (кр. 1) и угла их разориентировки (кр. 2). Видно, что в интервале деформаций 10 – 20% происходит интенсивное дробление ячеек, затем их размер не изменяется ($\varepsilon = 20 - 30\%$), а при более высокой деформации дробление продолжается. Что же касается углов разориентации ячеек, то в области деформаций до 20% он увеличивается, но наблюдается большой разброс значений (этот участок на рис. 2б заштрихован). При более высокой деформации разброс уменьшается, а разориентировка достигает $10 - 12^\circ$.

Если сопоставить ход кривой $\sigma = f(\varepsilon)$ для гидроэкструдированной стали с изменением субструктуры (рис. 2б), то отчетливо видно, что площадка соответствует участку с постоянным размером ячеек и увеличивающимся углом разориентировки. Напряжение, отвечающее площадке, деформация, при которой она начинается, ее протяженность зависят от химического состава стали и исходной структуры. Чем прочнее сталь, тем ниже степень деформации, при которой начинается площадка, тем больше ее протяженность. Для структур с зернистыми карбидами напряжение, соответствующее площадке, и степень деформации ее начала ниже, чем для структур с пластинчатыми карбидами.

Из анализа рис. 2 можно сделать ряд важных заключений:

1. Применение ГЭ позволяет обеспечить заданную степень деформации при напряжениях, гораздо меньших, по сравнению с осадкой.

2. Степени деформации при ГЭ, отвечающие окончанию площадки, можно принять за оптимальные, поскольку, с одной стороны, требуют сравнительно невысоких напряжений, с другой, – обеспечивают существенное дробление ячеек, их максимальное очищение от дислокаций и достижение угла разворота между ними до $8 - 12^\circ$. Иными словами, при таких деформациях

формируется ультрамелкое зерно со среднеугловой разориентацией, что, как известно, является основным условием получения в металле одновременно высоких значений прочности, пластичности, вязкости, трещиностойкости (высокой конструкционной прочности материала).

3. Такая субструктура деформированного металла, как известно, обладает пониженной энергией и является наиболее термически стабильной, что увеличивает вероятность ее сохранения при последующей термической обработке изделий, изготовленных гидроэкструзией.

4. Указанные степени деформации не позволяют получить в деформированном металле наноразмерную структуру. Из рис. 2б видно, что окончанию площадки соответствует зерно ~500 нм, Увеличение степени деформации до 40% уменьшает его до ~250 нм, что также не отвечает определению наноструктур, однако при этом существенно усложняется процесс деформирования, поскольку требуются дополнительные затраты энергии и более мощное оборудование.

Рассмотрим теперь на примере высокопрочной стали 45ХН2МФА, как изменяются свойства реальных изделий, изготовленных из гидроэкструдированного металла. Эта сталь используется для тяжело нагруженных деталей, в частности, торсионов, и подвергается стандартной обработке, заключающейся в закалке в масле от 870 °С с отпуском при 220 °С.

В табл. 1 приведены механические свойства после стандартного (режим 1, обычный металл) и двух экспериментальных режимов термической обработки (2, 3, металл после гидроэкструзии). Обработка 2 состояла в нагреве под закалку образцов непосредственно после ГЭ, при обработке 3 после ГЭ производили стабилизи-

Таблица 1

Свойства стали 45ХН2МФА после разных режимов обработки

Режим	Свойства					
	σ_{B^2} , МПа	$\sigma_{0,2^2}$, МПа	δ_p , %	δ , %	ψ , %	KCV, Дж/см ²
Стандартный	2050	1740	3,1	9,5	42	45
ГЭ, $\varepsilon = 35\%+$ режим 1	2090 (+2%)	1780 (+2%)	3,9 (+26%)	11 (+10%)	44 (+5%)	53 (+18%)
ГЭ, $\varepsilon = 35\%+$ о.,+ режим 1	2140 (+4%)	1830 (+5%)	3,3 (+6%)	10 (+5%)	45 (+7%)	57 (+27%)

рующий отпуск (350 °С, 2 ч) для закрепления субструктуры, созданной ГЭ. Для уменьшения вероятности протекания рекристаллизации в деформированном металле нагрев под закалку осуществляли быстро – в расплавленных солях.

