

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

**XI Всероссийская школа-семинар  
с международным участием  
"Новые материалы.  
Создание, структура, свойства-2011"  
г.Томск  
г. Томск, 14 – 16 июня 2011 г.**

---

**ТРУДЫ**

Издательство Томского политехнического университета  
2011

УДК: 669.15.621

## **НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ. СОЗДАНИЕ, СТРУКТУРА, СВОЙСТВА – 2011**

Труды XI Всероссийской школы-семинара. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011. – 207 с.

В сборнике представлены доклады XI Всероссийской школы-семинара студентов, магистрантов, аспирантов и молодых ученых «Новые материалы. Создание, структура, свойства – 2011». Обсуждаются результаты исследований молодых ученых в области современного материаловедения.

Предлагаемые работы разделены по секциям, представляющим основные направления современного материаловедения в машиностроении.

В первой секции рассматриваются проблемы создания новых конструкционных материалов с повышенными характеристиками на основе современных подходов при формировании структуры материала (наноматериалов). Во второй секции представлены работы, посвященные поверхностной обработке материалов с использованием высоких технологий. Перспективные материалы и технологии обсуждаются в третьей секции. Новые подходы и новые идеи прозвучавшие в представленных докладах школы-семинара могут найти свое практическое приложение в повышении надежности работы деталей машин и оборудования в химической, атомной, энергетической и других отраслях промышленности.

Материалы сборника трудов представляют интерес для студентов и молодых ученых, занимающихся проблемами материаловедения.

**УДК 669.15.621**

© Томский политехнический университет, ИФВТ, кафедра ММС, 2011

## Содержание

### Секция 1

#### **ПРОБЛЕМЫ ПРОЧНОСТИ СОВРЕМЕННЫХ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗВИТИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ОБРАЗЦОВ СМК НИКЕЛЯ ПОСЛЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА С ПОМОЩЬЮ ФРАКТАЛЬНОГО АНАЛИЗА Андреева Е.М., Петракова И.В., Рахматулина Т.В.,.....	11
СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ АВС – И $\perp$ – ОБРАЗНОГО ПРЕССОВАНИЯ НА ОСНОВЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ТИТАНА ВТ1-0 Глухов И. А., Коробицын Г. П. ....	15
ИЗУЧЕНИЕ ОРИЕНТАЦИОННОЙ ЗАВИСИМОСТИ ПРОЦЕССОВ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МОНОКРИСТАЛЛОВ СТАЛИ ГАДФИЛЬДА ПРИ ОДНООСНОМ СЖАТИИ Мельников Е.В., Захарова Г.Г., Тукеева М.С. ....	18
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ БИФРАКЦИОННЫХ ПОРОШКОВЫХ СИСТЕМ Козлова А.В., Асташова Т.А., Плешаков Н.Е. ....	22
СТАДИЙНОСТЬ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ОБРАЗЦОВ ИЗ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА С ОТВЕРСТИЯМИ РАЗЛИЧНОГО ДИАМЕТРА ПО ДАННЫМ АКУСТО-ЭМИССИИ, КАРТИРОВАНИЯ ДЕФОРМАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТИ И ТЕНЗОМЕТРИИ Бурков М.В., Бяков А.В., Любутин П.С. ....	24
СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ КОНСТРУКЦИЙ ФУРМ ДЛЯ ПРОДУВКИ РАСПЛАВА МЕТОДОМ РЕЗОНАНСНО – ПУЛЬСИРУЮЩЕГО РАФИНИРОВАНИЯ Лубяная С.В., Сильченко М.В., Динкевич А.С. ....	29
ВЛИЯНИЕ КРУЧЕНИЯ ПОД ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ОТЖИГОВ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛОВ СТАЛИ ГАДФИЛЬДА Тукеева М.С., Захарова Г.Г., Астафурова Е.Г. ....	32
ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ ПРОСТЫМ СДВИГОМ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АІ Сычёва С.С., Русин Н.М. ....	35
СТАДИЙНОСТЬ МНОГОУРОВНЕВОГО РАЗВИТИЯ УСТАЛОСТНЫХ ТРЕЩИН В ДВУХСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТАХ ПРИ ЗНАКОПЕРЕМЕННОМ ИЗГИБЕ	

## Содержание

Попкова Ю.Ф., Елсукова Т.Ф.....	39
СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТАЛИ 12ГБА И ХА- РАКТЕР ЕЁ РАЗРУШЕНИЯ Заточная Л.В., Дервягина Л.С.....	43
INCREASING ABRASIVE WEAR RESISTANCE OF UHMWPE-BASED COMPOSITES BY ADDING AlO(OH) MICRO SIZE FILLER Sonjaitham N., Panin S.V., Ivanova I.R., Kornienko I.A.....	50
EFFECT OF INTERFACE GEOMETRY ON FRACTURE OF “SPRAYED COATING – SUBSTRATE” COMPOSITE SUBJECTED TO ME- CHANICAL LOADING Yussif S.A.K., Panin S.V.....	55
ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ СТАЛИ 30ХГСА НА ЕЁ МЕ- ХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА Кумпал О. М.....	59
ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СМК НИКЕЛЯ Санарова О.Г., Кузнецов П.В. ....	63
ЭВОЛЮЦИЯ НЕУПРУГИХ СВОЙСТВ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПРИ ДЕ- ФОРМИРОВАНИИ КРУЧЕНИЕМ Шелякина М.А., Жапова Д.Ю.....	67
ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕ- НИЯ ОБРАЗЦОВ ИЗ ВЫСОКОПРОЧНОГО СПЛАВА ВТ-6 Кичуткина О.К., Дерюгин Е.Е. ....	71
АНАЛИЗ ДИАГРАММ НАГРУЖЕНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ С УЧЕТОМ ЛОКАЛИЗАЦИИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПЕРЕД РА- РУШЕНИЕМ Дерюгин Е.Е., Сухомлинова М.С., Суворов Б.И.....	76
СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ТЕРМОСТАБИЛЬ- НОСТЬ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО ТИТАНА ВТ1-0, ПОЛУ- ЧЕННОГО АВС-ПРЕССОВАНИЕМ И ПРОКАТКОЙ Чабанец А.А., Ерошенко А.Ю.....	80

### Секция 2

#### ПОВЕРХНОСТНОЕ УПРОЧНЕНИЕ И ЗАЩИТНЫЕ ПОКРЫТИЯ

ПОВЫШЕНИЕ УСТАЛОСТНОЙ ПРОЧНОСТИ СТАЛИ 12Х1МФ НА- НОСТРУКТУРИРОВАНИЕМ ПОВЕРХНОСТИ ИОННЫМ ПУЧ- КОМ $Zr^{+}$ Власов И.В., Панин С.В., Сергеев В.П.....	87
СОВМЕЩЕННАЯ ОБРАБОТКА ДЕТАЛЕЙ ТОЧЕНИЕМ И НАКАТЫ- ВАНИЕМ С ГИДРОПРИВОДОМ Беляев В.Н.....	91

ИМПУЛЬСНЫЙ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫЙ МИКСИНГ МЕДИ СО СТАЛЬНОЙ ПОДЛОЖКОЙ Колубаева Ю. А., Москвин П. В., Тересов А. Д.....	93
ОЦЕНКА ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО- ПУЧКОВЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА Остапенко М.Г., Гудимова Е.Ю.....	97
ФОРМИРОВАНИЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ С НАНОК- РИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ МЕТОДОМ ВАКУУМНО- ДУГОВОГО ПЛАЗМЕННО-АССИСТИРОВАННОГО ОСАЖДЕНИЯ Нафикова Н.Р., Крысина О.В.....	100
ИЗУЧЕНИЕ ИЗНАШИВАНИЯ ВЫСОКОПРОЧНЫХ СТАЛЕЙ В ПАРАХ ТРЕНИЯ Липева К.И., Почивалов Ю.И.....	104
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ ИЗ ХРОМОВАНАДИЕВОГО БЕЛОГО ЧУГУНА Ерёмина Л.В., Дампилон Б.В.....	108
ФАЗОСТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ И СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОН- НЫХ ЭЛН-ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА ТИТАНА ПО- СЛЕ ИМПУЛЬСНОГО ОПЛАВЛЕНИЯ Гальченко Н.К., Колесникова К.А., Тересов А.Д., Марьина О.С. ....	111
ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭЛН- ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Ti-B-Fe Колесникова К.А., Пирожникова М.Д. ....	114
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПЛАЗМЕННЫХ МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕ- СКИХ ПОКРЫТИЙ ПОСЛЕ ОПЛАВЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ Гальченко Н.К., Середов Н.А.....	117
СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЗО- ТИСТЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫХ ПОКРЫТИЙ И СТАЛИ 110Г13 ПРИ ТРЕНИИ СКОЛЬЖЕНИЯ В ПАРЕ С ВК6 Тагильцева Д.Н., Наркевич Н.А.....	121
СТРУКТУРНЫЕ МЕХАНИЗМЫ РЕЛАКСАЦИИ ОСТАТОЧНЫХ НА- ПРЯЖЕНИЙ В ПОКРЫТИИ, ПОЛУЧЕННОМ ЭЛЕКТРОННО- ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКОЙ ПОРОШКА 60X24AГ16 Орехова Е.Л., Наркевич Н.А.....	126
МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ ДУ- ГОВЫМ РАЗРЯДОМ Демиденко В.В., Шаманин В.И.....	130

## Содержание

ПРИМЕНЕНИЕ ПРОМЕЖУТОЧНОГО СЛОЯ ПРИ НАНЕСЕНИИ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ Зенин Б.С., Зундан М.С.....	133
СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ АДГЕЗИОННЫХ И КОГЕЗИОННЫХ СВЯЗЕЙ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ Зенин Б.С., Митюшова Ю. А.....	137
ИССЛЕДОВАНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ АУСТЕНИТ- НЫХ АЗОТИСТЫХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ В ВАКУУМЕ Ибрагимов И.С., Иванова Е.А. ....	142

### Секция 3

#### ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ В МАШИНОСТРОЕНИИ

ПОРИСТАЯ СТРУКТУРА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ГРУБОДИСПЕРСНОГО И ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКОВ ZRO <sub>2</sub> Асташова Т.А., Козлова А.В., Плешаков Н.Е.....	149
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ ТВЕРДОСТЬЮ И ИЗНОСОМ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СВМПЭ Шурикова А.А., Кондратюк А. А.....	151
РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ЧУГУ- НА ДЛЯ ТЕРМОСТОЙКИХ ОТЛИВОК В МАЛЫХ ИНДУКЦИ- ОННЫХ ПЕЧАХ Лубяная С.В., Лубяной Д.Д., Щеглов В.А.....	156
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИА- ЛОВ НА ОСНОВЕ СВЕРХВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИ- ЭТИЛЕНА (СВМПЭ), ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СВОБОДНОГО СПЕКАНИЯ Смачная О.В, Панин С.В., Иванова Л.Р., Лернер М.И.,.....	158
ВЛИЯНИЕ ДОБАВЛЕНИЯ ПЭНД, ПРИВИТОГО СМА И ВТМС НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВМПЭ Панин С.В., Пирияон С. , Нгуен Суан Тьук.....	164
СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬ- НОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ МАТЕРИАЛОВ НА ТЕХ- НОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ Рогозина М.В., Кондратюк А. А.....	168
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ СПЕЧЕННОГО МАТЕРИАЛА СИСТЕМЫ Fe-Ti Панькова М.Ю., Мячин Ю.В.....	172

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ МАТЕРИАЛА СИСТЕМЫ Fe-Ti НА ЕГО МОДУЛЬ УПРУГОСТИ И МИКРОТВЕРДОСТЬ Былина Ю.Е., Мячин Ю.В.....	176
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ НАНОДИСПЕРСНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ Грудинина Д.А., Мельникова С.А.....	179
ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КОНСОЛИДИРОВАННЫХ НАНОПОРОШКОВ ВОЛЬФРАМА И МОЛИБДЕНА Дутлова Ю.В., Матренин С.В.....	182
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА СВОЙСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ И КЕРАМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ И СПЕЧЁННЫХ ИЗ НИХ ИЗДЕЛИЙ Белокрылова А.О., Матренин С.В.....	187
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ $Al_2O_3$ С ДОБАВКАМИ КАРБИДА КРЕМНИЯ И ТИТАНА Лымарева А.В., Матренин С.В.....	192
ДЕФЕКТЫ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ЗАГОТОВОК ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ Беликов Е.В, Зайцева И.В.....	194
ИЗМЕРЕНИЕ И РАСЧЕТ ПРОКАЛИВАЕМОСТИ ПО ХИМИЧЕСКОМУ СОСТАВУ СТАЛИ Ведяшкина Д.С., Беликов Е.В.....	198
ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ В ПЯТНЕ НАПЫЛЕНИЯ Гладких Н.А., Чупина В.С., Зенин Б.С.....	201



## **Секция 1**

# **Проблемы прочности современных конструкционных материалов**



## ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗВИТИЯ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ОБРАЗЦОВ СМК НИКЕЛЯ ПОСЛЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА С ПОМОЩЬЮ ФРАКТАЛЬНОГО АНАЛИЗА

*Е.М. АНДРЕЕВА<sup>1</sup>, И.В. ПЕТРАКОВА<sup>1,2</sup>, Т.В. РАХМАТУЛИНА<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

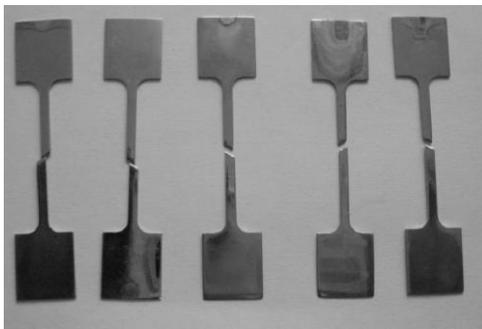
<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

### **Введение**

В настоящее время нано- и субмикроструктурные материалы интенсивно исследуются и находят все большее применение в различных разделах специальной техники и технологии [1, 2]. Благодаря своей мелкозернистой структуре субмикроструктурные материалы обладают рядом уникальных механических характеристик по сравнению со своими крупнозернистыми аналогами [1]. Однако, как оказалось, мелкозернистая структура СМК материалов крайне нестабильна при повышении температуры. Даже при незначительном повышении температуры происходит значительное падение прочности и пластичности материалов. Поэтому исследование развития пластической деформации образцов СМК материалов после низкотемпературного отжига является, несомненно, актуальной задачей современного материаловедения.

### **Материал и методика исследований**

Объектами настоящей работы являлись образцы наноструктурированного никеля (рис.1), полученного путем равноканального углового прессования (РКУ) в виде двойной лопатки с рабочей частью 25 x 2,5 x 0,5 мм<sup>3</sup>.



*Рисунок 1 – Образцы СМК никеля*



*Рисунок 2 – Микроскоп СММ-2000*

Перед испытанием образцы механически и электролитически полировали в электролите состава: 10% - хлорной кислоты, 90% - n-бутанола. Полирование осуществляли 7 – 10 раз по 15 секунд, электролит при этом охлаждали. Образцы отжигали при температурах 60°, 120°, 180°, 240°, 300°, 360° С в течение 15 минут.

Образцы испытывали активным растяжением на оптико-телевизионном комплексе ТОМСС-1 с автоматической записью кривых «нагрузка – перемещение», которые в дальнейшем пересчитывали в диаграммы «напряжение – деформация». Исследование деформационного рельефа осуществляли с помощью сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) СММ – 2000Т (рис. 2).

### Результаты эксперимента

На рис. 3 приведены кривые «напряжение – деформация». Как видно из рисунка, повышение температуры отжига после 180°С приводит к уменьшению предела прочности и пластичности материала.

Анализ деформационного рельефа образцов СМК никеля показал, что при отжиге низких температурах пластическая деформация образцов СМК никеля протекает путем формирования полос локализованного сдвига вблизи места разрушения, что приводит к образованию шейки и достаточно быстрому разрушению образцов. Детально место разрушения образцов исследовали с помощью сканирующего туннельного микроскопа.

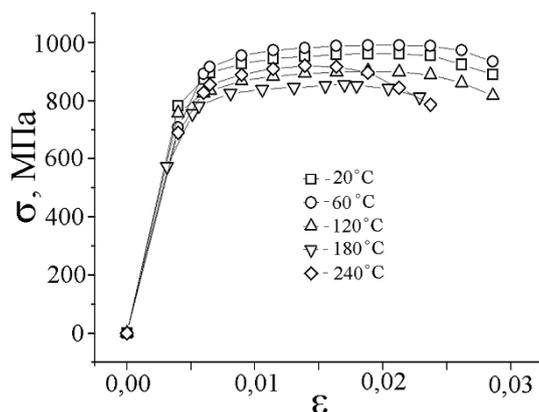


Рисунок 3 – Диаграммы «Напряжение - деформация» образцов СМК никеля, подвергнутых отжигу при различных температурах

На рис. 4 приведены СТМ – изображения деформационного рельефа образцов СМК никеля вблизи зоны разрушения, отожженных при разных температурах.

На изображениях наблюдается формирование полос локализованного сдви-

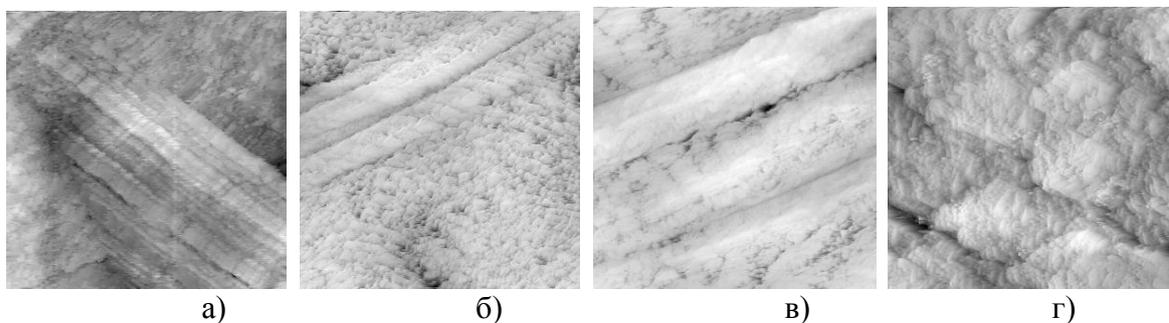


Рисунок 4 – СТМ изображения поверхности образцов СМК никеля вблизи места разрушения, а) в исходном состоянии поставки; и при отжиге 15 мин при температуре б) 60 °С; в) 120 °С; г) 180 °С. (Размер изображения 1752x1752 нм)

га. Повышение температуры отжига до 180-240С приводит к формированию на поверхности образцов впадин и выпуклостей, напоминающей своей формой зеренную структуру.

Полученные СТМ изображения были преобразованы в текстовый формат и с помощью программного приложения Origin подвергнуты математической обработке по методике определения структурной функции [3, 4].

Для каждого СТМ- изображения были определены структурные функции, которые в дальнейшем строились в дважды логарифмических координатах.

На рис. 5 приведены типичные графики структурной функции, получаемые в результате компьютерной обработки СТМ изображений деформационного рельефа образцов СМК никеля.

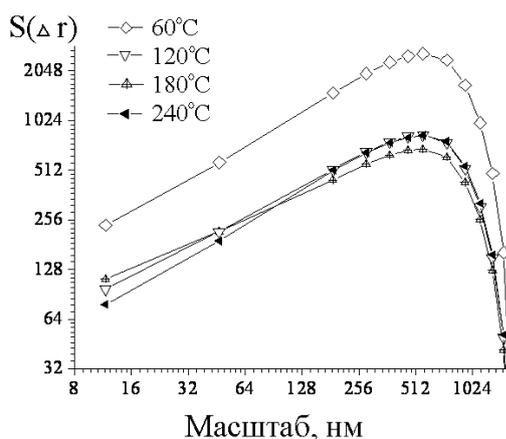


Рисунок 5 – Зависимости структурной функции  $S(\Delta r)$  от расстояния между точками изображения в дважды логарифмических координатах, построенных по СТМ изображениям рельефа поверхности образцов СМК никеля, подвергнутым отжигу при различных температурах

На рис. 5 видно, во всех случаях выделяется прямолинейный участок на масштабе ~300 нм, что говорит о корреляции точек изображения на данном масштабном уровне. Тангенс угла наклона данных участков позволяет определить показатель Херста [4], характеризующий фрактальные характеристики СТМ – изображения. Угол наклона структурной функции изменяется для СТМ – изображений образцов СМК никеля в зависимости от температур отжига образцов.

На рис.6. приведена зависимость показателя Херста деформационного рельефа поверхности образцов СМК никеля от температуры отжига образцов. Видно, что отжиг образцов при 60 С приводит к резкому падению показателя Херста, но дальнейший рост температуры отжига приводит к его повышению.

Анализ СТМ - изображений деформационного рельефа (рис.4) говорит о том, что такое поведение показателя Херста в зависимости от температуры отжига можно объяснить ростом зеренной структуры. Если сравнить СТМ изображения деформационного рельефа СМК никеля в исходном состоянии (рис.4а) и после отжига при 180С (рис. 4г), визуально видно, что в первом случае наблюдается формирование резкой полосы локализованного сдвига, во втором случае на поверхности наблюдается образование выпуклостей и впадин, своей формой напоминающие зеренную структуру.

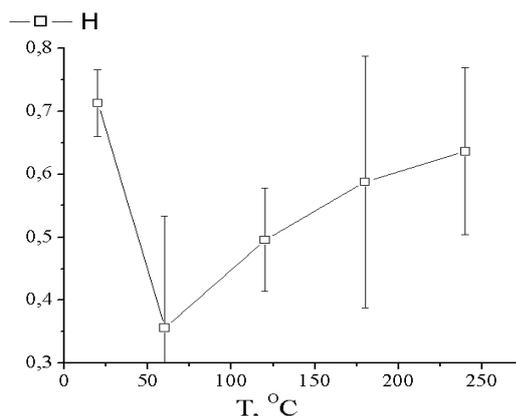


Рисунок 6 – Зависимость показателя Херста STM-изображений деформационного рельефа образцов СМК никеля от температуры отжига

Повышение температуры отжига образцов должно приводить к росту зерна и уменьшению плотности дефектов кристаллического строения, что должно приводить к более легкому движению новых дислокаций, а следовательно, уменьшению сопротивления деформации и увеличению пластичности. Наибольшее значение имеет уменьшение плотности дислокаций, так как возникающее при этом между ними взаимодействие тормозит дальнейшее их перемещение.

### Заключение

В результате выполненной работы можно сделать следующие выводы:

1. Показатель Херста показал высокую чувствительность от температуры отжига образцов СМК никеля, что говорит о возможности использования фрактального анализа для аттестации деформационного рельефа образцов СМК никеля, подвергнутых отжигу при разных температурах.
2. Повышение температуры отжига образцов СМК никеля приводит к росту зерна. Это отражается на механизм развития пластической деформации в образцах СМК никеля. При низких температурах отжига пластическая деформация развивается путем формирования полосы локализованного сдвига, быстрому формированию шейки и разрушению образца. Повышение температуры отжига приводит к росту зерна. В полосах локализованного сдвига наблюдается зеренная структура.

### Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И. В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией.- М.: Логос, 2000.- 272с.
2. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М.: Metallurgia, 1986, 279 с.
3. Кузнецов П.В., Оксогоев А.А., Петракова И.В. Фрактальный анализ изображений поверхности обработанных дробью поликристаллов алюминиевого сплава при активном растяжении и их усталостная прочность // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т. 7. - № 2. – С. 49-57.
4. Федер Е. Фракталы. М.: Мир, 1991. –260 с.

## СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ abc – И $\perp$ – ОБРАЗНОГО ПРЕССОВАНИЯ НА ОСНОВЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ТИТАНА VT1-0

И. А. ГЛУХОВ, Г. П. КОРОБИЦЫН

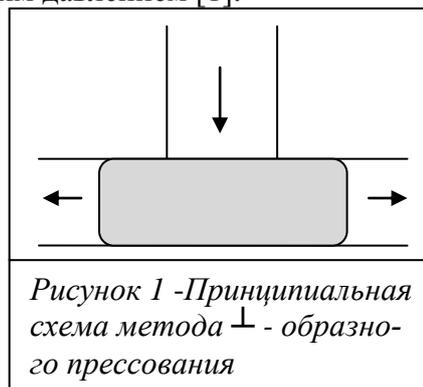
Томский Государственный Университет,  
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

В настоящее время большой интерес вызывают объемные наноструктурные материалы. Получение субмикроструктурного и наноструктурного состояния в металлах и сплавах приводит к формированию у них уникальных физических свойств (прочность, пластичность, и прочие).

Интенсивная пластическая деформация (ИПД) металлов и сплавов – это подход, позволяющий получать субмикроструктурные и наноструктурные объемные материалы, основанный на приложении к материалам больших степеней пластической деформации под высоким давлением и вызывающей измельчение зерен путем деления.

Наиболее развитыми в настоящее время методами ИПД, позволяющими получать сверхмелкое зерно, являются методы abc – прессования, равноканального углового прессования (РКУП) и кручения под высоким давлением [1].

В лаборатории физики наноструктурных биоконструктивов ИФПМ СО РАН разработан метод комбинированной интенсивной пластической деформации материалов (метод  $\perp$  - образного прессования с последующей прокаткой) [2]. В данной работе проводится сравнение метода  $\perp$  - образного прессования с наиболее известным и распространенным методом abc – прессования. Схема метода  $\perp$  - образного прессования приведена на рис.1.



В качестве объекта исследований

рассматривался технически чистый титан VT1-0 в виде цилиндрических заготовок  $\varnothing$  20мм и высотой 40мм имеющий микротвердость 1800 МПа. Прессование проводилось поэтапно при температурах, представленных в таблице 1.

Таблица 1 – температурные режимы прессований

1-3 abc, $\perp$ - образное прессования	1 прессование	500 °С
	2 прессование	450 °С
	3 прессование	400 °С
1-9 abc, прессование	1-3 прессования	500 °С
	4-6 прессования	450 °С
	6-9 прессования	400 °С

При проведении исследований были получены картины распределения микротвердости по образцам при abc – прессовании и  $\perp$  – образном прессовании в различных их сечениях (схема выбора сечений показана на рис. 2–3). Микротвердость измеряли на приборе ПМТ-3 с нагрузкой на индентор 100 г. через 500 мкм. По каждому из этих сечений были получены поля распределения микротвердости для 1,2,3-кратного прессования по каждому из выбранных методов. Кроме этого, были получены результаты для 9-ти кратного abc – прессования. На рис.4-5. показаны резуль-

таты распределения микротвердости в III – их сечениях для первого abc- прессования и трехкратного  $\perp$  – образного прессования. Видно, что распределения микротвердости по образцам достаточно однородные.

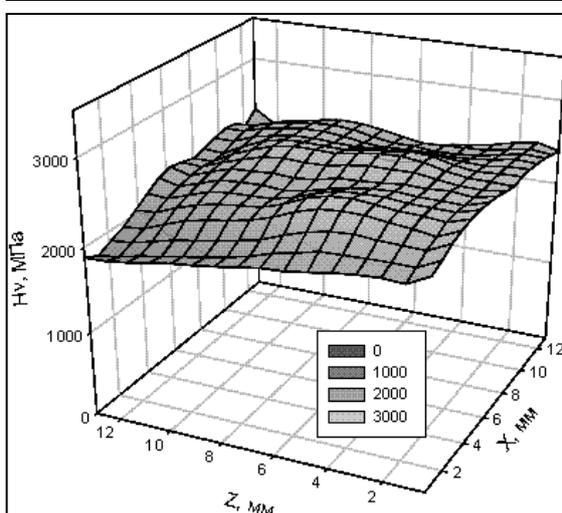
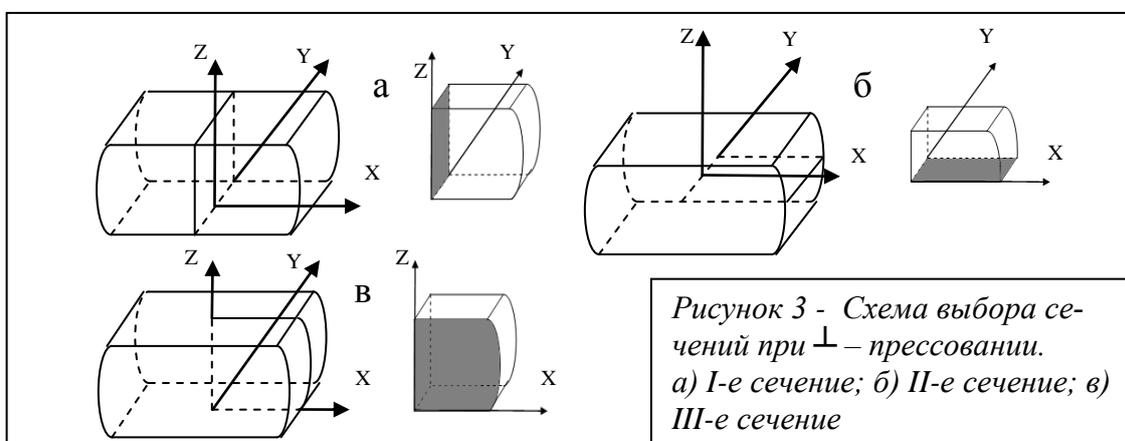
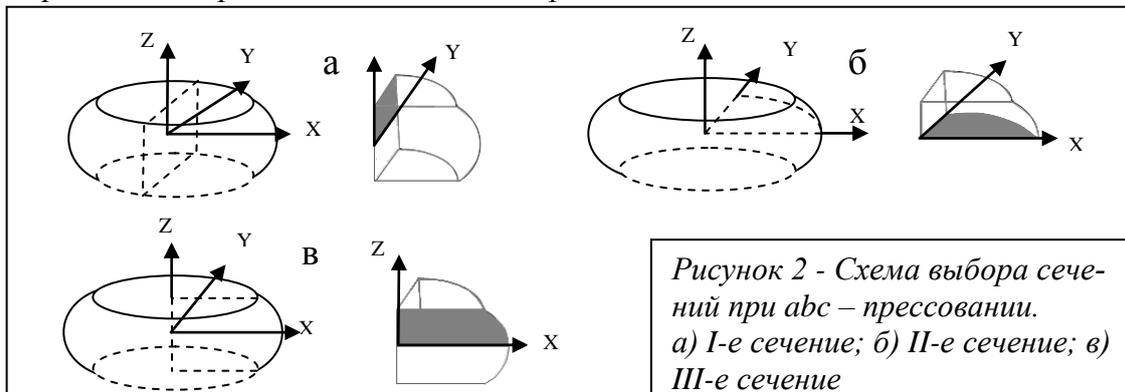


Рисунок 4 - Распределение микротвердости по III сечению образца, деформированного I abc прессованием

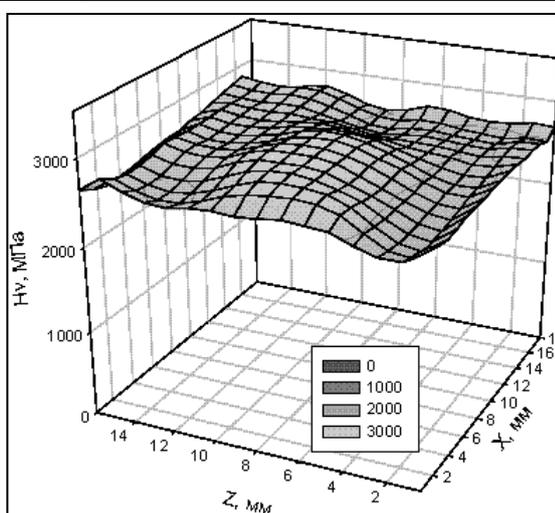


Рисунок 5 - Распределение микротвердости по III сечению образца, деформированного  $\perp$  - прессованием

Каждое последующее прессование увеличивает среднюю микротвердость образца при  $\perp$  - образном прессовании на 10%; при abc – прессовании на 3-7%. Относительно исходного материала первое деформирование улучшает микротвердость для  $\perp$  - образного прессования на 25%; для abc – прессования на 20%. Для каждого

вида деформирования однородность материала по сечениям улучшается по мере увеличения количества прессований. В итоге, наиболее однородным получается материал после трех  $\perp$ -образных прессований.

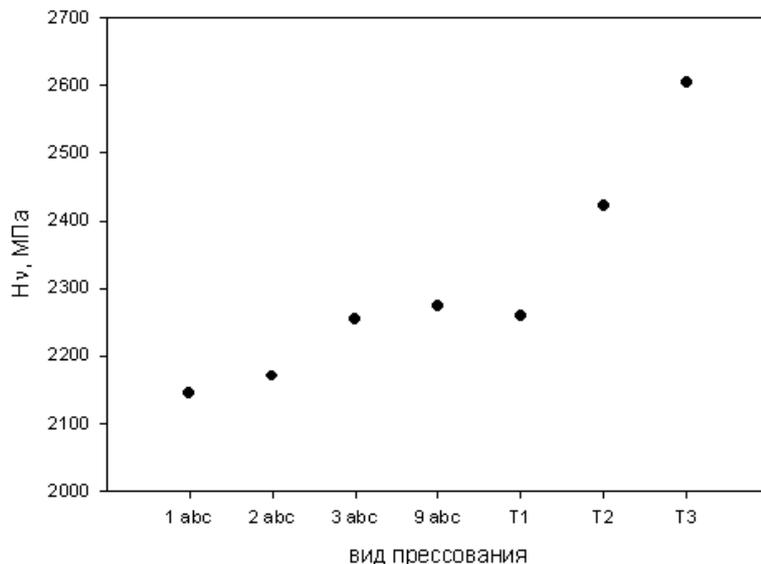


Рисунок 6 – График распределения средней микротвердости по всем сечениям для каждого этапа прессования

прессованием. То есть за одно прессование при данном методе материал деформируется почти как за цикл из 9-ти свободных прессований.

Приведенные результаты 9 abc – прессований показывают, что увеличение количества прессований от 3 до 9 приводит к незначительному росту микротвердости. Таким образом, путем увеличения числа свободных прессований невозможно существенно улучшить упрочнение материала.

### Выводы

1. При деформировании исходного титана VT1-0 путем 3-х abc – прессований удается увеличить среднюю микротвердость образцов на 25%
2. При деформировании исходного титана путем 3-х  $\perp$  – прессований происходит увеличение средней микротвердости образцов на 45%
3. Однородность распределения микротвердости в материале с каждым прессованием улучшается на 3-5%
4. Для получения однородных субмикро – и наноструктурных материалов более целесообразно применять новый метод  $\perp$  – прессования

### Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В.// Объемные наноструктурные металлические материалы // М.: ИКЦ Академкнига, 2007. 398с.
2. Патент № 2383632 Способ получения заготовок шестигранной формы с нанокристаллической структурой и устройство для деформационной обработки при осуществлении этого способа / Шаркеев Ю.П., Коробицын Г.П., Ерошенко А.Ю., Толмачев А.И., Братчиков А.Д.; опубл. 10.03.2010.

Для каждого образца была рассчитана средняя микротвердость (рис. 6). Из рисунка видно, что при трех abc – прессованиях микротвердость увеличилась на 25%, тогда как после третьего  $\perp$  – образного прессования эта цифра составляет 45%. Таким образом видно, что  $\perp$  – образное прессование интенсифицирует процесс упрочнения материала. Кроме этого, из графика видно, что первое  $\perp$  – прессование сопоставимо с третьим и девятым abc –

# ИЗУЧЕНИЕ ОРИЕНТАЦИОННОЙ ЗАВИСИМОСТИ ПРОЦЕССОВ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МОНОКРИСТАЛЛОВ СТАЛИ ГАДФИЛЬДА ПРИ ОДНООСНОМ СЖАТИИ

Е.В. МЕЛЬНИКОВ<sup>1,2</sup>, Г.Г. ЗАХАРОВА<sup>2</sup>, М.С. ТУКЕЕВА<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Институт физики высоких технологий,

<sup>2</sup> Институт физики прочности и материаловедение Сибирского отделения Российской академии наук, E-mail: [melnickow-jenya@yandex.ru](mailto:melnickow-jenya@yandex.ru)

## Введение

В 1882г. Роберт Гадфильд открыл уникальную по своим свойствам сталь, которая в настоящее время используется в разных отраслях промышленности: угольной, нефтяной, горной и др. Столь широкое применение стали Гадфильда обусловлено рядом её ценных качеств: высокая износостойчивость при трении с давлением и ударами, высокая вязкость и пластичность, склонность к упрочнению при деформации. Свойства стали Гадфильда широко изучались на поликристаллах [1-3]. В закалённом состоянии, они характеризуются низкой энергией дефекта упаковки  $\gamma_{0y} = 0,023 \text{ Дж/м}^2$ , склонностью к деформации двойникованием в широком интервале температур, высокой скоростью упрочнения. Существует, три основных подхода к описанию упрочнения этой стали. Первый связан с мартенситными  $\gamma - \varepsilon$ ,  $\gamma - \alpha$  превращениями, другой – с динамическим деформационным старением, третий – с механическим двойникованием. Деформация поликристаллов осложнена присутствием границ зерен, а исследование монокристаллов позволяет изучить анизотропию механических свойств и механизмов деформации материала в чистом виде.

В данной работе представлены экспериментальные данные о механизме деформации и эволюции следов сдвига на поверхности образцов при одноосном сжатии  $\langle 144 \rangle$ ,  $\langle 113 \rangle$ ,  $\langle 123 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 012 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$  монокристаллов аустенитной стали Гадфильда Fe-13Mn-(1.0-1.3)C (мас. %) при комнатной температуре.

## Материалы и методы исследования

Образцы для механических испытаний в форме параллелепипедов с размерами  $3 \times 3 \times 6 \text{ мм}^3$  вырезали из монокристаллических заготовок, выращенных методом Бриджмена. После травления и механической шлифовки образцы электролитически полировали в растворе 25 мл  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  + 210 мл  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Механические свойства изучали на электромеханической установке INSTRON 3369 при комнатной температуре со скоростью  $\dot{\varepsilon} = 4 \times 10^{-4} \text{ сек}^{-1}$ . Металлографические наблюдения эволюции линий скольжения поверхности деформируемых образцов проводили на оптическом микроскопе OLYMPUS GX71. Для выявления следов двойников на поверхности деформированного кристалла использовали стандартную методику темнопольного анализа электронно-микроскопических изображений в рефлексах двойников и опыты с переполировкой и травлением. Фольги для электронно-микроскопических исследований готовили из образцов, подвергнутых пластической деформации на нужную степень  $\varepsilon = \Delta l/l$ . Дислокационную структуру исследовали на электронном микроскопе Philips CM 30 (300 кВ).

Изображения поверхности, для метода корреляции цифровых изображений, получали с помощью микроскопа Axiovert 25CA с камерой высокого разрешения Infinity 1M (1280×1024 пикселей). Затем производили механическое воздействие на образец (сжатие на 0,2-0,5%) и снова выполняли съемку его поверхности в той же области. Процесс повторяли несколько раз. Поле векторов смещений (векторное поле) исследуемой поверхности получали при обработке оптических изображений с помощью компьютерной программы. Это векторное поле представляет собой необратимые смещения элементарных участков поверхности с некоторыми амплитудами и направлениями.

### Результаты исследования

Анализ кривых течения и металлографических картин на разных степенях деформации показали, что с предела текучести деформация  $\langle 144 \rangle$ ,  $\langle 113 \rangle$ ,  $\langle 123 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 012 \rangle$  монокристаллов реализуется за счет развития механического двойникования, а стадийность пластического течения зависит от числа действующих систем сдвига. В отличие от сложившихся представлений о том, что механическому двойникованию при деформировании ГЦК материалов предшествует большая степень деформации скольжением, в стали Гадфильда  $\langle 144 \rangle$ ,  $\langle 113 \rangle$ ,  $\langle 123 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 012 \rangle$  ориентаций смена механизма деформации от скольжения к двойникованию происходит на стадии, близкой к пределу текучести [4]. Это подтверждают металлографические (рис. 1 а, б, в) и электронно-микроскопические (рис. 1 г, д, е) исследования.

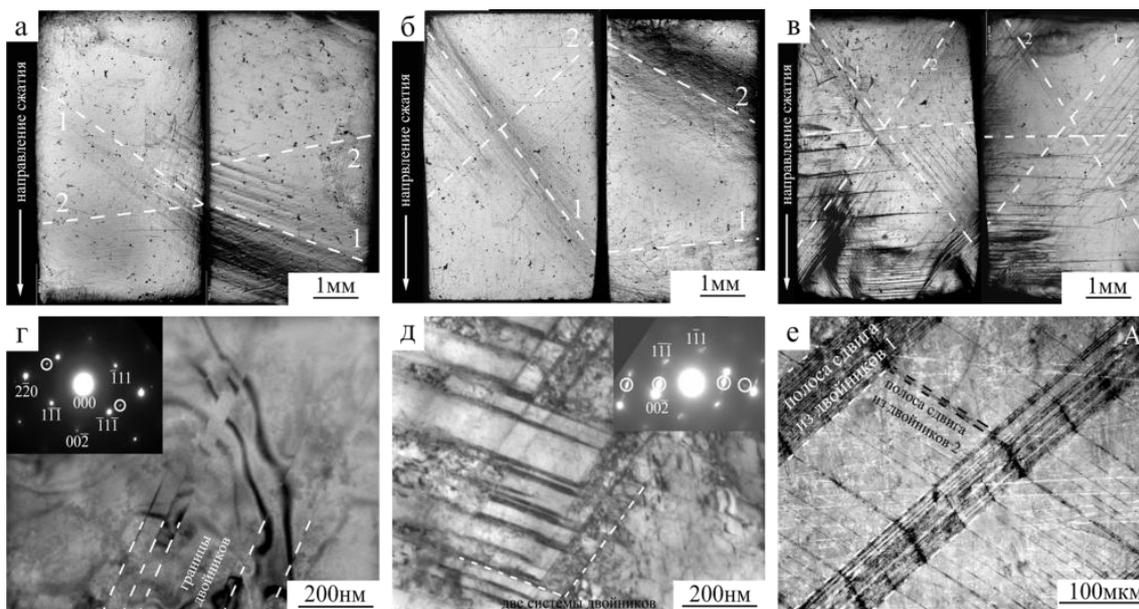


Рисунок 1 - Металлографические картины поверхности (а, б, в), светлопольные электронно-микроскопические изображения структуры и микродифракционные картины (г, д), поверхность после переполитровки и травления (е) для монокристаллов стали Гадфильда после сжатия: а, г –  $\varepsilon = 3\%$ , ориентация  $\langle 113 \rangle$ ; б –  $\varepsilon = 2\%$ , д –  $\varepsilon = 3\%$ , ориентация  $\langle 144 \rangle$ ; в, е –  $\varepsilon = 7\%$  ориентация  $\langle 001 \rangle$

Металлографические (рис. 2 а-в) и электронно-микроскопические (рис. 2 г-е) исследования  $\langle 111 \rangle$  монокристаллов показали, что с предела текучести деформация

развивается скольжением в нескольких системах одновременно (рис. 2 б). На данной стадии образуются полосы локализованной деформации (ПЛД) (рис. 2 а). Они делят весь объем кристалла на деформированные и недеформированные области. Опыты с переполировкой и травлением поверхности образца (рис. 2 в) подтвердили тот факт, что полосы не имеют четкой кристаллографической ориентации и, следовательно, являются макроскопическими ПЛД. Образование ПЛД сопровождается срывами нагрузки на кривых течения. Деформация сосредоточена в полосах и происходит как скольжением, так и двойникованием (рис. 2 г-е). При  $\epsilon > 15\%$  пластическое течение становится устойчивым, по сравнению со стадией образования полос сдвига и происходит во всем объеме материала. Полосы начинают «ветвиться», а двойникование наблюдается как внутри, так и вне полос локализованной деформации.

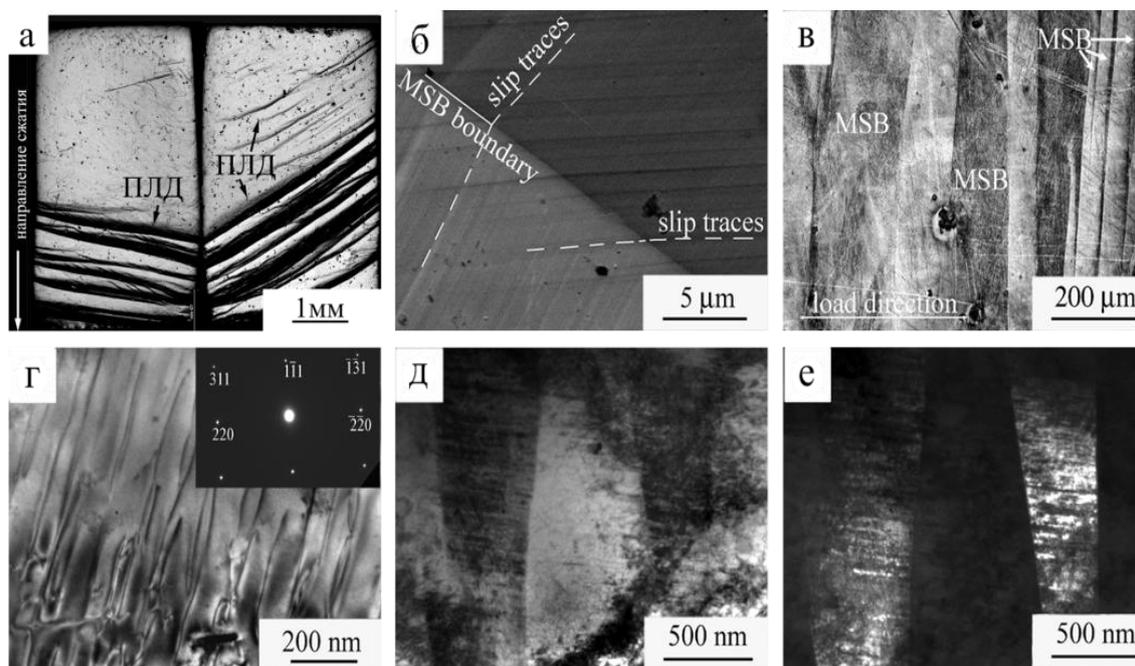


Рисунок 1 - Изображения поверхности (а-в) и структуры  $\langle 111 \rangle$  монокристаллов стали Гадфильда (г-е) при сжатии: а – оптическая металлография двух взаимноперпендикулярных сторон монокристалла,  $\epsilon = 3,5\%$ ; б – граница макрополосы и линии скольжения,  $\epsilon = 5\%$ ; в – изображение после переполировки и травления,  $\epsilon = 5\%$ ; г-е – электронно-микроскопические изображения дислокационной структуры внутри полосы,  $\epsilon = 5\%$ , г – дислокации скольжения в структуре, д, е – светлопольное и темнопольное изображения двойников

Используя метод корреляции цифровых изображений [5, 6] для  $\langle 111 \rangle$  монокристаллов стали Гадфильда, были построены зависимости деформаций  $\epsilon_{xx}(x)$  (рис. 3 а) в направлении приложенной силы и  $\epsilon_{yy}(y, x=const)$  (рис. 3 б) в поперечных сечениях, на разном расстоянии от края образца. Это позволили не только качественно, но и количественно оценить величину локализации деформации. Из рисунка 3 а видно, что деформация вдоль оси сжатия протекает неоднородно. Это связано с образованием ПЛД, а сдвиг координат с ее наклоном. Отрицательные значения продольной компоненты тензора соответствуют условиям нагружения – одноосное

сжатие. Сдвиг координат полосы локализованной пластической деформации связан с ее наклоном, а отрицательные значения продольной компоненты тензора соответствуют условиям нагружения – одноосное сжатие.