В табл. 1 в скобках также указано изменение свойств (в % по сравнению с исходным состоянием 1).

Из табл. 1 видно, что оба режима улучшают свойства, хотя, если говорить о прочности, то это увеличение небольшое – 2% при обработке по режиму 2,45% по режиму 3. Сопоставляя режимы 2 и 3, можно заключить, что стабилизирующий отпуск позволяет более полно сохранить субструктуру, созданную ГЭ, и обеспечить наследственность упрочнения. Особенно важно повышение характеристик пластичности и ударной вязкости.

Несмотря на небольшой эффект упрочнения, служебные свойства изделий существенно улучшились: после обработки по режиму 3 релаксационная стойкость повысилась на 16 – 18%, вязкость разрушения при комнатной температуре – на 9 – 11%, при 40° – на 25%, предел выносливости – на 6 – 8%, температура перехода в хрупкое состояние снизилась на 20°. Таким образом, хотя при ГЭ не была получена наноструктура, рост прочности всего на 5 – 6% без снижения пластичности обеспечил повышение конструктивной прочности изделий.

ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ НА СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ

Как уже отмечалось, одним из способов получения нанокристаллического поверхностного слоя является ИПО, которая давно и успешно используется для повышения стойкости инструмента, улучшения трибологических характеристик контактирующих поверхностей деталей машин, придания изделиям коррозионной стойкости и др. Нашими экспериментами установлено, что этот вид обработки вызывает не только изменение **поверхностных** свойств, но и сильно упрочняет все изделие, т.е. влияет на его **“объемные” механические характеристики** [11].

На рис. 3 приведены кривые растяжения для стали 18ХГТ после улучшения (3+ВО)

для шлифованных и полированных образцов и после ИПО.

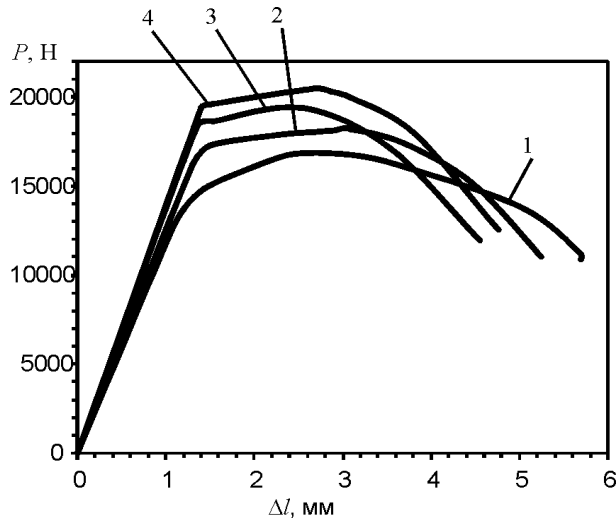


Рис. 3. Кривые растяжения стали 18ХГТ после разной обработки: 1 – 3 + ВО, шлифованный образец; 2 – 3 + ВО, полированный образец; 3 – 3 + ВО + ИБ; 4 – 3 + ВО + ИБ + TiN.

Из рис. 3 видно, что переход от шлифованных образцов к полированным повышает сопротивление пластическому деформированию и разрушению (кр. 1 и 2). Еще большее влияние оказывает ИБ (кр. 3) и последующее нанесение покрытия (кр. 4). Однако при этом во всех случаях материал ведет себя как пластичный. Это дает основание считать, что изменение состояния поверхности указанными методами должно повышать конструктивную прочность изделий. Рассчитанные по этим кривым значения механических характеристик, изменение шероховатости и тонкая структура приведены в табл. 2.