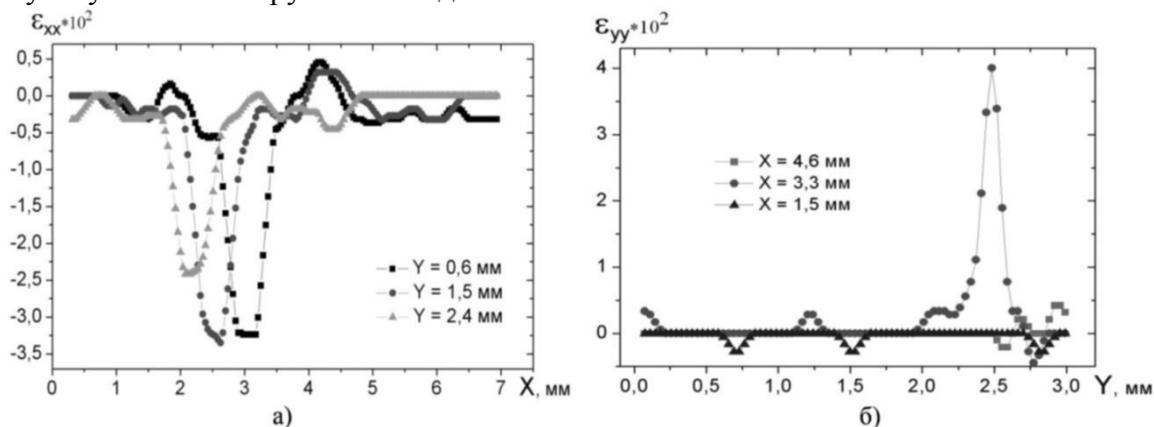


Рисунок 3 - Пространственные распределения продольной деформации  $\varepsilon_{xx}(x)$  и поперечной  $\varepsilon_{yy}(x)$  (б) при сжатии монокристалла стали Гадфильда ( $\varepsilon = 2,3\%$ ,  $\Delta\varepsilon = 0,6\%$ ) на разном расстоянии от края образца

Из рисунка 3 б видно, что деформация в поперечных сечениях протекает равномерно, за исключением случая, когда сечение пересекает ПЛД, где значения деформации приблизительно на порядок выше. Амплитуда поперечной деформации приблизительно соответствует деформации продольной, но отличается знаком.

### Выводы

Деформация  $\langle 111 \rangle$  монокристалла стали Гадфильда имеет неоднородный характер и сопровождается формированием и развитием полос локализованной пластической деформации. В монокристаллах, ориентированных для сжатия вдоль направлений  $\langle 144 \rangle$ ,  $\langle 113 \rangle$ ,  $\langle 123 \rangle$ ,  $\langle 001 \rangle$  и  $\langle 012 \rangle$  деформация с предела текучести по всему объёму развивается однородно двойникованием.

Ориентационная зависимость локализации деформации связана с ориентационной зависимостью механизма деформации (скольжение, двойникование). Множественное скольжение с предела текучести способствует образованию полос локализованной деформации, а механическое двойникование подавляет их развитие.

Авторы работы выражают благодарность профессору Ю.И. Чумлякову за полезные дискуссии и к.т.н. В.В. Кибиткину за консультации и помощь в организации эксперимента с использованием метода корреляции цифровых изображений.

### Список литературы

1. Штремель М.А. Прочность сплавов. – М.: МИСИС, 1997. – Ч. 1, 2. – 527 с.
2. Dastur Y.N., Leslie W.C. Mechanism of work hardening Hadfield manganese steel // *Met. Tans. A.* – 1981. – V.12A. – pp.749–759.
3. Raghavan K.S., Sastri A.S., Marcinkowski M.J. // *Trans. of the Met.* – 1969. – V.245. – P.1569–1575.
4. Астафурова Е.Г., Чумляков Ю.И. Деформационное упрочнение при двойниковании  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 144 \rangle$ ,  $\langle 011 \rangle$  монокристаллов стали Гадфильда // *Физика металлов и металловедение*, 2009, т. 108, №5, с. 541-550.

5. Peters W.H., Ranson W.F. Digital imaging technique in experimental stress analysis. – Optical Engineering, 1982, v. 21, p. 427 – 431.
6. Sutton M.A., Wolters W.J., Peters W.H., Ranson W.F., McNeil S.R. Determination of displacements using an improved digital image correlation method. – Image Vision Computing, 1983, v. 1, N 3, p. 133 – 139.

## **МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ БИФРАКЦИОННЫХ ПОРОШКОВЫХ СИСТЕМ**

*А.В.КОЗЛОВА, Т.А.АСТАШОВА, Н.Е.ПЛЕШАКОВ*

Томский государственный университет

Одной из проблем при получении пористых материалов является обеспечение прочностных характеристик при наличии развитой пористости. Возможным решением может являться использование порошковых систем бифракционного состава: с крупными частицами основной фракции и более мелкими частицами фракции связки. Введение тонкодисперсной фракции в грубодисперсный порошок призвано обеспечить увеличение прочности пористого каркаса[1]. Несмотря на доказанную эффективность управления прочностью пористых керамик посредством добавки высокодисперсной фракции в порошок с более крупными частицами, исследования в этой области имеют ограниченный характер. Между тем, именно снижение прочности при увеличении пористости в структуре непластичных материалов ограничивает их использование.

В качестве исходных порошков в работе использовались грубодисперсный со средним размером частиц 12 мкм и высокодисперсный порошки твёрдых растворов на основе  $ZrO_2$  со средним размером частиц 0,79 мкм. Смеси порошков с содержанием высокодисперсной фазы от 20 до 80 объёмных % прессовались при давлении 120 МПа и спекались в интервале температур 1400 - 1650<sup>0</sup>С. Механические испытания проводились по схеме диаметрального сжатия при постоянной скорости нагружения.

С увеличением объёмной доли высокодисперсной фракции в порошке уменьшалась плотность прессовок, достигаемая на стадии компактирования порошков, но при этом возрастала их объёмная усадка в процессе спекания. Причинами уменьшения плотности прессовок с увеличением в порошке доли высокодисперсной фракции могло стать увеличение межчастичного трения, сопровождающее уменьшение размера частиц в дисперсных системах, и сохранение неразрушенными при прессовании агрегатов с внутриагрегатной пористостью. Усадка спечённых керамических образцов тем больше, чем больше в них объёмная доля тонкодисперсного порошка. Увеличение усадки прессовок в процессе спекания при возрастании в них доли высокодисперсной фракции  $ZrO_2(MgO)$  может служить доказательством большей активности к спеканию высокодисперсного порошка по сравнению с грубодисперсным порошком  $ZrO_2(Y_2O_3)$ [2].

На рисунке 1 представлены зависимости прочности материалов, полученных из порошков бифракционного состава, от температуры спекания. Как видно из полученных данных, значения предела прочности при диаметральной сжатии полученных керамик возрастали при увеличении доли высокодисперсной фазы в порош-

ковых смесях для всех температур спекания. При минимальной температуре спекания прочность материалов была практически одинаковой (около 20 МПа). С повышением температуры спекания для всех составов, содержащих высокодисперсную фракцию, наблюдался рост прочностных характеристик. В интервале температур 1500 - 1650<sup>0</sup>С прочность керамики на основе высокодисперсного порошка сохранялась постоянной. В материалах на основе грубодисперсного ZrO<sub>2</sub> при максимальной температуре спекания наблюдалось снижение прочности, что может быть результатом рекристаллизационного процесса при спекании материалов из грубодисперсных порошков.

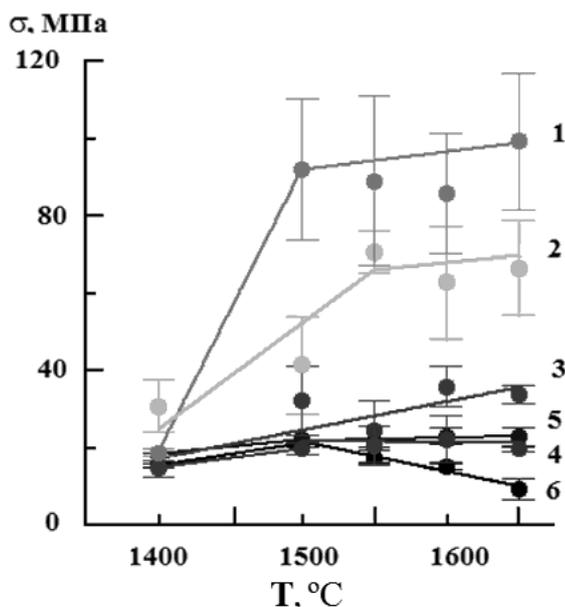


Рисунок 1 – Зависимость прочности консолидированных материалов от температуры спекания для составов: 1 – ZrO<sub>2</sub>(MgO); 2 – 80% ZrO<sub>2</sub>(MgO) - 20% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 3 – 60% ZrO<sub>2</sub>(MgO) - 40% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 4 – 40% ZrO<sub>2</sub>(MgO) - 60% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 5 – 20% ZrO<sub>2</sub>(MgO) - 80% ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); 6 – ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

На рисунке 2 представлена зависимость прочности всех полученных консолидированных материалов от среднего размера частиц в исходных порошках. Уменьшение среднего размера частиц исходных порошковых систем сопровождается ростом прочностных характеристик синтезируемых материалов. Для материалов на основе высокодисперсного порошка прочность имела наибольшее значение и не менялась во всем диапазоне температур спекания. Исключение составили материалы, спеченные при наименьшей температуре 1400<sup>0</sup>С, прочность которых была существенно ниже. Снижение прочности в материалах ZrO<sub>2</sub>(MgO) при 1400<sup>0</sup>С обусловлено наличием преимущественно моноклинной фазы диоксида циркония вследствие спекания при температуре, недостаточной для образования высокотемпературной фазы в данном соединении.

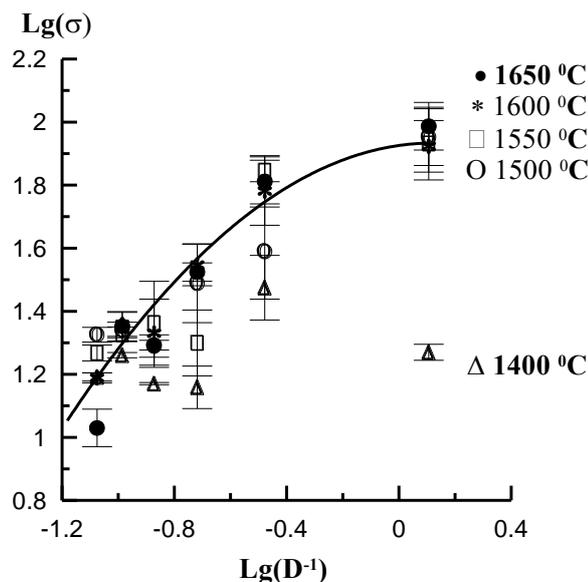


Рисунок 2 – Зависимость прочности консолидированных материалов всех составов от среднего размера частиц исходных порошков

Как показали исследования, увеличение среднего размера пор спеченных керамических материалов сопровождается снижением прочностных характеристик керамик на основе всех составов.

Таким образом, значения предела прочности полученных керамик возрастали при увеличении доли высокодисперсной фазы в порошковых смесях для всех температур спекания. Наименьшей прочностью (20 МПа) характеризовались материалы, полученные при температуре спекания 1400<sup>0</sup>С. Уменьшение среднего размера частиц исходных порошковых систем сопровождается ростом прочностных характеристик синтезируемых материалов.

#### Список литературы

1. Красулин Ю.Л. Пористая конструкционная керамика. - М.: «Металлургия», 1980. - 100 с.
2. Гусев А.И., Ремпель А.А. Нанокристаллические материалы. – М.: Физматлит, 2001. – 224 с.

### СТАДИЙНОСТЬ ЛОКАЛИЗОВАННОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ОБРАЗЦОВ ИЗ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА С ОТВЕРСТИЯМИ РАЗЛИЧНОГО ДИАМЕТРА ПО ДАННЫМ АКУСТО-ЭМИССИИ, КАРТИРОВАНИЯ ДЕФОРМАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТИ И ТЕНЗОМЕТРИИ

М.В. БУРКОВ, А.В. БЯКОВ, П.С. ЛЮБУТИН

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

#### Введение

Для изучения процессов деформации и разрушения применяются различные разрушающие и неразрушающие подходы. Особое место среди неразрушающих занимают методы, позволяющие регистрировать изменения непосредственно в процессе нагружения *in situ*. Комбинированное применение этих методов, которые в

зависимости от принципа действия обладают чувствительностью к носителям на различных масштабных уровнях, позволяет получить более полную картину процесса. Так совмещение методов тензометрии и акустической эмиссии (АЭ) активно используют в СибНИА им. Чаплыгина [1].

Совместное использование АЭ, оптико-телевизионной измерительной системы (ОТИС) и тензометрии позволяет одновременно регистрировать локализацию деформации и разрушения на различных масштабных уровнях. Основным вопросом, при этом, является: при каких условиях подобная локализация сопровождается повышением значений информативных параметров, отражающих развитие деформации на микро-, мезо- и макро масштабных уровнях. В качестве таких параметров для метода АЭ использовали активность событий  $\dot{N}_\Sigma = dN_\Sigma / dt$ ; для метода корреляции цифровых изображений (DIC) интенсивность деформации сдвига  $\gamma$ , для тензометрии  $d\sigma / dt$ , производную внешнего приложенного напряжения по деформации, либо времени.

Удобным и наглядным подходом к выявлению активизации деформационных процессов является выделение характерных стадий деформации и разрушения, связанных с соответствующими механизмами, носителями и деформационными структурами [2]. В наших предыдущих исследованиях испытывались алюминиевые образцы с различными видами концентраторов напряжений (КН) [3,4].

#### **Материал и методика исследований**

В работе применяли комбинированный метод для исследования процессов локализованной деформации в образцах из углерод-углеродного композиционного материала (УУКМ) с различными размерами КН – центрального отверстия с диаметрами 7, 10 и 13 мм. Применение одновременной регистрации несколькими методами позволило проследить и сравнить регистрируемые параметры на протяжении всего времени эксперимента. На рис. 1 приведена схема образцов (толщина 4 мм). Материал представляет собой псевдоизотропный композит из слоев однонаправленных углеродных лент  $[0^\circ, 45^\circ, -45^\circ, 90^\circ]$ , спеченных в углеродной матрице. Размеры образцов выбраны в соответствие со стандартом ASTM D5766.

Образцы испытывали на одноосное статическое растяжение на электромеханической машине Instron 5582 со скоростью перемещения подвижного захвата 0,3 мм/мин. Данные тензометрии регистрировали с использованием штатного оборудования испытательной машины (встроенного тензодатчика).

Регистрацию АЭ осуществляли с помощью программно-аппаратного измерительного комплекса регистрации сигналов АЭ на базе ПК [5]. В качестве основного информативного параметра данных АЭ рассчитывали производные от накопления сигналов АЭ по времени (активность АЭ  $\dot{N}_\Sigma = dN_\Sigma / dt$ ).

Фотографирование поверхности осуществляли с помощью фотокамеры Canon EOS 550D, оснащенной длиннофокусным объективом Canon EF-S 100-400mm 1/4-5.6 IS. Для расчета величины средней интенсивности деформации сдвига  $\gamma$  выбирали область изображения с размерами 3300×4950 пикселей (физические размеры ~35×52.5 мм), находящуюся в центре образца, вокруг отверстия (рис. 1). Размеры областей для расчета выбирались с учетом того, чтобы гарантировано наблюдать формирование и развитие в них макрополос деформации.

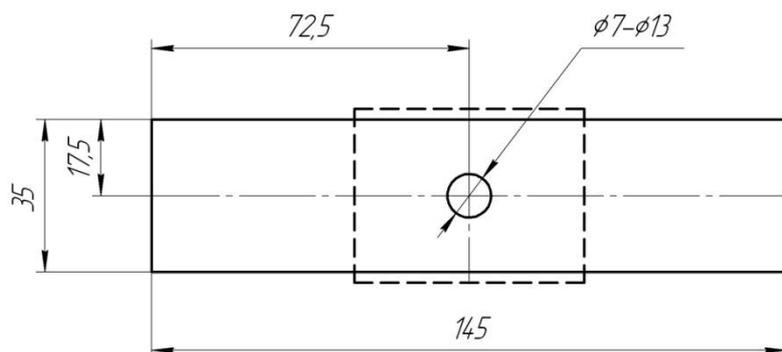


Рисунок 1 - Чертеж образца, штриховой линией показана область, выделяемая для построения поля векторов перемещений

### Результаты экспериментов

На рис. 2 показаны диаграмма « $\sigma$ - $\varepsilon$ » и ее производная по времени  $d\sigma/dt$ . Используя процедуру кусочно-линейной аппроксимации, можно выделить три стадии, которые достаточно удовлетворительно аппроксимируются прямыми линиями. При изменении диаметра отверстия форма кривой  $d\sigma/dt$  оставалась одинаковой, но изменялась относительная продолжительность стадий. Так с ростом диаметра отверстия относительная продолжительность 1-й и 3-й стадий равномерно падает, а 2-й растет. Наклон аппроксимирующих прямых (скорость изменения  $d\sigma/dt$ ) на 1-й и 2-й стадиях растет, а на 3-й остается примерно постоянным.

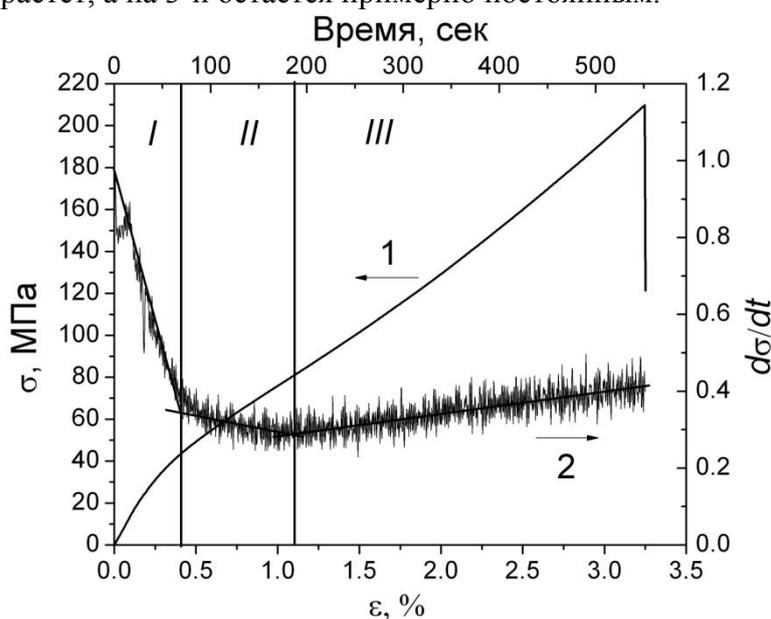


Рисунок 2 - Диаграммы нагружения (1) и производной внешнего деформирующего напряжения  $d\sigma/dt$  (2), диаметр отверстия 7 мм

В дальнейшем данные АЭ и DIC сравнивали со стадийностью по данным тензометрии, как наиболее достоверного способа интегральной оценки напряженно-деформированного состояния нагруженных материалов.

Анализ распределений деформаций на мезомасштабном уровне проводили путем обработки изображений интегральным и дифференциальным методом [6]. На рис. 3 (кривая 3) показана зависимость интенсивности деформации сдвига  $\gamma_{\text{диф}}$  по-

лученная при анализе изображений дифференциальным способом для образца с диаметром 7 мм. Видно, что характер зависимости  $\gamma_{\text{диф}}$  хорошо коррелирует с производной  $d\sigma/dt$ . При аппроксимации кривой также выделяются 3 характерные стадии.

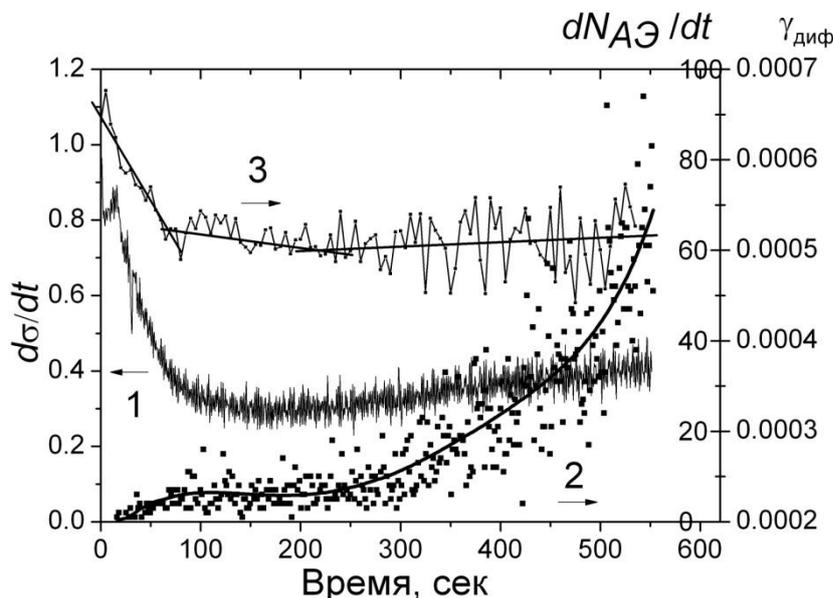


Рисунок 3 - Совмещенные графики производной внешнего деформирующего напряжения (1), активности АЭ  $dN_{AЭ} / dt$  (2) и интенсивности деформации сдвига  $\gamma_{\text{диф}}$  (3), рассчитанной дифференциальным способом, отверстие 7 мм.

В полном соответствии с методиками анализа данных тензометрии и корреляции цифровых изображений были обработаны данные регистрации акустической эмиссии, которые трактовали в терминах активности АЭ  $dN_{AЭ} / dt$  (рис. 3, кривая 2). Выделение стадий с использованием процедуры кусочно-линейной аппроксимации в данном случае не представлялось математически корректным, поэтому данные были аппроксимированы гладкой средней кривой.

До начала 3-й стадии по данным  $d\sigma/dt$  и  $\gamma_{\text{диф}}$  активность акустической эмиссии находится на примерно постоянном уровне, а после начинается рост, вплоть до разрушения.

### Выводы

С использованием комбинированного метода исследования деформации и разрушения «тензометрия – DIC - АЭ» проведено исследование деформационного поведения образцов УУКМ с отверстием при одноосном статическом растяжении. Показано что,

1. Изменение всех трех информативных параметров ( $d\sigma/dt$ , ИДС, активность АЭ) имеет трехстадийный характер независимо от диаметра отверстия. При этом третья стадия связана с активным вовлечением в деформирование углеродных волокон, что сопровождается возрастанием информативных параметров тензометрии и АЭ.

2. Увеличение диаметра центрального отверстия сопровождается снижением предела прочности и относительного удлинения образцов до разрушения. При этом

удельная длительность стадий 1 и 3 с увеличением диаметра отверстия постепенно снижаются, в то время как таковая для второй стадии заметно растет.

3. Данные о характерных стадиях деформирования, полученные методом корреляции цифровых изображений, являются наименее информативными, что связано с наблюдением лишь за верхним (внешним) слоем образца УУКМ, а также их низкой пластичностью.

4. С точки зрения одновременного использования данных, получаемых всеми тремя методами можно заключить, что: а) метод акустической эмиссии обладает высокой чувствительностью и способностью характеризовать процессы, происходящие в объеме материала; б) тензометрия обладает, меньшей чем АЭ чувствительностью, но интегрально характеризует макроотклик образца и наглядно позволяет определить переход от одной стадии деформирования к последующей; в) метод корреляции цифровых изображений требует использования большего разрешения оптической системы и позволяет визуализировать деформационные процессы, развивающиеся во внешнем слое с получением численной оценки локальной деформации.

Таким образом, использование предложенного комбинированного подхода является перспективным и взаимодополняющим методом исследования УУКМ. Дальнейшее развития этого способа НК связано с применением его для усталостных испытаний волокнистых КМ.

#### **Список литературы**

1. Степанова Л.Н., Лебедев Е.Ю., Кабанов С.И. и др. Исследование разрушения образцов из стеклопластиков с использованием методов акустической эмиссии и тензометрии. – Дефектоскопия, 2009, №2, с. 39-47.
2. Ключниченко А.Б., Панин С.В. Старцев О.В., Исследование деформации и разрушения на мезо- и макромасштабном уровнях армированных пластиков при статическом и циклическом растяжении. // Физическая мезомеханика – 2002 – Том 5 №5 – с. 101-116.
3. С.В. Панин, А.В. Бяков, В.В. Гренке и др., Многомасштабное исследование стадийности локализованной пластической деформации при растяжении образцов сплава Д16АТ с надрезами акустико-эмиссионным и оптико-телевизионными методами. // Физическая мезомеханика – 2009 – Том 12, №6 – с. 63-72.
4. Панин С.В., Бяков А.В., Любутин П.С., Башков О.В. Стадийность локализованной пластической деформации при растяжении образцов сплава Д16АТ по данным акусто-эмиссии, картирования деформации на поверхности и тензометрии. Часть 1. Образцы с отверстиями различного диаметра. Дефектоскопия, 2011, №7, с. Хх-хх (принято к печати).
5. Панин С.В., Бяков А.В., Гренке В.В., Шакиров И.В., Башков О.В. Разработка и испытание лабораторного стенда регистрации и анализа данных акустической эмиссии. Автометрия, 2011, Т. 47, №1, с. 115-128.
6. Панин С.В., Любутин П.С., Буякова С.П. и др. Исследование поведения пористой керамики при одноосном сжатии путем расчета мезоскопических деформационных характеристик. // Физическая мезомеханика, 2008, Т. 11, №6, с. 77-86.

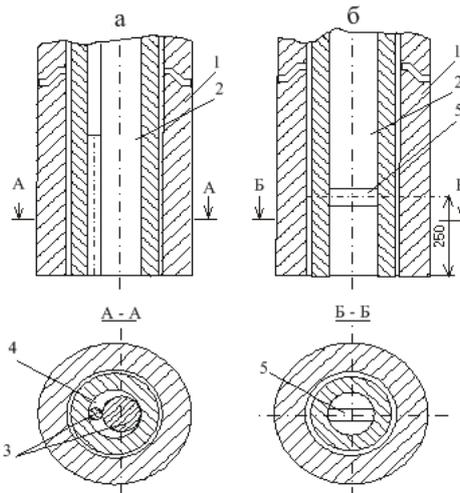
## **СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ КОНСТРУКЦИЙ ФУРМ ДЛЯ ПРОДУВКИ РАСПЛАВА МЕТОДОМ РЕЗОНАНСНО – ПУЛЬСИРУЮЩЕГО РАФИНИРОВАНИЯ**

*С.В.ЛУБЯНАЯ, М.В. СИЛЬЧЕНКО, А.С. ДИНКЕВИЧ*

Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк

После выплавки в структуре чугуна наблюдается повышенное содержание газов, неметаллических включений и большая неоднородность химического состава. Чтобы получить чугун с требуемыми свойствами необходимо провести внепечную обработку. Эффективным способом, позволяющим усреднить химический состав и повысить физические свойства, является продувка металла нейтральными газами. Наиболее известный способ продувки нейтральным газом – через погруженную сверху в ковш футерованную полую металлическую трубу-фурму. Основные параметры режима продувки – время и расход газа, должны быть подобраны таким образом, чтобы достигалось эффективное перемешивание металла без выплесков его из ковша. Высокая степень рафинирования металла от газов и неметаллических включений достигается при большом количестве и высокой степени дисперсности в расплаве пузырьков нейтрального газа. В этом случае наблюдается повышенный переход водорода из расплава в газовые пузыри и удаление неметаллических включений и спелевого графита из расплава. На Западно-Сибирском металлургическом комбинате с целью наиболее эффективного рафинирования разработан способ резонансно-пульсирующего рафинирования (РПР). Сущность резонансно-пульсирующего рафинирования заключается в наложении на металл колебаний путем пульсирующего дутья, в спектре которого имеется низкочастотная составляющая, совпадающая с собственной частотой колебаний металла в ковше. Для реализации данного способа рафинирования используют дутьевое устройство, генерирующее низкочастотную составляющую. В качестве источника колебаний используют газодинамические пульсаторы. Принцип их действия состоит в следующем. В потоке движущегося со скоростью  $v$  газа находится плохообтекаемое тело, за которым образуется вихревой след. Вихри сбегают с определенной периодичностью, зависящей от формы тела, образуется вихревая дорожка с попеременным изменением направления вихрей. Угловая частота отделения вихрей зависит от скорости потока выдуваемого газа и диаметра цилиндра. Меняя частоту отделения вихрей, можно достичь тех частот, при которых размеры неразрушившегося газового ядра становятся минимальными, что является оптимальным как с точки зрения перемешивания металла, так и с точки зрения подавления вторичного окисления металла атмосферой при нарушении сплошности шлакового слоя на поверхности жидкого металла.

Метод резонансно-пульсирующего рафинирования, являясь эффективным способом внепечной обработки, может иметь существенные резервы повышения качества металла [1]. Это повышение зависит от разновидности конструкций применяемых для продувки фурм. Продувка расплава в ковше происходит через погружаемые фурмы аргоном или азотом. Фурма представляет собой стальную толстостенную трубу, футерованную стопорными огнеупорными кольцами. На конце трубы имеется сквозное отверстие. На рис.1 представлены различные типы фурменных наконечников.



*Рисунок 1 – Схема фурм с серповидным соплом (а) и соплом с цилиндрическим пульсатором (б): 1 – огнеупорная труба; 2 – стальная труба для подачи газа; 3 – фурменный наконечник со стержнем; 4 – серповидная щель; 5 – цилиндрический пульсатор*

Как показали исследования на ковшах малой емкости, продувка чугуна индукционной плавки с применением фурм с серповидным соплом (рис. 1, а) и пульсатором (рис. 1, б), при одинаковых расходе газа и глубине погружения, приводит к образованию в расплаве областей, насыщенных мелкими газовыми пузырьками, при этом не образуется крупных выплесков и бурунов. Однако, сравнительный анализ влияния конструкции вышеуказанных фурм на процессы, происходящие в расплаве при продувке, указывает на некоторые различия. Продувка фурмой с серповидным наконечником (высокоскоростная продувка) характеризуется более сильным внедрением струи газа в слой жидкости, при этом наблюдается более сильное перемешивание жидкости в объеме ковша, а также в области раздела металл–шлак, что приводит к затягиванию частиц шлака в металл, способствуя протеканию реакции в системе металл–шлак. Продувка расплава чугуна через фурмы с наконечником в виде цилиндрического пульсатора (рис. 1, б) характеризуется другим характером истечения газа и отличается от высокоскоростной продувки через серповидную фурму. Здесь глубина внедрения струи газа в металл значительно меньше, чем при продувке серповидной фурмой, но больше, чем при простой продувке через цилиндрическое сопло. Наличие пульсатора приводит к увеличению скорости истечения газа, внедрению струи газа в жидкость на более значительную глубину и получению дисперсной газовой фазы в виде пузырьков. Расчет дутьевых параметров промышленных фурм проводили исходя из необходимости получения в потоке низкочастотной составляющей, совпадающей с собственной частотой колебания металла в ковше. Анализируя частотные характеристики, полученные в эксперименте с применением промышленной установки и использованием импульсного прецизионного шумометра RFG00017, пришли к выводу, что наибольший уровень звукового давления в среде и высокочастотной областях приходится на частоты 63–250 Гц, что соответствует расходу газа 8–16 м<sup>3</sup>/ч и минимальному размеру неразрушившегося газового ядра. Такой режим продувки для 10-тонных ковшей литейного цеха при продувке аргоном является оптимальным, так как при этом не наблюдается явно выраженного пятна бурления в ковше и, соответственно, вторичного окисления металла,

что обеспечивает высокую степень рафинирования металла от газов в ковше (таблица 1).

Таблица 1 – Газосодержание в чугунах при различных режимах пульсирующей продувки

Режим продувки	Расход газа, м <sup>3</sup> /ч	Время гомогенизации, мин	Содержание активного кислорода, %		Содержание кислорода, в чугуне, полученном методом вакуумного плавления, %		Содержание азота, %	
			до продувки	после продувки	до продувки	после продувки	до продувки	после продувки
Пульсирующая продувка 1-я резонансная частота	6 – 8	1–3	$1,46 \cdot 10^{-4}$	$1,09 \cdot 10^{-4}$	–	–	0,0110	0,0110
2-я резонансная частота	16 – 18	2– 4	$1,33 \cdot 10^{-4}$	$1,27 \cdot 10^{-4}$	0,004	0,002	0,0085	0,0070
нерезонансная частота	10 – 13	4– 6	$1,95 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$	0,004	0,004	0,010	0,009
Стационарная продувка аргоном	20	4 – 7	$2,05 \cdot 10^{-4}$	$2,01 \cdot 10^{-4}$	–	–	0,010	0,010

Время продувки влияет на размер и форму графита чугуна (рисунок 2), зависимость параметров графитной составляющей от времени представлена в таблице 2:

Таблица 2 – Влияние времени продувки на размер и форму графита в чугуне

№ изложницы	Время продувки	Графит			
		ПГф	ПГд	ПГ	ПГр
1	7,5	1	350;750	10	1
2	13	1	25 (20%); 45; 350	10	1:9
3	15	1	90; 180	10	1:3

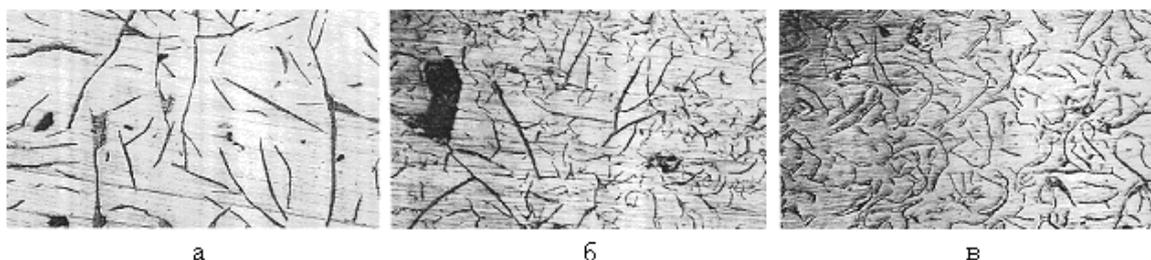


Рисунок 2 – Микроструктура чугуна, продутого азотом с продолжительностью: а – 7,5 мин; б – 13 мин; в – 15 мин, x100

Опытным путем было выяснено, что для получения благоприятной формы графита (рис. 3, в) необходимо продувать чугун азотом не менее 10 минут, увеличе-

ние времени продувки с 10 до 15 минут позволяет увеличить степень усвоения ферросилиция более чем на 10%, что также улучшает качество чугуна.

Исходя из вышеизложенного, для продувки чугуна азотом в 60-тонном ковше цеха изложниц методом резонансно–пульсирующего рафинирования были реализованы следующие режимы:

– при нормальной температуре чугуна плавильщик устанавливает давление азота перед фурмой 2,0 атм и опускает фурму в чугуна, постепенно повышая давление до 2,0–3,5 атм. При достижении фурмой крайнего нижнего положения, сопло фурмы должно находиться на расстоянии не более 0,5 м от футеровки днища ковша. Дальнейшая обработка чугуна азотом ведется по визуальной оценке перемешивания металла в ковше (без разбрызгивания чугуна и шлака);

– длительность продувки чугуна азотом через две фурмы не менее 10 минут. Расход газа при продувке двумя фурмами составляет:

– на первой фурме при продувке расплава в резонансном режиме – 10, 11, 12 или 15 м<sup>3</sup>/ч;

– на второй фурме – 10 – 40 м<sup>3</sup>/ч.

Данные конструкции фурм могут быть рекомендованы для внедрения на других металлургических и машиностроительных предприятиях.

#### **Список литературы**

1. Лубяной, Д.А. Эффективность современных способов повышения качества изделий из чугуна и развитие металлургических и машиностроительных предприятий в условиях конкуренции / Д.А. Лубяной, Н.И. Новиков – Новосибирск: Изд-во ИЭОПП СО РАН, 2004. – 131 с.

## **ВЛИЯНИЕ КРУЧЕНИЯ ПОД ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ОТЖИГОВ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛОВ СТАЛИ ГАДФИЛЬДА**

*М.С. ТУКЕЕВА, Г.Г. ЗАХАРОВА, Е.Г. АСТАФУРОВА*

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

В данной работе изучены микроструктура и механические свойства монокристаллов аустенитной стали Гадфильда (Fe-13Mn-1.3C, мас.%) после деформации кручением под квазигидростатическим давлением (КГД) и последующих высокотемпературных отжигов. КГД проводили под давлением 5 ГПа на наковальнях Бриджмена при температурах 20°C и 400°C. Образцы деформировали на 1-5 оборотов. Отжиги проводили при температурах 400÷800°C (1 час). Структуру монокристаллов стали Гадфильда после обработок изучали методами оптической металлографии, растровой и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа. Механические свойства исследовали методом измерения микротвердости (нагрузка 200гр.).

КГД монокристаллов стали Гадфильда при комнатной температуре приводит к сильной фрагментации структуры преимущественно за счет образования двойников и полос локализованной деформации, которые выявляются методами электронной микроскопии и оптической металлографии после переполитровки и травления поверхности образцов. Обнаружено несколько систем двойникования, микрополосы

локализованного течения взаимодействуют с двойниками деформации, более того, двойники и полосы оказываются внутренне сдвойникованными. Методами рентгенофазового анализа и просвечивающей электронной микроскопии в структуре стали Гадфильда после КГД при комнатной температуре обнаружена небольшая доля  $\varepsilon$ - и  $\alpha'$ -мартенсита. Электронно-микроскопические наблюдения показывают, что формируется структура с непрерывными разориентировками, включающая в себя грубую сетку двойников, ширина ячеек которой составляет сотни нанометров (рис. 1а, в), и микрополос локализованной деформации шириной до нескольких микрон. Внутри фрагментов такой сетки наблюдается высокая плотность дислокаций скольжения и тонких двойников деформации, толщиной в единицы (5-10) нанометров (рис. 1б). Измерение размеров областей когерентного рассеяния дает близкие значения параметров структуры после 5 оборотов – 10-15 нм. Таким образом, наноразмерные структурные элементы, формирующиеся после КГД при 20°C, ограничены преимущественно двойниковыми границами ( $\Sigma 3$  границами специального типа).

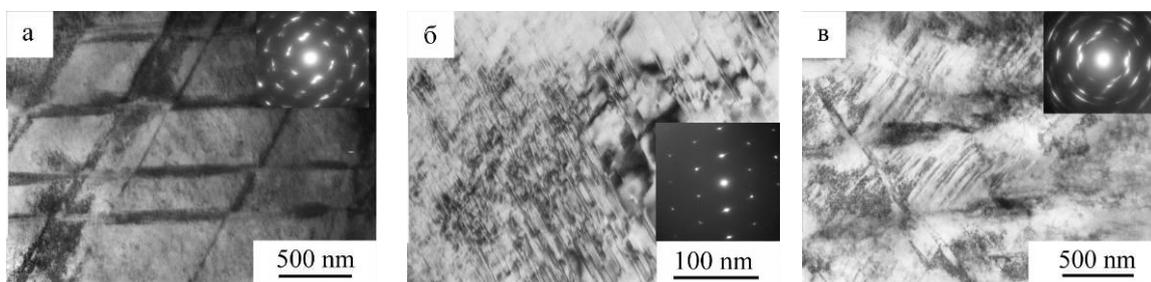


Рисунок 1 – Электронно-микроскопические светлопольные изображения структуры монокристаллов стали Гадфильда после КГД при  $T=20^\circ\text{C}$ : а, б – 2 оборота; в – 3 оборота

При теплом КГД (при температуре 400°C) в монокристаллах стали Гадфильда деформация двойникованием частично подавлена, измельчение исходной структуры при деформации происходит в основном за счет скольжения и образования полос локализованной деформации (рис. 2б). В структуре наблюдаются грубые двойниковые пакеты (рис. 2а), но вклад двойникования в деформацию меньше, чем в случае КГД при комнатной температуре. Двойники заметно шире, пакеты двойников искривлены и существенным образом размыты (рис. 2а). Такое поведение связано с тем, что критические напряжения двойникования растут при повышении температуры деформации, и двойникование становится менее вероятным, его развитие происходит в структуре, искаженной предшествующим скольжением [1]. Фрагментация структуры сопровождается выделением ультрамелкодисперсной карбидной фазы  $\text{Fe}_3\text{C}$ , которая равномерно распределена в объеме материала и имеет средний размер  $\sim 5\text{ нм}$  (рис. 2в). Таким образом, после деформации КГД при  $T=400^\circ\text{C}$  образуется высоконеравновесная структура, включающая в себя преимущественно субграницы дислокационного происхождения (границы общего типа), дополнительно стабилизированные частицами карбидов и двойниковыми границами ( $\Sigma 3$ ).

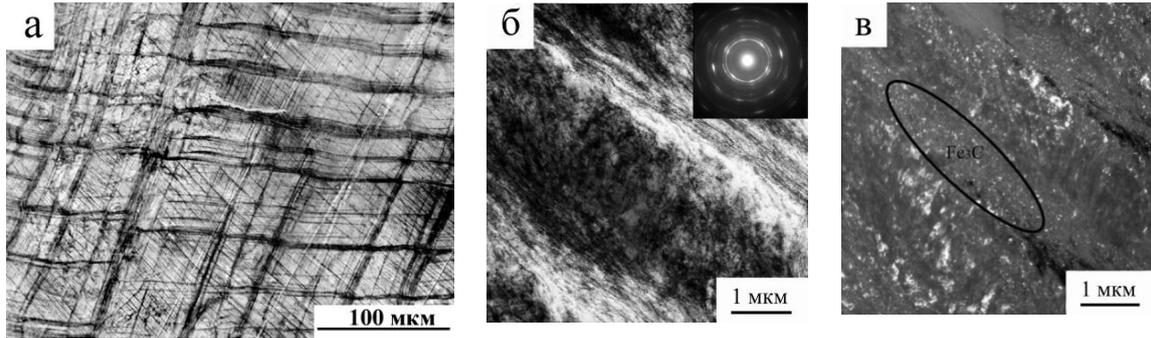


Рисунок 2 – Металлографическое (а) и электронно-микроскопическое светл-  
польное изображение структуры монокристаллов стали Гадфильда после КГД  
при  $T=400^{\circ}\text{C}$  (б), темнопольное изображение в рефлексе карбида  $\text{Fe}_3\text{C}$  (в): а-в –  
5 оборотов

С помощью рентгенофазового анализа установлено, что как в состоянии после теплого КГД, так и после КГД с последующими высокотемпературными отжигами помимо исходного аустенита в структуре наблюдается  $\alpha\text{-Fe}$ . Его появление в структуре стали может быть обусловлено как  $\gamma\text{-}\alpha$  превращением под действием высокого приложенного давления, так и частичным обезуглероживанием матрицы в процессе выделения частиц карбидов. Отжиги способствуют дополнительной релаксации напряжений, уменьшают величины уширения рентгеновских линий, снижают микродеформацию кристаллической решетки, приводят к росту значений областей когерентного рассеяния ОКР (рис. 3а). Отжиги до температуры  $500^{\circ}\text{C}$  приводят лишь к частичному спаду внутренних напряжений и практически не вызывают рост значений ОКР. Далее, с ростом температуры выше  $500^{\circ}\text{C}$  значения ОКР возрастают, что объясняется релаксацией границ и ростом структурных элементов в стали. Исследования стали с помощью метода дифракции обратно рассеянных электронов также свидетельствуют о росте структурных элементов после отжигов при температуре выше  $500^{\circ}\text{C}$ .

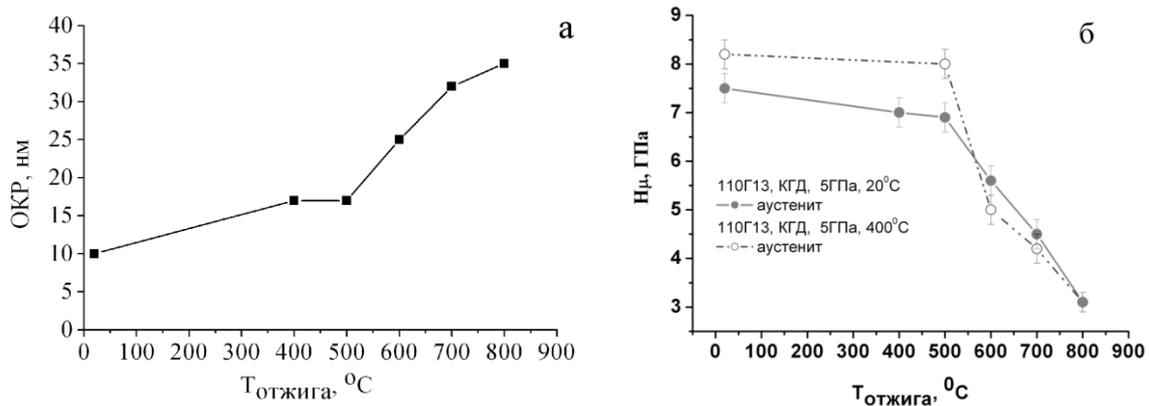


Рисунок 3 – Влияние температуры отжига на размер областей когерентного  
рассеяния (а) и микротвердость (б) в монокристаллах стали Гадфильда после  
КГД: а – КГД при  $T=400^{\circ}\text{C}$ , 5 оборотов; б – КГД при  $T=20^{\circ}\text{C}$  (5 оборотов) и  
 $T=400^{\circ}\text{C}$  (5 оборотов)

Следовательно, нанокристаллическая структура, сформированная в монокристаллах стали Гадфильда методом кручения под давлением, стабильна до температуры отжига  $500^{\circ}\text{C}$ , что также подтверждается изучением механических свойств

(рис. 3б). Высокие значения микротвердости ( $7,5 \div 8,2$  ГПа) исследуемой стали после деформации кручением под давлением сохраняются вплоть до температуры отжига  $T=500^\circ\text{C}$ . Далее с увеличением температуры отжига микротвердость уменьшается и при отжиге  $T=800^\circ\text{C}$  значения микротвердости становятся близки с исходными значениями микротвердости монокристаллов до деформации (2,5 ГПа).

Анализ металлографических картин протравленной поверхности монокристаллов после КГД и высокотемпературных отжигов в интервале температур  $400 \div 800^\circ\text{C}$  позволяет сделать вывод о том, что формирование сетки двойников способствует сохранению структуры при нагреве. Так, плотная двойниковая сетка, сформированная КГД при  $20^\circ\text{C}$  сохраняется до температуры отжига  $500^\circ\text{C}$ , а при повышении температуры начинает медленно деградировать. Более грубая и деформированная сетка двойников, сформированная КГД при  $400^\circ\text{C}$  деградирует быстрее. После отжигов при теплом КГД в структуре наблюдается однородное распределение частиц второй фазы, которые обуславливают высокую устойчивость структуры к отжигу.

*Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (ГК № 14.740.11.0707 от 12.10.2010 г.) и гранта Президента РФ (МК-43.2011.8).*

#### **Список литературы**

1. Remy L. Kinetics of FCC deformation twinning and its relationship to stress-strain behaviour // Acta metal. – 1978. – V.26. – pp.443-451.

### **ВЛИЯНИЕ ДЕВОРМАЦИИ ПРОСТЫМ СДВИГОМ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ AL**

*С.С. СЫЧЁВА<sup>1</sup>, Н.М. РУСИН<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Томский политехнический университет,

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

**Введение.** Одним из преимуществ порошковой металлургии является возможность получения объёмных деталей заданной формы, требующей минимальной дополнительной обработки. Для этого деталь при спекании должна претерпеть малые объёмные изменения, величина которых во многом задаётся ещё на стадии формования. Уплотнение прессовки протекает в два этапа, первый из которых характеризуется интенсивной перегруппировкой порошковых тел в более плотную конфигурацию, второй сопровождается пластическим изменением их формы. Относительное перемещение частиц становится невозможным, когда силы межчастичного трения на контактной площадке становятся больше сил, осуществляющих их проскальзывание и вращение [1, 2]. Поскольку стадия уплотнения за счёт формоизменения порошковых тел является наиболее затратной и требует приложения высоких давлений, то желательно, чтобы предшествующая ей стадия перегруппировки порошковых тел позволяла достичь максимально возможной плотности материала. Для этого разрабатываются различные новые схемы прессования, позволяющие максимально уплотнить сырую прессовку и минимизировать её объёмные изменения при спекании [3, 4].

Целью настоящей работы было исследование возможностей прессования со сдвигом; влияние его величины на плотность сырых прессовок, а также характер их объёмных изменений при спекании.

**Материалы и методика эксперимента.** В настоящей работе использовались порошки алюминия марки ПА-3 и олова марки ПО-2. Порошковые смеси прессовались с постоянным усилием 2 тонны в пресс-формах, конструкция которых приведена на рис. 1. Затем они спекались в вакуумной печи марки СНВЭ при температуре 600°C 1 час. Для металлографических исследований поверхность образцов вначале шлифовалась наждачной бумагой, с постепенным уменьшением её зернистости, затем полировались в охлаждённом электролите при 15 В, состоящем из 4%-го спиртового раствора HNO<sub>3</sub>. Плотность прессовок определяли по методу Архимеда. Микротвёрдость материала измерялась с помощью ПМТ-3 при нагрузке на индентор 50 г и времени выдержки 15 сек.

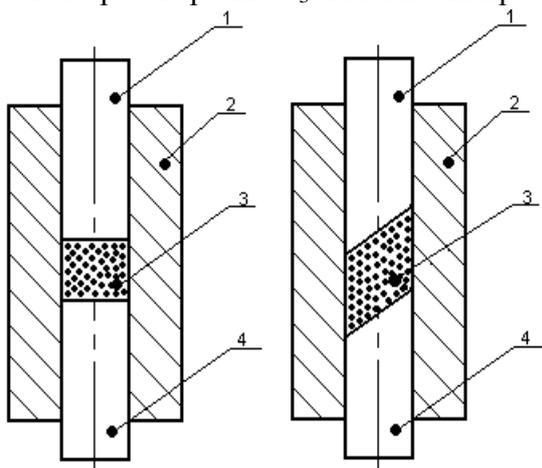


Рисунок 1 - Пресс-форма: 1-пуансон верхний; 2-матрица; 3-прессуемый порошок; 4-пуансон нижний

Рисунок 1 - Пресс-форма: 1-пуансон верхний; 2-матрица; 3-прессуемый порошок; 4-пуансон нижний

**Результаты и их обсуждение.** Пористость сырых прессовок представлена в таблице 1, из которой следует, что при равном усилии прессования плотность образцов, прессованных косыми пуансонами, гораздо выше, чем плотность призматических образцов. Этот вывод подтверждают и снимки поверхности прессовок на рис. 2.

Этот вывод подтверждают и снимки поверхности прессовок на рис. 2.

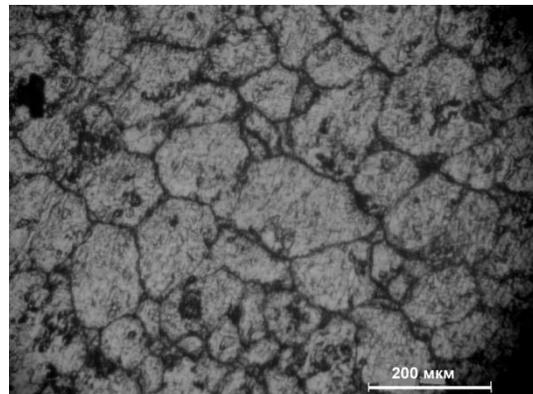
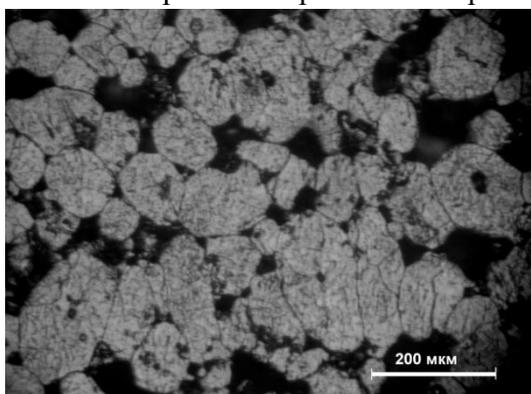


Рисунок 2 - Структура прессовок из ПА-3, полученных прессованием плоскими (а) и косыми пуансонами (б)

Таблица 1 - пористость сырых/спекеных прессовок на основе Al, полученных прессованием косыми (I) и плоскими (II) пуансонами

	I	II
Al (ПА-3)	1,9/1,9	9/9
85% Al+15% Sn	1,6/1,2	2/5
65% Al+35% Sn	1,1/0	11/0

порошки заклинивают друг друга, и уплотнение прессовки происходит в основном

При обычном прессовании порошковых насыпок по достижении равенства действующих на контактах сил трения и сдвигающих сил

за счёт изменения формы сжимаемых частиц и затекания материала в прилегающие поры. При таком прессовании боковое давление почти равно прямому, и действующее гидростатическое прессование определится как  $P_{гд} = 1/3P = P_{пр}/S$ . То есть порошки находятся в состоянии равномерного всестороннего сжатия. В этом случае для заполнения пор окружающим материалом требуются тем выше гидростатическое давление, чем меньше радиус пор [5, 6]. При косоугольной конфигурации пуансонов площадь их площадки больше чем у площадки, перпендикулярной направлению прессования, и действующее в прессовке гидростатическое давление ниже. Порошковые тела испытывают неравномерное давление, особенно на стадии внедрения косоугольного пуансона в насыпку, помимо сжатия испытывают ещё и вызываемое силами трения напряжение сдвига вдоль плоскостей среза пуансонов. Поэтому, при равном усилии прессования, действующие с поверхности силы сдвига приводят к перемещению порошковых тел в более плотную конфигурацию, чем она достигается при обычном способе прессования.

Добавление в порошки алюминия порошков олова, обладающего низким сопротивлением сдвигу, также благоприятно сказывается на уплотнении смеси. Олово располагается между алюминиевыми частицами и уменьшает число контактных площадок между ними и, тем самым, снижает сопротивление прессуемой массы сдвигу, а сами частицы олова частично вытягиваются и распределяются по границам между алюминиевыми частицами. Плотность прессовок смеси порошков возрастает пропорционально объёмному содержанию олова. Это следует из таблицы 1 и на рис. 3 хорошо видно, что площадь контактов алюминиевых частиц, на которых действуют оказывающие сопротивление сдвигу силы трения, уменьшается при большом содержании олова в смеси. Тогда как уплотнение смеси частиц Sn и Al при прессовании обычным методом не столь интенсивно, поскольку оловянные частицы, будучи зажатыми между алюминиевыми порошками, при прессовании сжимаются ими со всех сторон с равной силой и обеспечивают последним подпор, повышая сопротивление смеси сжатию.

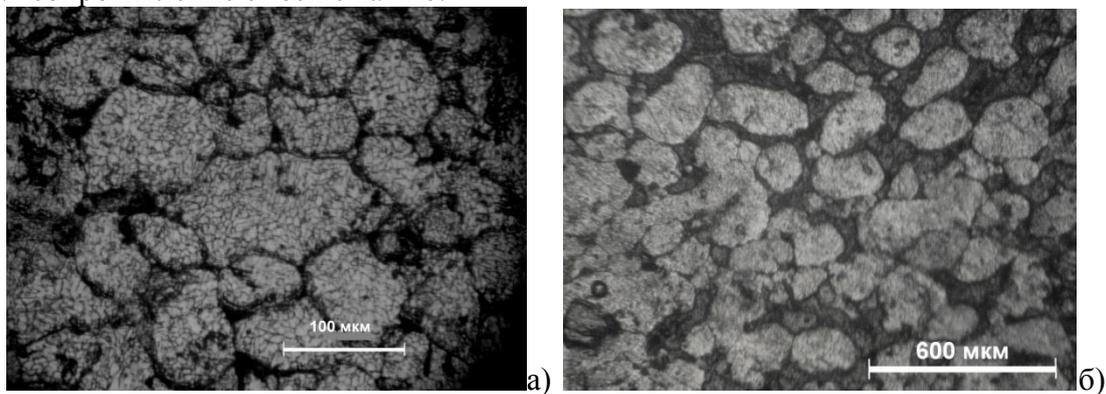


Рисунок 3 - Структура образцов состава 65%Al+35%Sn, полученных обычным прессованием (а) и прессованием косоугольными пуансонами (б)

Твёрдость порошковых материалов сильно зависит от пористости. Это хорошо видно из Табл. 2 на примере прессовок, полученных давлением со сдвигом. Твёрдость сырых образцов росла по мере повышения в них концентрации олова. Поскольку олово более мягкий, чем алюминий материал, то приращение твёрдости прессовок с ростом концентрации Sn можно объяснить только их сильным уплотнением при прессовании со сдвигом. Такого изменения микротвёрдости сырых прес-

совок нет в случае обычного прессования, поскольку олово препятствует сжатию алюминиевых порошинок.

Спекание порошковых прессовок проводилось при 600 °С в присутствии расплавленного олова. При более низких температурах олово плохо смачивает алюминий, и при расплавлении стремится минимизировать площадь межфазных границ. Это приводит к выпотеванию жидкого олова в процессе нагрева прессовок. Однако если в прессовке отсутствуют сообщающиеся с поверхностью поровые каналы, то защемлённое в прессовках олово остаётся внутри нагреваемого образца. Поэтому в процессе нагрева более пористых прессовок, полученных обычным методом, часть содержащегося в них олова выпотевает и теряется.

Микротвёрдость образцов из чистого алюминия возросла вследствие образования между частицами шеек спекания. Причём из-за большего числа мостиков сварки между плотноупакованными частицами в косопрессованных образцах их твёрдость возросла сильнее, чем у прямопрессованных аналогов. Спекание состава с 15% оловом также привело к увеличению твёрдости прессованных со сдвигом образцов из-за дополнительного их уплотнения. А прессовки состава Al-35Sn свою твёрдость практически не изменили, так как и до спекания имели плотность, близкую к теоретическому её значению. Микротвёрдость спечённых прямоугольных образцов этого же состава была значительно ниже из-за появления дополнительного количества пор после выпотевания части олова. Следует также отметить сильное искажение формы прямоугольных образцов после спекания, вызванное стягиванием порошков капиллярными силами при жидкофазном спекании. Форма изначально плотных косоугольных образцов претерпела незначительные изменения, и для её восстановления требуется незначительная калибровка.

Таблица 2 – Микротвердость сырых (числитель) и спеченных (знаменатель) образцов на основе Al, полученных прессованием косыми (I) и прямыми (II) пуансонами

	I	II
Al (ПА-3)	$\frac{178}{197}$	$\frac{184}{196}$
85% Al+15% Sn	$\frac{197}{212}$	$\frac{190}{198}$
65% Al+35% Sn	$\frac{219}{218}$	$\frac{174}{185}$

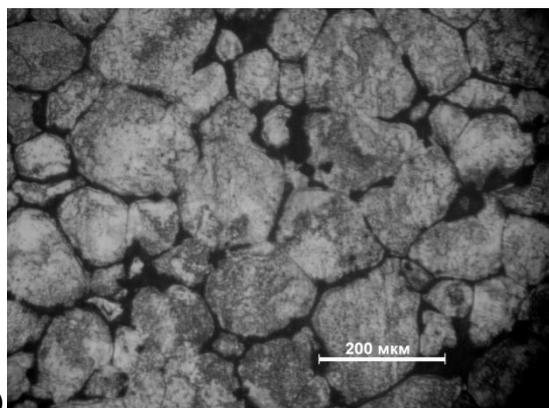
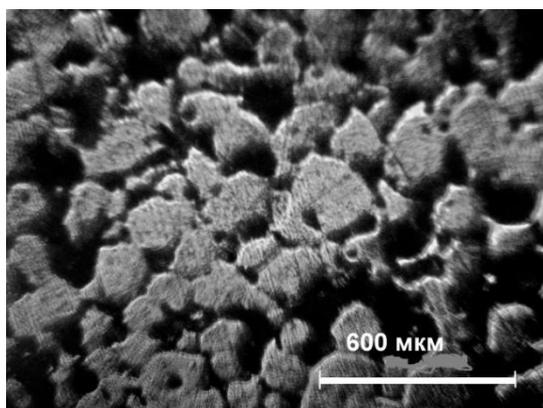


Рисунок 4 - Структура спечённого сплава 65%Al+35%Sn после спекания образцов I (а) и II (б)

**Заключение.** На основании полученных результатов можно заключить, что:

- а) замена простого прессования на прессование со сдвигом позволяет получать более плотные сырые прессовки при меньшем усилии прессования;
- б) прессовки, полученные прессованием со сдвигом, спекаются при минимальном искажении формы спекаемых образцов.

#### **Список литературы**

1. Арефьев Б.А., Кулешов В.В., Пановко В.М., Ребров А.В., Савицкая Л.И. Компактирование быстрозакристаллизованного алюминия экструзией // В кн. Пластическая деформация конструкционных материалов, М.: Мир, 1988, С. 146-158.
2. Кулешов В.В., Пановко В.М., Савицкая Л.И. Экструзия быстрозакристаллизованного алюминия // МиТОМ, 1988, № 11, С. 45-47.
3. Андриевский Р.А., Спивак И.И. Прочность тугоплавких соединений и материалов на их основе. Челябинск: Metallurgia, 1989, 368 с.
4. Анциферов В. Н., Бобров Г. В., Дружинин Л. К. и др. Порошковая металлургия и напыленные покрытия / М.: Metallurgia, 1987, 792 с.
5. Дорофеев Ю.Г., Дорофеев В.Ю., Егоров С.Н., Горшков С.А.. Срачивание на контактных поверхностях при различных технологических вариантах горячей обработки давлением порошковых материалов // Порошковая металлургия, 1986, № 10, С. 31-34.
6. Арефьев Б.А., Кулешов В.В., Пановко В.М. Особенности образования твёрдофазного соединения при пластической деформации порошковых систем // Порошковая металлургия, 1990, № 8, С. 15-20.

## **СТАДИЙНОСТЬ МНОГОУРОВНЕВОГО РАЗВИТИЯ УСТАЛОСТНЫХ ТРЕЩИН В ДВУХСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТАХ ПРИ ЗНАКОПЕРЕМЕННОМ ИЗГМБЕ**

*Ю.Ф.ПОПКОВА, Т.Ф.ЕЛСУКОВА*

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Двухслойные композиты с сильно различающимися механическими характеристиками широко используются в технике. В условиях циклического нагружения сильное различие механических свойств, как правило, снижает их сопротивление усталости, что определяется характером распределения напряжений на интерфейсе разнородных сред. Экспериментальному исследованию закономерностей и механизмов зарождения и развития усталостных трещин в двухслойных композитах при знакопеременном изгибе посвящена настоящая работа.

Авторами разработана новая методика исследований с наклеиванием мягкой фольги на массивный жесткий образец. При упругой деформации подложки это позволяет реализовать в фольге сверхвысокую степень пластической деформации, изучение и использование которой на практике является весьма актуальным.

Исследования выполнены в подходе физической мезомеханики, рассматривающей деформируемое твердое тело как иерархически организованную многоуровневую систему [1]. Ее пластическое течение и разрушение связаны с потерей сдвиговой устойчивости на разных структурно-масштабных уровнях. Сдвиговая ус-

тойчивость кристалла характеризуется величиной его энергии дефекта упаковки (э.д.у.). В связи с этим в качестве материалов фольг использовали высокочистые свинец (низкая э.д.у.) и алюминий (высокая э.д.у.). В качестве подложки использовали массивные образцы технического алюминия и титана.

Циклическое нагружение двухслойных образцов проводили при комнатной температуре в режиме многоциклового усталости.

В работе исследована деформационная картина как на лицевой (свободной) поверхности фольги, так и на её обратной поверхности, которая обнажалась при её отклеивании после различных степеней деформации. Структурные исследования выполняли методами световой и электронной растровой микроскопии, а так же лазерной профилометрии.

В основе циклической деформации и усталостного разрушения лежат характер и кинетика формирования мезоскопической субструктуры, которые, в свою очередь, во многом определяются сдвиговой устойчивостью кристалла [2, 3]. Поэтому в настоящей работе проведен сравнительный анализ характера и кинетики развития мезосубструктуры по мере роста числа циклов нагружения в фольгах из сдвигоустойчивого алюминия и свинца, имеющего низкую сдвиговую устойчивость.

Выявлены принципиальные различия картины пластической деформации, развивающейся на лицевой (свободной) поверхности фольги в процессе циклического нагружения, и на ее обратной поверхности после снятия фольги с подложки.

Структурные изменения на лицевой поверхности на начальной стадии знакопеременного изгиба, когда состояние фольги близко к равновесному, как в алюминии, так и в свинце, представляют собой следы сдвиговой дислокационной деформации, наблюдаемые лишь в отдельных, благоприятно ориентированных поверхностных зернах поликристалла. Однако при очень большом числе циклов нагружения проявляются сильновыраженные эффекты аномального массопереноса и некристаллографической самоорганизации полос локализованной деформации в условиях интенсивной пластической деформации.

В алюминии, на лицевой поверхности фольг, это:

- формирование крупных клеток экструдированного материала, стороны которых ориентированы по сопряженным направлениям максимальных касательных напряжений ( $\tau_{max}$ );

- развитие аномально высокой пористости и зон «холодного растворения» материала;

- образование на поверхности фольги тонкой пленки химического соединения Al-S-O-C.

Показано, что развитие пористости и других аномальных эффектов массопереноса происходит только на лицевой поверхности фольг и отсутствует на их обратной, отклеенной поверхности. Спецификой пластической деформации обратной поверхности отклеенной фольги является зигзагообразное распространение мезополос локализованной пластической деформации по сопряженным направлениям максимальных касательных напряжений, что указывает на определяющую роль полей максимальных касательных напряжений в локализации пластической деформации и ее самоорганизации на мезомасштабном уровне (рис. 1).

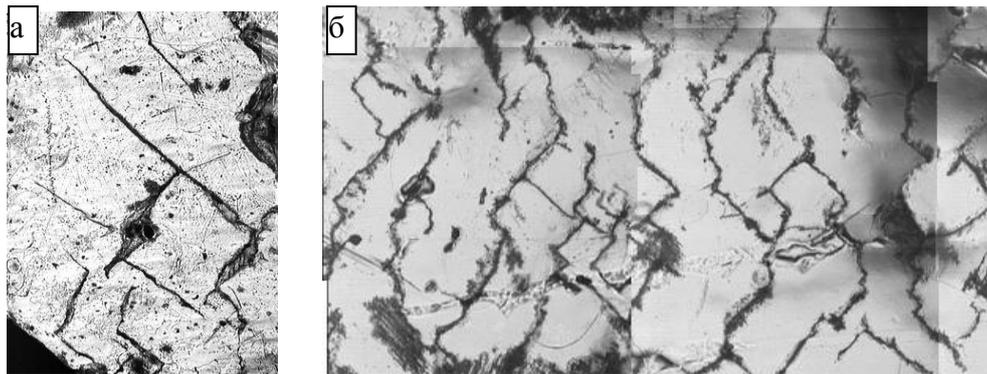


Рисунок 1 – Развитие поперечных зигзагов мезополос локализованной деформации на обратной стороне фольги после ее отклеивания от подложки;  $N$ : а)  $8 \times 10^5$  циклов; б)  $2,9 \times 10^6$  циклов

Впервые вскрыты особенности вихревого пластического течения на мезоуровне в вершинах развивающихся усталостных трещин. Исследование зоны пластической деформации перед вершиной трещины показало, что локализация вихревой упругой деформации в вершине трещины останавливает её движение в первоначальном направлении  $\tau_{\max}$  и изменяет её последующее распространение по сопряженному направлению  $\tau_{\max}$ , что определяет зигзагообразный характер распространения усталостных трещин в поверхностном слое и его усталостного разрушения (рис.2).

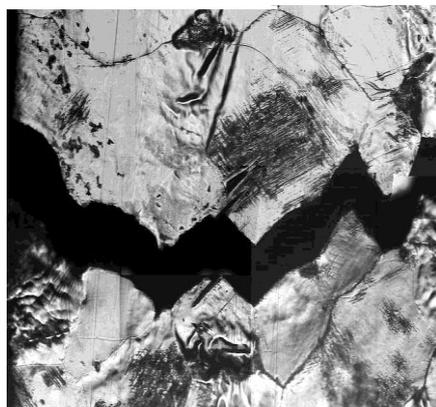


Рисунок 2 - Магистральная усталостная трещина,  $\times 50$ ,  $N=1,8 \times 10^7$  циклов

Очень важным экспериментальным результатом является установление возникновения в вершине усталостной трещины локальной зоны объёмного растяжения, установленное на обратной стороне отклеенной фольги методом лазерной профилометрии (рис.3). Этот рисунок иллюстрирует трёхмерную картину замкнутой системы криволинейных мезополос локализованной пластической деформации в вершине трещины. Он убедительно демонстрирует, что материал в вершине трещины испытывает гидростатическое растяжение, отрывается от подложки и экструдируется над лицевой поверхностью фольги в виде локализованного мезовихря (рис.3а).

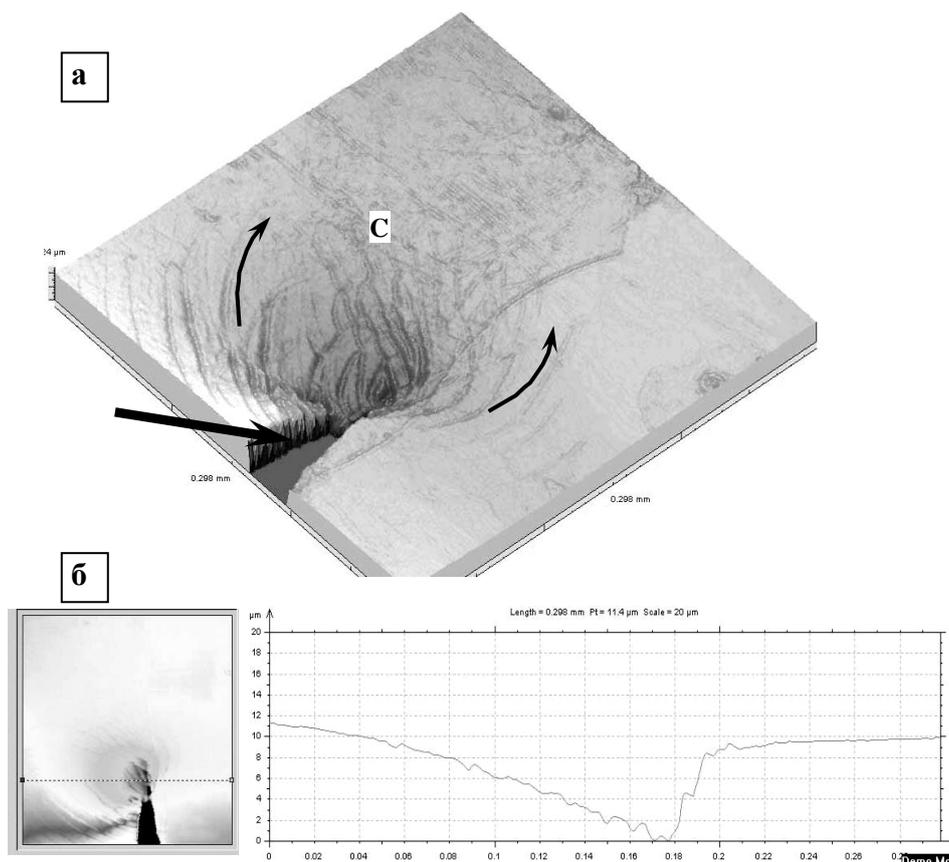


Рисунок 3 - A999/A7.  $N=1,8 \times 10^7$  циклов:  
 а) профилометрическая картина локальной зоны гидростатического растяжения в вершине трещины; б) профилограмма - заглубление поверхности в зоне вершины трещины

На обратной стороне отклеенной фольги формируется вихревая интрузия материала в зоне вершины трещины, что отражает профилограмма этой зоны на рис.3,б. Возникновение зоны гидростатического растяжения в вершине трещины является необходимым условием фрагментации материала на мезомасштабном уровне как аккомодационной поворотной моды при раскрытии трещины [4]. На рис.3,а хорошо выражены вихревые полосы локализованной пластической деформации, которые пронизывают фольгу по всей её толщине (см. берег трещины, указанный стрелкой), фрагментируя весь объем материала в зоне мезовихря. Через эту зону «разрыхленного» фрагментированного материала затем распространяется усталостная трещина как поворотная мода деформации, релаксируя вихревое упругое поле в подложке, созданное мезовихрем в наклеенной фольге.

Рис.4 демонстрирует механизм зигзагообразного поворота усталостной трещины при её распространении через зону фрагментированного мезовихря.

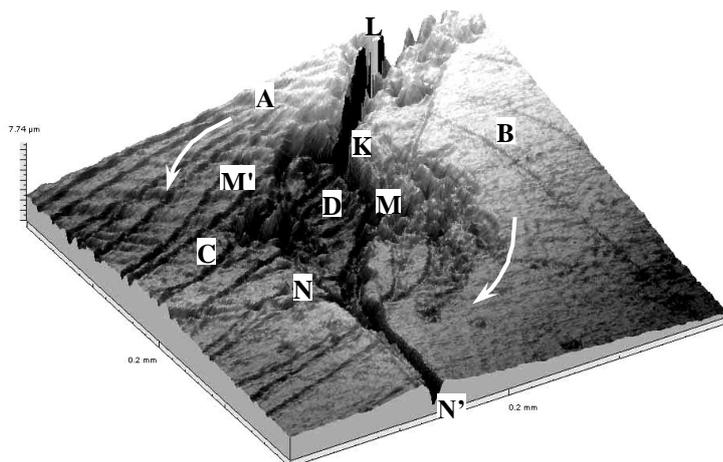


Рисунок 4 - А999/ВТ1-0. Профилометрическая картина формирования мезовихря в вершине зигзага трещины;  $N=2,5 \times 10^4$  циклов

### Список литературы

1. Физическая мезомеханика и компьютерное конструирование материалов / Под ред. В.Е. Панина. - Новосибирск: Наука, 1995. - Т.1 - 297с.
2. Елсукова Т.Ф., Панин В.Е. Механизмы усталостного разрушения поликристаллов на мезоуровне. // Изв. ВУЗов. Физика. – 1996. - №6. – С.40-57.
3. Елсукова Т.Ф., Панин В.Е., Ангелова Г.В. Механизмы деформации и зарождения усталостных трещин в поликристаллах алюминия при знакопеременном изгибе // ДАН. – 2002. – Т.382. - №3. – С.335-340.
4. Панин В.Е., Егорушкин В.Е. Неравновесная термодинамика деформируемого твердого тела как многоуровневой системы. Корпускулярно-волновой дуализм пластического сдвига // Физ. мезомех. – 2008. – Т.11. - №2. - С.9-30.

## СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТАЛИ 12ГБА И ХАРАКТЕР ЕЁ РАЗРУШЕНИЯ

Л.В. ЗАТОЧНАЯ<sup>1,2</sup>, Л.С. ДЕРЕВЯГИНА<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет

<sup>2</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

### Введение

Низкоуглеродистые малолегированные стали используются для производства нефте- и газопроводов, работающих в сложных климатических условиях при высоком давлении, поэтому поиск технологии повышения их механических свойств и одновременно вязкости разрушения являются актуальными для современного машиностроения. Одним из перспективных методов улучшения данных свойств низкоуглеродистой стали является интенсивная пластическая деформация (ИПД). Влияние ИПД на зеренно-субзеренную структуру и механические свойства сталей изучали в работах [1-3]. В них анализировали воздействие методов ИПД, требующих дорогостоящей оснастки и сильно ограничивающих размеры заготовок, например, метода равноканального углового прессования (РКУП). В настоящей работе исследуется влияние всесторонней изотермическойковки на структуру термонеуп-

рочняемой стали 12ГБА, ее механические свойства и характер разрушения при растяжении.

### Материал и методы исследования

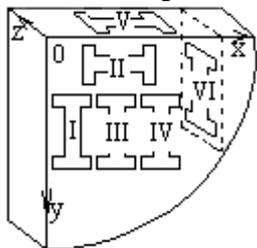


Рисунок 1 – Схема вырезки образцов стали

Трубную сталь 12ГБА (С 0,11%; Мн 1,2%; Si 0,25%; Nb 0,05%; Cu 0,35%; Al 0,0026; P 0,0012%; S 0,005%) исследовали в трех состояниях: I– исходном ферритно-перлитном крупнозернистом (КК) состоянии поставки, II– после закалки в масле от 800°C, III– после всесторонней изотермическойковки с суммарным истинным сужением  $\phi=6,2$ . Всестороннюю ковку проводили на гидравлическом прессе в изотермических условиях со ступенчатым понижением температуры от 700°C до 500°C по схеме [4]. После завершающей осадки получали заготовку в форме диска диаметром ~ 80 мм и толщиной 7,5 мм. Плоские образцы для механических испытаний вырезали

электроэрозионным методом с размерами рабочей части 15×3×1мм. Структурно-фазовое состояние стали изучали с использованием оптического микроскопа марки «Zeiss Axiovert 25, электронного микроскопа JEM-2000EX и дифрактометра ДРОН-4М с  $\text{CoK}\alpha$  излучением. Травление проводили в пересыщенном растворе пикриновой кислоты с добавлением поверхностно-активного вещества (ПАВ). Струйную электрополировку фольг проводили на приборе Tenipol-5 в 9% растворе хлорной кислоты в *n*-бутиловом спирте. Параметр решетки *a* в  $\alpha$ -железе определяли, используя экстраполяционную функцию А.Тейлора и Р.В. Флойда в виде  $\varphi(\theta) = 0,5(\cos^2 \theta / \sin \theta + \cos^2 \theta / \theta)$  [5]. Уширение линий, размеры областей когерентного рассеяния (ОКР), микродеформацию определяли методом аппроксимации [6] и Вильямсона-Холла [7]. Оценку плотности дислокаций по результатам метода Вильямсона-Холла проводили по формуле [3]:  $\rho_{hkl} = 2\sqrt{3} \langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2} (D_{hkl}b)$ , где  $D_{hkl}$ ,  $\langle \varepsilon_{hkl}^2 \rangle^{1/2}$  – усредненные по объему величины размеров ОКР и микронапряжений соответственно, в направлении, перпендикулярном к плоскости (*hkl*), *b* - вектор Бюргера дислокации (для  $\alpha$ -железа *b*=0,248 нм) [8], а по результатам метода аппроксимации – по формуле [6]:  $\rho = (\varepsilon f / b^2) \text{ctg}^2 \theta_2 \beta_2^2$ , где  $\varepsilon$  – величина микродеформации, *b* - вектор Бюргера, для ОЦК материалов  $f = 4(1 - 2r)/9$ , где  $r = (h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)^2$ .

Образцы стали после ИПД в форме двойной лопатки размерами 15×3×1мм вырезали из разных сечений заготовки (рис.1). Растяжение проводили на установке ИМАШ 20-78 при комнатной температуре. Характер разрушения анализировали на растровом электронном микроскопе SEM 515 марки «Philips» в широком диапазоне увеличений.

### Результаты исследования

**Микроструктура стали 12ГБА.** Микроструктура стали 12ГБА в исходном КК состоянии – слоистая ферритно-перлитная. Не устраненная при нагреве под закалку полосчатость является следствием кристаллизации и связанной с ней ликвацией элементов. Размер промежутков между строчками перлита изменялся в пределах от 37 до 50 мкм. Средний размер  $\bar{d}$  почти равноосных зерен  $\alpha$ -железа ( $L/\bar{d}$

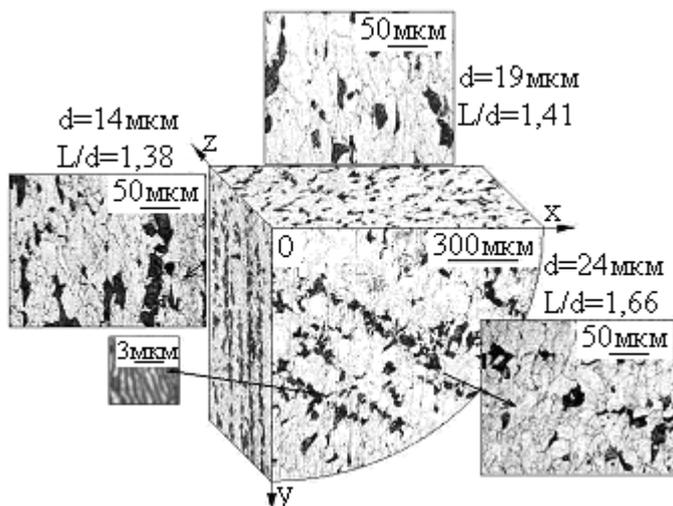


Рисунок 2—Структура стали 12ГБА после ИПД

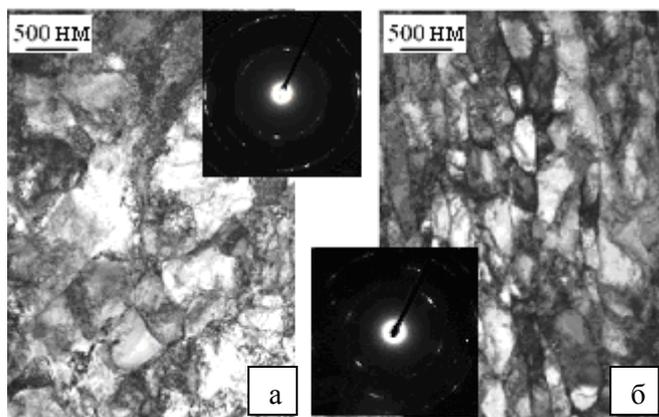


Рисунок 3 – Структура СМК стали 12ГБА:  
а – сечение XOY, б – сечение ZOY

(рис.3), из чего следует, что данная обработка приводит к формированию субмикроструктурной (СМК) структуры. Однако электронограммы, снятые в разных сечениях заготовки, значительно различаются. В сечениях, содержащих направление завершающей осадки, наблюдается структура с существенной анизотропией формы  $\alpha$ -зерен указывающей на то, что процессы динамической рекристаллизации не получили развития.

Несмотря на то, что металлографическим методом выявляются две фазы, дифрактограммы КК и СМК стали характеризуются набором максимумов интенсивности, свойственным  $\alpha$ -фазе железа. В СМК состоянии, вследствие размытия пиков, перестают разрешаться дублеты, наблюдавшиеся в КК состоянии, происходит изменение интенсивности и уширение дифракционных пиков. Усредненная по различным пикам доля Лоренцевой компоненты  $\eta$  в функции Фойгта, описывающей форму профиля пиков, возрастает от 27 % в КК состоянии после отжига до 54 % в СМК состоянии. Полученные результаты свидетельствуют о формировании в стали специфической дефектной структуры. Измеренные параметры решетки  $a$   $\alpha$ -фазы железа стали в состояниях I, II и III, с учетом ошибки измерения, не отличаются от параметра  $a$  для чистого  $\alpha$ -железа

$=1,07$ , где  $L$  - максимальный диаметр зерна) равен 26 мкм, а перлита – 15 мкм. После ИПД строчечная структура стали сохраняется, однако она измельчается (рис.2). На лицевой грани образцов сечения ZOY период ферритно-перлитной полосчатости в поперечном направлении составляет примерно 22 мкм, а средний размер зерен  $\alpha$ -железа, усредненный по трем поверхностям (ZOY, XOZ, YOX) равен 19 мкм, что на 27% меньше, чем в КК состоянии. Структура стали после закалки в масле более дисперсная и однородная.

**Фазовый состав и тонкая структура стали.** Технология получения СМК структуры сопровождается диссипативными процессами, приводящими к повышению дефектности ее кристаллического строения, поэтому микроструктуру стали исследовали рентгеноструктурным и электронно-микроскопическим методами и сравнивали со структурой КК аналога. После всестороннейковки микроструктура стали состоит из фрагментов субзерен со средним размером 0,3 мкм

( $a=2,8664 \text{ \AA}$ ). Из этого следует, что атомы углерода находятся не в твердом растворе феррита, а в перлите или карбидах. Отношения интенсивностей Брегговских максимумов в образцах стали в СМК состоянии не всегда совпадают с табличными значениями, что свидетельствует о наличии текстуры в заготовке.

В таблице 1 приведены результаты расчета размеров ОКР, микродеформации и плотности дислокаций, найденные методами Вильямсона-Холла и аппроксимации.

Таблица 1 – Значения ОКР, микродеформации и плотности дислокаций

Образец	Метод Вильямса-Холла		$\rho$ , см <sup>3</sup>	Метод аппроксимации					
	D, нм	$\varepsilon$		$\beta_{220}/\beta_{110}$	$\sec\theta_2/\sec\theta_1$	$\text{tg}\theta_2/\text{tg}\theta_1$	$\varepsilon$	$\rho$ , см <sup>-2</sup>	D, нм
КК	423	$0,41 \cdot 10^{-4}$	$0,13 \cdot 10^8$	2,1	1,905	3,37			317
СМК сечение YOХ	132	$2,01 \cdot 10^{-4}$	$2,13 \cdot 10^9$	3,113	1,6291	3,36	$3,6 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^5$	
СМК сечение ZOХ	293	$1,66 \cdot 10^{-4}$	$0,79 \cdot 10^9$	3,711	1,6308	3,366	$6,64 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^6$	
СМК сечение ZOУ	76	$2,84 \cdot 10^{-4}$	$5,2 \cdot 10^9$	-	-	-	$7,69 \cdot 10^{-4}$	$3,9 \cdot 10^5$	

Размер блоков D в КК состоянии поставки, рассчитанный разными методами равен  $317 \div 423$  нм. Блочность стали в СМК состоянии ( $D=(132 \div 293 \text{ нм})$ ) меньше, чем в КК состоянии, но она не вносит вклад в уширение, так как размер D превышает 100 нм. Лишь в образцах сечения ZOУ (см. рис. 1) блочность вносит вклад в уширение дифракционных пиков, поскольку  $D=76$  нм. Методом аппроксимации размер блоков не определяется, поскольку они большие. Так как анизотропия формы фрагментов в какой то мере определяет энергоёмкость разрушения, то наблюдаемое различие размера блоков и величины микродеформаций в образцах, вырезанных из разных сечений, могут сказываться на их вязкости. Величины микродеформаций  $\varepsilon$  имеют один порядок, но значение  $\varepsilon$  в образцах стали в СМК состоянии превышает значение  $\varepsilon$  в КК состоянии в 4-5 раз.

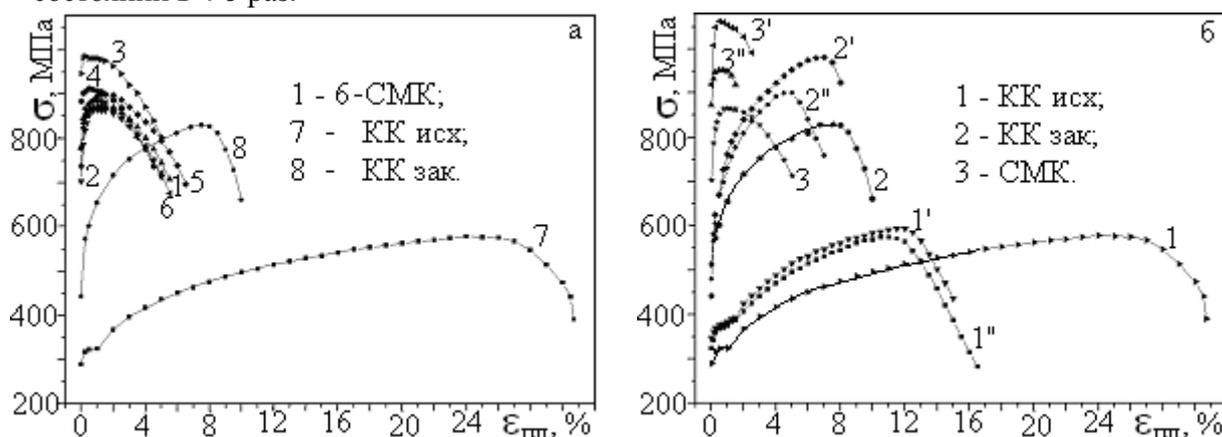


Рисунок 4 - Диаграммы растяжения: образцов а – без надреза, б – с надрезами (' - радиус надреза  $r=200 \mu\text{м}$ , '' -  $r=50 \mu\text{м}$ ) и без них

**Механические свойства.** Диаграммы растяжения образцов стали 12ГБА представлены на рисунке 4. В таблице 2 приведены механические характеристики стали 12ГБА в КК состоянии, после закалки и после ИПД. Кривые существенно

различаются как по форме, так и по величинам напряжения течения и пластичности. Диаграмма растяжения материала в исходном КК состоянии имеет площадку текучести, обусловленную прохождением фронта Людерса, а после закалки и ИПД площадка текучести на диаграммах отсутствует (рис.4). Диспергирование микроструктуры стали обеспечило более чем трехкратное увеличение предела текучести  $\sigma_{0,2}$  и почти в полтора раза – предела прочности  $\sigma_B$ . Однако из-за сближения значений  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_B$  сталь в СМК состоянии проявляет большую склонность к локализации, вследствие чего её пластичность значительно снижена,

Таблица 2 – Характеристики стали 12ГБА

	Состояние	$\sigma_{пр}$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ до $\sigma_B$ , %	$\sigma_{0,2}/\sigma_B$	$a_{уд} (б.н)$ , кг/см <sup>2</sup>	$a_{уд} r$ 200, кг/см <sup>2</sup>	$a_{уд} r$ 50, кг/см <sup>2</sup>	$a_{уд} (б.н) / a_{уд} (r 50)$
1	СМК УОХ	780	850	875	~ 1,5	0,97	2899,6	1646,8	960,23	2,8
2	СМК УОХ	700	810	865	~ 1	0,94	2880,1	1689,1	1094,3	
3	СМК УОХ	947	985	986	~0,3	0,99	3855,4			
4	СМК УОХ	884	905	912	~0,5	0,99	2974			
5	СМК ZOX	735	840	900	1,25	0,93	4119,6	4257	2193,6	1,3
6	СМК ZOY	775	860	885	~ 1	0,97	3408,6		3539,7	
7	КК	290	310	580	~24	0,53	4119,6	1606,1	2096,8	1,96
8	КК зак	440	570	830	8	0,69	3139,2	1472,4	1675,3	1,87

по сравнению с КК состоянием. Разброс прочностных свойств образцов стали в СМК состоянии достигает 15%, что, может быть связано с анизотропией формы субзерен (см. рис. 3 б), наличием текстуры или недостаточной однородностью структуры.