Как видно из таблицы, ИБ по-разному влияет на шероховатость поверхности шлифованных и полированных образцов: для шлифованных шероховатость уменьшается с $R_a = 0,49$ мкм до $R_a = 0,17$ мкм, для полированных она увеличивается с $R_a = 0,12$ мкм до

$R_a = 0,16$ мкм. Различия в R_a после ИБ для образцов с разной предварительной обработкой (0,17 та 0,16 мкм) лежат в пределах ошибки эксперимента (10%), из чего можно заключить, что после ИБ, независимо от исходной обработки, формируется практически одинаковая шероховатость $R_a \sim 0,16 - 0,18$ мкм, характерная для данного режима ИБ. Последующее нанесение покрытия TiN приводит к увеличению шероховатости, что связано с наличием микрокапель α -Ti, образующихся при распылении титанового катода.

Данные таблицы также свидетельствуют об изменении тонкой структуры поверхности образцов, что сопровождается существенным повышением их объемных свойств. В работе сделана попытка оценить вклад каждого из проанализированных факторов в общее улучшение.

Из анализа приведенных результатов можно сделать следующие заключения.

1. Сравнение механических свойств шлифованных и полированных образцов свидетельствует, что полирование повышает временное сопротивление σ_b на ~9%, а предел текучести $\sigma_{0,2}$ на ~22% без снижения пластичности. Таким образом, шероховатость поверхности сама по себе является значимым фактором, за счет которого можно повысить конструктивную прочность изделия.

2. После ИБ σ_b увеличивается на 17%, $\sigma_{0,2}$ – на 34% по сравнению со шлифованными образцами и на 7 и 10% соответственно по сравнению с полированными. При этом очень заметно уменьшается разброс значений свойств, особенно для предела текучести (более чем в 2 раза). Последующее нанесение покрытия незначительно повышает прочность – всего на 4 – 5%, но при этом разброс

Таблица 2

Механические свойства, шероховатость поверхности и тонкая структура образцов стали 18ХГТ после разной обработки

Обработка	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	ψ , %	R_a , мкм	H_{200} , ГПа	H_{50} , ГПа	L , нм	$\varepsilon \cdot 10^3$	ρ , см ⁻²	σ_{II} , МПа	σ_I , МПа
1. 3+ВО (шлиф.)	854	717	18,2	64,0	0,49	–	–	380	0,40	$4,8 \cdot 10^8$	80	–20
2. 3+ВО (полир.)	934	875	15,8	64,2	0,12	2,75	2,73	88	1,23	$5,8 \cdot 10^9$	250	–330
3. 3+ВО+ИБ	1003	962	15,1	67,0	0,17	–	3,16	103	1,67	$4,2 \cdot 10^9$	340	–150
4. 3+ВО+ИБ+TiN	1056	1007	15,6	67,1	0,45	–	3,85	103	1,04	–	210	–195

показателей механических характеристик растет. Таким образом, 74% прироста σ_b и 84,5% повышения $\sigma_{0,2}$ достигаются во время ИБ (без нанесения покрытия). Особенно важно подчеркнуть, что при таком значительном упрочнении (до 40%) показатели пластичности практически не изменяются, а относительное сужение ψ даже имеет тенденцию к повышению. Это позволяет предлагать ИБ как эффективный метод повышения конструктивной прочности изделий.

3. Известно, что с увеличением прочности растет и твердость. В наших экспериментах твердость внутри образца, естественно, осталась неизменной. Поверхностная же твердость сильнее всего повысилась после нанесения покрытия, тогда как прочностные характеристики после ИБ. В связи с этим увеличение микротвердости на поверхности также нельзя считать основной причиной повышения прочностных характеристик всего образца.

4. Как видно из табл. 2, после полирования регистрируются наибольшие изменения практически всех (за исключением микронапряжений) показателей тонкой структуры. После такой обработки поверхностные слои характеризуются наименьшим размером ОКР, наибольшей плотностью дислокаций, самыми высокими напряжениями сжатия. Однако свойства выше после ИБ, несмотря на увеличение шероховатости поверхности, снижение макронапряжений, уменьшение плотности дислокаций и размеров ОКР. Это позволяет считать, что ни шероховатость поверхности, ни изменения ее тонкой структуры не являются факторами, определяющими столь значительное увеличение показателей прочности, которое не достигается в гидроэкструдированном металле при формировании по всему объему зерен, приближающихся к наноразмерным (~ 200 нм).

Таким образом, можно сделать вывод, что влияние ИБ на объемные свойства материала нельзя объяснить только проанализированными факторами.

МЕХАНИЗМ ВЛИЯНИЯ ИБ НА ОБЪЕМНУЮ ПРОЧНОСТЬ ИЗДЕЛИЙ

По нашему мнению, полученные результаты можно объяснить, с одной стороны, залечи-

ванием при ИБ поверхностных дефектов, аналогично эффекту А.Ф. Иоффе для каменной соли [12], с другой, особыми свойствами и поведением при деформации слоя, формирующегося на поверхности.

А.Ф. Иоффе испытывал на растяжение образцы каменной соли диаметром 6 мм на воздухе и в воде. При растяжении на воздухе образцы разрушались хрупко, а предел прочности равнялся 5 МПа. Если же растяжение осуществлялось в воде, каменная соль становилась пластичной, диаметр в шейке уменьшался до 0,2 мм, т.е. относительное сужение ψ достигало ~99% (!), а предел прочности увеличивался до 1600 МПа, что близко к теоретической прочности (по расчетам для соли она ~2000 МПа). Причиной такого изменения свойств, по мнению акад. Иоффе, является залечивание мелких поверхностных дефектов образца за счет растворения соли в воде. Подтверждением правильности этого предположения являются опыты по растягиванию образцов в насыщенном водном растворе каменной соли, когда растворение исключалось. В таких условиях рост прочности не происходил. Таким образом, несмотря на то, что поверхностный слой, растворявшийся в процессе испытаний, был очень тонким, прочность всего образца (по терминологии А.Ф. Иоффе “внутренняя прочность”) приблизилась к теоретической при одновременном росте пластичности практически до 100%.

Позже аналогичный эффект был получен Ю.В. Барановым при растяжении металлических образцов в электролите – ему удалось деформировать вольфрам на 80 – 90% в щелочной среде. При этом прочность повысилась на 30%. Автор назвал это эффектом Иоффе для металлов [13].

В обоих описанных случаях процесс растягивания образцов осуществлялся непосредственно в среде, удаляющей не только дефекты, существовавшие на поверхности образца до начала испытаний, но и новые, образующиеся непосредственно в процессе растягивания – так называемый дебри-слой (скопление дислокаций у границ зерен, субзерен, поверхностей раздела фаз, неметаллических включений и т.д.).

В наших экспериментах испытания осуществлялись на воздухе, т.е. при отсутствии среды, которая могла бы удалять повреждаемый при деформации поверхностный слой. Тем не менее, образец, несмотря на очень большое упрочнение, остается пластичным. По нашему мнению, это можно объяснить особым поведением поверхностного слоя, который после ИБ имеет нанокристаллическое строение.

Для изучения особенностей строения и свойств поверхностных слоев, формирующихся при ИБ, было применено наноиндентирование, позволяющее оценить значения твердости на очень малых глубинах (нано-твердость) [14].

На рис. 4 приведена диаграмма нагружения стали 18ХГТ в исходном состоянии (2) и после обработки по режимам 3, 4 (табл. 2).

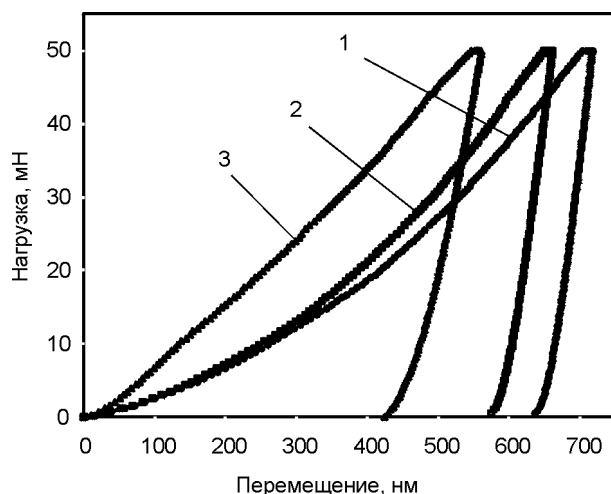


Рис. 4. Диаграммы нагружения стали 18ХГТ: 1 – 3+ВО (полирование); 2 – 3+ВО+ИБ; 3 – 3+ВО+ИБ+TiN.