Из анализа диаграмм образцов с надрезами с радиусами  $r = 200$  мкм и  $r = 50$  мкм следует, что с ростом жесткости напряженного состояния охрупчивающее действие концентратора напряжений усиливается.

**Характер разрушения.** На рисунке 5 представлены изломы образцов стали 12ГБА в КК состоянии поставки, после закалки в масле и СМК состоянии. На линзовидном изломе образцов стали в КК состоянии зонный характер разрушения не фиксируется (рис. 5 а), что свидетельствует о разрушении в условиях перехода от объемного состояния к плосконапряженному. Поверхность излома матовая, неоднородно-волокнистая (размер ямок варьирует от 10 до 50 мкм). Наблюдаемые в ямках частицы округлой формы размером ~ 2-4 мкм подтверждают микромеханизм разрушения путем торможения дислокаций на частицах. Топографию излома более высокопрочного образца закаленной стали (рис. 5 б) напротив характеризует четкий зонный характер, что свидетельствует о выраженной стадийности процесса его разрушения. На первой стадии разрушение происходит под действием нормальных растягивающих напряжений, отрывом, то есть в условиях реализации объемно-напряженного состояния. Обнаруженные в этой зоне ямки, размером 3 - 10 мкм значительно меньше, чем в образцах стали в КК состоянии. Вторая стадия разрушения происходит путем соскальзывания одной части образца относительно другой его части с формированием поверхности среза, о чем свидетельствуют области излома с вытянутыми ямками.

Разрушение образцов СМК стали 12ГБА, как правило, происходит вдоль макрополос локализованной деформации продольным (V, VI) или поперечным (I, II, III, IV) срезом (5 в, г). Вязкий, ямочный микромеханизм разрушения (типичный

размер ямок 2-4 мкм) наблюдается для образцов СМК стали, вырезанных из разных сечений. Характерной особенностью изломов образцов из сечения YOX является наличие макрорасслоений (шиферности). Единого мнения о влиянии расслоений на вязкость разрушения нет.

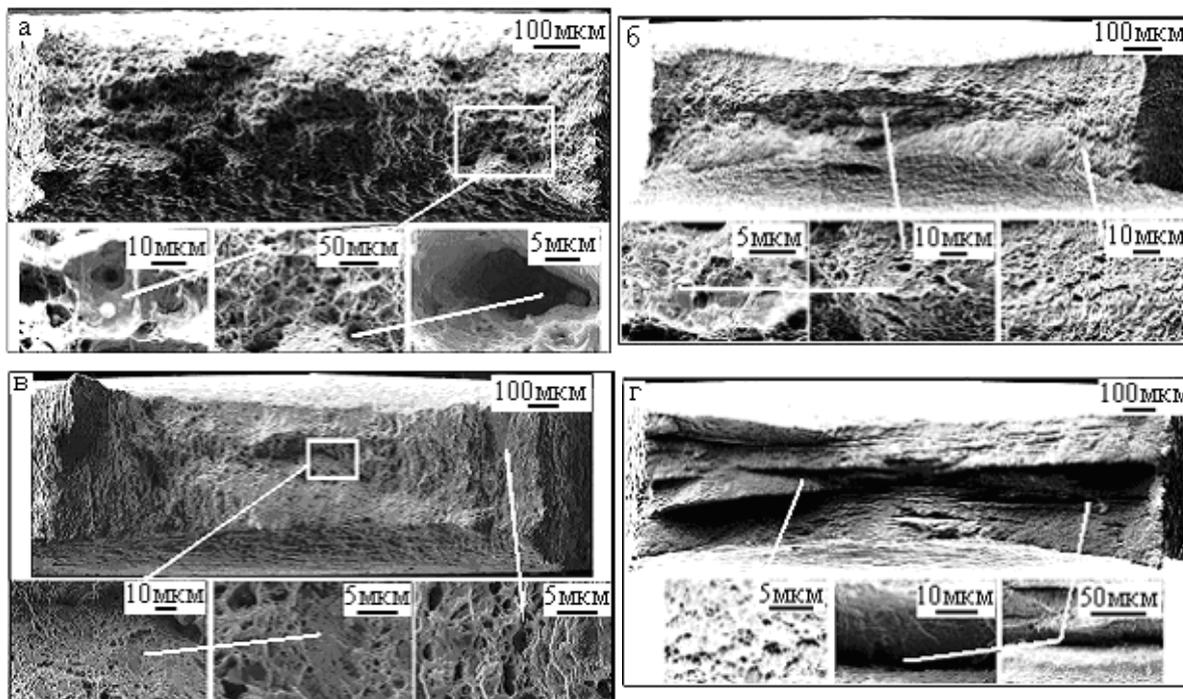


Рисунок 5 – Картины поверхностей разрушения образцов стали 12ГБА:  
 а – в КК состоянии; б – сталь после закалки в масле; сталь в СМК состоянии;  
 в - сечение ZOX, ось растяжения // OX; г – сечение YOX, ось растяжения // OX

Одни авторы [9] полагают, что расслои уменьшают вязкость разрушения, другие авторы [10, 11] считают, что возникновение ослабленных поверхностей, вдоль которых происходят расслоения, изменяет характер напряженного состояния у вершины магистральной трещины от плоскодеформированного к плосконапряженному, что повышает вязкость разрушения. Авторы [12] полагают, что расслои, образованные за счет разной текстуры соседних мезообластей, увеличивают вязкость лишь в том случае, когда преобладает кубическая компонента текстуры, в случае преимущества других текстур вязкость разрушения уменьшается. Матросов с соавторами [13] считают, что расслоения не оказывают отрицательного влияния на технологические и эксплуатационные свойства сталей и их наличие в изломе служит подтверждением высокой вязкости стали при температуре испытания. Однако Ботвина подчеркивает, что высокая вязкость стали, связанная с диссипацией энергии разрушения в результате раскрытия имеющихся расслоев, характеризует не само состояние материала, а число и протяженность расслоев, наличие которых недопустимо при эксплуатации материала в коррозионной среде [14].

Поскольку величина удельной работы разрушения  $a_{уд}$  ( $a_{уд} = \frac{P \cdot \Delta l}{V_0}$ ), на стадии образования шейки, характеризует сопротивление материала разрушению, в настоящей работе измеряли  $a_{уд}$ . В таблице 2 приведены сведения об  $a_{уд}$  рассчитанные

по диаграммам растяжения образцов с надрезом и без них относительно объема деформированного образца. В образцах СМК стали сечения УОХ величина  $a_{уд}$  с ростом жесткости напряженного состояния уменьшается более интенсивно, а именно в 2,8 раз, тогда как в образцах, вырезанных из сечений ZOY и ZOX в 1,3 раза. Для сравнения, в КК состоянии поставки и после закалки в масле  $a_{уд}$  уменьшается приблизительно в 2 раза. Таким образом, с ужесточением напряженного состояния вязкость разрушения в образцах из сечения УОХ, в изломах которых наблюдали расслоения, уменьшается быстрее. При сравнении  $a_{уд}$  для СМК и КК образцов, вопреки теоретическим оценкам, оказывается, что трещиностойкость стали в КК состоянии больше, чем в СМК состоянии. Учитывая, что деформация в образцах СМК стали крайне локализована, расчет удельной работы разрушения относительно деформируемого объема шейки показывает, что в образцах с расслоениями в изломе величина  $a_{уд}$  практически совпадает, а в образцах без расслоений - превышает  $a_{уд}$  в КК состоянии.

### **Выводы**

1. При обработке стали 12ГБА, по схеме всесторонней изотермическойковки, формируется субмикроструктурная структура с размером фрагментов феррита 0,3 мкм и величиной микродеформации  $\varepsilon \sim 0,02$  %. Такое диспергирование микроструктуры стали 12ГБА обеспечивает более чем трехкратное увеличение предела текучести и в полтора раза - предела прочности.

2. В структуре СМК стали обнаружен неоднородный характер ферритно-перлитной полосчатости по разным сечениям поковки. Полосчатость, не устраненная при нагреве под закалку, усиленная осадкой в ходе последнего прохода при ИПД обработки стали, может быть следствием кристаллизации и связанной с ней ликвацией элементов. Резервом роста эффективности применения последующей ИПД обработки для улучшения механических свойств стали может стать повышение однородности ее структуры.

3. Сталь в СМК состоянии проявляет большую склонность к локализации пластического течения, что существенно ограничивает пластичность и определяет характер её разрушения.

4. При условии, что работа разрушения  $a_{уд}$  хорошо коррелирует с вязкостью разрушения ( $K_{IC}$ ), можно говорить о том, что шиферность, наблюдаемая в изломах образцов сечения УОХ, снижает характеристики трещиностойкости.

5. Наиболее вероятными причинами шиферного излома образцов СМК стали 12ГБА, вырезанных из сечения УОХ, по-видимому, является наблюдаемая на металлографических картинах ферритно-перлитная полосчатость структуры и наличие областей с разной мезотекстурой.

### **Список литературы**

1. Яковлева С.П., Махарова С.Н., Борисова М.З. Структура, свойства и особенности разрушения низколегированной стали в субмикроструктурном состоянии // *Металлы*. – 2006. - №4. С. 71-78.
2. Ботвина Л.Р., Тютин М.Р., Левин В.П., Демина Ю.А., Пантелеев И.А., Добаткин С.В. Особенности статического, ударного и усталостного разрушения стали 06МБФ с субмикроструктурной структурой // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. – 2008. - т. 74. - №1. С. 43-49.
3. Астафурова Е.Г., Добаткин С.В., Найденкин Е.В., Шагалина С.В., Захарова Г.Г., Иванов Ю.В. Структурные и фазовые превращения в наноструктурной

- стали 10Г2ФТ в ходе холодной деформации кручением под давлением и последующего нагрева // Российские нанотехнологии. – 2009. – т. 4. – №1-2. – С. 162-173.
4. Mulyukov R.R., Imayev R.M., Nazarov A.A. Production, properties and application prospects of bulk nanostructured materials, Proceedings: Ultrafine-grained materials. 2008 TMS Annual Meeting, J Mater Sci. DOI 10.1007/s10853-008-2777-9.
  5. Новиков И.И., Строганов Г.Б., Новиков А.И. Металловедение, термообработка и рентгенография. - М.: МИСИС, 1994. - 480 с.
  6. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Учеб. пособие для вузов. - 3-е изд. доп. и перераб. - М.: МИСИС, 1994. - 328 с.
  7. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. - М.: Изд-во Моск. ун-та, 1972. - 246 с.
  8. Савицкая Л.К. Рентгеноструктурный анализ: Курс лекций. Часть 2. Томск: Изд-во Том. ун-та, 1990. - 157 с.
  9. Арабей А.Б., Пышминцев И.Ю., Штремель М.А. Сопротивление сталей класса прочности X80 распространению вязких трещин в магистральных газопроводах // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия.- 2009.-№ 9.-С.3-8.
  10. Мирзаев Д.А., Шабуров Д.В., Яковлева И.Л. и др. Влияние повторной горячей прокатки на ударную вязкость ферритной стали 08X18T1, охрупченной при исходной прокатке // Деформация и разрушение материалов. – 2006. - №3. – С.24-30.
  11. Мирзаев Д.А., Шабуров Д.В., Яковлева И.Л. и др. Исследование причин повышения вязкости ферритной стали 08X18T1 в результате повторной горячей прокатки // ФММ. – 2004. – т.98. - №3. – С. 90-98.
  12. Счастливец В.М., Табатчикова Т.И., Яковлева И.Л. Влияние текстуры на хладостойкость свариваемой стали, подвергнутой термомеханической обработке // Деформация и разрушение материалов. - 2010. - №11. - С. 34-40.
  13. Матросов Ю.И., Литвиненко Д.И., Голованенко С.А. Сталь для магистральных трубопроводов. М.: Металлургия, 1989. - 289 с.
  14. Ботвина Л.Р. Разрушение: кинетика, механизмы, общие закономерности, Ин-т металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН. – М.: Наука, 2008. – 334 с.

## **INCREASING ABRASIVE WEAR RESISTANCE OF UHMWPE-BASED COMPOSITES BY ADDING AL(OH) MICRO SIZE FILLER**

<sup>1</sup>N. SONJAITHAM, <sup>1,2</sup>S.V. PANIN, <sup>2</sup>L.R. IVANOVA, <sup>2</sup>L.A. KORNIENKO

<sup>1</sup>Tomsk Polytechnic University, n\_sonjaitham@hotmail.com

<sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Sciences SB RAS, [svp@ispms.tsc.ru](mailto:svp@ispms.tsc.ru)

### **Abstract**

The ultra high molecular weight polyethylene (UHMWPE) based composites filled with 10 wt. %, 20 wt. % and 40 wt. % of Al(OH) are investigated in this paper. Speci-

mens were tested for abrasive wear. It is found that, AlO(OH) fillers being added to UHMWPE exerts significant influence on abrasive wear resistance of UHMWPE-based composites. UHMWPE-based composites filled with 40 wt.% of AlO(OH) have lowest wear rate when compared with pure UHMWPE up to 10 times. Per molecular structure of UHMWPE-based composites has a lamellar pattern. It is shown that large particles of AlO(OH) filler do not bond with the matrix that is related to chemical nature of the polymer.

**Keywords:** abrasive wear resistance, UHMWPE composites, AlO(OH) particles.

### 1. Introduction

Ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) is a polymer with extremely high molecular weight. It possesses many excellent properties, such as high wear resistance, high impact strength, good sliding quality, and low friction weight loss, and its self-lubrication performance can be widely used in applications [1]. For example, UHMWPE is used for manufacturing artificial human joints, such as knees and hips, because of its high chemical stability and compatibility with human tissue [2]. In engineering, UHMWPE is used for producing some components or machines parts in chemical engineering, textile engineering, food processing, such as bearings, gears, bushings, linings, chain guides, hoppers, and sprockets. All these applications are characterized mainly by their high demands on wear resistance [3]. However, original UHMWPE without any modification is abrasively worn severely. Therefore, many different methods have been applied to enhance the wear resistance of UHMWPE [4], such as mechanical activation, chemical modification, surface treatment etc. For example, Panin, et al. [5] studied the effect of mechanical activation of UHMWPE on its mechanical and triboengineering properties, found that mechanical activation can improve mechanical properties and help to decrease the wearing of UHMWPE. Ohta et al. [6, 7] found that slight cross-linking improved mechanical properties of UHMWPE, so a friction coefficients and wear of cross-linked UHMWPE is reduced. Shi [8] and Ge [9] studied the nitrogen ion implantation of UHMWPE. They found that  $N^+$  implantation helped to decrease the wear rates of implanted UHMWPE. This method of surface modification is good enough to improve the tribological properties of final shaped UHMWPE parts.

**The aim of the work** is to study increasing of abrasive wear resistance of UHMWPE-based composites enforced by adding AlO(OH) micron size particles.

### 2. Materials and Methods

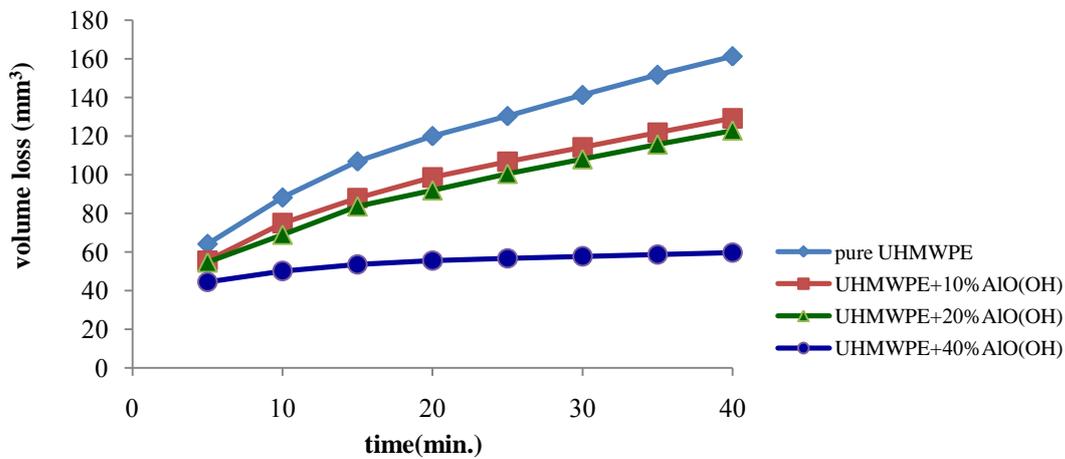
UHMWPE powder with particle size of 50-70  $\mu\text{m}$  (GUR-4120 by Ticona, Germany) and molecular weight of  $2.6 \times 10^6$  g/mol was used for the specimen preparation. AlO(OH) powder with particle size of 2-3  $\mu\text{m}$  (Scarlet-104 by Scarlet R&D, St.-Petersburg) was used as a filler. Test piece specimens were manufactured by using compression machine and a hot-pressing mould. The compression under pressure was 10 MPa. Sintering temperature was maintained at 190°C for 120 minutes. Specimens were cooled in the mould at a cooling rate of 3-4°C/min. The specimens were cut off from polymeric rectangular prism with dimension of 45×50×8 mm<sup>3</sup>.

Wear test was performed using a “MI-2” abrasive wear testing machine. Tests were run without lubrication according to GOST 426-77. Specimens have the shape of a rectangular prism 10×10×8 mm<sup>3</sup>. Specimens were tested against abrasive paper with grit grade of 240 (average grit size  $\approx 58.5 \mu\text{m}$ ). In doing so the abrasive paper was fixed on a

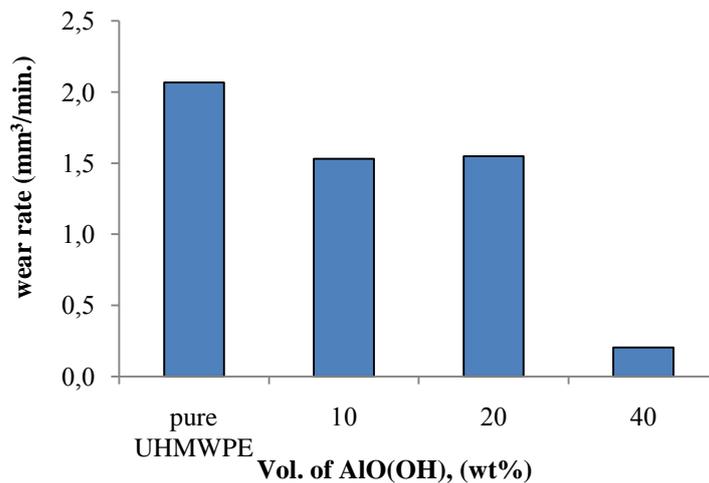
rotating disc. The revolution rate made 40 rpm and compression load was 30 N. Two specimens were simultaneously tested being fixed in a holder. Testing time made 40 minutes. Weight loss of the specimens was measured every 5 minutes. The volume of worn materials was recalculated from the weight loss. Worn surfaces roughness of all samples after abrasive wear tests were examined at Zygo New View 6200 optical profilometer. Structural study of the samples was carried out by scanning electron microscopy on a JEM\_100CX electron microscope with an ASID\_4D scanning device at an accelerating voltage of 40 keV.

### 3. Results and discussions

Fig. 1 and Fig. 2 show volume loss and wear rate of UHMWPE-based composites filled with AlO(OH) particles. It is seen that UHMWPE-based composites filled with 40 wt. % AlO(OH) have highest abrasive wear resistance. In doing so their wear rate in contrast with pure UHMWPE is lower by 10 times.

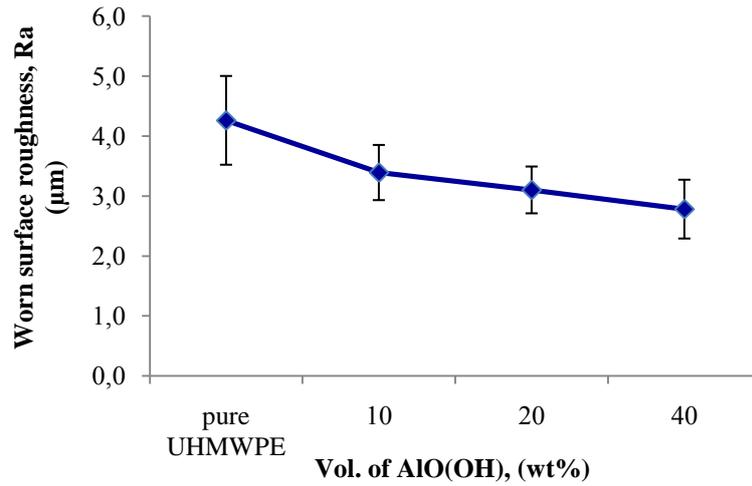


**Fig. 1** Volume loss of UHMWPE-based composites filled with AlO(OH)

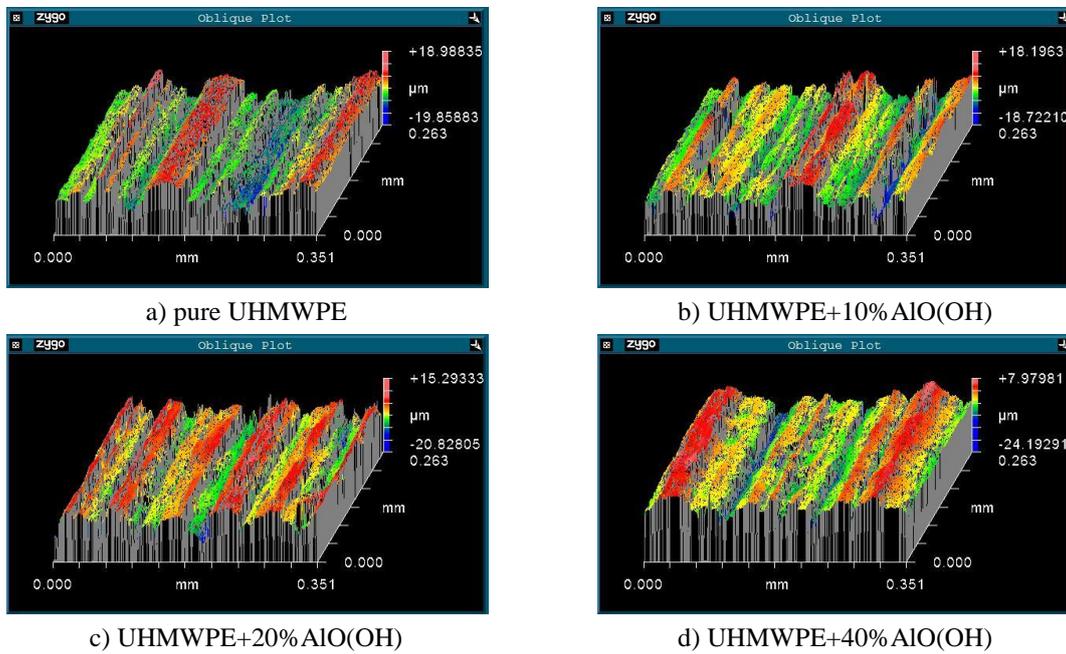


**Fig. 2** Wear rate of UHMWPE-based composites filled with AlO(OH)

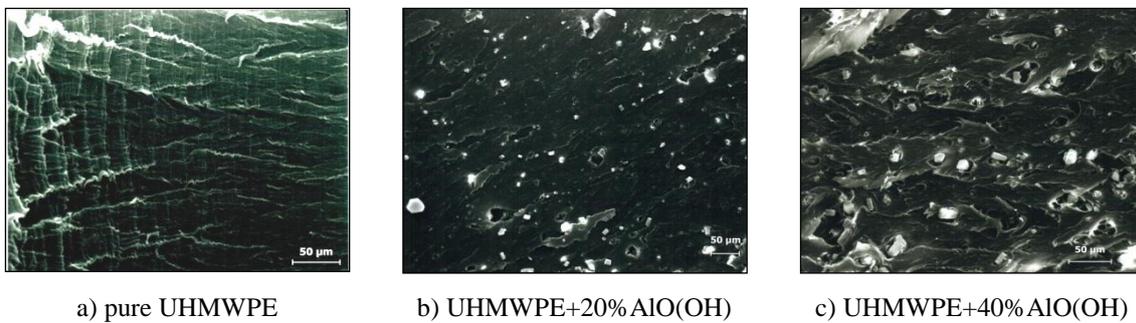
The worn surface roughness and worn surface topography of UHMWPE-based composites filled with AlO(OH) are shown in Fig. 3 and Fig. 4. It is seen that, worn surface roughness is decreased with increased AlO(OH) filler volume fraction.



**Fig. 3** Worn surface roughness of UHMWPE-based composites filled with AlO(OH)



**Fig. 4** Worn surface topography of UHMWPE-based composites filled with AlO(OH)



**Fig. 5** Permolecular structure of UHMWPE-based composite filled with AlO(OH)

Permolecular structure of UHMWPE-based composite filled with AlO(OH) is shown in Fig. 5. It is seen that adding AlO(OH) does not substantially affect permolecular structure of UHMWPE-based composites: it has a lamellar pattern. One can say about agglomeration of AlO(OH) particles at the background of lamellar type polymeric matrix, as shown in Fig. 5, b and c. These large particles of the filler do not bond with the matrix.

#### 4. Conclusion

The study on influence of adding AlO(OH) filler to increasing abrasive wear resistance of UHMWPE-based composites was carried out. It is found that:

- AlO(OH) fillers being added to UHMWPE exerts significant influence on abrasive wear resistance of UHMWPE-based composites. UHMWPE-based composites filled with 40 wt.% of AlO(OH) have lowest wear rate when compared with pure UHMWPE up to 10 times.

- Permolecular structure of UHMWPE-based composites has a lamellar pattern. It is shown that large agglomerates of AlO(OH) filler particles do not bond with the matrix that is related to chemical nature of the polymer.

#### 5. Acknowledgment

This research was supported by RFBR projects No. 10-08-90011-Bel\_a and No. 09-08-00752-a.

#### References

1. Hsien-Chang Kuo, Ming-Chang Jeng, The influence of injection molding on tribological characteristics of ultra high molecular weight polyethylene under dry sliding, *Wear* 268 (2010) 803–810.
2. Jin Tong, Yunhai Ma, Man Jiang, Effects of the wollastonite fiber modification on the sliding wear behavior of the UHMWPE composites, *Wear* 255 (2003) 734–741.
3. L.M. Brunner and T.A. Tervoort, Abrasive wear of Ultra-high molecular weight polyethylene, [Encyclopedia of Materials: Science and Technology](#) (2006) 1-8.
4. Shibo Wang, Shirong Ge, The mechanical property and tribological behavior of UHMWPE: Effect of molding pressure, *Wear* 263 (2007) 949–956.
5. V. E. Panin, S. V. Panin, et al, Effect of Mechanical Activation of UHMWPE on Its Mechanical and Triboengineering Properties, *Friction and Wear*, 2010, Vol. 31, No. 2, pp. 121–127.
6. M. Ohta, S.H. Hyon, Y.B. Kang, et al., Effect of the compression ration on wear properties of slightly cross-linked ultra high molecular weight polyethylene, crystallized under uniaxial compression, *Wear* 250 (2001) 145–151.
7. M. ohta, S.H. Hyon, M. Oka, et al., Wear resistance of lightly cross-linked ultra high molecular weight polyethylene crystallized form the melt under uniaxial compression, *Wear* 225–229 (1999) 312–318.
8. W. Shi, X.Y. Li, H. Dong, Improved wear resistance of ultra-high molecular weight polyethylene by plasma immersion ion implantation, *Wear* 250 (2001) 544–552.
9. S.R. Ge, Q.L. Wang, D.K. Zhang, et al., Friction and wear behavior of nitrogen ion implanted UHMWPE against ZrO<sub>2</sub> ceramic, *Wear* 255 (2003) 1069–1075.

## EFFECT OF INTERFACE GEOMETRY ON FRACTURE OF “SPRAYED COATING – SUBSTRATE” COMPOSITE SUBJECTED TO MECHANICAL LOADING

S.A.K.YUSSIF<sup>1</sup>, S.V. PANIN<sup>1,2</sup>

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

<sup>2</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, Russia

### Abstract

This paper is devoted to investigate effect of varying interface geometry on fracture of sprayed coating-substrate composites subjected to mechanical loading. Beside familiar flat interface profile, two additional profiles are introduced: sinusoidal and saw-toothed ones. It is offered to estimate degree of coating failure by a fracture mass parameter that illustrate number of mesh elements excluded from calculation due to exceeding ultimate strength. Assessment of fracture of such composites are determined in terms of amount of the fractured coating masses. Results of numerical simulation of finite element method (FEM) reveal that sprayed coating-substrate composites having saw-toothed interface profile yield less amount of fractured coating masses when compared with those with flat or sinusoidal interfaces.

**Keywords:** *sprayed coatings, fracture of sprayed coatings, coating-substrate interface profile, finite element method.*

### 1. Introduction

Copper is widely used in engineering systems due to its high thermal conductivity (for instance, crystallizers for continuous steel casting). However it requires surface protection, including thermal one. It might be realized by deposition of ceramic coating that possesses low thermal conductivity and can effectively protect against thermal shock. Under exploitation at coating-substrate interface, differences in mechanical properties between adjoined coating and substrate layers gives rise to local regions of tensile normal stresses in coating layers. Being brittle material, ceramic might fail under tensile stresses. Failed ceramic fragments weaken adhesion between coating and substrate layers leading to partial or complete fracture of coating layer. The worst aspect of this phenomenon is that those local regions are invisible and cannot be detected by manual maintenance of the system, because they occur at the interface of the composite. This leads to sudden failure of the system and reduce its service-life and reliability.

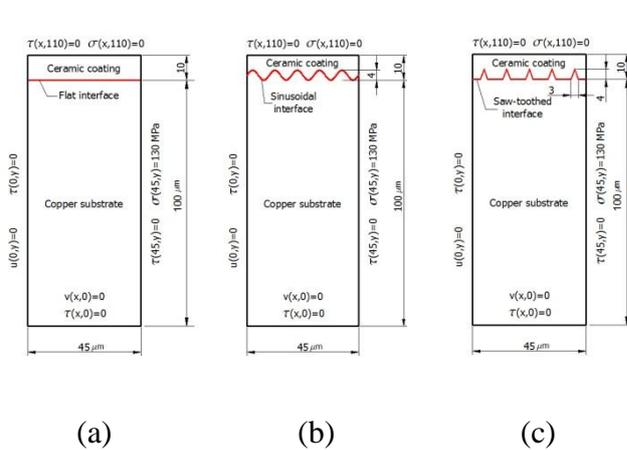
Academician V.E. Panin has made many efforts and researches in investigating interfacial phenomena in nanostructured alloys [1]. He experimentally studied the effect of thermal cycling of Si-Al-N coating deposited on copper substrate [2]. He found that the coating is delaminated in a chessboard pattern. This pattern of failure becomes obvious as the number of thermal cycling is increased. R.R. Balokhonov [3] had built hierarchical model to simulate the deformation and fracture of heterogeneous composite materials. He studied the deformation of coating-substrate composite having saw-toothed interface under tensile stress. R.A. Miller in NASA research center had simulated numerically the behavior of thermal barrier coating using finite element method. He considered sinusoidal interface between coating and bonding layers in studying the effect of bond coat oxidation on stress state [4].

This paper investigates the effect of varying coating-substrate interface geometries on the failure and hence reliability of ceramic-copper composite under tensile load. Ce-

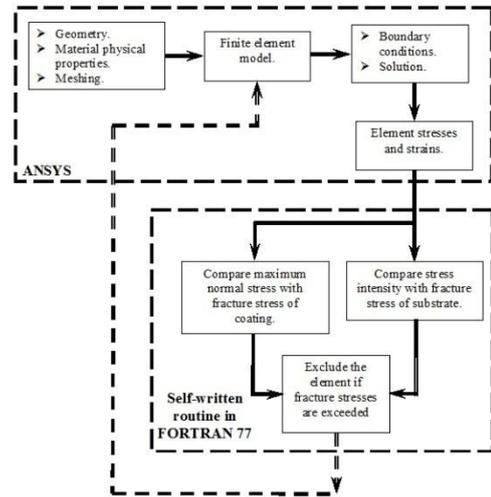
ramics is modeled as brittle material and copper is modeled as ductile one. Fracture stress of ceramic in tension is +260 MPa and -2945 MPa in compression. It should be remarked that tensile load represents a risk for ceramic coating. Its fracture criterion is determined according to maximum normal stress theory of failure. Copper produces plastic deformation if stress level exceeds its yield value. Accumulation of plastic deformation in copper substrate raises its yielding stress according to strain hardening rule. Bilinear hardening model is selected for copper substrate. Failure of copper is determined by maximum of energy of distortion theory where stress intensity is compared with its fracture stress of 190 MPa.

## 2. Model Description and Computational Algorithm

In order to prolong service-life of sprayed coating-substrate composite and improve its reliability, it is assumed that varying geometries of coating-substrate interface profile might reduce the interfacial area of coating layer subjected to maximum normal stresses. Besides familiar flat profile, sinusoidal and saw-toothed profiles are introduced. Figure 1 illustrates dimensions and boundary conditions of proposed model of sprayed coating-substrate composite having flat, sinusoidal and saw-toothed interfaces.



**Figure 1** Boundary conditions of proposed sprayed coating – substrate composite model in case of (a) flat, (b) sinusoidal and (c) saw-toothed interface



**Figure 2** Computational scheme simulating delamination of sprayed coating-substrate system using ANSYS® and FORTRAN 77

Boundary conditions are written as the following:

$$v(x,0) = 0, u(0,y) = 0, \sigma(x,110) = 0, \tau(x,110) = 0, \sigma(45,y) = 130 \text{ MPa} \quad (1)$$

Where  $u$  and  $v$  are deformations along  $x$  and  $y$  axes respectively,  $\sigma$  and  $\tau$  are normal and shear stresses respectively.

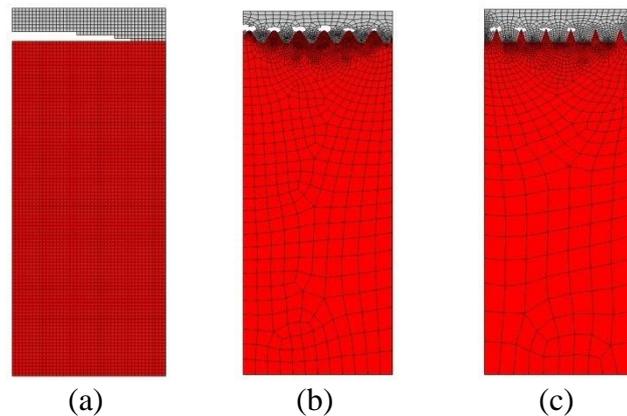
Computational algorithm consists of two stages, Fig. 2. The first stage is performed by ANSYS5.4® [5], where the finite element model is build and solved for stress and strain fields. The second stage is performed by an external macro written in FORTRAN 77 language and fed into ANSYS. This Macro executes the following two functions:

1. Calculates stress intensity for copper element and compare its value with fracture stress of copper. If fracture stress is exceeded, the Macro excludes this broken element from the global finite element system.
2. Calculates maximum and minimum normal stresses for ceramic element and compares those values with tensile and compressive fracture stresses for ceramic respectively. If any value of fracture stresses is exceeded, the Macro excludes this broken element from the global finite element system.
3. Returns back to ANSYS.

### 3. Effect of interface geometry on fracture patterns

In this research, the idea of multiple cracking patterns instead of continuous and main cracking one is proposed to improve sprayed coating performance and reduce fast and major crack propagation risk.

This idea is implemented by varying interface profile from flat one into sinusoidal and saw-toothed profiles. These non-flat profiles disperse strain localization and stress concentrations which lead to fast and main crack propagation through sprayed coating. Figure 3 compares fracture patterns in case of flat and non-flat interfaces. It is shown that crack propagates along flat interface separating coating and substrate layers, Fig. 3.a. However, in case of saw-toothed and sinusoidal interfaces, cracks are localized around teeth

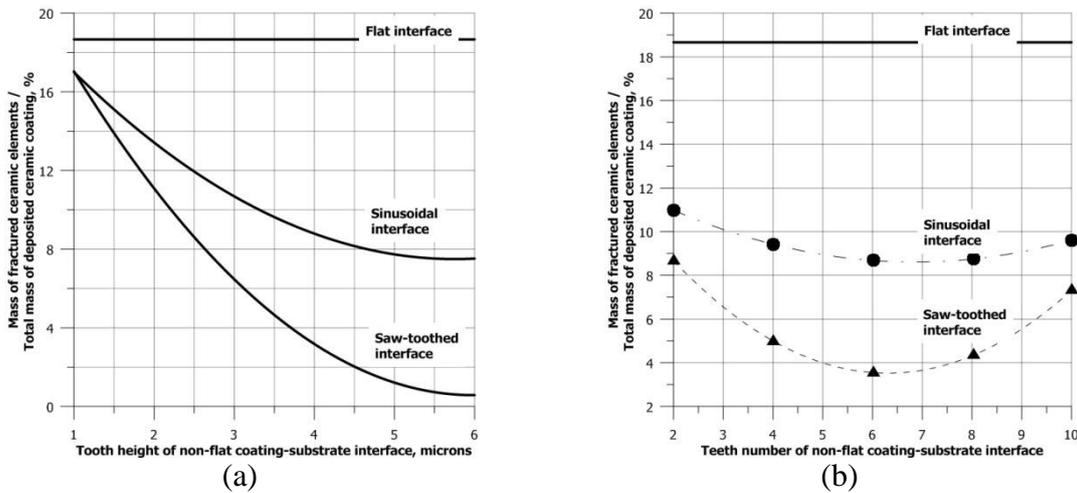


**Figure 3** Fracture patterns of ceramic coating in case of (a) flat, (b) sinusoidal and (c) saw-toothed interfaces. Fractured mass ratios are (a) 18.67%, (b) 8.45% and (c) 3.98%

crests keeping coating and substrate layers in contact and avoiding complete separation. Area of high stress concentrators around a saw-like tooth is smaller than one around a sinusoidal-like tooth. Consequently, mass of fractured ceramic coating in case of saw-toothed interface is less than that in case of sinusoidal interface. Amount of fractured ceramic mass in flat, sinusoidal and saw-toothed interfaces are 18.67%, 8.45% and 3.98% respectively.

The second part of current study is to perform a parametrical research to clarify effects of teeth height and their number on amount of fractured ceramic masses. Figure 4.a illustrates that an increase in teeth height leads to a decrease in amount of fractured ceramic mass. However, amount of fractured ceramic mass results from sinusoidal interface is higher than that results from saw-toothed one. Figure 4.b illustrates effect of increasing teeth number of non-flat interface on amount of fractured ceramic masses. In general, sinusoidal interface results in higher amount of ceramic losses. But increasing teeth number has small effect on ceramic failure in case of sinusoidal interface. In case of saw-toothed interface, a local minimum is observed at teeth number of 6. Moreover, Fig. 10 shows that amount of fractured masses in cases of non-flat interfaces is less than that related to flat one. Therefore, non-flat coating-substrate interface implements the idea of

multiple cracking which leads to minimizing amount of fractured coating masses and increasing the degree of system reliability and improving its service-life.



**Figure 4** Effect of (a) tooth height and (b) teeth number of non-flat coating-substrate interface on fractured coating mass to total deposited coating mass ratio

## V. Conclusion

In order to improve performance of sprayed coatings and increase their reliability and service-life, it is suggested to implement the concept of multiple cracking. This concept is realized using non-flat profile of coating-substrate interface instead of familiar flat one. Numerical results assure validity of concept of multiple cracking which is implemented via non-flat profiles of coating-substrate interface in reducing amount of fractured coating masses and hence increasing reliability and service-life of composite. Saw-toothed coating-substrate interface results in lower amount of fractured coating masses.

## References

1. V.E. Panin, et al, Surface layers and interfaces in heterogeneous materials, Russian academy of Sciences, Siberian Branch, ISPMS SB RAS. Novosibirsk, SB RAS Publishing House, 2006, 520 p.
2. V.E. Panin, V.P.Sergeev, A.V.Panin, Yu.I.Pochivalov. Nanostructuring of surface layers and deposition of nanostructured coatings – effective approach for strengthening modern structural and tool materials. FMM, 2007, Vol. 104, Is. 6.
3. Балохонов Р.Р. Иерархическое моделирование неоднородной деформации и разрушения материалов композиционной структуры // Физическая мезомеханика. – 2005. – Т.8. – N3. – С. 107–128.
4. Chang, G. C.; Phucharoen, W.; and Miller, R. A.: Thermal Expansion Mismatch and Oxidation in Thermal Barrier Coatings. NASA CP-2405, 1985, pp. 405-425.
5. Peter Kohnke, ANSYS, Inc. Theory Manual. 12th ed. SAS IP, March 2001.

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ СТАЛИ 30ХГСА НА ЕЁ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

*О. М. КУМПАЛ*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Термическая обработка влияет на зеренно-фазовую структуру стали и является одним из способов улучшения её функциональных характеристик. Важнейшими параметрами структуры, которая формируется в процессе термических обработок и существенно влияет на свойства материала, являются фазовый состав, количество, форма и характер распределения зерен данных фаз по объему, степень разнотерности зерен, тип их границ, наличие текстуры и т.д.

Одной из основных задач материаловедения является получение оптимального фазового состава и зеренной структуры стали, обеспечивающих её высокие конструкционные свойства.

В связи с выше сказанным, целью настоящей работы является исследование наиболее значимых структурных факторов, оказывающих влияние на механические свойства стали 30ХГСА после различных термообработок.

### **Материал и методы исследования**

Исследовали конструкционную сталь 30ХГСА (0.3%С, 1%Cr, 1%Mn, 1%Si) после различных термообработок. Однородные образцы в форме двойной лопатки с размерами рабочей части 17×3×1мм вырезали методом электроэрозионной резки. Испытания на растяжение при скорости движения захватов 0,0027 мм/сек проводили на установке ИМАШ 20–78. Структурно-фазовое состояние стали изучали с использованием оптического микроскопа марки «Zeiss Axiovert 25». Анализ фазового состава проводили с помощью дифрактометра ДРОН-4 с кобальтовым излучением ( $\text{Co}_{K\alpha}$ ).

### **Результаты эксперимента**

Микроструктура стали 30ХГСА в исходном состоянии и после различных термообработок представлены на рисунке 1 (травление в 5% растворе азотной кислоты).

В исходном состоянии структура стали 30ХГСА феррит-перлитная, соотношение их объемных долей составляет приблизительно 68% и 32% соответственно (рисунок 1,а). После закалки структура стали кардинально меняется (рисунок 1,б,в). В отличие от исходного состояния закаленная структура стали характеризуется наличием двух структурных элементов; объема зерен и граничных областей. Распределение зерен по размеру после однократной закалки крайне неравномерно (рисунок 1,б). В одних областях средний размер зерен изменяется в интервале от 10-15мкм, в других – средний размер зерен достигает 100мкм. По границам зерен имеются выделения вторичных фаз округлой формы.

Отличительной особенностью структуры стали после пятикратной закалки является достаточно однородный характер распространения зерен со средним размером 20-30мкм (рисунок 1, в).

Низкий отпуск (220°С) многократно закаленного образца приводит к выделению большой объемной доли (35%) темной фазы (вытянутые узкие области), что отчетливо видно на металлографических изображениях структуры стали (рисунок 1, г).

Нагрев закаленного образца до высоких температур ( $550^{\circ}\text{C}$ ) привел к росту равновесных зерен в стали, с тонкими граничными областями без выделений (рисунок 1, д).

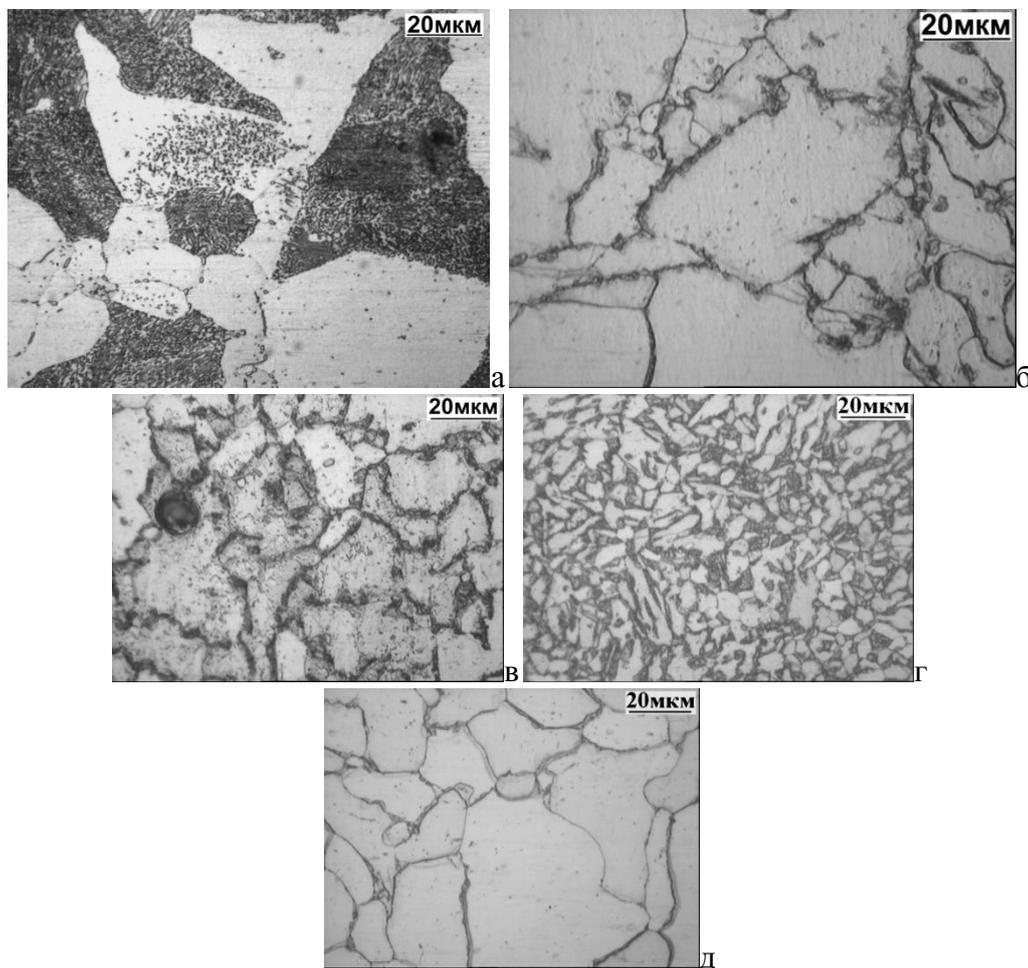


Рисунок 1 – Микроструктура стали 30ХГСА  
(а–состояние поставки; б–закалка в масло  $880^{\circ}\text{C}$ ; в–закалка  $880^{\circ}\text{C}$ , 5раз; г–закалка  $880^{\circ}\text{C}$ , 5раз и отпуск  $220^{\circ}\text{C}$ ; д–закалка  $880^{\circ}\text{C}$ , 5раз и отпуск  $550^{\circ}\text{C}$ )

Фазовый состав образцов стали 30ХГСА исследовали с помощью рентгено-структурного анализа. На рисунке 2 представлены дифрактограммы стали 30ХГСА после различных термообработок.

Данные дифрактограммы показывают, что у всех образцов максимумы интенсивности расположены на одних и тех же углах ( $2\theta$ ), что свидетельствует о наличии одной и той же фазы во всех образцах. При сравнении углов  $2\theta$ , отвечающих дифракционным пикам, с табличными значениями углов  $2\theta$  для чистого альфа-железа, оказалось, что они совпадают.

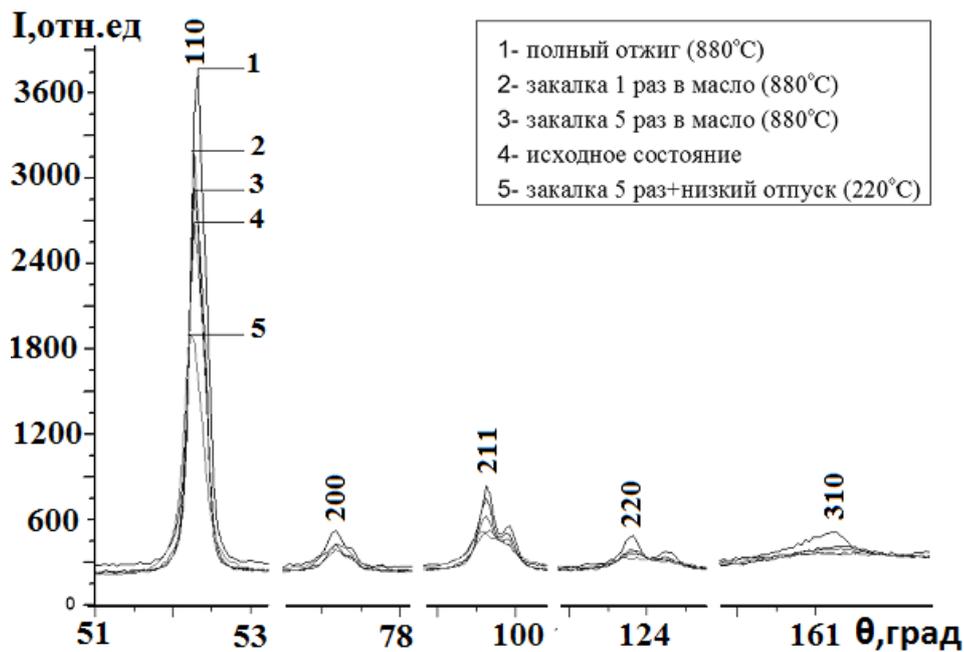


Рисунок 2 – Дифрактограммы стали 30ХГСА

Таким образом, несмотря на то, что металлографически в структуре образцов стали 30ХГСА наблюдали двух и более фазное состояние, рентгенографически обнаруживается присутствие лишь одной альфа – фазы железа. Вследствие высокой дисперсности перлитная и карбидная фазы рентгенографическим методом не обнаруживаются.

Значения параметров решетки  $a$  стали 30ХГСА после различных термообработок (таблица 1), рассчитанные с использованием экстраполяционной функции Тейлора А. и Флойда Р. [1], мало отличаются друг от друга и от табличного значения параметра решетки  $a$  для чистого  $\alpha$ -железа ( $a=2,8664\text{Å}$ ). Это говорит о том, что углерод не растворяется в феррите при термообработках, и находится либо в перлитной фазе, либо в карбидах.

Таблица 1 – Параметр решетки стали 30ХГСА после различных термообработок

Образцы стали 30ХГСА	Параметр решетки $a$ , Å
Полный отжиг	$2,86756 \pm 3,85E-5$
Исходное состояние	$2,86714 \pm 1,97E-4$
Закалка 1 раз	$2,86700 \pm 2,12E-4$
Закалка 5 раз	$2,86665 \pm 3,67E-4$
Закалка 5 раз+ отпуск 220°C	$2,86705 \pm 2,81E-4$

На рисунке 3 представлены диаграммы растяжения стали 30ХГСА. Из рисунка видно, что самой высокой прочностью обладают закаленные образцы (диаграммы 2,3), чего и следовало ожидать, так как закалка стали, проводится с целью повышения прочности и твердости стали.

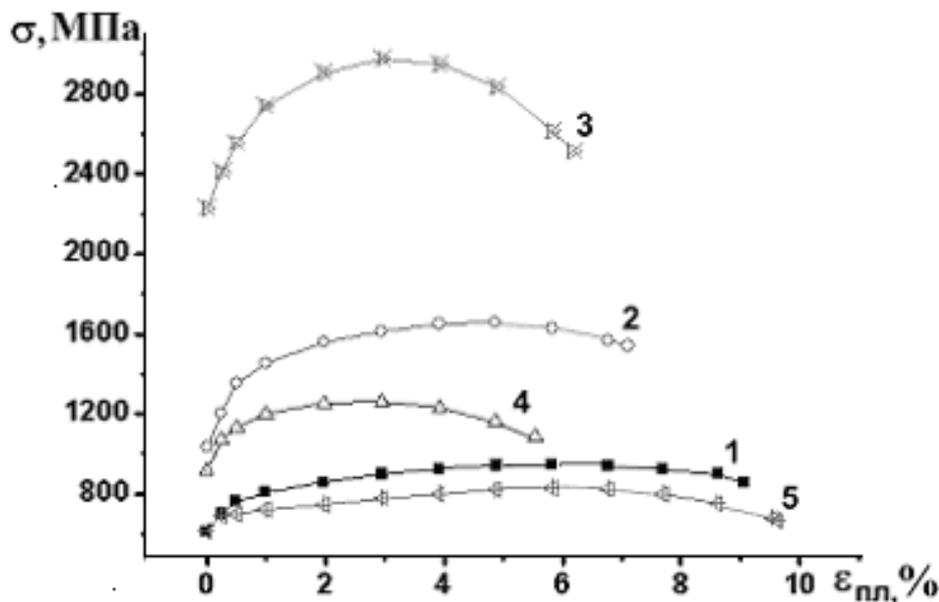


Рисунок 3 – Диаграммы растяжения стали 30ХГСА  
 (1–состояние поставки; 2–закалка в масло 880°С; 3–закалка 880°С, 5раз; 4–закалка 880°С, 5раз и отпуск 220°С; 5–закалка 880°С, 5раз и отпуск 550°С)

Образец закаленный 5раз является самым прочным. Так как многократную закалку делают с целью измельчения зерна то, по-видимому, максимальное упрочнение образца 3 достигается за счет эффекта Холла-Петча согласно которому

$$\sigma_{отр} = \sigma_1 + kd^{-1/2} \quad (1)$$

где  $\sigma_{отр}$  – сопротивление отрыву;  $d$  средний размер зерна;  $\sigma_1$  и  $k$  – постоянные для данного сплава и условий деформирования [2].

После низкого отпуска (220°С) закаленного образца прочностные свойства снизились, что связано с протекающей при отпуске первой стадией распада – выделением углерода из  $\alpha$ -твердого раствора.

Образец, который отпускали при температуре 550°С, оказался самым низкопрочным и одновременно самым пластичным из всех испытываемых образцов. Этому и следовало ожидать, так как с повышением температуры отпуска прочность уменьшается, а пластичность увеличивается, вследствие снятия внутренних напряжений и образования равновесных зерен с тонкими границами без выделений.

### Выводы

В результате термических обработок получены структурно-фазовые состояния стали 30ХГСА, определяющие различные прочностные свойства стали. Металлографический метод исследования позволил выявить наличие нескольких фаз в образцах стали 30ХГСА. Рентгеноструктурный же анализ выявил присутствие лишь одной альфа – фазы железа, наличие других фаз не выявлено данным методом вследствие их большой дисперсности.

Испытания на механические свойства выявили, что самым высокопрочным оказался многократно закаленный образец стали 30ХГСА, благодаря упрочнению за счет эффекта Холла-Петча, вследствие уменьшения зерна.

Значительное снижение прочности наблюдается в отпущенной закаленной стали, при этом снижение тем значительней, чем выше температура отпуска.

### Список литературы

1. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Учеб. Пособие для вузов. – 3-е изд. доп. и перераб. - М.: МИСИС, 1994. – 328с.
2. Бернштейн М.Л., Заимовский В.А., Структура и механические свойства металлов. – Л.: Металлургия, 1970. – 472с.
3. Зуев В. М., Термическая обработка металлов.– М.: Издательский центр «Академия», 2001. – 288с.
4. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1972. 246с.

## ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СМК НИКЕЛЯ

*О.Г. САНАРОВА<sup>1</sup>, П.В. КУЗНЕЦОВ<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Механические свойства субмикроструктурных (СМК) материалов, полученных методами интенсивной пластической деформации (ИПД), обусловлены их особой дефектной структурой - большой протяженностью границ разнообразного типа и их неравносностью [1]. СМК материалы проявляют, в частности, высокие прочностные свойства [2], а в ряде случаев, после низкотемпературного отжига, способность к высокотемпературной и высокоскоростной сверхпластичности [1,3]. С целью снижения степени неравносности структуры проводят низкотемпературный отжиг СМК материалов, исследование влияния которого на распределение зерен по размерам представляет научный и практический интерес

Для исследования структуры СМК и НК металлов используют прямые методы структурных исследований [1], различные методики исследования структурно-чувствительных свойств [4]. В настоящее время для исследования поверхностной морфологии материалов, полученных с помощью ИПД, применяют методы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) [7]. Эти методы обладают высоким пространственным разрешением, не требуют специальной подготовки образцов и позволяет получить масштабную и гораздо более представительную картину структуры по сравнению с локальными методами просвечивающей электронной микроскопии [7].

Настоящая работа посвящена развитию метода оценки распределения зеренно-субзеренной структуры (ЗСС) СМК простых металлов по размерам с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ).

Целью работы являлось исследование влияния низкотемпературного отжига на ЗСС и механические свойства СМК никеля.

Для исследования выбран СМК никель, структура и механические свойства которого исследованы в ряде работ [5, 7] и который обладает хорошей проводимостью, необходимой для СТМ. Образцы получены методом равноканального углового прессования (РКУП) по маршруту  $V_c$  ( $N=4$  прохода) при комнатной температуре.

Угол сопряжения между каналами составлял 90 градусов. Полученные бруски, толщиной около 4 мм, подвергали прокатке до толщины ~1 мм.

Образцы вырезали методом электроэрозионной резки поперек направления прокатки. Поверхность образцов готовили по стандартной технологии. Термический отжиг образцов в течение 15 минут проводили при температурах  $T \sim 60^\circ$  и  $\sim 120^\circ, \sim 180^\circ$ , и  $\sim 240^\circ\text{C}$  в атмосфере аргона. ЗСС выявляли путем химического травления. Механические свойства исследовали на установке ИМАШ 7078 путем активного растяжения образцов до разрушения со скоростью  $0.0003 \sim$  мм/сек с записью диаграммы напряжение – деформация « $\sigma - \epsilon$ ». Микротвердость измеряли на микротвердомере ПМТ 3 при нагрузке  $P = 100$  мН.

ЗСС образцов исследовали с помощью сканирующего туннельного микроскопа SMM-2000 производства ЗАО КПД (г.Зеленоград), работающего в режиме постоянного тока. Все измерения проведены на воздухе при комнатной температуре.

СТМ сканы анализировали с помощью программы Gwyddion, которая позволяет измерять размеры элементов поверхностного рельефа и представлять результаты в формате, совместимом с программой Origin, что позволяет проводить последующую компьютерную обработку данных.

На рис. 1 показаны диаграммы напряжение-деформация « $\sigma - \epsilon$ » образцов СМК никеля после отжига при различной температуре. Видно (рис.1), что для всех кривых наблюдается короткая стадия III, после которой следует стадия с близким к нулю коэффициентом деформационного упрочнения  $\theta = d\sigma/d\epsilon$ .

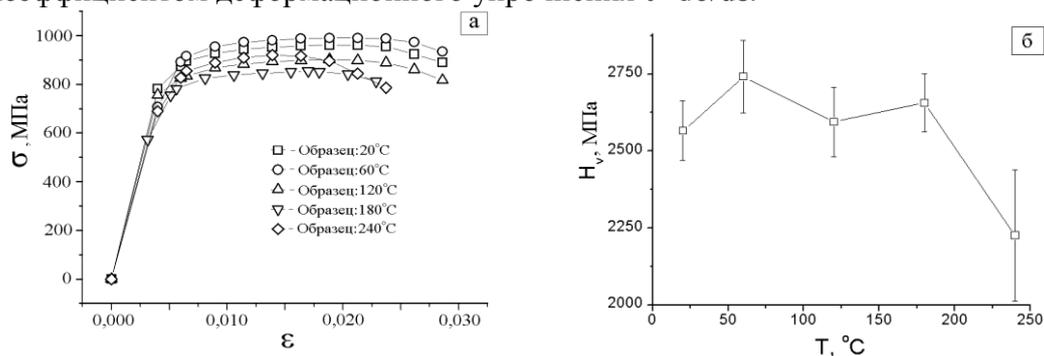


Рисунок 1 - а) Диаграммы напряжение-деформация « $\sigma - \epsilon$ » СМК никеля после отжига при различной температуре и б) зависимости микротвердости от температуры отжига образцов

После отжига образцов при  $T \sim 60^\circ\text{C}$  наблюдается увеличение микротвердости (рис.1б) и предела прочности  $\sigma_b \sim 990$  МПа (рис.1а). Подобный эффект упрочнения при отжиге микрокристаллических материалов, полученных методами ИПД, наблюдали в [3,9]. После отжига в интервале температур  $T \sim (120 \div 240)^\circ\text{C}$  наблюдается уменьшение микротвердости, что хорошо согласуется с результатами работ [4,6]. Однако после отжига при температуре  $T \sim 240$  С предел прочности увеличивается. Пластичность образцов в результате отжига изменяется незначительно и полная деформация до разрушения, в среднем, составляет  $\sim 0.025 - 0.03$ .

На поверхности образцов СМК никеля, подвергнутых химическому травлению, наблюдали структуры, образующиеся в процессе ИПД. В качестве примера, на рисунке 2а,б,в показана блочная структура СМК никеля. Положение сканов (рис.2б и 2в), которые являются частью сканов на рис.2а и 2б, соответственно, обозначено светлыми рамками. Блочная структура образована двумя системами полос локали-

зованной деформации (ПЛД) с периодом около 600-800 нм, пересекающихся по двум направлениям под углом  $\sim 15^\circ$  к вертикальной и  $\sim 45^\circ$  к горизонтальной оси. На рис.2б и рис.2в хорошо видна тонкая субструктура блоков.

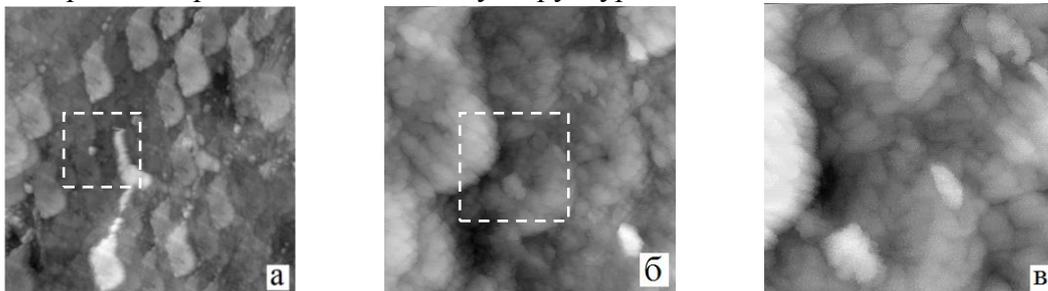


Рисунок 2 - СТМ изображения блочной структуры, образованной полосами локализованной деформации на поверхности СМК никеля. Размеры сканов а)  $5.93 \times 5.93$  мкм, б)  $1752 \times 1752$  нм, в)  $876 \times 876$  нм. СМК никель после отжига при  $T \sim 120^\circ\text{C}$

Предварительные исследования структуры СМК никеля с помощью ПЭМ показали, что средний размер зерен составляет  $\sim 200$  нм. Поэтому для исследования ЗСС СМК никеля с помощью СТМ получали сканы с размерами  $\sim 1.8 \times 1.8$  мкм,  $876 \times 876$  нм и  $438 \times 438$  нм.

Размеры ЗСС измеряли в двух направлениях: вдоль и поперек направления прокатки. На рис.3а,б,в, в качестве примера, показаны гистограммы распределения ЗСС СМК никеля по размерам вдоль направления прокатки после отжига при  $T \sim 60^\circ$ ,  $\sim 180^\circ$  и  $\sim 240^\circ\text{C}$ .

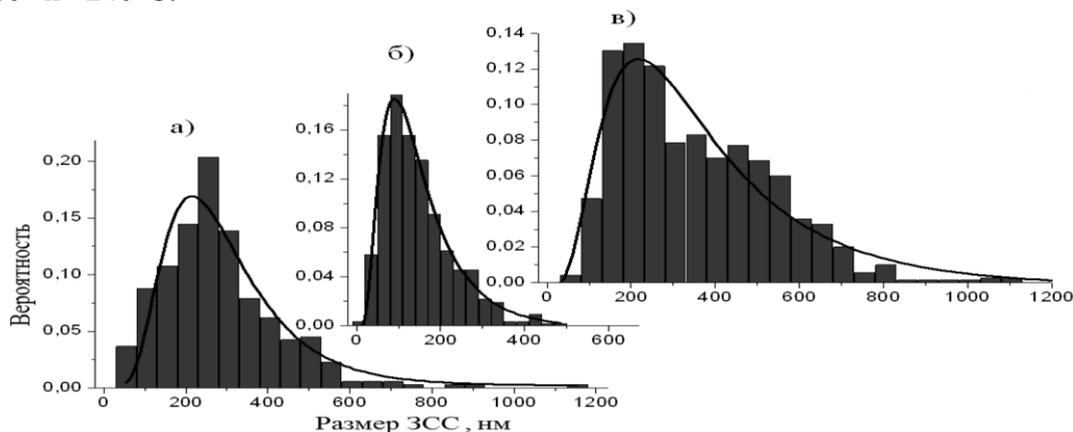


Рисунок 3 - Гистограммы распределения ЗСС по размерам вдоль направления прокатки СМК никеля после отжига при: а)  $T \sim 60^\circ$ , б)  $\sim 180^\circ$  и в)  $\sim 240^\circ\text{C}$

Видно (рис.3б), что отжиг при  $T \sim 180^\circ$  приводит к уменьшению дисперсии распределения ЗСС по размерам, а отжиг при  $T \sim 240^\circ\text{C}$  (рис.3в) - к появлению хорошо выраженной бимодальности распределения. Это свидетельствует о начале нового процесса, ведущего к изменению размеров ЗСС никеля. Проведенный анализ показал, что все измеренные распределения могут быть описаны логнормальной функцией, показанной сплошной линией на рис. 3а,б,в, параметры которой – медианный размер и дисперсия, зависят, как от направления прокатки, так и от температуры отжига. Используя известное соотношение  $\langle x \rangle = x_c \cdot \exp\left(\frac{w^2}{2}\right)$  между средним

( $\langle x \rangle$ ), медианным размером ( $x_c$ ) и дисперсией ( $w$ ) логнормального распределения были вычислены средние размеры ЗСС.

На рис. 4 показаны зависимости средних размеров ЗСС никеля вдоль ( $\langle X_L \rangle$ ) и поперек направления прокатки ( $\langle X_T \rangle$ ) от температуры отжига.

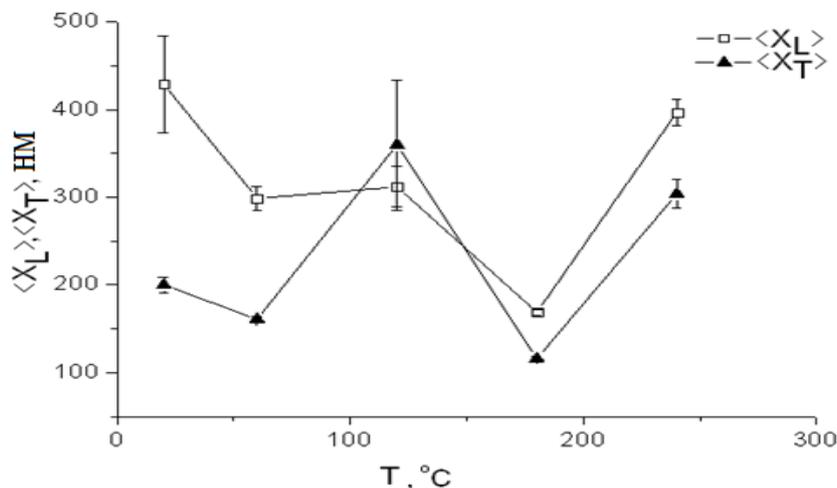


Рисунок 4 - Зависимости средних размеров ЗСС вдоль ( $\langle X_L \rangle$ ) и поперек ( $\langle X_T \rangle$ ) направления прокатки от температуры отжига

Видно (рис.4), что средние продольные размеры ЗСС СМК никеля в исходном состоянии ( $\langle x_L \rangle$ ) больше средних поперечных размеров  $\langle x_T \rangle$ , что свидетельствует о неравноосности структуры, которую можно характеризовать коэффициентом неравноосности  $k \sim \langle x_L \rangle / \langle x_T \rangle \sim 2$ . После отжига при  $T \sim 60^\circ\text{C}$  происходит уменьшение среднего продольного размера ЗСС  $\langle x_L \rangle$ , а ее поперечный размер  $\langle x_T \rangle$  практически не изменяется. При этом наблюдается увеличение микротвердости образцов (рис. 1б). Подобный эффект уменьшения среднего продольного размера зерен наблюдали в работе [8], где с помощью ПЭМ показано, что в процессе РКУП никеля технической чистоты формируется неравноосная структура с  $k \sim 3$ .

Как видно (рис.4), после отжига при температуре  $T \sim 180^\circ$  наблюдается уменьшение размеров и степени неравноосности ЗСС СМК никеля. Поскольку микротвердость образцов при этом уменьшается, то можно сделать вывод, что наблюдаемое уменьшение размеров и степени неравноосности структуры СМК никеля отражает эволюцию субзеренной структуры. Отжиг при температуре  $T \sim 240^\circ$  приводит к росту средних размеров зерен (рис.3), который выявляется с помощью СТМ и, вероятно, происходит за счет миграции большеугловых границ. Рост зерен приводит к уменьшению микротвердости (рис.1б), что хорошо согласуется с результатами, полученными в [4,6].

Таким образом, проведенные исследования позволяют сделать выводы:

1. Установлено, что в процессе низкотемпературного отжига, на стадии возврата, происходит уменьшение степени неравноосности и размеров ЗСС структуры СМК никеля, полученного методом РКУП.

2. Отжиг СМК Ni при температуре  $T \sim 60^\circ$  приводит к увеличению микротвердости образцов, а отжиг при  $T > 180^\circ$  ведет к падению микротвердости. Последний результат совпадает с ростом средних размеров зерна, выявляемого с помощью СТМ и согласуется с литературными данными.

### Список литературы

1. *Валиев Р.З., Александров И.В.* Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000, 272 с.
2. *M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson.* Mechanical properties of nanocrystalline materials // *Progress in Materials Science*, V. 51, p. 427–556 (2006).
3. *Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Грабовецкая Г.П. и др.* Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов. Новосибирск: Наука, 2001, 232 с.
4. *Корзников А.В., Корзникова Г.Ф., Мышляев М.М., Валиев Р.З., Салимоненко Д., Димитров О.* Эволюция структуры нанокристаллического Ni при нагреве // *ФММ*, т. 84, в. 4, с. 133-139 (1997).
5. *Zhilyaev A.P., Kim B.K., Szpunar J.A., Baro M.D., Langdon T.G.* The microstructural characteristics of ultrafine-grained nickel // *Materials Science and Engineering A*. v. 391, p. 377–389 (2005).
6. *Жилыев А.П., Пиеничнюк А.И.* Сверхпластичность и границы зерен в ультрамелкозернистых материалах. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008. 320 с.
7. *Нохрин А. В., Макаров И. М.* Исследование зеренной структуры нано- и микрорекристаллических металлов методом атомно-силовой микроскопии // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*, т. 68, №1, с. 71-79 (2002).
8. *Колобов Ю. Р., Гирсова Н. В., Иванов К. В., Грабовецкая Г.П., Первалова О. Б.* Особенности структуры и механические свойства субмикрорекристаллического никеля, полученного воздействием интенсивной пластической деформации // *Изв. вузов. Физика. №6.*, с. 11–16 (2002).
9. *Чувильдеев В.Н., Нохрин А.В., Копылов В.И.* Аномальное упрочнение при отжиге микрорекристаллических металлов, полученных методом многократного равноканального углового прессования // *Металлы. №3.*, с. 70-81 (2003).

### ЭВОЛЮЦИЯ НЕУПРУГИХ СВОЙСТВ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПРИ ДЕФОРМИРОВАНИИ КРУЧЕНИЕМ

*М.А. ШЕЛЯКИНА, Д.Ю. ЖАПОВА\**

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
\*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Никелид титана и сплавы TiNi с небольшим отклонением от эквиаомного состава (49.5÷50.2 ат.% Ni) в основном применяются в качестве материалов с большой величиной формовосстановления (10-12%) при нагреве после предварительной деформации образцов, которую проводят, как правило, при температурах  $T < M_K$  (температура завершения мартенситного превращения  $B2 \rightarrow B19'$ , где B2 и B19' – кубическая (CsCl) высокотемпературная фаза и низкотемпературная мартенситная фаза с моноклинной структурой, соответственно). В качестве материалов со сверхэластичностью сплавы данной группы не используются. Вместе с тем известно, что практически значимая величина эффекта сверхэластичности даже при изотермическом нагружении и разгрузке образцов при  $T < M_K$  (в мартенситной фазе) получена, например, в сплавах In-Tl [1], Cu-Al-Ni [2]. В этом случае сверхэластичность обусловлена перемещением при нагружении двойниковых границ мартенситных доменов и их обратным перемещением при разгрузке образцов. Эффект переориентации доменов мартенсита B19' при приложении внешней нагрузки в сплавах на основе

TiNi известен [3], однако систематизированные данные о проявлении сверхэластичности в изотермических циклах «нагрузка-разгрузка» при  $T < M_K$  отсутствуют.

Цель данной работы – исследовать закономерности проявления в TiNi эффекта сверхэластичности, ЭПФ и накопления пластической деформации в изотермических циклах «нагрузка-разгрузка» и последующем нагреве разгруженных образцов в зависимости от величины предельной деформации, заданной при нагружении образцов в процессе кручения при  $T < M_K$ .

Сплав  $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$  (ат.%) выплавлен из губчатого титана марки ТГ-100 и электролитического никеля марки Н-0. Образцы имели форму стержней сечением  $(1.2 \times 1.2) \text{ мм}^2$  и длиной 28-30 мм. Все образцы отожжены в течение 1 ч при 1073 К и закалены в воде. После отжига образцы имели крупнозернистую микроструктуру со средним размером зерен 40 мкм.

Фазовый состав сплава при 295 К исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7. Последовательность и температуры мартенситных превращений (МП) изучены методом температурной резистометрии.

Исследования проявлений эффекта сверхэластичности, эффекта памяти формы (ЭПФ) и накопления пластической деформации проводили в процессе изотермического нагружения и разгрузки образцов при 295 К (в состоянии мартенсита B19') и последующего нагрева разгруженных образцов до температур завершения формовосстановления. За величину эффекта сверхэластичности принимали величину возврата деформации при изотермической разгрузке образцов. Остаточная деформация, которую сохраняли образцы после изотермической разгрузки, состоит из двух компонент: неупругой деформации и пластической деформации. Неупругая деформация возвращалась при последующем нагреве разгруженных образцов. Величина этого возврата равна величине однократного ЭПФ. Остаточная деформация, сохранившаяся после завершения формовосстановления при нагреве, является пластической компонентой, накопленной при нагружении, и обусловлена развитием процессов пластического течения материала.

Результаты рентгеноструктурных исследований показали, что при 295К образцы сплава имеют структуру моноклинного мартенсита B19' и содержат малую объемную долю остаточной B2 фазы и/или ромбоэдрической мартенситной фазы. Дифрактограмма образца представлена на рис.1. На дифрактограмме присутствуют все наиболее интенсивные отражения фазы B19'.

МП, в процессе которого формируется фаза B19', протекает при температурах выше 295 К. На рис.2. представлена типичная зависимость электросопротивления в интервалах температур МП для образцов, закаленных от 1073 К. МП B2→B19' и

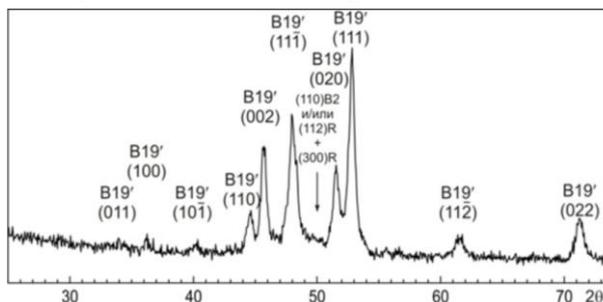


Рисунок 1 - Фрагменты дифрактограмм сплава при 295 К. Со-Ка излучение. Индексы отражений мартенсита B19' по [5]

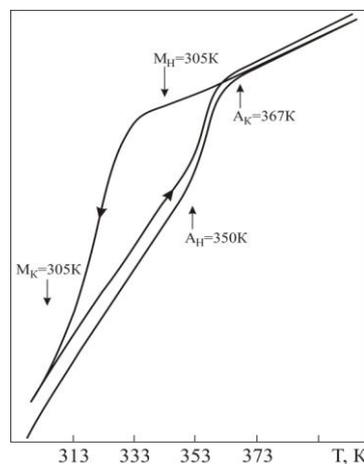


Рисунок 2 - Температурная зависимость электросопротивления образцов сплава  $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$  (ат.%) при охлаждении и нагреве через интервал МП. Закалка от 1073К

МП В19'→В2 протекают в интервалах температур от  $M_H=338K$  до  $M_K=305K$  и от  $A_H=350K$  до  $A_K=367K$ , соответственно. Таким образом, в исследуемом сплаве при охлаждении и нагреве в основном объеме образцов реализуется МП В2↔В19'.

Вид зависимости «напряжение - деформация» при кручении образцов со структурой мартенсита В19' ( $T = 295 K$ ) представлен на рис.3 и имеет квазиупругую стадию деформирования. Площадка псевдотекучести, связанная с переориентацией под действием приложенного внешнего напряжения доменов мартенсита В19', полученного при охлаждении ненагруженных образцов, выражена слабо. Коэффициент упрочнения на этой стадии деформирования (от 2 до 6 %) составляет 1250 МПа. В интервале деформаций от 8 до 15 % наблюдается стадия максимального упрочнения образцов при деформировании, а затем в интервале деформаций от 18 до 28 % коэффициент упрочнения уменьшается.

Характерный вид зависимостей « $\tau$ - $\gamma$ » в циклах «нагрузка до  $\gamma_{max}$  - разгрузка» при 295K и возврата неупругой деформации (формовосстановление при реализации однократного ЭПФ,  $\gamma_{ЭПФ}$ ) в процессе последующего нагрева разгруженных образцов приведен на рис.4а и рис. 4б, соответственно. Остаточная деформация,  $\gamma_r$ , появляется после разгрузки уже при воздействии малых внешних напряжений (в частности, при нагружении до 120 МПа). Большая часть деформации  $\gamma_r$  возвращается при нагреве разгруженных образцов в интервале температур от  $T'_H$  до  $T'_K$ . Внутри температурного интервала формовосстановления возврат неупругой деформации наиболее интенсивно проте-

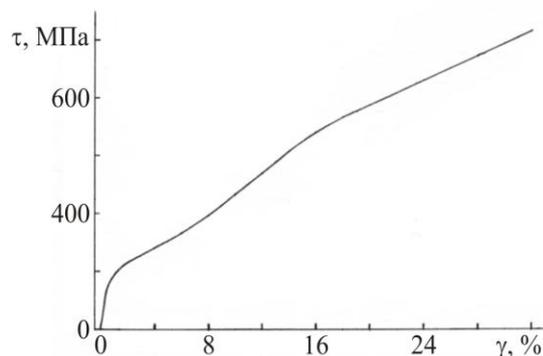


Рисунок 3 - Зависимость «напряжение - деформация» ( $\tau - \gamma$ ) при кручении образцов сплава  $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$  (ат. %), закаленных от 1073 К. Температура испытаний 295 К

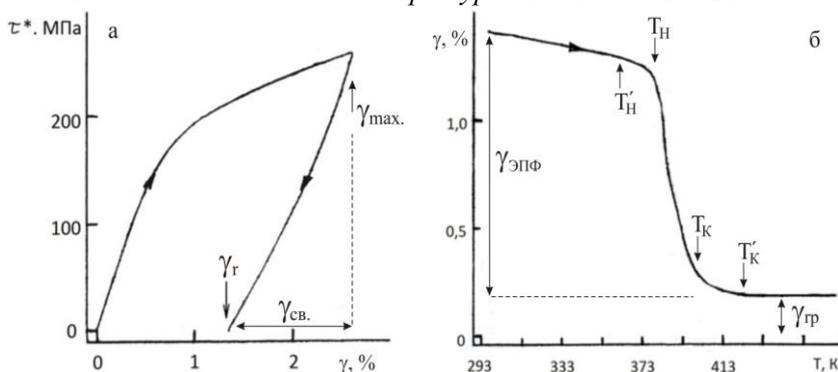


Рисунок 4 - Накопление и возврат деформации в циклах «нагрузка - разгрузка» в процессе кручения образцов при 295К (а) и возврат деформации (однократный ЭПФ) при последующем нагреве разгруженных образцов (б)

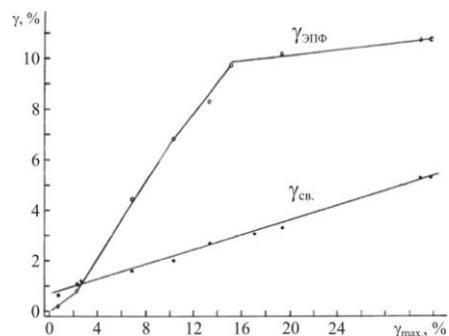


Рисунок 5 - Величина эффекта сверхэластичности ( $\gamma_{св}$ ), и однократного ЭПФ ( $\gamma_{эпф}$ ) в зависимости от максимальной деформации, накопленной в процессах изотермического нагружения образцов при 295 К.

кает при  $T_H < T < T_K$ , рис.4.

Изменения  $\gamma_{св}$  (величина эффекта сверхэластичности),  $\gamma_{ЭПФ}$  (эффект памяти формы), пластической компоненты деформации  $\gamma_{гр}$  и температур формовосстановления в зависимости от величины заданной деформации  $\gamma_{max}$  при изотермическом (295 К) нагружении образцов представлен на рис.5-7. Из рис.5 видно, что возврат деформации в режиме изотермической разгрузки,  $\gamma_{св}$ , линейно растет при увеличении  $\gamma_{max}$  до 32 %. Увеличение внешних напряжений (соответственно, увеличение  $\gamma_{max}$ ), приводящее к увеличению возврата деформации  $\gamma_{св}$  при изотермической разгрузке, обуславливает одновременно и опережающие темпы прироста остаточной деформации  $\gamma_r$  и прироста возврата деформации в процессе формовосстановления при нагреве,  $\gamma_{ЭПФ}$ . В то же время вид зависимости  $\gamma_{ЭПФ}$  от  $\gamma_{max}$  существенно отличается от зависимости  $\gamma_{св}$  от  $\gamma_{max}$ . При увеличении  $\gamma_{max}$  до ~16 % (переход к стадии более слабого деформационного упрочнения, рис.3) прирост  $\gamma_{ЭПФ}$  резко замедляется, и наблюдается тенденция к достижению предельного значения,  $\gamma_{ЭПФ}$ , близкого к ~11%. Величина эффекта сверхэластичности при этом равна 5.3%.

На рис.6 представлена зависимость накопления пластической компоненты,  $\gamma_{гр}$ , при увеличении заданной деформации  $\gamma_{max}$ . Видно, что накопление  $\gamma_{гр}$  начинается практически сразу после воздействия малых деформаций, но темп ее накопления при  $\gamma_{max} \leq 15\%$  сравнительно низок: при  $\gamma_{max} = 15\%$ ,  $\gamma_{гр} = 3\%$ . При этом доля  $\gamma_{гр}$  в составе  $\gamma_{max}$  не превосходит 20%. Темп прироста  $\gamma_{гр}$  резко увеличивается при  $\gamma_{max} > 15\%$ , но соотношение  $\gamma_{гр}/\gamma_{max}$  не превосходит 0,5 даже после деформирования при 295К на 32%.

Пластическая деформация  $\gamma_{гр}$ , наведенная в процессе еформирования при 295 К, приводит к термической стабилизации деформационного мартенсита В19'. Из рис.6 и рис.7 видно, что по мере увеличения  $\gamma_{max}$  (и, соответственно,  $\gamma_{гр}$ ) температурный интервал возврата неупругой деформации при нагреве в целом уширяется. При  $\gamma_{гр}$  до ~3% ( $\gamma_{max} \leq 15\%$ ) температура начала возврата неупругой деформации,  $T'_H$ , повышается, а затем (при  $\gamma_{max} > 15\%$ ) на-

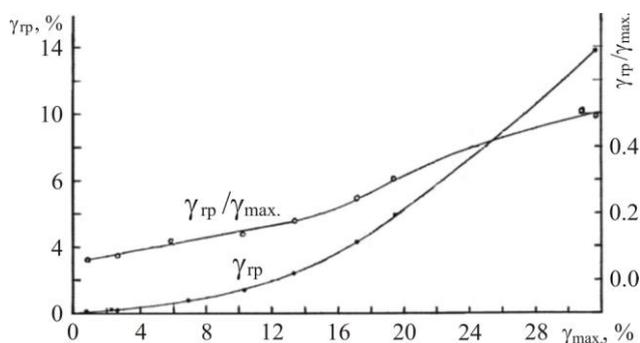


Рисунок 6 - Накопление пластической деформации ( $\gamma_{гр}$ ) и ее доля ( $\gamma_{гр}/\gamma_{max}$ ) в общей деформации  $\gamma_{max}$ , накапливаемой при нагружении образцов при 295К

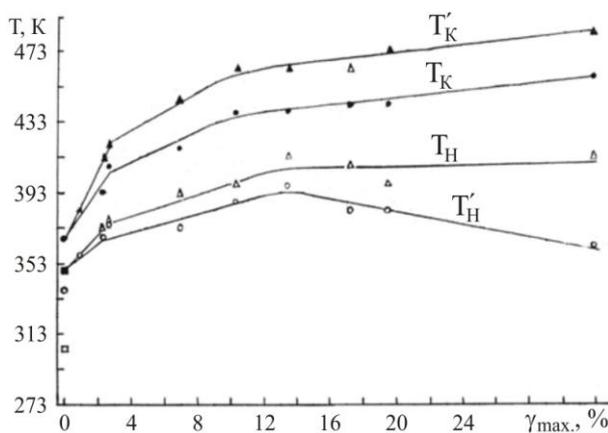


Рисунок 7 - Температурные интервалы формовосстановления при нагреве разгруженных образцов в зависимости от величины деформации  $\gamma_{max}$ , накапливаемой в процессе нагружения при 295 К:  $T'_н$  и  $T'_к$  - температуры начала и завершения формовосстановления;  $T_н$  и  $T_к$  - температуры начала и завершения активной стадии формовосстановления (70-90% общего возврата неупругой деформации)

блюдается ее понижение. В интервале  $T_n' - T_n$  величина возвращаемой неупругой деформации не превосходит 0,05 от общей величины  $\gamma_{ЭПФ}$ . Уширение температурного интервала активного формовосстановления,  $T_n - T_k$ , происходит в основном при  $\gamma_{\max} \leq 15\%$  (соответствующие  $\gamma_{гр} \leq 3\%$ ), а затем ширина этого интервала температур увеличивается менее интенсивно. Аналогично изменяется ширина стадии слабого возврата неупругой деформации,  $T_k - T_k'$ , вблизи температуры завершения формовосстановления, рис.7. Таким образом, при увеличении накопленной пластической деформации  $\gamma_{гр}$  до 16% температуры начала и завершения формовосстановления повышаются до 410 К и 450 К от 350 К и 367 К (в исходных ненагруженных образцах), соответственно.

#### **Заключение**

Показано, что в никелиде титана при увеличении деформации, заданной в процессе изотермического нагружения образцов с исходной структурой моноклинного мартенсита В19' при 295К, до 32% величина эффекта сверхэластичности (обратно возвращаемая неупругая деформация при последующей разгрузке) достигает 5.3%. Одновременно с этим величина ЭПФ, реализующегося при нагреве разгруженных образцов, достигает 10.8% и равна кристаллографическому ресурсу неупругой деформации при МП В19'→В2, а температуры начала и завершения формовосстановления повышаются от 350К и 367К (в исходных образцах) до 410К и 450К (при заданной деформации 32%).

#### **Список литературы**

1. Burkart M.W., Read T.A. Diffusionless Phase Change in the Indium-Thallium System. // J. Metals. 1953. V.II. P.1516-1524.
2. Купорев А.Л., Хандрос Л.Г. Упругое двойникование в  $\gamma'$ -фазе Cu-Al-Ni сплава. // ФММ. 1971. Т.32. №6. С.1322-1326.
3. Хачин В.Н. Мартенситная неупругость сплавов. // Изв. вузов. Физика. 1985. №5. С.88-103.

### **ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ИЗ ВЫСОКОПРОЧНОГО СПЛАВА ВТ-6**

*О.К. КИЧУТКИНА<sup>1</sup>, Е.Е. ДЕРЮГИН<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Описание связи механического состояния материала в зоне предразрушения является одной из актуальных проблем в механике деформируемого твердого тела. Корректный анализ физических механизмов пластической деформации и упрочнения при вязком разрушении материала (на стадии формирования шейки) требует определения зависимости «напряжение-деформация», соответствующей реакции материала в локальной области шейки, где пластическая деформация развивается с наибольшей скоростью и материал доводится до разрушения. Как показывает опыт [1-3], максимальное значение степени пластической деформации и критическое состояние материала достигается в зоне минимального сечения плоского образца.

В данной работе применена новая методика расшифровки диаграмм нагружения для образцов из высокопрочного сплава ВТ-6, который имеет субмикроструктурную структуру, полученной по технологии интенсивной пластической деформации. Испытания проводили путём одноосного нагружения плоских образцов.

Известно, что качественный вид диаграммы «нагрузка- смещение» зависит от характера локализации пластической деформации в процессе нагружения. В связи с этим, в данной работе помимо испытаний образцов без концентраторов напряжений испытывали образцы с искусственными концентраторами напряжений в виде вырезов, нанесённых на края образца (рис.1).