Из рис. 4 видно, что ход кривой 3 (для образца с покрытием) отличается от других – она повышается круче. Это характеризует значительно большее сопротивление проникновению индентора в связи с покрытием TiN, обладающим высокой твердостью.

После обработки приведенных диаграмм по методике Оливера и Фара [15] были получены такие значения нанотвердости: исходное состояние – 4,74 ГПа, после ИБ – 5,43 ГПа, после нанесения покрытия – 5,92 ГПа. Как и следовало ожидать, эти значения существенно выше, чем микротвердость, во-первых, из-за меньшей глубины проникновения индентора,

во-вторых, потому что микротвердость определяется делением нагрузки на площадь поверхности отпечатка, а нанотвердость – на горизонтальную проекцию площади отпечатка.

Приведенные выше значения нанотвердости соответствуют максимальной нагрузке 50 мН. Авторы работы [16] предложили методику для расчета среднего контактного давления (СКД) для каждой точки диаграммы нагружения. По физической сути это и есть нанотвердость (отношение нагрузки к площади горизонтальной проекции отпечатка). Это позволяет построить зависимость нанотвердости от нагрузки, т.е. определить распределение нанотвердости по глубине. На рис. 5 такая зависимость приведена для стали 18ХГТ после улучшения (кр. 1).

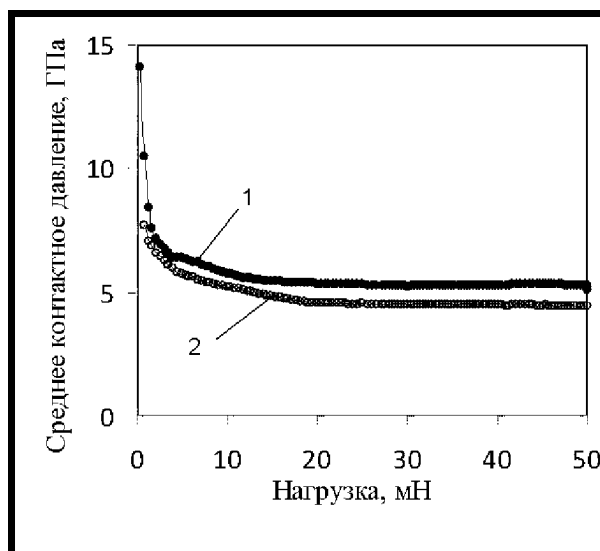


Рис. 5. Зависимость СКД (нанотвердости) от нагрузки (перемещения индентора) для стали 18ХГТ (улучшение) без учета (кр. 1) и с учетом (кр. 2) неточности формы индентора.

Из рис. 5 видно, что кривая 1 в области малых нагрузений резко повышается. Авторы работы [16] связывают это, в первую очередь, со сферическим затуплением вершины индентора. Сопоставляя расчетную площадь отпечатка (для идеально острого индентора) с реальной, определенной с помощью атомно-силового микроскопа, авторы предложили эмпирическую формулу, учитывающую затупление. С ее помощью была построена кр. 2, показывающая значительно более низкую (почти в 4 раза) твердость поверхности. Подчеркнем, что речь идет о стали в одном и том же состоянии – после улучшения. Поэто-

му значительное увеличение твердости в области малых нагрузений – это инструментальный эффект, связанный с затуплением индентора.

Игнорирование этой погрешности может существенно исказить результаты и привести к ошибочным выводам.

На рис. 6 показано распределение нанотвердости по глубине образца для стали 18ХГТ после разной обработки с учетом инструментального эффекта.