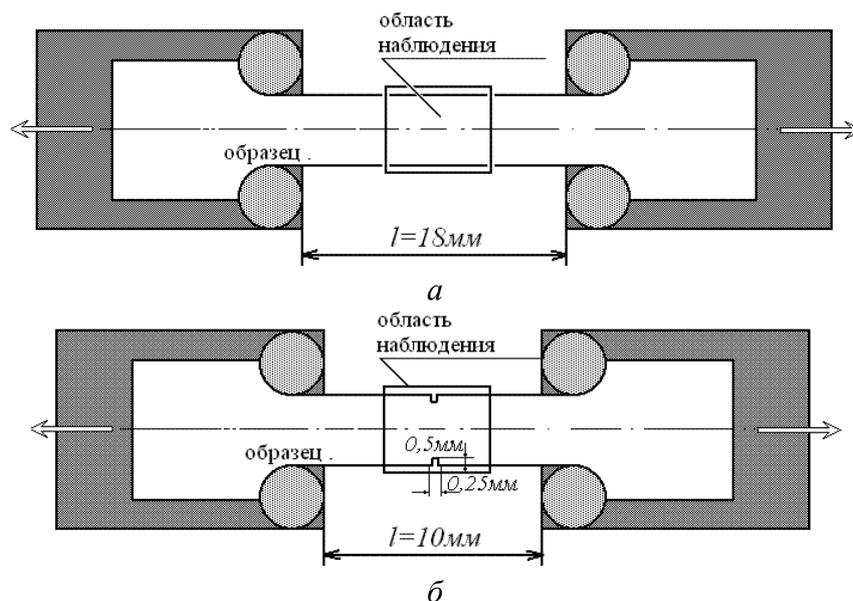


Рисунок 1- схема испытания на растяжение образцов без концентраторов (а) и с концентраторами напряжений (б)

Характерной особенностью материалов с субмикроструктурной структурой является сильная локализация пластической деформации, развивающаяся практически с самого начала макропластического течения. При расшифровке экспериментальных кривых растяжения  $\sigma$ – $\epsilon$  плоских образцов ВТ-6 применена методика определения максимальной степени пластической деформации в локальной зоне с использованием возможностей оптико-телевизионной системы TOMSC. Данный метод позволил осуществить корректный переход от экспериментальной диаграммы «нагрузка-удлинение» к зависимости «напряжение-деформация», характеризующей изменение механического состояния материала в области локализации пластической деформации.

В экспериментах, как правило, в определённом масштабе записывается график зависимости между растягивающей нагрузкой  $F$  и удлинением образца  $\Delta l$ . Данную первичную диаграмму нагружения обычно перестраивают в условную диаграмму «напряжение-деформация»: напряжение  $\sigma$  получают делением значений растягивающей силы  $F$  на первоначальную площадь поперечного сечения образца  $S_0$  ( $\sigma_{\text{усл}} = F/S_0$ ), а деформацию – делением удлинения  $\Delta l$  на первоначальную рабочую длину образца  $l_0$  ( $\epsilon_{\text{усл}} = \Delta l/l_0$ ). Зависимость «напряжение-деформация» в таком случае качественно не будет отличаться от машинной кривой «нагрузка-удлинение».

На рис. 2, кривая 1 представляет условную кривую «напряжение-деформация» субмикроструктурного сплава ВТ-6 без концентратора напряжения.

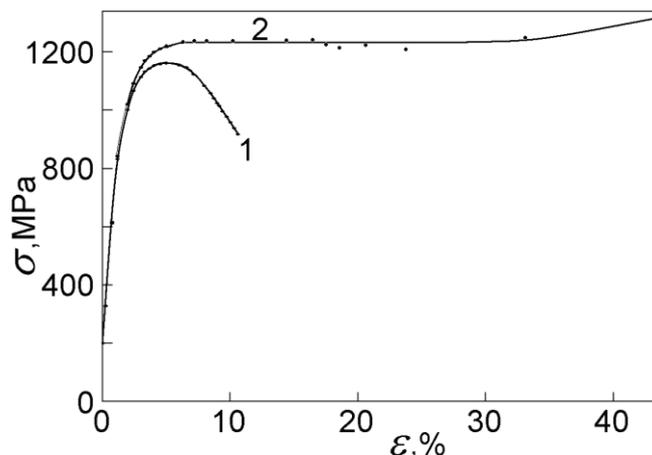


Рисунок 2- кривые  $\sigma$ - $\varepsilon$  для СМК высокопрочного сплава ВТ-6 без концентраторов напряжений, рассчитанные без учёта (1) и с учётом изменения сечения образца в зоне формирования шейки (2)

Ниже описан использованный нами способ измерения локальной степени пластической деформации для образцов ВТ-6 без концентраторов и с концентраторами.

В ходе пластической деформации образцов без концентраторов напряжения на контурах фиксируются довольно устойчивые неровности, которые играют роль естественных отметок. По смещениям двух близко расположенных отметок друг относительно друга в области минимального сечения образца определяли среднюю степень пластической деформации (рис. 3).

Из условия постоянства объема при пластической деформации в зоне минимального поперечного сечения образца получили следующее уравнения для расчёта напряжения:

$$\sigma = F(1 + \varepsilon_{\text{эксп}})/S_0. \quad (1)$$

На рис. 2 кривая 2 представляет собой диаграмму «напряжение-деформация», рассчитанную по формуле (1). Сравнение с условной диаграммой нагружения (кривая 1) обнаруживает следующие отличия:

1. С момента достижения предела прочности образца напряжение в минимальном сечении не испытывает значительного деформационного упрочнения до момента разрушения.
2. На кривой нагружения отсутствует стадия падающего напряжения. Пластическая деформация в зоне минимального сечения достигает значения, которое на порядок превышает измеренное до момента достижения предела прочности образца (48%, по сравнению с 5%).

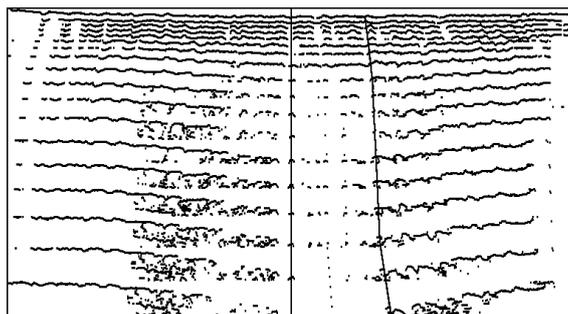


Рисунок 3 - определение смещений по траекториям отметок на контурах образца

В случае образца с концентраторами напряжения локальную степень пластической деформации оценивали по смещениям крайних точек выреза (рис.4).

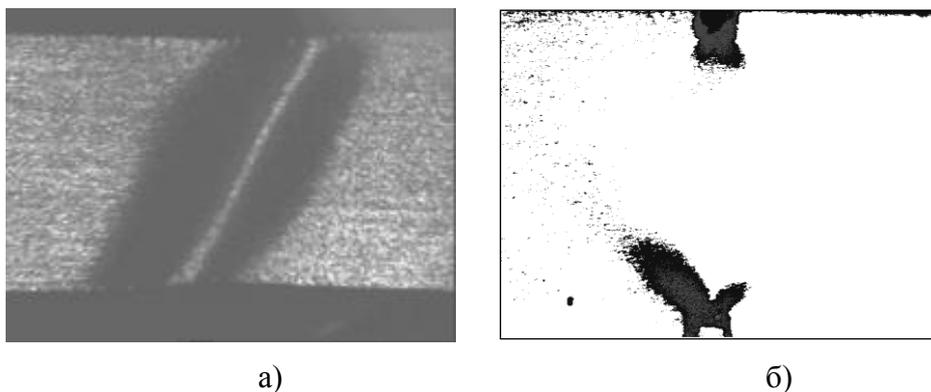


Рисунок 4- образец субмикроструктурного сплава ВТ-6: а) без концентраторов напряжения - полоса локализованной деформации (ПЛД), б) с концентраторами напряжений перед разрушением

Кривая 1 на рис. 5 представляет собой условную диаграмму «напряжение-деформация» для образца с вырезами, а кривая 2 – диаграмму, рассчитанную по уравнению (1).

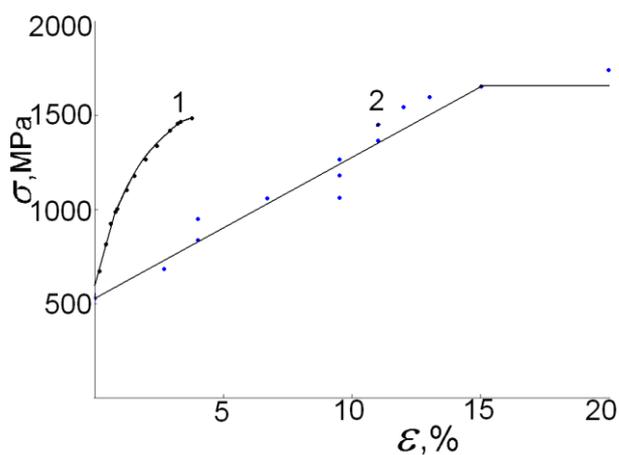


Рисунок 5 - кривые  $\sigma$ - $\epsilon$  для СМК высокопрочного сплава ВТ-6 с концентраторами напряжений, рассчитанные без учёта (1) и с учётом локализации деформации возле концентраторов напряжения (2)

Видно, что кривая 2 существенно, и качественно, и количественно, отличается от кривой 1, а именно:

1. Наблюдается в среднем линейный закон накопления пластической деформации. Стадия практически линейного деформационного упрочнения завершается выходом на определённый уровень, после чего быстро наступает разрушение образца. На условной диаграмме линейная зависимость наблюдается только до уровня 1000 МПа;
2. Значение деформационного упрочнения (наклон кривой зависимости  $\sigma$ – $\epsilon$ ) в 4 раза ниже, чем полученные по условным кривым  $\sigma$ – $\epsilon$ .
3. Максимальная степень пластической деформации до разрушения составляет чуть больше 20% по сравнению с 3%, которые получаются при усреднении по всей рабочей части образца;
4. Напряжение разрушения составляет 1700 МПа, что на 200 МПа больше, чем максимальное напряжение разрушения, рассчитанное согласно условным кривым нагружения.

Сравнение кривых на рис. 5 с кривыми  $\sigma$ – $\epsilon$  для образцов без вырезов (рис. 2) указывает как на общие закономерности, так и на отличия в качественном и количественном изменении характеристик диаграмм  $\sigma$ – $\epsilon$  при переходе от условных к «истинным» кривым нагружения.

Общим является то, что локальная степень пластической деформации в несколько раз превышает усреднённое значение по всей рабочей части образца.

Отличия обусловлены многими причинами. Основной причиной является то, что исходные заготовки материала, полученного методом интенсивной пластической деформации неоднородны по структуре. В связи с этим, образцы, вырезанные из разных объёмов заготовки, будут обнаруживать разные механические свойства. По-видимому, этим вызвано отличие значений предела прочности, а также величины пластической деформации перед разрушением. Это согласуется с тезисом, что чем выше свойства, тем меньше пластичность материала.

Характер локализации деформации определяет закономерности деформационного упрочнения. В случае образцов без надрезов макролокализация пластической деформации начинается в момент достижения предела прочности. Поэтому до этого момента и нет существенных отличий кривых 1 и 2 на рис. 2, так как пластическое течение охватывает практически весь рабочий объём образца от одной головки до другой. В образцах с надрезом с самого начала макропластическое течение развивается в локальном объёме в окрестности концентратора напряжения (рис. 4), который существенно меньше, чем объём между головками плоского образца, который учитывается при построении условных диаграмм нагружения.

Для выяснения остальных отличий полученной информации недостаточно. Требуются дополнительные исследования структуры и другие способы испытания материала ВТ-6 в субмикроструктурном состоянии.

#### **Список литературы**

1. Гусев М.Н., Осипов И.С. Особенности деформационно-пластического поведения металлов и сплавов, облучённых нейтронами в реакторах ВВР-К и БН-350 // Вестник Удмуртского университета. Физика. 2007. №4. С.104-112.
2. Полетика Т.М., Пшеничников А.П. Нелинейный характер макролокализации деформации в ГПУ-сплавах циркония // ЖТФ. 2009. Т.79. Вып. 3. С. 54-58.

3. Деревягина Л.С., Панин В.Е., Гордиенко А. Самоорганизация пластических сдвигов в макрополосах локализованной деформации в шейке высокопрочных поликристаллов и ее роль в разрушении материалов // Физическая мезомеханика. – Т.10, №4. 2007. С. 59-71.

## АНАЛИЗ ДИАГРАММ НАГРУЖЕНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ С УЧЕТОМ ЛОКАЛИЗАЦИИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПЕРЕД РАЗРУШЕНИЕМ

*Е.Е. ДЕРЮГИН, М.С. СУХОМЛИНОВА<sup>1</sup>, Б.И. СУВОРОВ*

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, dee@ispms.tsc.ru

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Диаграммы нагружения Al + 3% Mg и Al + 10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> при испытании на жесткой испытательной машине имеют пилообразный вид, обусловленный эффектом прерывистой текучести (эффектом Портевена-ле-Шателье). В процессе нагружения таких материалов периодически происходят срывы внешнего напряжения. Каждый скачок внешнего напряжения обусловлен спонтанным образованием в поперечном сечении образца макрополосы локализованного сдвига (ПЛС) [1-3].

В данной работе при расшифровке экспериментальной кривой «нагрузка-удлинение» плоского образца при растяжении применена методика определения напряжения и максимальной степени пластической деформации в зоне формирования шейки с использованием возможностей оптико-телевизионной системы TOMSC. Данный метод позволил осуществить корректный переход от экспериментальной диаграммы «нагрузка-удлинение» образца к зависимости «напряжение-деформация», характеризующей изменение механического состояния материала в локальной области шейки, где процесс накопления пластической деформации протекает с максимальной скоростью.

Плоские образцы Al + 3%Mg имели форму двойной лопаточки с рабочей длиной 18, шириной 4, толщиной 1,5 и радиусом перехода к рабочей длине образца 2 мм. Перед испытанием прокатанные образцы Al + 3%Mg отжигали при температуре  $T = 450^{\circ}\text{C}$  в течение 2 ч, затем охлаждали с печью до комнатной температуры. Размер зёрен  $d$  составлял 30-40 мкм. Образцы Al + 10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> так же имели рабочую длину 18, ширину 3,82, толщину 1,63 и радиус перехода к рабочей длине образца 2 мм. Образцы отжигали при температуре  $T = 550^{\circ}\text{C}$  в течение 2 ч, затем охлаждали с печью до комнатной температуры. Размер зёрен  $d$  составлял 30-40 мкм. Растяжение проводили на установке типа ИМАШ-20-78 при комнатной температуре со скоростью движения захватов в ненагруженном состоянии  $v_0 = 1,5$  мкм/с для Al + 10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и со скоростью  $v_0 = 0,75$  мкм/с для Al + 3%Mg.

Экспериментально полученный график зависимости между растягивающей нагрузкой  $F$  и удлинением образца  $\Delta l$  сначала перестраивали в условную диаграмму «напряжение-деформация»: напряжение  $\sigma$  получали делением значений растягивающей силы  $F$  на первоначальную площадь поперечного сечения образца  $S_0$  ( $\sigma_{\text{усл}} = F/S_0$ , а деформацию – делением удлинения  $\Delta l$  на первоначальную рабочую длину образца  $l_0$  ( $\epsilon_{\text{усл}} = \Delta l/l_0$ ). Зависимость «напряжение-деформация» в таком случае качественно не отличается от машинной кривой «нагрузка-удлинение».

Для фундаментальных исследований, преследующих цель определения действительных механических свойств материала при заданных условиях нагружения, важно как можно точнее описать истинную диаграмму «напряжение-деформация», соответствующую реакции материала в зоне формирования шейки, где материал испытывает все стадии деформационного упрочнения и доводится до разрушения. В первом приближении при расчёте напряжения течения учитывают, прежде всего, уменьшение поперечного сечения в процессе нагружения материала, предполагая, что образец в рабочей части деформируется однородно. При этом текущее значение поперечного сечения образца  $S^*$ , как правило, определяют из условия постоянства объёма  $V_0 = S_0 l_0 = \text{const}$  при пластическом формоизменении материала. Если относительное увеличение длины рабочей части образца в произвольный момент времени равно  $\varepsilon_{\text{усл}} = \Delta l / l_0$ , то при  $V_0 = \text{const}$  выполняется равенство  $S_0 l_0 = S l_0 (1 + \varepsilon_{\text{усл}})$ , или

$$S = S_0 / (1 + \varepsilon_{\text{усл}}). \quad (1)$$

Изменённое напряжение течения  $\sigma^*$  тогда будет равно

$$\sigma^* = F(1 + \varepsilon^p) / S_0. \quad (2)$$

Из уравнения (2) следует, что кривая  $\sigma^* - \varepsilon_{\text{усл}}$  всегда будет лежать выше условной диаграммы нагружения  $\sigma^* - \varepsilon_{\text{усл}}$ . С увеличением пластической деформации разница  $\sigma^* - \sigma$  растёт.

Такой подход правомерен для материалов, не проявляющих эффекты прерывистой текучести, диаграммы нагружения у которых имеют вид гладких кривых. В случае пилообразных кривых проводили кропотливый расчёт напряжений по формуле (2) для множества точек, соответствующих пикам и минимумам на условной диаграмме нагружения. При этом значения  $\varepsilon^p$  сначала брали по данным условной кривой 1 до величины, соответствующей максимуму нагрузки. Далее при расчёте напряжения в уравнение (2) подставляли значение  $\varepsilon^p$ , соответствующее степени пластической деформации в локальной зоне формирования шейки. Для этого измеряли сечение образца в ходе нагружения по минимальным значениям ширины и толщины образца, используя компьютерные изображения лицевой и боковой поверхности образца, фиксируемым через каждые 3 с. Так с определённой точностью вычислили изменение минимального сечения плоского образца в процессе растяжения до его разрушения, следовательно, и среднее напряжение в данном сечении.

С другой стороны, по смещениям неровностей контуров, или по специально нанесённым отметкам в зоне минимального сечения, определяли среднюю степень пластической деформации в минимальном сечении образца.

Диаграммы «напряжение-деформация» для материалов Al + 3% Mg и Al + 10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в зоне формирования шейки представляют кривая 3 на рис. 1 и кривая 2 на рис. 2 соответственно. Видно, что на этих диаграммах отсутствует стадия падающего напряжения. На заключительном этапе предразрушения накопление пластической деформации в шейке не успевает компенсировать рост напряжения, вызванный этим уменьшением сечения, и падения напряжения не наблюдается.

Сравнение данных кривых показывает, что в общем случае на диаграммах наблюдаются 4 стадии:

- резкий предел и «площадка» текучести для (Al + 3% Mg);
- практически линейная стадия высокого деформационного упрочнения;
- стадия параболического упрочнения;

- стадия падающего внешнего приложенного напряжения.

Сравнение «истинных» диаграмм нагружения данных сплавов обнаруживает следующие качественные отличия:

У композита  $Al + 10\%Al_2O_3$  не наблюдается резко выраженного предела и площадки текучести. Развитие четко выраженных макрополос локализованного сдвига наблюдается только при существенных степенях макропластических деформаций.

В данном материале на стадии падающего напряжения эффект прерывистой текучести пропадает, образец разрушается квазивязко, в то время как у сплава  $Al + 3\% Mg$  эффект прерывистой текучести проявляется в плоть до разрушения.

Для обоих образцов максимальное значение напряжения в зоне шейки отличается от условного на 50%.

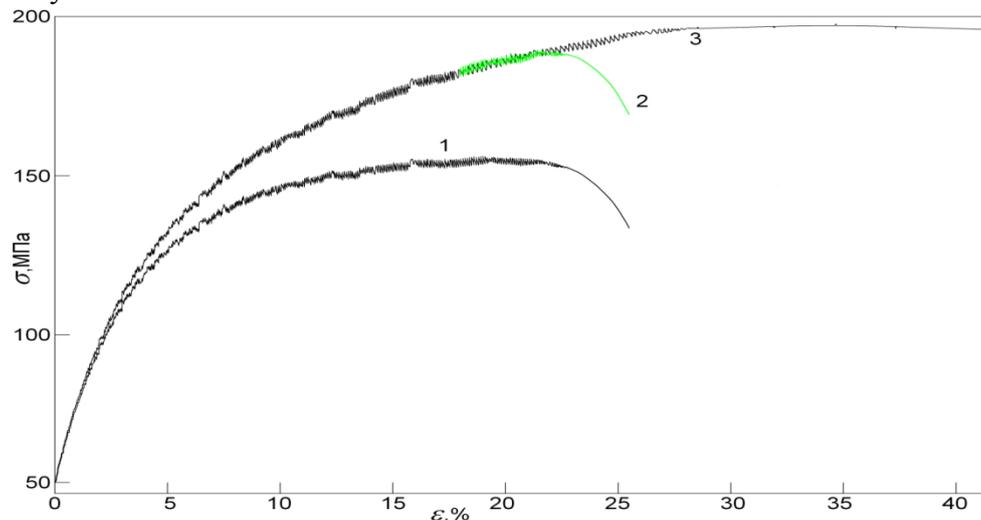


Рисунок 1 - Кривые «напряжение-деформация» композита  $Al + 10\%Al_2O_3$ , рассчитанные без учета(1) и с учетом изменения сечения образца: в среднем по образцу(2) и в зоне формирования шейки(3)

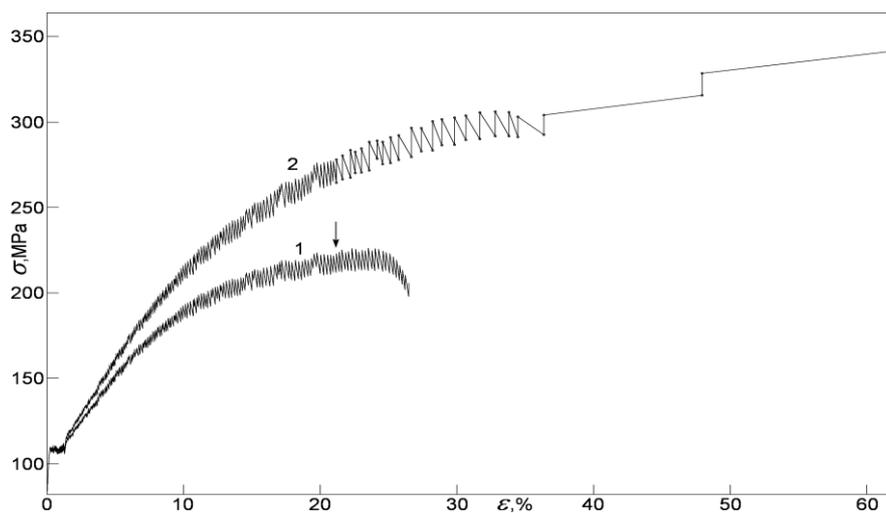


Рисунок 2 - Диаграммы «напряжение-деформация» сплава  $Al + 3\%Mg$  рассчитанные с учетом изменения сечения образца: в среднем по образцу(1) и в зоне формирования шейки (2)

Перестройка диаграммы нагружения для участка образца в зоне будущего разрушения (в минимальном сечении рабочей части образца), как и следовало ожидать, существенно изменила качественные и количественные характеристики кривой « $\sigma$ – $\varepsilon$ ». Результат для композита Al + 10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> представлен кривой 3 на рис. 1. Видно, что предел прочности материала в момент разрушения ( $\approx 200$  МПа) более чем на 50% превосходит  $\sigma_{\max}$  на условной диаграмме нагружения. Измерения пластической деформации в локальной зоне будущего разрушения позволили определить степень пластической деформации материала на стадии предразрушения  $\varepsilon^p \approx 42\%$ . Это почти в 2 раза больше, чем по инженерной оценке пластичности, соответствующей достижению временного сопротивления прочности ( $\varepsilon^p \approx 27\%$ ). Для сплава Al + 3%Mg эти значения также изменились (рис. 2 кривая 2). Предел прочности материала в момент разрушения составил  $\approx 350$  МПа, а степень пластической деформации материала на стадии предразрушения  $\varepsilon^p \approx 62\%$ , что в 3 раза больше, чем по инженерной оценке пластичности.

На уточнённых диаграммах отсутствует стадия падающего напряжения. Образцы испытывают деформационное упрочнение вплоть до момента разрушения. Материал Al + 10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> упрочняется до определённого уровня  $\sigma_b \approx 200$  МПа. Дальнейшее накопление пластической деформации происходит без увеличения напряжения в сечении образца. Упрочнённый до предела материал не проявляет способности к прерывистой текучести. В отличие от него сплав Al + 3% Mg продолжает упрочняться вплоть до разрушения, не теряя способности к прерывистой текучести. Прерывистость обусловлена последовательным зарождением макрополос локализованной деформации (ПЛД) по сопряженным направлениям максимальных скалывающихся напряжений в шейке, формирующейся на стадии предразрушения материала. Разрушение происходит в результате возникновения трещины в момент очередного зарождения (ПЛД).

Анализ кривых нагружения сплава Al + 3% Mg показал, что несмотря на явно выраженную площадку текучести, «зуба» текучести в данном сплаве не наблюдается. Резко выраженный предел текучести обусловлен эффектом Портевена-Ле Шателье, возникающем при вполне определённом внешнем напряжении ( $\sigma_0 \approx 110$  МПа). Анализ полей векторов смещений показал, что на площадке прерывистая текучесть обусловлена эффектом скачкообразного распространения полосы локализованного сдвига от захвата к захвату вдоль рабочей части образца, подобно распространению полосы Людерса в малоуглеродистой стали. Однако в последнем случае происходит не последовательное перемещение процесса зарождения полос локализованного сдвига, а непрерывное распространение фронта полосы Людерса.

В сплаве Al + 10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> эффекта резкого предела текучести не наблюдается. По-видимому, это обусловлено присутствием твёрдых частиц Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, являющихся концентраторами в широком интервале напряжений.

Проведённые исследования показали, что в общем случае в сплавах с эффектом прерывистой текучести развитие пластической деформации происходит по четырём стадиям:

Первая стадия – начало действия и последовательное распространение механизма прерывистой текучести вдоль рабочей части образца. Аналогом данной стадии служит распространение полосы Людерса в сплавах на стадии лёгкого скольжения.

Вторая стадия – стадия линейного упрочнения.

Третья стадия – стадия параболического упрочнения.

Четвёртая стадия – стадия накопления пластической деформации без деформационного упрочнения вплоть до разрушения.

В сплаве Al + 3% Mg наблюдаются первые три, а в композите Al + 10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – последние три стадии.

*Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований № 10-08-001182.*

#### **Список литературы**

1. Криштал М.М. Взаимосвязь неустойчивости и неоднородности пластической деформации: Дис. на соиск. уч. ст. доктора физ.-мат. наук. – Тольятти (2003) 330с.
2. Дерюгин Е.Е., Панин В.Е., Шмаудер З., Стороженко И.В. Эффекты локализации деформации в композитах на основе Al с включениями Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // Физическая мезомеханика 4 №3(2001) 35-47.
3. Deryugin Ye.Ye., Panin V.E., Shmauder S. and Sopra E. The effects of macrolocalization of deformation in Al-based composites with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> inclusions // Fatigue Fract Engng Mater Struct, 26 (2003) 295-304.

### **СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ТЕРМОСТАБИЛЬНОСТЬ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО ТИТАНА VT1-0, ПОЛУЧЕННОГО АВС- ПРЕССОВАНИЕМ И ПРОКАТКОЙ**

*А.А. ЧАБАНЕЦ<sup>1</sup>, А.Ю.ЕРОШЕНКО<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

<sup>2</sup> Учреждение Российской академии наук Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН,

E-mail: chaa@sibmail.com

Развитие современной техники предъявляет все более возрастающие требования к качеству конструкционных материалов. Традиционные методы обработки металлов во многом не способны обеспечить требуемый уровень прочностных свойств. В связи с этим весьма перспективным направлением материаловедения является формирование ультрамелкозернистого и наноструктурного состояний в металлах методами интенсивной пластической деформации [1]. Ультрамелкозернистые (наноструктурные и субмикроструктурные) металлы имеют ряд особенностей, связанных с малым размером зерна, преимущественно большеугловыми границами и существованием высоких внутренних напряжений, вызванных большой плотностью дефектов внутри зерен и на границах.

Многочисленными исследованиями последних лет [2,3] показано, что измельчение зерен способствует увеличению твердости и прочности металлических материалов. Поэтому ожидается, что ультрамелкозернистые (наноструктурные и субмикроструктурные) материалы должны обладать наиболее высокими механическими свойствами по сравнению с крупнозернистыми.

В данной работе представлены результаты исследования особенностей микроструктуры и механических свойств титана, сформированного в результате воздействия интенсивной пластической деформации, включающей комбинированный метод абс-прессования и последующую многоходовую прокатку. Проведено исследование термостабильности микроструктуры и механических свойств ультрамелкозернистого титана

В качестве объекта исследований был выбран технически чистый титан марки ВТ1-0. В работе для получения ультрамелкозернистого (субмикроструктурного) состояния в титане применяли метод интенсивной пластической деформации, состоящий из многократного абс-прессования и многоходовой прокатки. Абс-прессование с поворотом оси деформации на  $90^\circ$  проводили со скоростью  $10^{-2}$ - $10^{-1}$  с $^{-1}$  при последовательном понижении температуры в интервале 500–400°C [2]. Каждый цикл при заданной температуре включал однократное трехкратное прессование. На этапе абс-прессования суммарная деформация составляла 2,12 (три прессования) и 6,12 (девять прессований). Полученные заготовки после абс-прессования деформировали прокаткой в ручьевых валках при комнатной температуре до 75%. После прокатки получали заготовки титана в виде прутков размерами (6×6×500) мм. Для увеличения пластичности титана после прокатки заготовки подвергали отжигу при 300°C в течение 1 часа.

Микроструктура титана в исходном состоянии представлена на рис.1а. Средний размер зерна составил 15 мкм. Электронно-микроскопические исследования показали, что после интенсивной пластической деформации, включающей трехцикловое абс-прессование ( $\epsilon=2,12$ ) и прокатку, в заготовках титана формируется зеренно-субзеренная структура (рис. 1б). Явно видимые границы зерен часто отсутствуют. В структуре наблюдаются как фрагменты и субзерна, так и уже сформировавшиеся зерна. Структура по объему заготовки титана при  $\epsilon=2,12$  неоднородна. В продольном сечении микроструктура представлена вытянутыми фрагментами (субзернами) со степенью неравноосности  $\sim 2,5$ . В поперечном сечении микроструктура более однородна (рис.1.б). Средний размер структурных элементов в продольном сечении составляет 0,4 мкм, а в поперечном – 0,16 мкм. Данное структурное состояние соответствует субмикроструктурному (ультрамелкозернистому) состоянию.

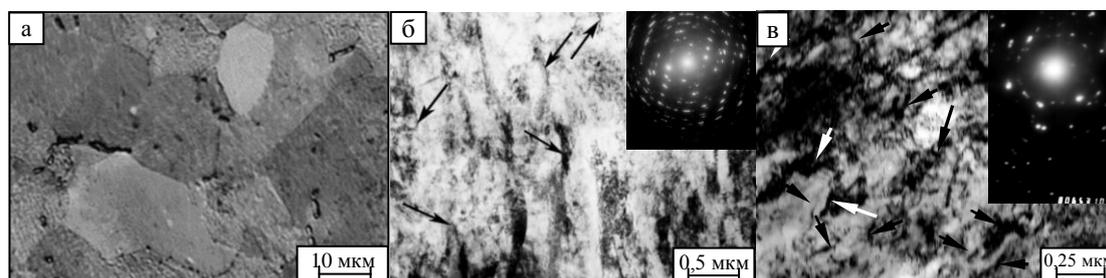


Рисунок 1 - Микроструктура титана: а – оптическое изображение микроструктуры в исходном состоянии; б, в – электронно-микроскопическое светлопольное изображение микроструктуры с соответствующей микродифракцией после абс-прессования и прокатки в поперечном сечении  $\epsilon=2,12$  (б) и  $\epsilon=6,12$  (в). Стрелками обозначены экстинкционные контура

На рис. 1в приведены характерные изображения микроструктуры для поперечного сечения заготовки титана, сформированной при суммарной деформации  $\epsilon=6,12$ . Средний размер элементов структуры уменьшается до 0,2 мкм. Присутствие большого количества изгибных экстинкционных контуров на светлопольных изображениях свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений. Следует отметить, увеличение числа циклов прессования с трех до девяти позволяет сформировать более однородную субмикроструктурную структуру после прокатки. Это, в свою очередь, обеспечивает однородность физико-механических свойств по заготовке.

По электронно-микроскопическим изображениям были измерены: ширина экстинкционных контуров и расстояние между ними для образцов титана с накопленной деформацией 2,12 и 6,12. Результаты измерений среднего размера структурного элемента, средней ширины и среднего расстояния между изгибными экстинкционными контурами представлены в таблице 1. Результаты показывают, что с увеличением накопленной деформации от  $\epsilon=2,12$  до  $\epsilon=6,12$  в продольном сечении уменьшаются: размер структурных элементов, ширина контуров и расстояние между экстинкционными контурами. Отметим, что для образцов титана деформированных при  $\epsilon=2,12$  в поперечном сечении средние значения размера структурных элементов, ширины экстинкционных контуров и расстояния между ними уменьшаются по сравнению с аналогичными значениями для продольного сечения.

*Таблица 1 - Размеры структурных элементов, ширины и расстояния между экстинкционными контурами*

Абс-прессование с последующей прокаткой	Средний размер структурных элементов, мкм	Средняя ширина изгибного экстинкционного контура, мкм	Среднее расстояние между экстинкционными контурами, мкм
$\epsilon=2,12$ , продольное сечение	0,4	0,044	0,3
$\epsilon=2,12$ , поперечное сечение	0,16	0,021	0,073
$\epsilon=6,12$ , продольное сечение	0,2	0,011	0,075

В работе проведена оценка величины внутренних остаточных дальнедействующих полей напряжений в титане, возникающих в результате интенсивной пластической деформации. Измерения напряжений заключались в определении компонент тензора кривизны кручения кристаллической решетки. Методика измерения горизонтальной составляющей кривизны сводится к измерению ширины экстинкционного контура вдоль вектора действующего отражения [4].

$$\sigma = 0,5 \cdot E \cdot t \cdot (\Delta\gamma / \Delta l),$$

где  $(\Delta\gamma / \Delta l)$  – кривизна кристаллической решетки,  $E$  – модуль Юнга,  $t$  – толщина фольги.

Результатами измерений внутренних напряжений в субмикроструктурном титане показали, что значения напряжений в единицах модуля упругости составили  $\approx 0,1E$ , что не превышает 50 МПа.

Для изучения термостабильности микроструктуры и механических свойств и в работе использовали образцы в субмикроструктурном состоянии, полученные абс-прессованием при  $\epsilon=6,12$  с прокаткой. Образцы субмикроструктурного титана отжигали при температурах 350-900°C в течение одного часа. Заданный температурный интервал отжигов позволил получить титан в различных структурных состояниях с размером элементов зеренно-субзеренной структуры в интервале 0,2-30 мкм.

В работе построена зависимость размера структурных элементов и механических свойств титана от температуры отжигов (рис.2). Видно, что по мере увеличения температуры отжига имеет место рост среднего размера элементов структуры, а микротвердость образцов титана падает, что связано с релаксационными процессами, сопровождающимися снижением внутренних напряжений, и ростом зерна в результате рекристаллизационных процессов.

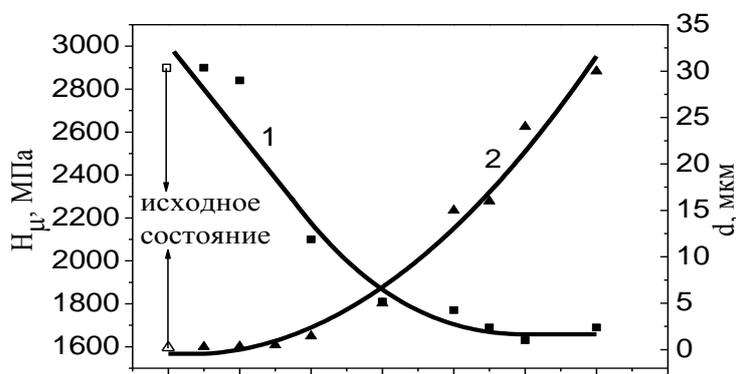


Рисунок 2 - Зависимость микротвердости (1) и размера структурных элементов (2) титана от температуры отжига

В качестве характеристики механических свойств была выбрана микротвердость. Отжиг при температуре 350°C не приводит к существенному изменению уровня микротвердости по сравнению с исходным состоянием (2900 МПа). Заметное уменьшение микротвердости до 2100 МПа происходит при температуре 500°C, что по-видимому, обусловлено уменьшением внутренних напряжений при 350°C.

Таким образом, в работе оптимизированы технологические режимы получения заготовок ультрамелкозернистого титана в виде прутков комбинированным методом абс-прессования и последующей многоходовой прокаткой и низкотемпературным отжигом. Построена температурная зависимость среднего размера элементов структуры (фрагменты, субзерна и зерна) и механических свойств от температуры отжига ультрамелкозернистого титана. Определен верхний порог (350°C) термической стабильности для механических свойств заготовок ультрамелкозернистого титана, полученных комбинированным методом абс-прессования и прокаткой.

#### Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398с.

2. Ерошенко А.Ю., Шаркеев Ю.П., Толмачев А.И., Коробицин Г.П., Данилов В.А., Структура и свойства объемного ультрамелкозернистого титана, полученного абс-прессованием и прокаткой // Перспективные материалы. – 2009. – Спец. выпуск. №7. – С. 107-112.
3. Козлов Э.В., Жданов А.Н., Конева Н.А. Барьерное торможение дислокаций. Проблема Холла-Петча // Физическая мезомеханика. - 2006. - Т. 9.-№3.-С. 81-92.
4. Конева Н.А., Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Лыгачин Д.В., Дальнедействующие поля напряжений, кривизна-кручение кристаллической решетки и стадии пластической деформации. Методы измерений и результаты.// Новые методы в физике и механике деформируемого твердого тела. – Томск: ТГУ, - 1990. – С. 89-93.

## **Секция 2**

# **Поверхностное упрочнение и защитные покрытия**



## ПОВЫШЕНИЕ УСТАЛОСТНОЙ ПРОЧНОСТИ СТАЛИ 12Х1МФ НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕМ ПОВЕРХНОСТИ ИОННЫМ ПУЧКОМ $Zr^+$

<sup>1</sup> И.В. ВЛАСОВ, <sup>1,2</sup> С.В. ПАНИН, <sup>2</sup> В.П. СЕРГЕЕВ

<sup>1</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

### 1. Введение

подавляющее большинство изделий и деталей машин при эксплуатации испытывает воздействие переменных нагрузок, что может являться причиной их усталостного разрушения. По этой причине усталостное разрушение сохраняет актуальность и содержит ряд нерешенных научных и практических задач [1].

Целью настоящей работы являлось исследование влияния наноструктурирования поверхности теплостойкой стали 12Х1МФ ионами  $Zr^+$  на повышение усталостной прочности.

### 2. Материал и методика эксперимента

Сталь 12Х1МФ является теплостойкой и предназначена для изготовления деталей, работающих при температурах 540-580°C, в частности труб паропроводов. Из фрагмента стальной трубы были вырезаны плоские образцы размером 70×50×10 мм. В качестве концентратора напряжения изготавливали отверстие диаметром 2 мм, расположенное на расстоянии 50 мм от края образца. Испытания проводили по двум схемам: 1) Циклический знакопеременный консольный изгиб (размах 6 мм, плечо 51 мм, частота 9.5 Гц); 2) циклическое растяжение: в режиме многоциклового усталости (МНЦУ) максимальная нагрузка составляла 2,5 кН, минимальная - 0,9 кН; в режиме малоциклового усталости (МЦУ) максимальная нагрузка равнялась 2,7 кН, минимальная - 0,9 кН.

Частота приложения циклической нагрузки составляла  $f=15$  Гц. Эксперименты проводили на испытательной машине Biss UTM 150; при этом после достижения определённого числа циклов поверхность образца фотографировали с помощью камеры Canon D550.

Ионное наноструктурирование поверхностного слоя образцов из стали 12Х1МФ проводили с помощью сильноточного вакуумно-дугового источника металлических ионов на установке УВН-0,2 «Квант». Процесс обработки образцов выполняли при достижении вакуума в камере не менее  $3 \cdot 10^{-3}$  Па потоком ионов циркония с энергией 0,9 - 2,8 кэВ и плотностью ионного тока 0,1 – 0,3 мА/см<sup>2</sup>. Длительность обработки была от 10 мин. Подложкодержатель с образцами, закрепленный на предметном столе, включается непосредственно в схему ускорения ионов вместо обычной экстракции выделенного лучевого пучка ионов из имплантера. В этом случае ускорение ионов происходит в динамическом самоорганизующемся пограничном слое, представляющем собой двойной электрический слой, который формируется вокруг поверхности образца, находящегося под отрицательным потенциалом.

### 3. Результаты эксперимента

При испытании на растяжение образцов в исходном состоянии получено, что предел прочности составляет  $\sigma_b=482$  МПа, предел текучести  $\sigma_T=361$  МПа, относительное удлинение  $\delta=21$  %. Средний размер зерна составляет 30-50 мкм. Проведены испытания на растяжение образцов с концентратором напряжений (отверстием). Показано, что относительное удлинение образцов в исходном состоянии уменьши-

лось в  $\sim 2$  раза, при этом значения предела текучести и предела прочности сохранились на прежнем уровне. После наноструктурирования снизилось относительное удлинение на  $\Delta\varepsilon=2,5\%$ , а предел прочности повысился на 150 МПа.

С помощью наноиdentора Nanotest (Micromaterials ltd., UK) была измерена нанотвёрдость в исходных и наноструктурированных образцах. Выявлено, что после наноструктурирования нанотвёрдость повышается в 1,5 раза; одновременно в 2 раза снизился модуль упругости.

Результаты испытаний на циклическое растяжение показали, что в режиме МНЦУ количество циклов до разрушения образцов с наноструктурированием поверхностного слоя повысилось в 2 раза, а в режиме МЦУ - в 3 раза. Одновременно увеличилось время до появления трещины в  $\sim 2-3$  раза.

Анализ данных оптической микроскопии показал, что деформационный рельеф на поверхности образцов без обработки выражен существенно сильнее по сравнению с наноструктурированными образцами. Это также подтверждается данными измерения относительного сужения в шейке, составившего для образца без обработки  $\psi=18\%$  и  $\psi=13\%$  для наноструктурированного (рис. 1).

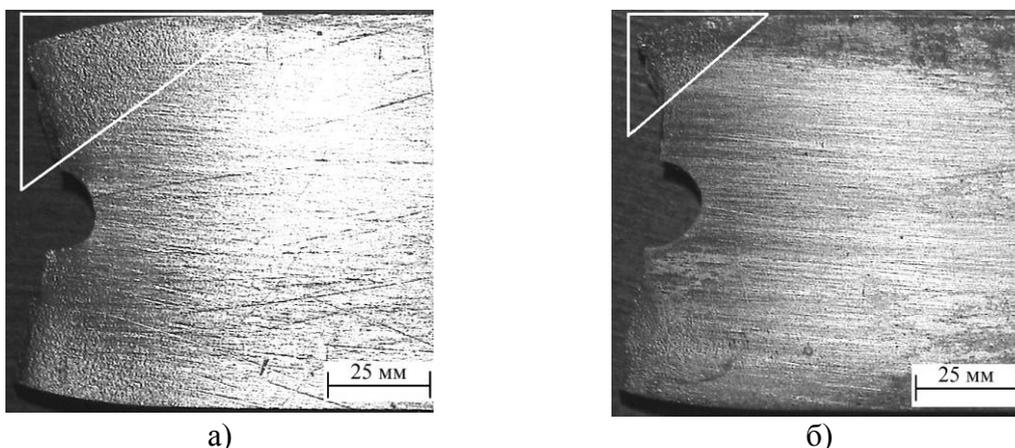


Рисунок 1 - Фотографии поверхности циклически деформированных образцов: а) без обработки; б) с наноструктурированным поверхностным слоем

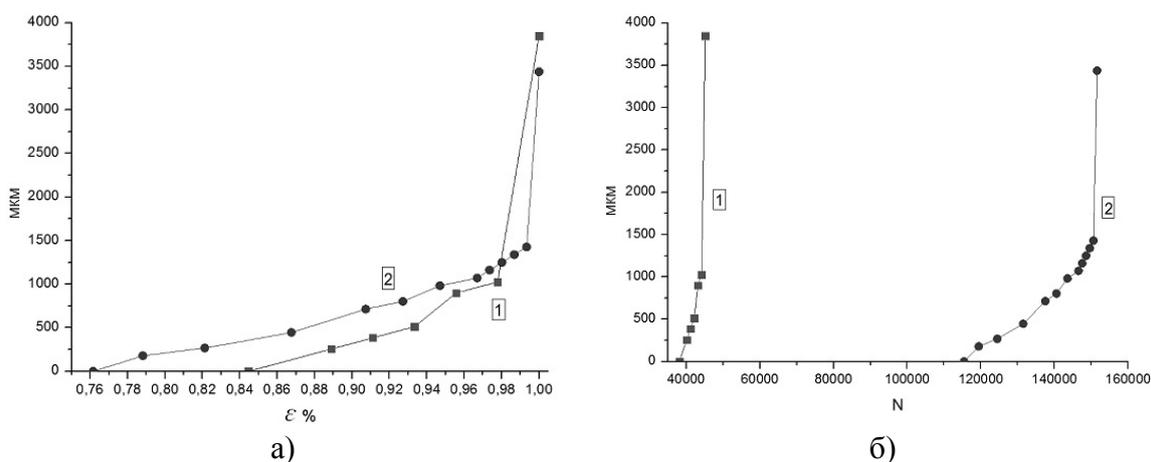
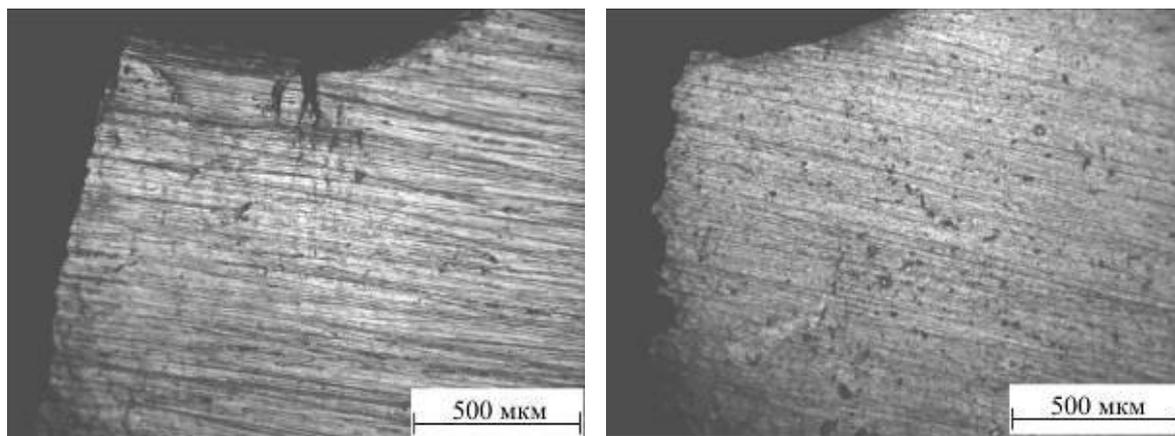


Рисунок 2 - Графики зависимости длины трещины от а) нормированного количества циклов б) абсолютного количества циклов 1 - исходный; 2 - после обработки

По данным оптической микроскопии были построены график зависимости длины трещины от нормированного количества циклов и график и длины трещины от абсолютного количества циклов (рис. 2). Видно, что основным отличием является момент зарождения усталостной трещины, и соответственно, процессы этому предшествующие.

В области распространения усталостной трещины на поверхности образцов в исходном состоянии заметны складки и трещины, в то время как у образца после обработки поверхность остаётся слабо деформированной (рис. 3).

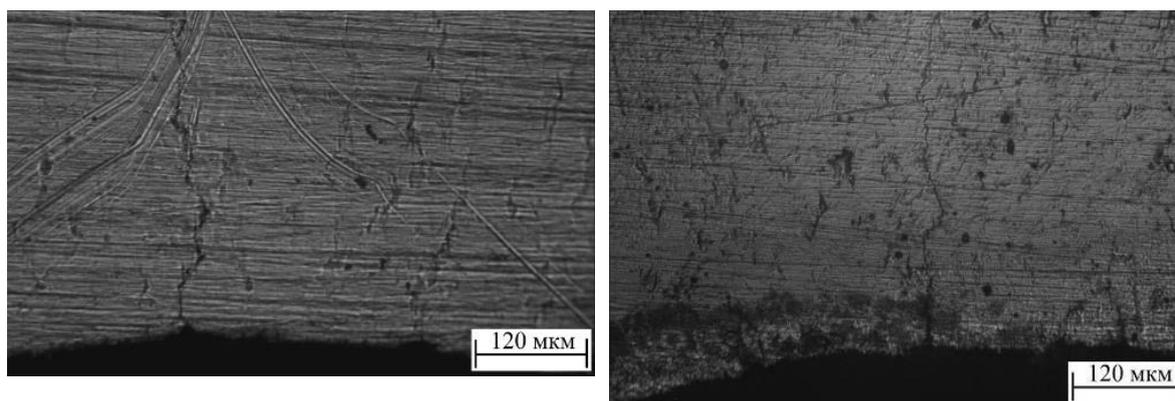


а)

б)

Рисунок 3 - Фотографии поверхности разрушенных образцов а) исходное состояние б) после обработки

При циклическом знакопеременном изгибе в исходном образце формировался выраженный деформационный рельеф в форме складок, предшествующий появлению трещин. В наноструктурированном образце поверхность является более гладкой; длина складок меньше, а их количество больше. Деформация в наноструктурированном образце более равномерно распределена по поверхности (рис. 4).



а)

б)

Рисунок 4 - Поверхность образцов при циклическом изгибе; а) исходное состояние б) после обработки

Выявлен различный характер развития деформации на поверхности образцов в области шейки. Поверхностный слой наноструктурированного образца хрупко растрескался, перераспределяя деформацию по поверхности (рис. 5).

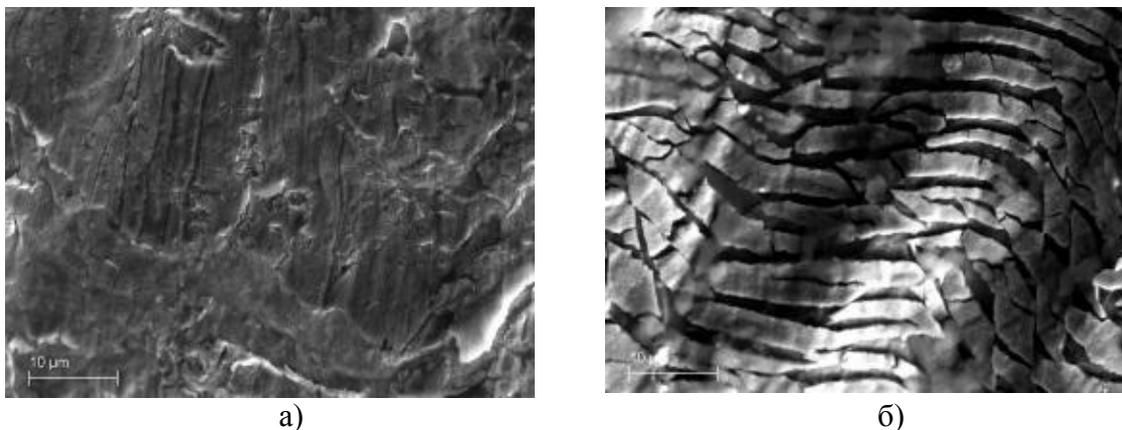


Рисунок 5 - Микрофотографии разрушенных при циклическом растяжении образцов стали 12Х1МФ (РЭМ Carl Zeiss EVO 50) а) образец без обработки; б) наноструктурированный поверхностный слой

### Выводы

После наноструктурирования цирконием твёрдость на поверхности повысилась в 1,5-2 раза; модуль Юнга снижается в 2 раза. При статическом растяжении предел прочности обработанных Zr образцов повысился на 30%, а усталостная прочность образцов возрастает в ~2-3 раза (при МНЦУ и МЦУ соответственно).

Выявлено различие в характере формирования деформационного рельефа на поверхности образцов, свидетельствующее о том, что развитие деформации и разрушение в образце с наноструктурированным слоем принципиально отличается от такового без обработки. При невысоких деформациях это сопровождается формированием большего количества складок (по данным циклического изгиба), в то время как при высоких деформациях сопровождается растрескиванием наноструктурированного слоя (при циклическом растяжении).

Выявлено, что поверхностное наноструктурирование стали 12Х1МФ ионами Zr<sup>+</sup> приводит к задержке времени зарождения усталостной трещины ~2-3 раза.

Причина повышения усталостной прочности связана, прежде всего, с задержкой возникновения магистральной трещины. После появления трещины образец без обработки и наноструктурированный образец разрушаются подобным образом.

### Список литературы

1. Шанявский А.А. Безопасное усталостное разрушение элементов авиаконструкций: синергетика в инженерных приложениях. - Уфа: Изд-во УГНТУ, 2003. – 802 с.

## СОВМЕЩЕННАЯ ОБРАБОТКА ДЕТАЛЕЙ ТОЧЕНИЕМ И НАКАТЫВАНИЕМ С ГИДРОПРИВОДОМ

*В.Н. БЕЛЯЕВ*

Бийский технологический институт (филиал) государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»

Улучшение свойств поверхностного слоя детали является одним из путей повышения эксплуатационных характеристик изделия. Для этого используют различные методы: химико-термической обработки, нанесения различных специальных покрытий, поверхностно-пластического деформирования и др. Также основным из направлений развития и совершенствования методов получения качественной поверхности деталей является совмещение различных методов в одном цикле, включая методы ППД, а также методы резания и другие методы упрочнения. Иллюстрацией этих направлений являются: накатывание+алмазное выглаживание; методы ППД+ покрытия + методы ППД; совмещённое точение и накатывание; вибровыглаживание+хонингование и др.[1]

Одним из перспективных методов формирования поверхностного слоя деталей является накатывание, при котором усилие деформирования обеспечивается подачей жидкости под давлением от гидростанции к деформирующему шару – накатывание с гидроприводом. При данном методе разделение поверхности деформирующего шара и обрабатываемой детали слоем рабочей жидкости может позволить: изменить процесс деформации металла при проявлении эффектов Ребиндера, Киркендала и др.; модифицировать поверхностный слой ультрадисперсными материалами, специально введенными в жидкость; формировать тонкие покрытия из различных металлов на поверхности детали[2,3,4]. Эффективная подача рабочей жидкости в зону обработки, постоянство усилия на деформирующем элементе, как следствие, однородное качество обрабатываемой поверхности, относительно малые потери рабочей жидкости определяют одни из основных достоинств накатывания с гидроприводом.

С учетом указанных факторов, влияющих на качество обрабатываемых деталей, нами проводились предварительные исследования накатывания с гидроприводом. В качестве рабочей жидкости применялся водный раствор глицерина с пятиводным сульфатом меди  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  при концентрации 25–30 г/л. Показана возможность одновременно с упрочняющей обработкой формировать дополнительно покрытие на поверхности детали (рисунок 1). Материал изделия – сталь 45.

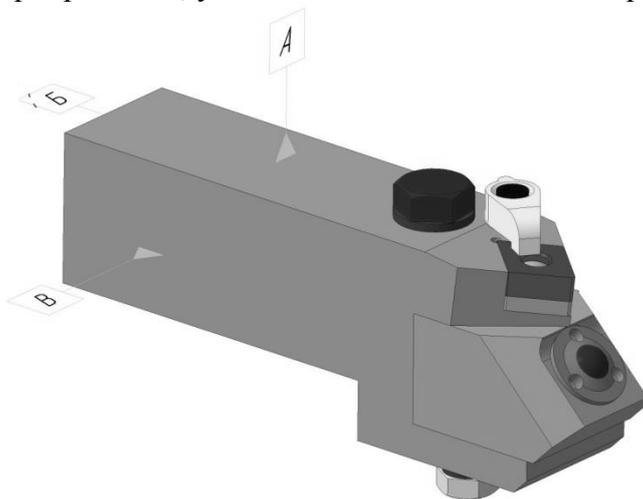


Рисунок 1 – Образец с нанесенным медным покрытием

Исследование поверхности полученных образцов на рентгеновском дифрактометре подтвердили наличие на обработанной поверхности детали медного покрытия.

Формирование качественных покрытий, модифицирование поверхностного слоя деталей различными материалами зависит от уровня подготовки обрабатываемой поверхности деталей. Наличие чистых химически и физически активных «ювелирных» поверхностей определяют адгезию модифицирующих веществ к основному материалу. Для этого применяют процессы химического и электрохимического обезжиривания и травления, активацию поверхности различными облучениями, механическое удаление поверхностного слоя детали и др. Таким образом, совмещение накатывания с гидроприводом с точением с целью, не только повышения производительности обработки, а в-первую очередь, подготовки поверхности является эффективным подходом к формированию высоких эксплуатационных свойств поверхностного слоя изделий.

Для реализации данной задачи разработан и изготовлен инструмент (рисунок 2), позволяющий, за счет наличия режущего элемента, предварительно перед обкатыванием с гидроприводом, удалять окисные пленки с поверхности детали.



*Рисунок 2 – Инструмент для совмещенной обработки деталей точением и накатыванием с гидроприводом*

Совмещенная обработка экспериментальных роликов точением и накатыванием с гидроприводом позволила сформировать медное покрытие (рисунок 3) на поверхности стальной детали.



*Рисунок 3 – Образец после совмещенной обработки*

Полученные образцы исследовались на растровом электронном микроскопе и подвергались флуоресцентному рентгеновскому анализу. Медные покрытия характеризуются меньшей пористостью и большей толщиной покрытия.

Таким образом, проведенные исследования показали возможность применения совмещенной обработки деталей точением и накатыванием с гидроприводом не только с целью размерной и упрочняющей обработки, но и с целью эффективного нанесения покрытий.

#### **Список литературы**

1. Поляк М.С. Технология упрочнения. Технол. методы упрочнения. В 2 т. Т. 2. – М.: "Л.В.М. – СКРИПТ", "МАШИНОСТРОЕНИЕ", 1995. – 688 с.: ил.
2. Прозоров Л.В., Костава А.А. Прессование металлов жидкостью высокого давления. «Машиностроение». 1972, с. 152
3. Ребиндер П.А., Щукин Е.Д. Поверхностные явления в твердых телах и в процессах их деформации и разрушения. Успехи физических наук, т. 108, вып. 1, 1972.
4. Берсудский А.Л. Технологическое обеспечение долговечности деталей машин на основе упрочняющей обработки с одновременным нанесением антифрикционных покрытий: дис. ... д-ра техн. наук : 05.02.08. – Саратов., 2008. – 294 с.

### **ИМПУЛЬСНЫЙ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫЙ МИКСИНГ МЕДИ СО СТАЛЬНОЙ ПОДЛОЖКОЙ**

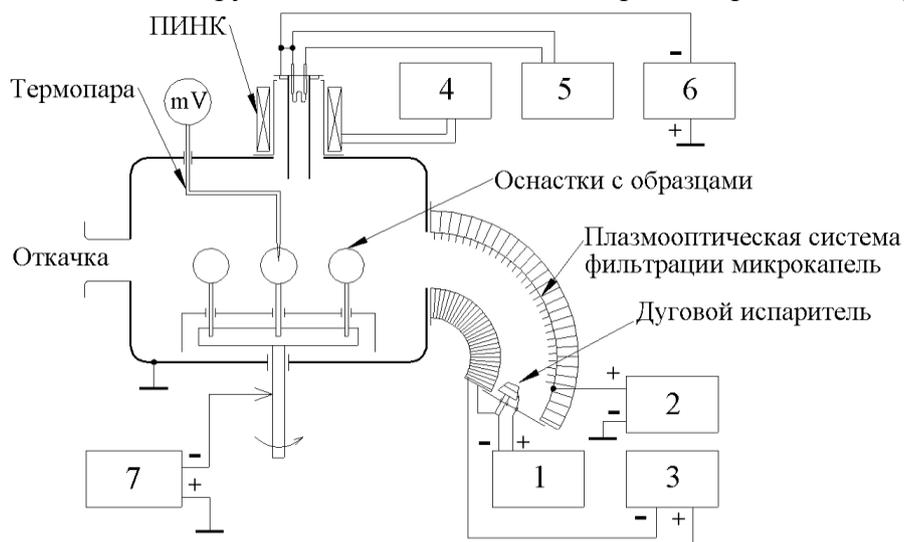
*Ю. А. КОЛУБАЕВА, П. В. МОСКВИН, А. Д. ТЕРЕСОВ*  
Учреждение Российской Академии Наук  
Институт сильноточной электроники СО РАН

Меднение используется для обработки конструкционных и инструментальных сталей, в результате чего повышается их прокаливаемость и полируемость [1, 2], улучшается коррозионная стойкость, износостойкость [3, 4]. Традиционные методы поверхностного легирования требуют высоких энергозатрат, сложного вспомогательного оборудования и отличаются низкой производительностью, поэтому совершенствование процессов насыщения поверхностных слоев сталей является актуальной задачей [5]. В качестве одного из способов ее решения можно предложить легирование медью с применением концентрированных потоков энергии (лазерное излучение, электронные пучки) [5-7]. В отличие от лазеров, низкоэнергетичные электронные источники имеют КПД преобразования электрической энергии в тепловую близкие к ста процентам, меньшая доля переносимой электронным пучком энергии теряется за счет отражения от поверхности облучаемого материала. Поэтому целью данной работы являлось создание поверхностного легированного слоя методом электронно-пучковой обработки системы пленка/подложка (Cu/Fe).

#### **Методика эксперимента**

Для меднения образцов конструкционной слаболегированной стали 40Х (0,36-0,44 %С, 0,8-1,1 %Cr, 0.17-0.37 %Si, 0.5-0.8 %Mn) на их поверхность методом плазменно-ассистированного электродугового напыления с фильтрацией микрока-

пель наносился слой меди толщиной ~1-2 мкм. Затем в поверхностном слое покрытие перемешивалось низкоэнергетичным электронным пучком субмиллисекундной длительности. Схема оборудования для нанесения покрытий приведена на рис. 1.



*Рисунок 1 - Схема установки для плазменно-ассистированного напыления покрытий: 1 – блок поджига электродугового испарителя, 2 – блок питания анода плазмооптической системы фильтрации микрокапель (0-30V), 3 - источник питания испарителя и катушки магнитного поля плазмоведа (=50V), 4 – блок питания катушек магнитного поля плазмодгенератора «ПИНК», 5 – блок питания накаливаемого катода (~12V), 6 - источник питания плазмодгенератора «ПИНК» (=50V), 7 – блок для подачи импульсного или постоянного электрического смещения на обрабатываемые детали*

Полированные механическим способом образцы стали 40Х подвергались очистке в спирте с применением ультразвука. Следующая стадия подготовки – ионная очистка в плазме дугового разряда выполнялась в вакуумной камере установки, изображенной на Рис.1. Образцы плотно вставлялись в оснастку из нержавеющей стали (12Х18Н10Т) заподлицо с ее поверхностью. Температура оснастки контролировалась хромель-алюмелевой термопарой.

В атмосфере аргона при давлении (0,1 – 1) Па плазмодгенератор с накаливаемым катодом «ПИНК» формирует объемный дуговой разряд низкого давления [8]. Очистка поверхности происходила за счет бомбардировки ионами из плазмы дугового разряда при подаче на образцы импульсов отрицательного смещения. Параметры электрического смещения: амплитуда напряжения, частота и длительность импульсов, выбирались так, чтобы на обрабатываемых поверхностях не возникало микро-дуг. В нашем случае очистку проводили в две стадии. На первой стадии амплитуда импульсов напряжения составляла 700 В при токе разряда 1 А и давлении рабочего газа 0,15 Па, на второй – 200 В при токе разряда 30 А и давлении рабочего газа 0,17 Па. Длительность каждой стадии - 10 минут.

Покрытие наносилось путем электродугового распыления медного катода в испарителе с плазмооптической системой фильтрации микрокапель [9]. В течение стадии напыления покрытия для улучшения адгезии к поверхности стали совместно с испарителем работал плазмодгенератор «ПИНК». При этом был реализован раздельный напуск рабочего газа в «ПИНК» и в испаритель. Поток аргона распреде-

лялся между источниками плазмы системами напуска СНА-2 в отношении примерно 1/1.

Напыление проводили под плавающим потенциалом подложки (электрическое смещение на образцы не подавалось) в атмосфере особо чистого аргона при давлении 0,1 Па. Ток дугового испарителя составлял 100 А, ток разряда плазмогенератора «ПИНК» - 5 А. Длительность стадии напыления ~ 15 мин. Как в процессе очистки, так и в режиме напыления температура образцов была ниже 150°C, после обработки они плавно остывали в вакууме до комнатной температуры.

Перемешивание нанесенного покрытия с подложкой выполняли на автоматизированном электронно-пучковом комплексе для модификации поверхности металлических и металлокерамических материалов «СОЛО» [10]. Основной частью комплекса является электронный источник. Его схема приведена на Рис.2.

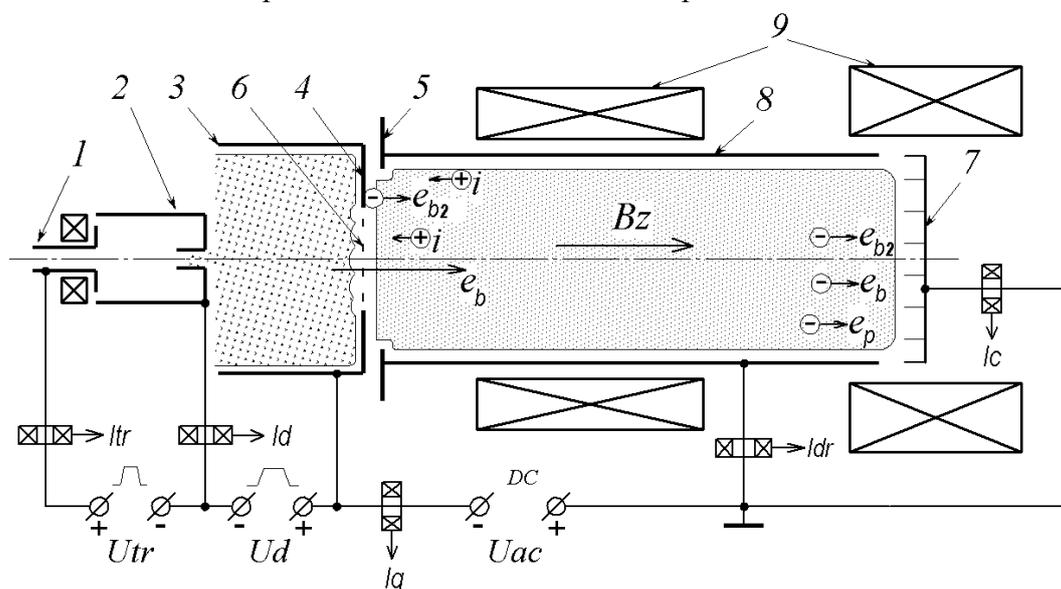


Рисунок 2 - Схема электронного источника «СОЛО»

Представленный источник является ускорителем электронов с плазменным катодом с сеточной стабилизацией эмиссионной границы. Катод в данном случае образуется двухступенчатой разрядной ячейкой: поджигающей (Рис.2. 1 - анод, 2 - катод) и основной (2 - катод, 3 - анод). Электроны эмитируются из плазмы дугового разряда основной ячейки под действием постоянного ускоряющего напряжения (5 – 25) кВ, прикладываемого между эмиссионным 4 и извлекающим электродом 5. Эмиссионный электрод выполнен в виде диска диаметром 76 мм с отверстием  $\varnothing$  40 мм перекрытым мелкоструктурной (с ячейкой  $0,3 \times 0,3$  мм<sup>2</sup>) сеткой 6. Длительность и ток электронного пучка задаются соответствующими параметрами дугового разряда. Электронный пучок транспортируется к коллектору 7 частично в трубе дрейфа 8 внутренним диаметром 88 мм, частично вне ее. Электроны движутся в аксиальном магнитном поле двух катушек 9 с полем 50 мТл (в левой на Рис.2.) и 100 мТл (в правой). Для регистрации токов в цепях электронного источника применялись пояса Роговского.

В представленных экспериментах использовался пучок с длительностью импульса 50 мкс. Давление газа (Ar) в рабочей камере  $3,5 \times 10^{-2}$  Па, ускоряющее напряжение ( $U_{acc}$ ) 18 кВ, плотность энергии пучка в разных режимах составляла 10, 15 и

20 Дж/см<sup>2</sup>. Коллектором служил двухкоординатный водоохлаждаемый стол-манипулятор, на котором закреплялись образцы. Обработка каждого образца происходила в течение десяти импульсов.

Структуру стали до и после обработки электронным пучком исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (прибор SEM-515 «Philips»). Элементный состав образцов изучали на сканирующем электронном микроскопе SEM-515 «Philips» с энергодисперсионным рентгеновским микроанализатором Genesis. Измерения микротвердости по Викерсу проводили на приборе ПМТ-3 при нагрузке на индентор  $P = 0,5$  Н.

### Обсуждение результатов

Обработка импульсным низкоэнергетичным электронным пучком системы покрытие Cu – сталь 40X приводит к плавлению покрытия и поверхности подложки с последующим перемешиванием материала покрытия и подложки. Стоит отметить, что с ростом плотности энергии электронного пучка концентрация меди в поверхностном слое снижается, а толщина легированного слоя увеличивается (Рис.3а). Это может быть связано с увеличением глубины и времени жизни расплава. Последнее обеспечивает более глубокое проникновение атомов меди за счет диффузии в жидкой фазе. Толщина легированного слоя максимальна при плотности энергии пучка 20 Дж/см<sup>2</sup> и достигает 12 мкм.

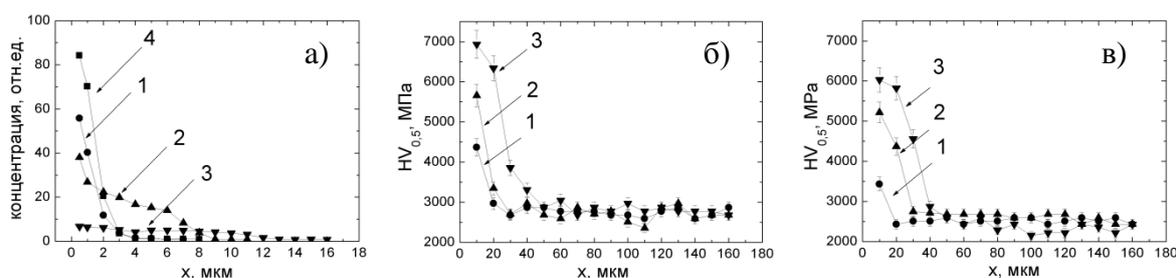


Рисунок 3 - Распределение концентрации меди (а) и микротвердости (б, в) по глубине модифицированного слоя системы 40X/Cu (а, в) и 40X без покрытия (б), обработанной электронным пучком: 1 –  $E_S = 10$  Дж/см<sup>2</sup>, 2 –  $E_S = 15$  Дж/см<sup>2</sup>, 3 –  $E_S = 20$  Дж/см<sup>2</sup>, 4 – без облучения

Измерение микротвердости показало, что обработка стали 40X (без покрытия) и системы покрытие-сталь электронным пучком приводит к увеличению микротвердости поверхностного слоя (Рис.3б, в). Степень упрочнения и размер упрочненной зоны зависят от плотности энергии электронного пучка. Толщина упрочненного слоя достигает 45 мкм при плотности энергии 20 Дж/см<sup>2</sup>. Максимальные значения микротвердости наблюдаются вблизи поверхности. По мере удаления от поверхности обработки наблюдается снижение твердости до значений, характерных для стали в исходном состоянии.

### Заключение

Продемонстрирована возможность электронно-пучкового миксинга системы Cu покрытие-сталь 40X. Показано, что облучение стали и системы медь-сталь импульсным низкоэнергетическим электронным пучком приводит к формированию модифицированного слоя толщиной до 45 мкм.

### Список литературы

1. Гудремон Э. Специальные стали: в 2-х томах: перевод с немецкого / Э. Гудремон; Под ред. А. С. Займовского. — М. : Металлургиздат, 1959-.Т. 2. — 1960. — 677 с.
2. Термическая обработка в машиностроении: Справочник / Под ред. Ю. М. Лахтина; А. Г. Рахштадта. — М. : Машиностроение, 1980. — 783 с.
3. Mueller G., Engelko V., Weisenburger A., Heinzl A. Vacuum, 77, 469 (2005).
4. Rotshtein V.P., Ivanov Yu.F., Markov A.B., Proskurovsky D.I. and others. Surface & Coatings Technology, 200, 6378 (2006).
5. Поляк М.С. Технология упрочнения; Технологические методы упрочнения: В 2-х т. / М. С. Поляк. — М.: Машиностроение: Л.В.М.-СКРИПТ, 1995. Т. 1. — 1995. — 827 с.
6. Высокоэнергетические процессы обработки материалов / Отв. ред. М. Ф. Жуков, В. М. Фомин. — Новосибирск: Наука, 2000. — 425 с
7. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. Учебник. / В.А. Грибков, Ф.И. Григорьев, Б.А. Калинин, В.Л. Якушин / Под ред. Б.А. Калина. М.: Круглый год, 2001, С. 272 – 307.
8. Borisov D.P., Koval N.N., Shchanin P.M. Patent RU 2116707 (C1) – Device for generation of low-temperature gas-discharge plasma, 1998.
9. Dodonov A.I., Bashkov V.M. Patent US 6635156 (B1) Producing electric arc plasma in a curvilinear plasmaguide and substrate coating, 2003.
10. N.N. Koval, V.N. Devjatkov, S.V. Grigoriev, A.D. Teresov, P.V. Moskvin. Vacuum pulsed electron-beam device «SOLO» for steel and hard alloys surface polishing and strengthening.// Tomsk Region and Taiwan: Experience of Scientific-Technical and Innovation Cooperation: Proceedings of the Siberian-Taiwan Forum: In 2 volumes. 16-17 September, 2009. Tomsk. Tomsk: Tomsk State University, 2009. Vol. 1, pp. 202-206.

## ОЦЕНКА ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

*М.Г. ОСТАПЕНКО, Е.Ю.ГУДИМОВА*

Учреждение Российской академии наук Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН,  
Национальный исследовательский Томский государственный университет

Известно, что структура и свойства поверхностных слоев оказывают заметное влияние на объемные физико-механические свойства сплавов на основе никелида титана [1]. Модификация никелида титана потоками заряженных частиц (ионы, электроны) может приводить к изменению структурно-фазовых состояний в его поверхностных слоях. Среди многочисленных факторов, определяющих свойства градиентных слоистых структур, основным является уровень остаточных напряжений ( $\sigma$ ), которые в результате воздействий потоками заряженных частиц практически всегда возникают в приповерхностной области материалов [2-4]. Среди всех методов анализа остаточных напряжений важную роль играют методы рентгенострук-

турного анализа, с помощью которых можно получить информацию не только о величине остаточных напряжений в исследуемом материале [3], но и определить градиент напряжений при изменении толщины анализируемого слоя, не подвергая образец разрушению [5]. Существуют разные рентгеновские методы исследования объемных материалов, тонких приповерхностных слоев и покрытий. Симметричная схема рентгеновских съемок используется для анализа «толстых» (толщиной более 10 мкм) слоев материалов [2-6]. Асимметричная геометрия рентгеновских съемок позволяет изменять толщину анализируемого слоя [7] и достаточно широко используется для анализа фазового состава, структуры поверхностных слоев, в том числе, градиентных структур и покрытий [2-6].

Целью работы является сравнение трех методик рентгеноструктурного анализа для оценки остаточных напряжений, возникающих в приповерхностных слоях никелида титана после электронно-пучковых воздействий.

В работе исследовались плоские образцы из сплава  $Ti_{49,5}Ni_{50,5}$ , которые подвергались импульсным электронно-пучковым воздействиям с использованием источника сильнофокусированных электронных пучков низкой энергии при плотности энергии в пучке  $E=20$  Дж/см<sup>2</sup>,  $\tau=150$  мкс,  $N=5$ . Рентгеновские исследования структурно-фазовых состояний  $Ti_{49,5}Ni_{50,5}$ , измерение величин микродеформаций и остаточных напряжений методом « $\sin^2\psi$ » (в различных его модификациях) проводили на дифрактометре ДРОН-7 в  $CoK_{\alpha}$ -излучении используя *симметричную и асимметричную схему рентгеновских съемок*.

В работе были проанализированы три метода оценки остаточных напряжений: 1) стандартный метод « $\sin^2\psi$ » [6], 2) модифицированный метод « $\sin^2\psi$ », с использованием асимметричной геометрии рентгеновских съемок [5], 3) метод « $\sin^2\psi$ » для материалов с градиентной структурой [2-4].

Величину остаточных напряжений рассчитывали по формуле:

$$\sigma^{hkl} = \varepsilon^{hkl} \times E(hkl, \psi) / \nu, \quad (1)$$

где  $E$  – модуль упругости, а  $\nu$  – коэффициент Пуассона.

Количественный фазовый анализ показал, что после электронно-лучевой модификации поверхности образцов из  $Ti_{49,5}Ni_{50,5}$  на рентгенограммах присутствует высокотемпературная В2 фаза, мартенситная фаза В19' и фаза  $Ti_2Ni$ . Обнаружено, что поверхностный слой характеризуется большими значениями параметра решетки  $a_{B2}=3,0254$  Å (для фазы В2 в исходном состоянии  $a_{B2}=3,0132$  Å).

Использование первого, стандартного метода « $\sin^2\psi$ » для оценки остаточных напряжений [6] позволило определить интегральную величину остаточных напряжений в пределах глубины проникновения рентгеновских лучей  $h=0,8$  мкм  $\sigma=1,8$  ГПа. Однако данный метод не дает информации о распределении напряжений в образце с градиентной структурой.

Применение второго метода [5] показало следующее: во-первых, зависимости  $a_{B2}(\sin^2\psi)$  – линейны, что говорит об однородной деформации кристаллической структуры фазы В2 по толщине анализируемого слоя и, во-вторых, эти зависимости имеют различный наклон при изменении угла скольжения падающего пучка  $\alpha$ . В образцах, снятых по асимметричной схеме съемок с углом скольжения падающего пучка  $\alpha=3^\circ$  (толщина анализируемого слоя  $h=0,27$  мкм), обнаружено, что в направлениях, перпендикулярных к поверхности образца, имеют место напряжения растяжения, которые характеризуются микродеформациями  $\varepsilon>0$ . Однако, в первом и втором методе для расчета остаточных напряжений взяты величины модуля упругости

$E$  и коэффициента Пуассона  $\nu$ , полученные из механических испытаний, что является не совсем корректным.

С использованием третьего метода [2-4] в данной работе был определен рентгеновский модуль упругости для заданной толщины анализируемого слоя и выделенного кристаллографического направления  $(hkl)$   $E(hkl, \psi) = \frac{1}{F^{hkl}}$ , где  $F^{hkl}$ , так называемый, **фактор напряжений** [2,3]. Величина  $F^{hkl}$  рассчитывалась по следующей формуле [2]:  $F^{hkl} = 2S_1^{hkl} + \frac{1}{2}S_2^{hkl} \sin^2 \psi$ . В качестве метода усреднения упругих свойств был выбран метод Ройса [3]. Выявлено, что в образцах после электронно-пучковых воздействий, снятых по асимметричной схеме съемок с углом скользющего падения падающего пучка  $\alpha=3^\circ$ , модуль упругости для рефлекса (110) фазы В2 сплава  $Ti_{49.5}Ni_{50.5}$  составил  $E=113$  ГПа ( $h=0,27$  мкм), а для рефлекса (310)  $E=96$  ГПа ( $h=0,28$  мкм). При увеличении толщины анализируемого слоя ( $\alpha=12^\circ$ ,  $h=0,94$  мкм) значения модуля упругости уменьшаются для рефлекса (110) до значения  $E=95$  ГПа, а для рефлекса (310) до  $E=79$  ГПа. Обнаружено, что наряду с уменьшением модуля упругости при изменении толщины анализируемого слоя меняется величина остаточных напряжений в фазе В2. Так, величина  $\sigma$  для (110) при  $h=0.27$  мкм составила  $\sigma^{110}=550$  МПа, а при  $h=0.88$  мкм  $\sigma^{110}=58$  МПа.

Таким образом, сравнение нескольких методик рентгеноструктурного анализа для оценки остаточных напряжений, возникающих в приповерхностных слоях никелида титана после электронно-пучковых воздействий показало, что в случае градиентов структурных состояний следует использовать более сложный метод, который позволяет определять рентгеновские модули упругости и остаточные напряжения, соответствующие определенной толщине анализируемого слоя.

Выражаем благодарность научному руководителю доктору физико-математических наук доценту Мейснер Людмиле Леонидовне за постановку задачи исследования и помощь при анализе результатов.

Исследования проведены в рамках Г/б проектов № III.20.2.1; комплексного интеграционного проекта СО РАН №57 (2009–2011) и при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Государственный контракт № 16.740.11.0140).

### Список литературы

1. Мейснер Л.Л. Механические и физико-механические свойства сплавов на основе никелида титана с тонкими поверхностными слоями, модифицированными потоками заряженных частиц: Автореферат дис. д-ра ф.-м. наук. - Томск: ТГУ, 2004. – 32с.
2. Hauk V. Structural and residual stress analysis by nondestructive methods. Evaluation – Application – Assessment. – Elsevier, 1997. – 655 pp.
3. Welzel U., Ligot J., Lamparter P., Vermeulen A.C., Mittemeijer E.J. Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction // Applied Crystallography. – 2005. – V.38. – 1-29 pp.
4. Genzel Ch. X-ray residual stress analysis in thin films under grazing incidence – basic aspects and applications // Materials Science and Technology. – 2005. – V. 21. – No1. 10-18 pp.
5. Мейснер Л.Л., Лотков А.И., Сергеев В.П., Дементьева М.Г., Миронов Ю.П., Прозорова Г.В., Нейман А.А. Структурно-фазовые состояния в поверхност-

- ных слоях никелида титана с покрытиями из Мо // Деформация и разрушение. – 2009. – №6. С. 32-36
6. Ягодкин Ю.Д. Рентгенографическое исследование структуры поверхностного слоя материалов методом скользящего отраженного пучка // Заводская лаборатория. – 1989. – Т. 55. – № 2. С. 72-73.
  7. Kumar A., Welzel U., Mittemeijer E.J. A method for the non-destructive analysis of gradients of mechanical stresses by X-ray diffraction measurements at fixed penetration/information depths // J. Appl. Cryst. – 2006. – V.39. – 633-646 pp.
  8. Лычагина Т.А. Нейтронографическое и модельное исследование влияния текстуры при определении упругих свойств конструкционных поликристаллических материалов: автореф. дис. ... канд. ф.-м. наук: 01.04.07 / Т.А. Лычагина - Дубна, 2002. – 20 с.

## **ФОРМИРОВАНИЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ С НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ МЕТОДОМ ВАКУУМНО- ДУГОВОГО ПЛАЗМЕННО-АССИСТИРОВАННОГО ОСАЖДЕНИЯ**

*Н.Р. НАФИКОВА, О.В. КРЫСИНА\**

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

\*Учреждение Российской академии наук Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН

### **Введение**

Проблему улучшения эксплуатационных свойств и увеличения срока службы инструментов, деталей машин и изделий можно решить, формируя на их поверхности износостойкие тонкопленочные покрытия. В качестве материала таких покрытий до сих пор широко используется нитрид титана (TiN), обладающий высокой твердостью, модулем упругости, химической стабильностью, сопротивлением коррозии и износу.

Начиная с середины 1990-х годов, благодаря выявлению эффекта перехода двухэлементных покрытий (TiN, AlN, CrN и др.) из микро- в нанокристаллическое состояние при добавлении в их состав даже небольшого количества (5-10%) дополнительного элемента (Si, Al, Cu, Zr и др.) [1], начались множественные исследования многокомпонентных покрытий различных систем на предмет улучшения их физико-механических и эксплуатационных свойств. Одной из перспективных систем является Ti-Si-N, благодаря своей сверхтвердости ( $\geq 50$  ГПа).

Целью данной работы являлось формирование покрытий Ti-Si-N с нанокристаллической структурой методом вакуумно-дугового плазменно-ассистированного осаждения и исследование характеристик этих покрытий в зависимости от величины импульсного напряжения смещения.

### **Методика эксперимента**

Эксперименты по осаждению покрытий проводились на специализированной установке «ТРИО», которая включает охлаждаемую вакуумную камеру из нержавеющей стали, вакуумную систему, систему газового питания, систему водяного охлаждения, систему электропитания и систему управления. Основными узлами установки являются два электродуговых испарителя (источники металлической плаз-

мы из катодного пятна вакуумно-дугового разряда) с магнитной фокусировкой катодного пятна, источник газоразрядной плазмы на основе несамостоятельного дугового разряда низкого давления «ПИНК» [2].

Формирование покрытия Ti-Si-N осуществлялось в несколько этапов (рис. 1). На первом этапе проводилась очистка поверхности образцов от оксидных пленок и адсорбированных газов бомбардировкой ионами аргона (AB), при этом происходила активация поверхности, и температура образцов достигала  $T_{\text{п}}=350^{\circ}\text{C}$ . Давление аргона в камере составляло  $p_{\text{Ar}}=0,25$  Па. Энергия ионов на первом этапе увеличивалась до  $\sim 1$  кэВ подачей на подложку отрицательного импульсного напряжения смещения до 1 кВ.

Вторым этапом являлось нанесение переходного слоя Ti-Si (BC) в атмосфере аргона толщиной  $h=100-200$  нм. После формирования подслоя производился напуск азота в рабочую камеру до давления  $p_{\text{N}_2}=0,34$  Па для синтеза нитридного слоя Ti-Si-N (CD). Ток разряда дугового испарителя составлял  $I_{\text{д}}=50$  А. Для исследования влияния величины смещения на свойства Ti-Si-N покрытий значение напряжения смещения варьировалось в диапазоне от  $-10$  (плавающий потенциал,  $U_{\text{п}}$ ) до  $-300$  В. Температура подложек при заданных параметрах осаждения находится в диапазоне  $T_{\text{п}}=150-350^{\circ}\text{C}$ , соответственно. Поддержание температуры на уровне  $T_{\text{п}}=300-350^{\circ}\text{C}$  достигалось изменением коэффициента заполнения импульса ( $\gamma=10\div 90\%$ ). Длительность процесса синтеза покрытия составила  $t=120$  мин. После нанесения покрытий образцы охлаждались в вакууме до комнатной температуры (DE).

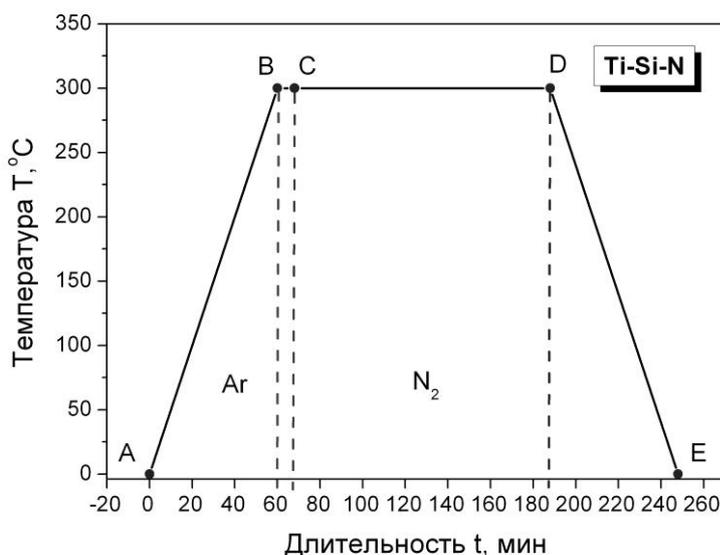


Рисунок 1 - Характерная температурно-временная зависимость процесса осаждения покрытия Ti-Si-N (AB – очистка, нагрев, активация поверхности; BC – осаждение подслоя Ti-Si в среде аргона; CD – осаждение покрытия Ti-Si-N в среде азота; DE – охлаждение образцов)

Для исследования свойств сформированных покрытий использовались следующие методы: оптическая микроскопия (OLYMPUS GX71), растровая (Philips SEM 515, оснащенный микроанализатором элементного состава EDAX ECON IV) электронная микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия, микро- и на-

ноиндентация (ПМТ-3, Nano Hardness Tester NHT-S-AX-000X), скретч-тест (Micro-Scratch Tester MST-S-AX-000), метод измерения толщины покрытия Calotest.

### Результаты и их обсуждение

Толщина покрытий, осажденных при разных условиях, определялась методом Calotest. На подложках формировался слой Ti-Si-N толщиной 1.0-1.5 мкм. При этом, как видно из рис. 2, скорость роста покрытия Ti-Si-N, осажденного вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом, падает с ростом напряжения смещения с 13 (плавающий потенциал) до 9 нм/мин (стационарный режим). Этот эффект объясняется частичным ионным травлением покрытия с энергией от десятков до 200 эВ, при соответствующем приложенном напряжении смещения.

Поверхность и сколы покрытий исследовались с помощью растровой электронной микроскопии (рис. 3 а,б). Покрытие Ti-Si-N плотное, беспористое. По растровым изображениям сколов покрытий столбчатой структуры не наблюдается, что косвенно свидетельствует о мелкозернистой структуре покрытий.

Методом микро- и наноиндентации были измерены твердость при нагрузках 1000, 500 и 50 мН, модуль Юнга, степень упругой деформации (рис. 4, табл. 1). Как видно из таблицы, при больших нагрузках, когда глубина проникновения индентера  $s \geq 1$  мкм (что соответствует толщине покрытия) твердость системы покрытие-подложка находится в диапазоне 29,12-36,88 кг/мм<sup>2</sup>.