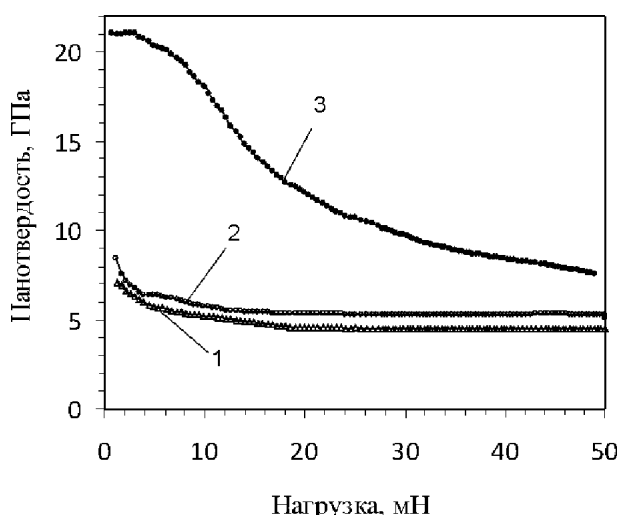


Рис. 6. Распределение нанотвердости по глубине для стали 18ХГТ с учетом неточности формы индентора: 1 – 3+ВО; 2 – 3+ВО+ИБ; 3 – 3+ВО+ ИБ+TiN.

Из анализа кривых можно сделать следующие выводы:

1. Повышение поверхностной твердости в исходном состоянии (кр. 1) обусловлено наклепом при полировании образца.

2. Ионная бомбардировка (кр. 2) вызывает дополнительное увеличение твердости на глубине не более 20 нм.

3. После нанесения покрытия (кр. 3) твердость, в сравнении с ИБ, резко растет, а глубина, на которой регистрируется влияние покрытия, больше 700 нм (на этой глубине еще не достигается исходная твердость).

Таким образом, на основании экспериментов по наноиндентированию можно утверждать, что при ИБ на поверхности изделия формируется слой нанотолщины (~20 нм) с несколько повышенной, по сравнению с сердцевиной, твердостью. Однако не повышение его твердости определяет объемное упрочнение стали, поскольку после нанесения покры-

тия и сама твердость, и глубина ее влияния гораздо выше, чем после ИБ, а объемные свойства после такой обработки увеличиваются всего на 4%. На наш взгляд, эти результаты однозначно свидетельствуют о том, что причиной столь значительного повышения прочности изделий является именно формирование этого нанокристаллического слоя в процессе ИБ. Его роль чисто функциональная, и изменение механических характеристик связано с особым поведением этого слоя при деформации, а не с его небольшим упрочнением. Аналогичное явление наблюдалось при обработке стали Ст. 3 ультразвуковой ударной поверхностной обработкой [5].

Особенности структуры нанокристаллических материалов (большой объем поверхности границ по отношению к объему самого нанокристаллического элемента, сосредоточение дислокаций по границам при их практическом отсутствии в объеме наноэлементов, высокая концентрация вакансий на границах) способствуют при растяжении образца зернограничному проскальзыванию, как это происходит при ползучести или сверхпластичности, что и облегчает залечивание повреждений всякого рода, уменьшает вероятность образования концентраторов напряжений и увеличивает степень деформации до начала образования шейки. Таким образом, в наноструктурных материалах меняется механизм пластической деформации, в котором значительную роль играет недислокационная пластичность, что отмечается во многих работах [4, 5, 16]. Изложенное теоретическое обоснование позволяет предложить применение ИБ для повышения конструктивной прочности изделий. Преимуществами этого способа являются:

1. Очень высокая степень упрочнения (по $\sigma_{0,2}$ до 37%) без снижения пластичности, что до сих пор не было достигнуто ни одним из известных способов повышения конструктивной прочности.

2. Упрочнению подвергаются не заготовки, а готовые изделия, не требующие дополнительной термической обработки, что исключает возможность их разупрочнения, необходимость применять стабилизирующий отпуск и упрощает технологический процесс.

3. Предлагаемая обработка за счет заживления случайных поверхностных дефектов уменьшает разброс механических характеристик, делает их более стабильными, что представляет большой практический интерес, поскольку это повышает надежность изделий.

4. В связи с тем, что основное упрочнение достигается при ИБ, последующее нанесение покрытия становится неактуальным, что также упрощает, ускоряет и удешевляет процесс.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Получение нанокристаллической структуры во всем объеме изделия затруднено даже при использовании такого метода деформации как гидроэкструзия. После ГЭ прочность повышается всего на 4 – 5% без снижения пластичности, однако это заметно улучшает служебные свойства.

Значительно легче осуществить поверхностное наноструктурирование, используя ИБ. При такой обработке происходит заживление дефектов, на поверхности изделий формируется нанокристаллический слой толщиной около 20 нм, который при нагружении ведет себя как сверхпластичный. В результате предел текучести увеличивается на 37% без снижения пластичности, что позволяет использовать ИБ для повышения конструктивной прочности изделий.

Преимуществами ИБ являются очень высокое упрочнение без снижения пластичности, которое не обеспечивает ни один из известных способов, обработка готового изделия, что исключает трудности, связанные с необходимостью проводить термическую обработку с учетом реализации явления структурной наследственности, улучшение стабильности свойств, что повышает надежность конструкций.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бернштейн М.Л., Займовский В.А., Капуткина Л.М. Термомеханическая обработка стали. – М.: Металлургия, 1983. – 480 с.
2. Гриднев В.Н., Мешков Ю.Я., Ошкадеров С.П., Трефилов В.И. Физические основы электротермического упрочнения стали. – К.: Наукова думка, 1973. – 336 с.

3. Shen Y. F. et al. Tensile properties of copper with nano-scale tweens//Scr. Mater.– 2005.– Vol. 52. – P. 989.
4. Андриевский Р.А., Глезер А.М. Прочность наноструктур//Успехи физических наук. – 2009. – Т. 179, № 4. – С. 337-358.
5. Панин В.Е., Сергеев В.П., Панин А.В., Почивалов Ю.И. Наноструктурирование поверхностных слоев и нанесение наноструктурных покрытий – эффективный способ упрочнения современных конструкционных и инструментальных материалов//ФММ. – 2007. – Т. 104, № 6. – С. 650-660.
6. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение структура и свойства. – М.: Академкнига, 2007.
7. Gleiter H. Materials with ultrafine microstructures//Retrospectives and Perspectives Nanostructured Materials. – 1992. – Vol. 1. – P. 1-19.
8. Дьяченко С.С., Александров Н.Г., Милославская Е.Л., Золотько В.К. Гидропрессование как малоотходный способ изготовления изделий с улучшенными свойствами. – Харьков: Изд-во “Основа” ХГУ, 1991. – 105 с.
9. Дьяченко С.С. Образование аустенита в железоуглеродистых сплавах. – М.: Металлургия, 1982. – 128 с.
10. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. – К.: Наукова думка, 1975. – 316 с.
11. Дьяченко С.С., Пономаренко И.В., Дощечкина И.В. Влияние нанокристаллических покрытий на свойства изделий из конструкционных сталей//Современное материаловедение: достижения и проблемы. MMS. Киев. – 2005. – С. 665-666.
12. Иоффе А.Ф. Механические свойства кристаллов//Успехи физических наук. Ленинград. – 1928. – Т. VIII, Вып. 4. – С. 441-482.
13. Баранов Ю.В. Эффект А.Ф. Иоффе на металлах. – Из-во: МГИУ, 2005. – 140 с.
14. Головин Ю.И., Дуб С.Н., Иволгин В.И., Коренков В.В., Тюрин А.И. Кинетические особенности деформации твердых тел в наномикрообъемах//Физика твердого тела. – 2005. – Т. 47, Вып. 6. – С. 961-973.
15. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments//J. Mater. Res. – 1992. – Vol. 7, No 6. – P. 1564-1583.

16. Дуб С.Н., Новиков Н.В. Испытания твердых тел на нанотвердость//Сверхтвердые материалы. – 2004. – № 6. – С. 16-33.
17. Носкова Н.И., Милуков Р.Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрОРАН, 2003. – 279 с.

© С.С. Дьяченко, И.В. Пономаренко, В.А. Золотько, 2009