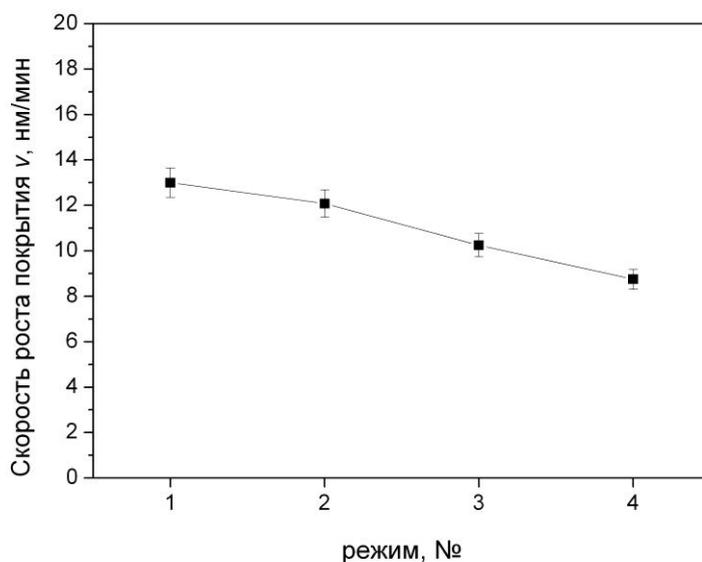


Рисунок 2 - Зависимость скорости роста покрытия Ti-Si-N от напряжения смещения (1 -  $U_{см} = U_{пл}$ ; 2 -  $U_{см} = -100$  В,  $\gamma = 50\%$ ; 3 -  $U_{см} = -200$  В,  $\gamma = 50\%$ ; 4 -  $U_{см} = -200$  В, стационарный режим)

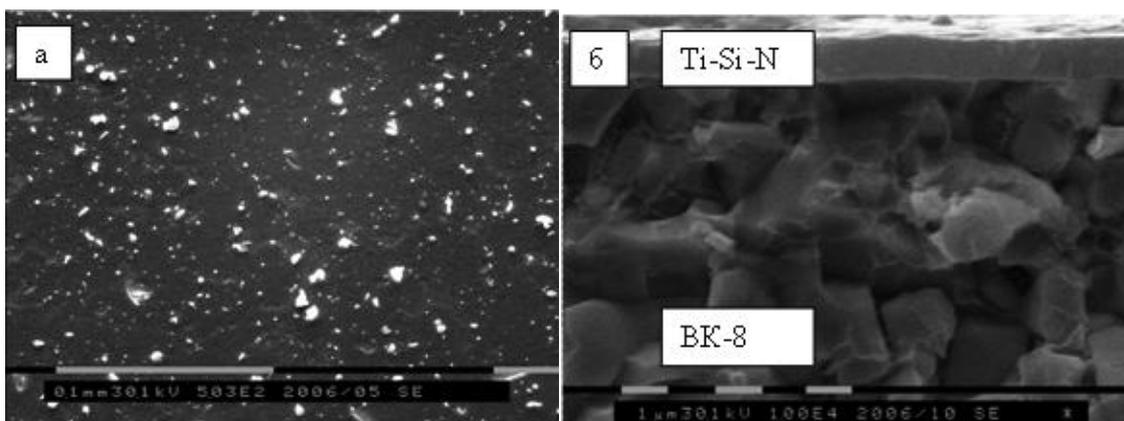


Рисунок 3 - Характерное изображение поверхности (а) и поперечного излома (б) твердого сплава ВК-8 с покрытием, полученным при испарении композиционного катода состава Ti-10%Si. Сканирующая электронная микроскопия

При нагрузке 50 мН (глубина проникновения индентера  $s \leq 20\%$  от толщины покрытия) минимальная твердость (25,62 ГПа) обнаружена у покрытия, сформированного под плавающим потенциалом, а максимальная – при напряжении смещения -300 В (55,46 ГПа). Ранее такие высокие значения твердости были получены при стационарном напряжении [3]. Модуль упругости у покрытий Ti-Si-N имеет высокие значения, что может указывать на его невысокую прочность. При этом степень упругого восстановления покрытия достигает 70%.

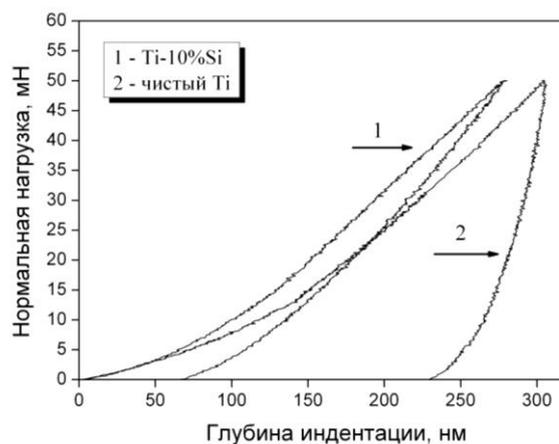


Рисунок 4 - Кривые нагрузки-разгрузки для покрытий, полученных при использовании 1) Ti-10%Si; 2) Ti катодов в плазме дуговых разрядов

Также при увеличении величины смещения наблюдается улучшение адгезионных характеристик. Так при  $U_{см} = -300$  В достигается максимальная критическая нагрузка ( $L_c = 7,56$  Н).

Структурно-фазовые исследования осажденных Ti-Si-N покрытий методом просвечивающей электронной микроскопии показали наличие нанокристаллической структуры. Основной фазой покрытий является  $\delta$ -TiN. Кристаллиты не имеют выделенной ориентации, их средний размер составляет  $d = 10,1 \pm 4,0$  нм.

Таблица 1 - Влияние величины смещения ( $U_{см}$ ) на микро- и нанотвердость ( $HV$ ), модуль Юнга ( $E$ ), отношение  $HV/E$ , степень упругого восстановления ( $W_e$ ), величину критической нагрузки ( $L_c$ ), формируемого покрытия Ti-Si-N на ВК-8

$U_{см}$	HV ( $P_n=1000$ мН), ГПа	HV ( $P_n=500$ мН), ГПа	HV ( $P_n=50$ мН), ГПа	E, ГПа	$W_e$ , %	$L_c$ , Н
$U_{пл}$	29,12	36,34	25,62	564,1	47,2	2,47
-50	32,72	36,02	37,09	681,1	56,3	3,50
-100	30,43	37,73	36,20	669,7	51,1	4,00
-200	30,23	36,22	36,82	1196,7	51,8	5,60
-300	30,98	36,88	55,46	895,8	69,5	7,56

### Заключение

На основе полученных результатов по осаждению покрытий Ti-Si-N и исследованию их свойств было выявлено, что покрытия являются нанокристаллическими со средним размером кристаллитов без выделенной ориентации  $d=10,1\pm 4,0$  нм основной фазы  $\delta$ -TiN. Покрытия обладают высокой твердостью в диапазоне 25-55 ГПа, высокой степенью упругого восстановления (до 70 %) и хорошей адгезией ( $L_c$  до 7,56). При увеличении импульсного отрицательного напряжения смещения до 300 В скорость роста покрытий уменьшается (до 9 нм/мин), при этом значения характеристик покрытий (твердость, адгезия и др.) при данных условиях формирования достигают своего максимального значения в выбранном диапазоне параметров.

### Список литературы

1. Veprek, S. Reiprich.//Thin Solid Films 268 (1995) 64–71.
2. Винтизенко Л.Г. и др.//Известия ВУЗов. Физика, 2001 г., №9, С. 28-35.
3. Коваль Н.Н. и др.//Известия ВУЗов. Физика. – 2007. – №2. – С. 46-51.

## ИЗУЧЕНИЕ ИЗНАШИВАНИЯ ВЫСОКОПРОЧНЫХ СТАЛЕЙ В ПАРАХ ТРЕНИЯ

К.И. ЛИПЕВА<sup>1</sup>, Ю.И. ПОЧИВАЛОВ<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Томский политехнический университет,

<sup>2</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

### Введение

Важнейшей задачей современного материаловедения является повышение надежности и долговечности машин и механизмов, работающих в тяжелых условиях эксплуатации. Особенно это актуально для узлов и деталей, работающих в парах трения [1]. В настоящее время традиционные подходы к повышению износостойкости практически исчерпаны и идет поиск нетрадиционных способов для достижения заданных свойств. Одним из таких способов является наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных и функциональных материалов.

При трении в поверхностных слоях материалов образуются сложные дефектные структуры, которые свидетельствуют, что пластическая деформация, в этих условиях является крайне неоднородной и носит вихревой ротационный характер с

разворотом фрагментов преимущественно вдоль оси, перпендикулярной направлению трения и параллельной плоскости скольжения. Такой механизм ротационной пластичности приводит к образованию в поверхностном слое мезообъемов материала различного размера, которые отслаиваются в виде частиц износа. Скорость изнашивания лимитируется скоростью образования мезовихрей в приповерхностном слое и возникновением трещин по их границам. Если блокировать образование мезовихрей и измельчить их размер, сформировать демпфирующие прослойки, то можно повысить износостойкость материала. Формирование в поверхностных слоях наноструктуры с высокой демпфирующей способностью позволяет уменьшить размеры мезовихрей и, тем самым, повысить износостойкость материала в парах трения.

Другим высокоэффективным способом повышения износостойкости материалов в парах трения является модифицирование смазочного материала ультрадисперсными алмазными частицами. Как показано в [2], модифицирование смазочного материала наноразмерными частицами алмаза марки УДАГ приводят к интенсификации процесса приработки трибосопряжения, увеличению микротвердости поверхностных слоев стали и снижению интенсивности изнашивания.

В настоящей работе исследовали влияние наноструктурирования поверхностных слоев стали 30ХГСН2А и влияние добавок наноразмерных частиц алмаза в смазочный материал на ее износостойкость в паре трения.

#### **Материал и методика исследований**

Испытания проводились на образцах стали 30ХГСН2А в форме параллелепипеда  $20 * 8 * 10 \text{ мм}^3$  по схеме "вал – колодка" в условиях граничной смазки на машине трения СМТ-1. В качестве смазки использовали как чистое индустриальное масло И-20, так и модифицированное введение наноразмерной алмазосодержащей добавки марки УДАГ (2 об. %) в состав смазочного материала. Образцы для исследований были термообработанны по стандартным режимам и разделены на две партии: в первой в приповерхностных слоях образцов создавали наноструктурное состояние, а во второй нет. Наноструктурирование поверхностного слоя выполнялось методом ультразвуковой механическойковки с использованием установки ИЛ4. Контртело диаметром 50 мм было изготовлено из стали ШХ-15 с твердостью 65 HRC. Испытания на трение проводили при начальной нагрузке на образец 20 Н и скорости вращения вала 200 об/мин (скорость скольжения 1 м/мин). Продолжительность нагружения составляла 120 мин. Интенсивность изнашивания оценивали путем измерения ширины дорожки трения по оптическим изображениям, полученным с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Stemi 2000 C.

#### **Результаты эксперимента и их обсуждение**

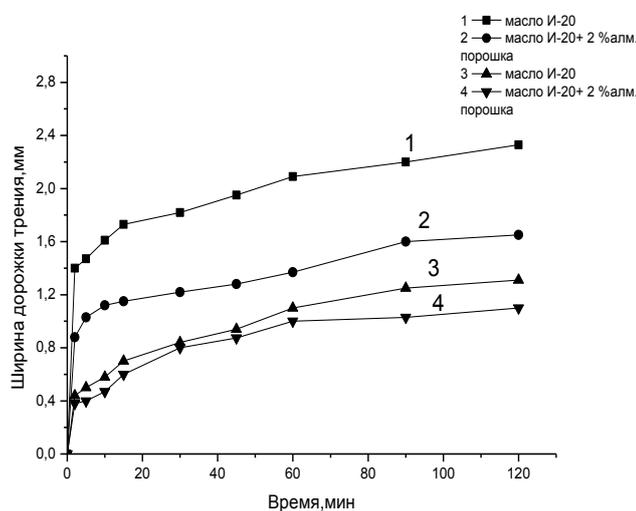
**Образцы стали 30ХГСН2А после закалки и отпуска (смазочный материал И-20).** В течение первых десяти минут испытаний (стадия приработки) на рабочей части образцов закаленной и отпущенной стали 30ХГСН2А формируется дорожка трения шириной  $\approx 1,6 \text{ мм}$  (рис. 1, кривая 1). Коэффициент трения  $f_{\text{тр}}$  в начале испытаний равен  $\approx 0,6$ . С увеличением времени испытания коэффициент трения снижается и к концу стадии приработки его значения составляют  $\sim 0,3$  и остаются неизменными до окончания испытаний. За полное время испытаний 120 мин ширина дорожки трения возросла до 2,3 мм (рис. 1, кривая 1; рис. 2, а).

**Образцы стали 30ХГСН2А после закалки и отпуска (смазочный материал И-20 с УДАГ).** Скорость изнашивания образцов стали 30ХГСН2А при испыта-

ниях в смазочном материале с добавками ультрадисперсных частиц алмаза заметно ниже, чем в чистом масле И-20. На рабочей поверхности образцов после испытаний с модифицированной смазкой за первые 5 мин сформировалась дорожка трения шириной ~ 1,0 мм. При дальнейшем нагружении (за 120 мин. испытаний) ширина дорожки трения увеличивается до 1,65 мм (рис. 1, кривая 2; рис. 2,б). Значение коэффициента трения  $f_{тр}$  за первые 15 мин работы уменьшается с 0,5 до 0,2 и сохраняется неизменным до конца испытаний.

**Образцы стали 30ХГСН2А после закалки и отпуска с наноструктурированным поверхностным слоем (смазочный материал И-20).** Скорость изнашивания образцов стали 30ХГСН2А с наноструктурированным поверхностным слоем заметно ниже, чем у образцов после стандартной термической обработки. На рабочей поверхности образцов с предварительно наноструктурированным поверхностным слоем за первые 10 мин сформировалась дорожка трения шириной ~ 0,6 мм. При дальнейшем нагружении (за 120 мин. испытаний) ширина дорожки трения увеличивается до 1,3 мм (рис. 1, кривая 3; рис. 2, в). Значение коэффициента трения  $f_{тр}$  за первые 10 мин работы уменьшается с 0,5 до 0,25 и сохраняется неизменным до конца испытаний.

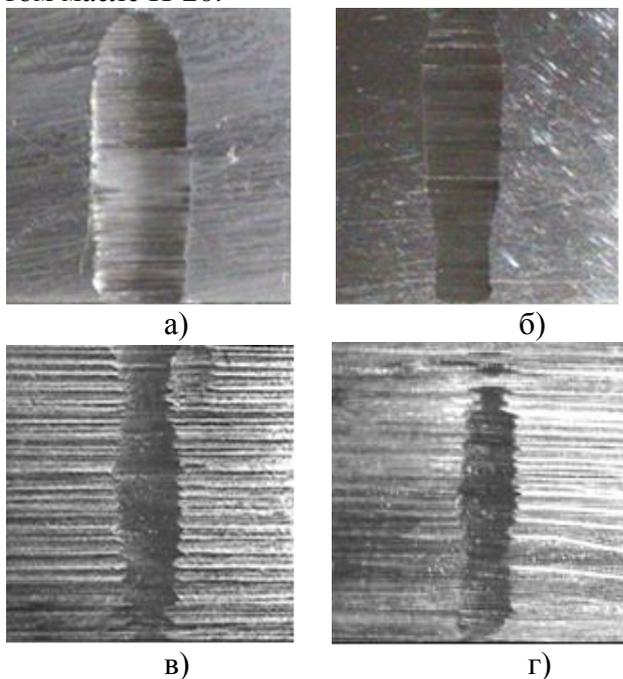
**Образцы стали 30ХГСН2А после закалки и отпуска с наноструктурированным поверхностным слоем (смазочный материал И-20 с УДАГ).** Скорость изнашивания образцов стали 30ХГСН2А с наноструктурированным поверхностным слоем при испытаниях в смазочном материале с добавками ультрадисперсных частиц алмаза заметно ниже, чем в чистом масле И-20. На рабочей поверхности образцов после испытаний с модифицированной смазкой за первые 5 мин сформировалась дорожка трения шириной ~ 0,5 мм. При дальнейшем нагружении (за 120 мин. испытаний) ширина дорожки трения увеличивается до 1,31 мм (рис. 1, кривая 4; рис. 2,г). Значение коэффициента трения  $f_{тр}$  за первые 15 мин работы уменьшается с 0,4 до 0,2 и сохраняется неизменным до конца испытаний.



*Рисунок 1 - Влияние модифицирования смазки добавкой УДАГ на величину износа стали 30ХГСН2А: 1, 2 - сталь в закаленном и отпущенном состоянии; 3, 4- сталь с наноструктурированным поверхностным слоем*

Влияние наноструктурирования поверхностного слоя стали 30ХГСН2А и модифицирование смазочного материала алмазосодержащей добавкой УДАГ очень

наглядно проявляется при изучении оптических изображений поверхностей трения (рис. 2). При этом различными оказываются не только размеры дорожки трения при изменении состояния поверхностного слоя стали 30ХГСН2А и модифицирования смазочного материала, но и ее рельеф. При изнашивании материала в смазке, содержащей добавку УДАГ, рельеф визуально более гладкий и блестящий, чем в чистом масле И-20.



*Рисунок 2 - Изображения поверхностей трения образцов стали 30ХГСН2А при различном состоянии поверхностного слоя и в различных условиях испытания: а), б) термическая обработка по стандартному режиму; в), г) с наноструктурированным поверхностным слоем; а), в) режим граничной смазки - масло И-20; б, г) режим граничной смазки И-20+ УДАГ. Время нагружения 120 мин*

Полученные результаты показывают, что износостойкость стали 30ХГСН2А можно значительно повысить путем наноструктурирования ее поверхностных слоев и использованием модифицированной смазки алмазосодержащей добавки УДАГ. Данные результаты могут быть обусловлены, с одной стороны, высокой демпфирующей способностью наноструктуры поверхностного слоя. С другой стороны, введение в смазку добавки УДАГ изменяет условия формирования смазочного слоя в зоне трения и интенсивность изнашивания контактирующих поверхностей. Это обусловлено тем, что при трении деталей, изготовленных из относительно мягкого и пластичного материала, твердые наноразмерные частицы после их высвобождения из структурного каркаса дисперсной фазы внедряются в поверхность трения, в результате чего формируются дисперсно-упрочненный поверхностный слой, который не позволяет появляться большим усталостным трещинам, а образуются отдельные локальные области питтинга. В случае трения относительно твердых материалов, в которых формирование дисперсно-упрочненного поверхностного слоя затруднено, появляющиеся в процессе деструкции смазочного материала свободные частицы коагулируют, образуя агломераты повышенной твердости. Наличие таких агломератов в зоне трения приводит к изменению механизмов трения [2].

#### Список литературы

1. Гаркунов Д.Н. Триботехника (износ и безызносность): Учебник. – 4-е изд., перераб. и доп. - М.: «Издательство МСХА», 2001. 616 с., ил. 280.
2. Витязь П.А., Жорник В.И., Кукареко В.А Трибомодифицирование поверхности трения приработкой в среде смазки, содержащей наноразмерные алмазо-

содержащие добавки// Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, г. Минск. 2010. У-27. С. 536.

## **СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ ИЗ ХРОМОВАНАДИЕВОГО БЕЛОГО ЧУГУНА**

*Л.В.ЕРЁМИНА, Б.В.ДАМПИЛОН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
Институт физики высоких технологий

Одним из основных факторов малого ресурса работы рабочих поверхностей деталей механизмов и машин в горнодобывающей и перерабатывающей промышленности является интенсивный абразивный износ. Эффективным способом повышения износостойкости инструмента является нанесение на его рабочую поверхность износостойкого покрытия.

Одной из прогрессивных технологий нанесения износостойких покрытий является электронно-лучевая наплавка в вакууме.

Особенностями процесса электронно-лучевой наплавки являются значительный перегрев ванны расплава в зоне действия электронного луча, способствующий повышению однородности расплава и высокая скорость охлаждения, приводящая к образованию структурно неустойчивого состояния матрицы при использовании высокоуглеродистых наплавочных материалов. Следует ожидать, что при электронно-лучевой наплавке реализуется весьма благоприятное состояние для дальнейшей термообработки наплавленных покрытий из хромованадиевого чугуна. С её помощью можно управлять как структурой матрицы в результате  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, так и карбидной подсистемой за счет выделения вторичных ультра и наноразмерных карбидов из пересыщенной матрицы.

Таким образом, целью настоящей работы является исследование структуры и свойств покрытий из эвтектического хромованадиевого чугуна после наплавки и последующей термической обработки.

### **Материалы и методики эксперимента**

Покрытия толщиной 2 мм были получены методом электронно-лучевой наплавки в вакууме на подложках из малоуглеродистой стали В качестве наплавочного материала была использована механическая смесь, состоящая из промышленных порошков хромистого чугуна марки ПГС27, ванадия и железа с расчетом получения покрытия из хромованадиевого чугуна эвтектического состава.

Высокотемпературный отжиг образцов с покрытиями проводили в вакуумной печи при различных температурах 800, 900, 1000, 1100<sup>0</sup>С с выдержкой 60 мин. и охлаждением в вакуумной печи.

Структурно-фазовое состояние покрытий определяли с использованием микрорентгеноспектрального анализа на приборе Leo Evo 50 и рентгенофазового анализа на приборе ДРОН-3. Микротвердость ( $H_{0,981}$ ) покрытий определяли на приборе ПМТ-3. Испытания покрытий на стойкость к абразивному изнашиванию проводили согласно ГОСТ 23.208-79

### Результаты и обсуждение

Микроструктурные исследования наплавленных покрытий из эвтектического хромованадиевого чугуна с использованием данных рентгеноструктурного и микро-рентгеноспектрального анализов, показали, что карбидная подсистема исследуемых покрытий представлена эвтектическими комплексными карбидами  $(Cr,Fe,V)_7C_3$  и высокодисперсными карбидами ванадия  $V_2C$ , а матрица покрытий имеет полностью аустенитную структуру.

Анализ металлографических исследований покрытий после высокотемпературного отжига показал, что в покрытиях, отожженных при температурах 800 и 900<sup>0</sup>С, видимых изменений в структуре не наблюдается. В отожженных при 1000<sup>0</sup>С и 1100<sup>0</sup>С покрытиях наблюдается наличие значительного количества ультрадисперсных вторичных карбидов, выделившихся из матрицы в пространстве между эвтектическими карбидами (рис. 1б, 1г).

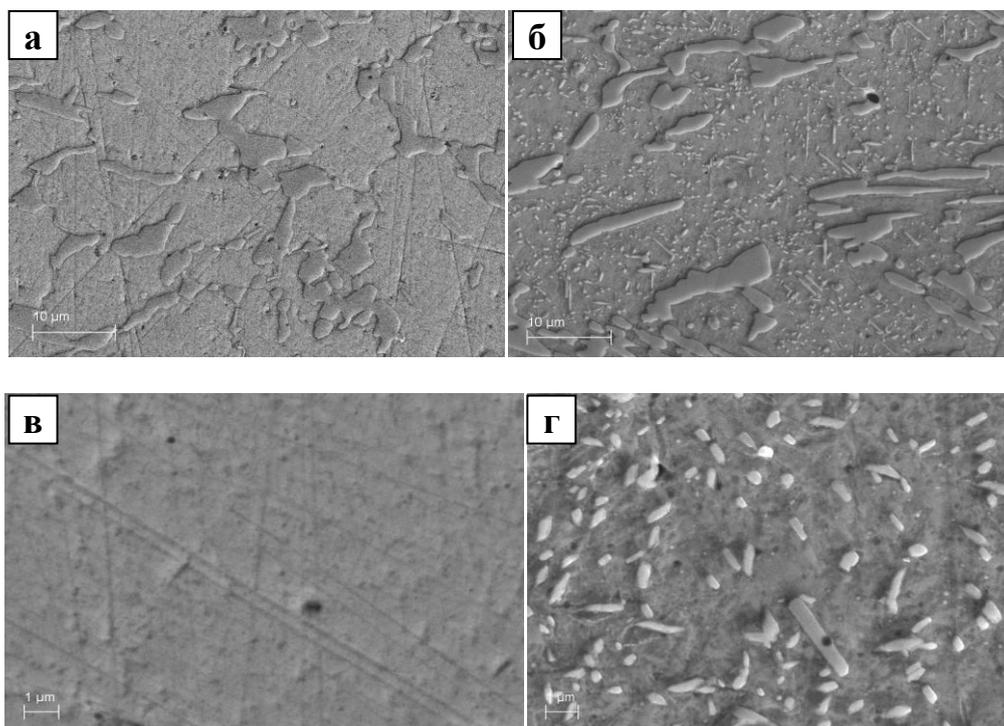


Рисунок 1 - Микроструктура покрытий из эвтектического хромованадиевого чугуна (РЭМ): а ( $\times 5000$ ), в ( $\times 20000$ ) – без ТО; б ( $\times 5000$ ), г ( $\times 20000$ ) – после отжига при 1100<sup>0</sup>С

Эвтектические карбиды при такой термической обработке не претерпели изменений, общее количество карбидов после отжига при 1000-1100<sup>0</sup>С несколько выше, чем после наплавки, вследствие выделения вторичных карбидов из пересыщенной аустенитной матрицы. Результаты стереометрического микроанализа покрытий показали, что объемная доля в покрытии вторичных карбидов составляет 10-12%. Размеры карбидов варьируются в широких пределах от 80 нм до 3 мкм, причем основной объем вторичных карбидов (70-72%) имеет размер до 400 нм (рис.2). Объемная доля наноразмерных карбидов (до 100 нм) среди вторичных карбидов составляет порядка 9-10%.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа вторичные карбиды представлены соединением  $M_7C_3$ , а основной объем матрицы представлен мартенситом

(90%) и аустенитом (10%). Выявленные в наплавленных покрытиях рентгеноструктурным анализом карбиды ванадия  $V_2C$ , образовавшиеся при кристаллизации расплава, не идентифицируются в покрытиях после высокотемпературного отжига. Это обстоятельство видимо, обусловлено растворением карбида ванадия в матрице покрытий при высоких температурах в процессе отжига. Наличие хрома повышает растворимость карбида ванадия в аустените при температуре 1000-1150 °С. Некоторое количество хрома, растворяясь в карбидах типа  $MC$ , ослабляет межатомные связи в кристаллической решетке карбида – растворителя и облегчает диссоциацию карбидов в  $\gamma$  - твердом растворе. После охлаждения образцов карбид ванадия в покрытии не обнаруживается. По данным микрорентгеноспектрального анализа ванадий входит в состав сложного карбида с хромом типа  $M_7C_3$ . Положительная роль ванадия заключается в том, что он частично растворяясь в карбиде хрома, сообщает ему повышенную стойкость против коагуляции и усиливает эффект дисперсионного твердения.

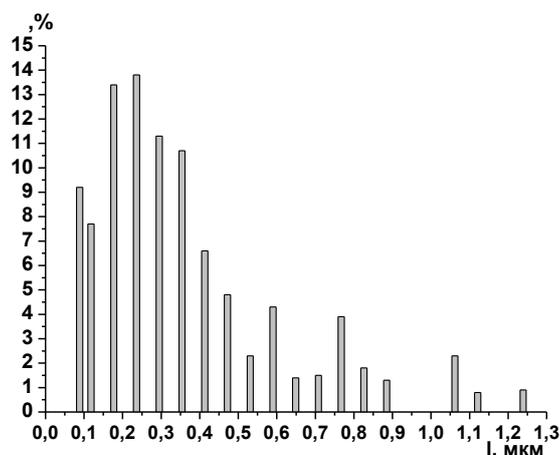


Рисунок 2 - Распределение вторичных карбидов по размерам в покрытиях после отжига при 1100°С с выдержкой 1 час.

Проведенные испытания покрытий на абразивную износостойкость показали, что отжиг при температурах 1000 и 1100 °С приводит к значительному повышению износостойкости покрытий (рис.3). Повышение твердости и износостойкости покрытий вызвано как упрочняющим действием выделившихся ультрадисперсных и наноразмерных карбидов, так и  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращением.

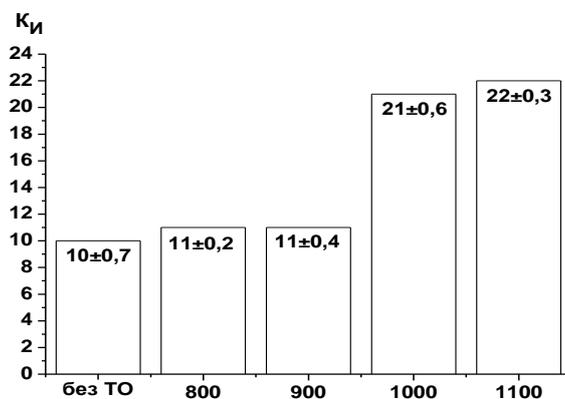


Рисунок 3 - Зависимость коэффициента относительной износостойкости покрытий от температуры отжига

### **Выводы**

1. Высокотемпературный отжиг образцов с покрытиями из эвтектического хромованадиевого чугуна в диапазоне температур  $1000^{\circ}\text{C}$  -  $1100^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа приводит к интенсивному выделению вторичных ультрадисперсных карбидов  $\text{M}_7\text{C}_3$  из метастабильной аустенитной матрицы покрытий. Матрица покрытий в результате отжига представлена мартенситом (90%) и аустенитом (10%).

2. Объемная доля в покрытии вторичных карбидов составляет 10-12%. Основной объем вторичных карбидов (70-72%) имеет размер до 400 нм. Объемная доля наноразмерных карбидов (до 100 нм) составляет порядка 9-10% среди вторичных карбидов.

3. В результате выделения ультрадисперсных карбидов и  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения в матрице двукратно увеличивается абразивная износостойкость и повышается твердость покрытий.

## **ФАЗОСТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ И СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННЫХ ЭЛН-ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА ТИТАНА ПОСЛЕ ИМПУЛЬСНОГО ОПЛАВЛЕНИЯ**

*Н.К. ГАЛЬЧЕНКО, К.А. КОЛЕСНИКОВА, А.Д. ТЕРЕСОВ, О.С. МАРЬИНА<sup>1</sup>*  
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,  
<sup>1</sup>Томский политехнический университет

В последние годы большое внимание уделяется вопросу создания на поверхности металлов и сплавов упрочняющих композиционных покрытий на основе тугоплавких соединений, стойких к абразивному и адгезионному взаимодействию. Большой научный и практический интерес представляет комбинация процессов нанесения композиционных покрытий на основе боридов титана электронно-лучевой наплавкой (ЭЛН) в вакууме с обработкой рабочей поверхности низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком. Такая термическая обработка позволяет производить контролируемое изменение состава и структуры приповерхностных областей композиционного покрытия. В настоящей работе представлены результаты исследования влияния импульсной электронно-лучевой обработки на структуру и свойства приповерхностных слоев ЭЛН-покрытий системы Ti-B-Fe с 3 мас.%Вам.

### **Материалы и методика исследований**

Для электронно-лучевой наплавки покрытий была использована шихта, представляющая собой механическую смесь терморреагирующих порошков: ферробора ФБ-20 фракции 200-315 мкм и ферротитана ФТи65 фракции 50-160 мкм. В смесь вводили 3 мас.%Вам. Состав наплавляемого порошка был рассчитан исходя из получения в композиционном покрытии 33 масс.%  $\text{TiB}_2$ .

Наплавку покрытий осуществляли на подложки из стали Ст3 электронно-лучевым методом при рабочем давлении  $P=10^{-1}$  Па в 2-4 прохода при ускоряющем напряжении 28 кВ (диаметр луча – 1,0 мм, длина развертки – 12 мм) и скорости перемещения подложки 2 мм/с. Толщина наплавляемого слоя составляла 2–3 мм. Поверхностную обработку осуществляли интенсивным импульсным низкоэнергетическим пучком длительности при следующих параметрах  $W=15; 20; 40$  Дж/см<sup>2</sup>,  $\tau=200$  мкс,  $N=10$ ,  $f=0,3$  Гц.

Фазовый состав покрытия исследовали рентгенографическим методом с помощью дифрактометра ДРОН-4. Микроструктуру покрытий по толщине изучали, используя световой микроскоп МИМ-9. Твердость основных структурных составляющих определяли методом наноиндентирования с помощью прибора Nano Hardness Tester фирмы CSEM при нагрузке 0,05 Н. Для измерения микротвердости использовали прибор ПМТ-3 (нагрузка 0,5 Н). Трибологические свойства покрытий исследовали в парах трения по методу «неподвижный индентор из твердого сплава - вращающийся диск» на высокотемпературном трибометре РС - Controlled High Temperature Tribometer ТНТ-S-АХ0000 при нагрузке 10 Н и скоростях скольжения  $V=5;11$  см/сек.

**Результаты и их обсуждение.** В исследованиях [1] было показано, что исходная микроструктура поверхности ЭЛН-покрытия состава  $FeV(200-315)+FeTi(50-160)+3$  мас.%Вам содержит бориды титана ( $H\mu=20-22$  ГПа) и железа ( $H\mu=16,8-17,7$  ГПа) в виде единичных угловатых и игольчатой формы частиц, распределенных в твердом растворе с переменной объемной плотностью (рисунок 1).

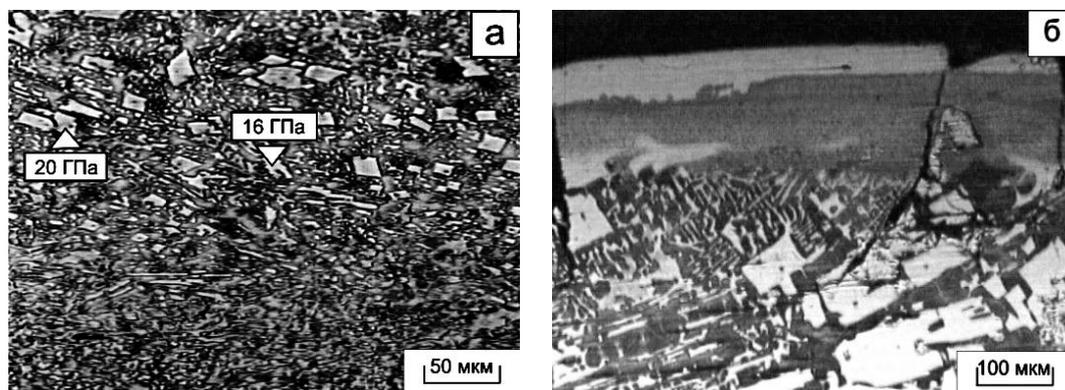


Рисунок 1 – Микроструктура приповерхностного слоя покрытия состава  $FeV(200-315)+FeTi(50-160)+3$  мас.%Вам: а- после электронно-лучевой наплавки; б- после электронно-импульсного облучения ( $W=40$  Дж/см<sup>2</sup>)

По данным РФА наряду с указанными фазами в структуре покрытия присутствуют дибориды титана, которые металлографически выявить не удалось, что, видимо, связано с их малым размером и частичным нахождением в составе эвтектики  $TiV_2-Fe$ . Эксперимент показал, что импульсное оплавление поверхности ЭЛН-покрытий при разных величинах плотности энергии в пучке ( $W=15; 20; 40$  Дж/см<sup>2</sup>) привело, прежде всего, к изменению фазового состава за счет дополнительного появления в структуре покрытий соединений  $Ti_3B_4$ . Так же показано, что оплавление электронным пучком, начиная с  $W=15$  Дж/см<sup>2</sup>, сопровождается формированием более мелкодисперсной структуры покрытий по сравнению с исходным состоянием. Из рисунка 2 видно, что рентгенограммы ЭЛН-покрытий  $FeV(200-315)+FeTi(50-160)+3$  мас.%Вам до и после оплавления при  $W=12$  Дж/см<sup>2</sup> состоят из рефлексов от кристаллических фаз, в то время как рентгенограммы покрытий после оплавления при  $W=15, 20, 40$  Дж/см<sup>2</sup> имеют гало от аморфной фазы.

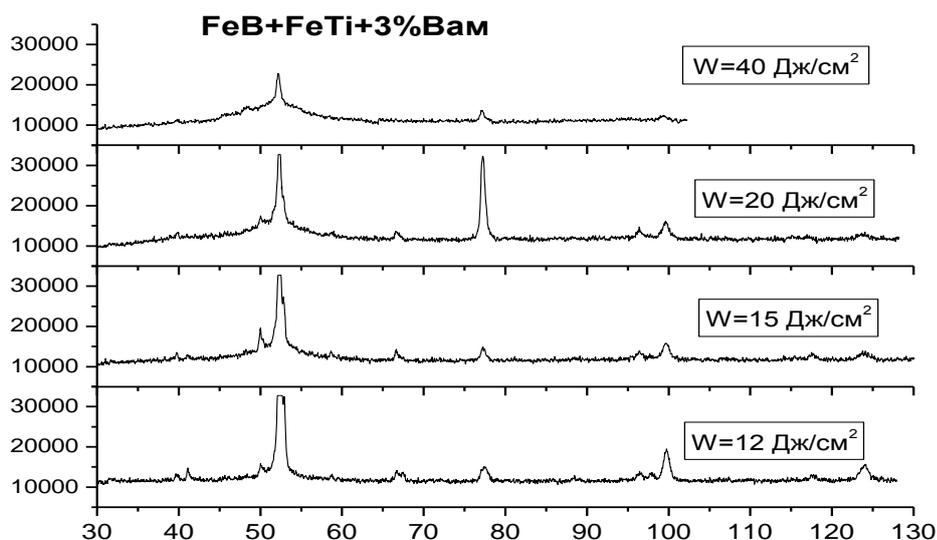


Рисунок 2 – Дифрактограммы от поверхности оплавленных покрытий при различных значениях плотности тока в импульсе

Установлено, что при режимах оплавления  $W=15,20$  Дж/см<sup>2</sup> исследуемые покрытия показали наивысшую твердость ( $H_{\mu}=13-21$  ГПа) и при испытаниях в парах трения по методу «неподвижный индентор из твердого сплава - вращающийся диск» наименьшую интенсивность износа ( $I=1,46-3,17$  мкм/км) (таблица 1, рис.3). Полученные результаты хорошо иллюстрируют приведенные на рис. 3 фотографии поверхностей износа.

Таблица 1

Состав покрытия	Микротвердость поверхности покрытия, ГПа			
	Без обработки	$W=15$ Дж/см <sup>2</sup>	$W=20$ Дж/см <sup>2</sup>	$W=40$ Дж/см <sup>2</sup>
FeB(200-315) +FeTi(50-160) + 3 мас.%Вам	15-17	13-19	17-21	10-15

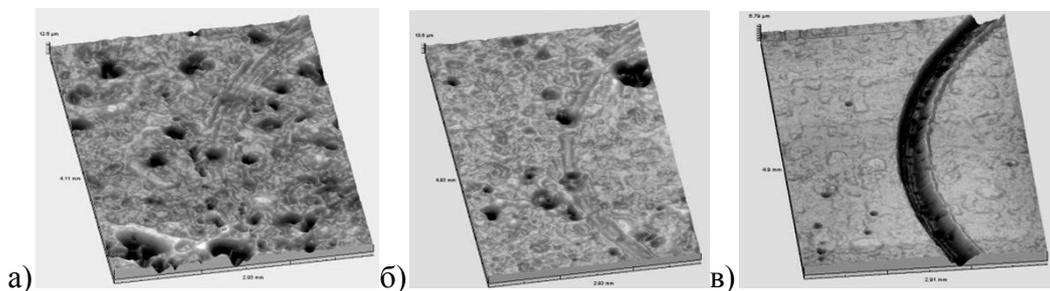


Рисунок 3 - Микрофотография поверхностей ЭЛН-покрытий состава FeB(200-315)+FeTi(50-160)+ 3 мас.%Вам в зависимости от плотности энергии в пучке: а)  $W=15$  Дж/см<sup>2</sup>; б)  $W=20$  Дж/см<sup>2</sup>; в)  $W=40$  Дж/см<sup>2</sup>

Следует отметить, что при значениях плотности энергии  $W=40$  Дж/см<sup>2</sup> наблюдается интенсивное плавление поверхности покрытий, в результате которого интенсифицируются практически все механизмы диффузии, в том числе конвективное движение в жидкой фазе. Согласно МРСА в результате такой обработки произошло перераспределение легирующих элементов в объеме оплавленного слоя с обогащением его железом. Это привело к снижению твердости поверхностного слоя и высокому износу (рис 3).

**Заключение.** Показано, что оплавление поверхностных слоев покрытий системы Ti-B-Fe с 3 мас.% В ам импульсным электронным пучком сопровождается значительным измельчением структуры и изменением фазового состава за счет дополнительного выделения тугоплавких соединений Ti<sub>3</sub>B<sub>4</sub>. Установлены оптимальные режимы оплавления ( $W=15, 20$  Дж/см<sup>2</sup>), при которых покрытия показали повышенные значения микротвердости и износостойкости.

#### **Список литературы**

1. Колесникова К.А. Модифицирование структуры и свойств боридных покрытий поверхностно-активным В<sub>ам</sub> в процессе электронно-лучевой наплавки // Физика и химия высокоэнергетических систем: Сборник материалов III Всероссийской конференции молодых ученых (22-25 апреля 2008 г., Томск).- Томск: ТМЛ-Пресс, 2008.-С. 525-528.

## **ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭЛН-ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ TI-B-FE**

*К.А. КОЛЕСНИКОВА, М.Д. ПИРОЖНИКОВА<sup>1</sup>*

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

<sup>1</sup> Томский политехнический университет

В последние годы повысился интерес к процессам получения материалов с наноразмерными упрочняющими фазами. Для этих целей в настоящее время для управления свойствами поверхности металлов и сплавов все большее практическое применение находят методы высокоскоростной импульсной обработки [1]. В настоящей работе исследуется влияние поверхностной импульсной электронно-лучевой обработки на микроструктуру, фазовый состав и трибологические свойства ЭЛН-покрытий системы Ti-B-Fe.

#### **Материалы и методика исследований**

Для электронно-лучевой наплавки покрытий была использована шихта, представляющая собой механическую смесь термореагирующих порошков: ферробора ФБ-20 фракции 200-315 мкм и ферротитана ФТи65 фракции 50-160 мкм. В смесь вводили не более 1 % ZrO<sub>2</sub> (по массе). Состав наплавляемого порошка был рассчитан исходя из получения в композиционном покрытии 33 масс.% TiB<sub>2</sub>.

Наплавку покрытий осуществляли на подложки из стали Ст3 электронно-лучевым методом при рабочем давлении  $P=10^{-1}$  Па в 2-4 прохода при ускоряющем напряжении 28 кВ (диаметр луча –1,0 мм, длина развертки – 12 мм) и скорости перемещения подложки 2 мм/с. Толщина наплавляемого слоя составляла 2–3 мм. Поверхностную обработку осуществляли интенсивным импульсным низкоэнергетиче-

ским пучком длительности при следующих параметрах  $W=15; 20; 40 \text{ Дж/см}^2$ ,  $\tau=200 \text{ мкс}$ ,  $N=10$ ,  $f=0,3 \text{ Гц}$ .

Фазовый состав покрытия исследовали рентгенографическим методом с помощью дифрактометра ДРОН-4. Микроструктуру покрытий по толщине изучали, используя световой микроскоп МИМ-9. Твердость основных структурных составляющих определяли методом наноиндентирования с помощью прибора Nano Hardness Tester фирмы CSEM при нагрузке  $0,05 \text{ Н}$ . Для измерения микротвердости использовали прибор ПМТ-3 (нагрузка  $0,5 \text{ Н}$ ). Трибологические свойства покрытий исследовали в парах трения по методу «неподвижный индентор из твердого сплава - вращающийся диск» на высокотемпературном трибометре PC - Controlled High Temperature Tribometer ТНТ-S-АХ0000 при нагрузке  $10 \text{ Н}$  и скоростях скольжения  $V=5; 11 \text{ см/сек}$ .

### Результаты и их обсуждение

Ранее [2] было показано, что после электронно-лучевой наплавки в структуре покрытий системы Ti-B-Fe с  $1 \text{ мас.}\% \text{ ZrO}_2$  основными упрочняющими фазами были бориды железа и небольшое количество диборида титана, что обусловило довольно низкие значения микротвердости (таблица 1). Эксперимент показал, что при импульсной обработке в зависимости от плотности энергии в пучке  $W=15; 20; 40 \text{ Дж/см}^2$  на поверхности образцов сформировались белые нетравящиеся слои различной толщины ( $20\text{-}70 \text{ мкм}$ ). При плотности энергии в пучке  $15 \text{ Дж/см}^2$  на поверхности образца образуется слой стекловидной структуры, содержащей некоторое количество частиц боридов титана. При увеличении плотности тока в импульсе до  $W=40 \text{ Дж/см}^2$  произошло полное оплавление поверхности покрытия (рис 1) с интенсивным кратерообразованием.

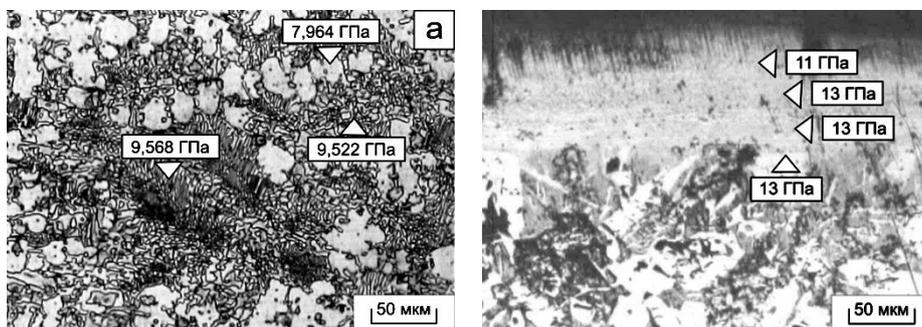


Рисунок 1 - Микроструктура приповерхностного слоя покрытия состава  $\text{FeB}(200\text{-}315)+\text{FeTi}(50\text{-}160)+1 \text{ мас.}\% \text{ ZrO}_2$ : а- после электронно-лучевой наплавки; б- после электронно-импульсного облучения ( $W=40 \text{ Дж/см}^2$ )

Рентгенофазовым анализом установлено, что наиболее значительное измельчение структуры наблюдается в покрытиях после импульсного оплавления электронным пучком при плотности энергии в пучке ( $W=20; 40 \text{ Дж/см}^2$ ), что подтверждается характером изменения фона на участках дифрактограмм  $2\theta=45\text{-}60$  (гало) (рис.2).

Так же установлено, что в структуре покрытий при всех режимах импульсного оплавления наблюдается образование фазы  $\text{Ti}_3\text{B}_4$ , что стало результатом перитектического взаимодействия исходных твердых частиц TiB с расплавом. Результатом дополнительного образования упрочняющих соединений  $\text{Ti}_3\text{B}_4$  наряду с исходными

боридами железа и диборидами титана стало повышение микротвердости приповерхностных слоев покрытий (таблица 1).

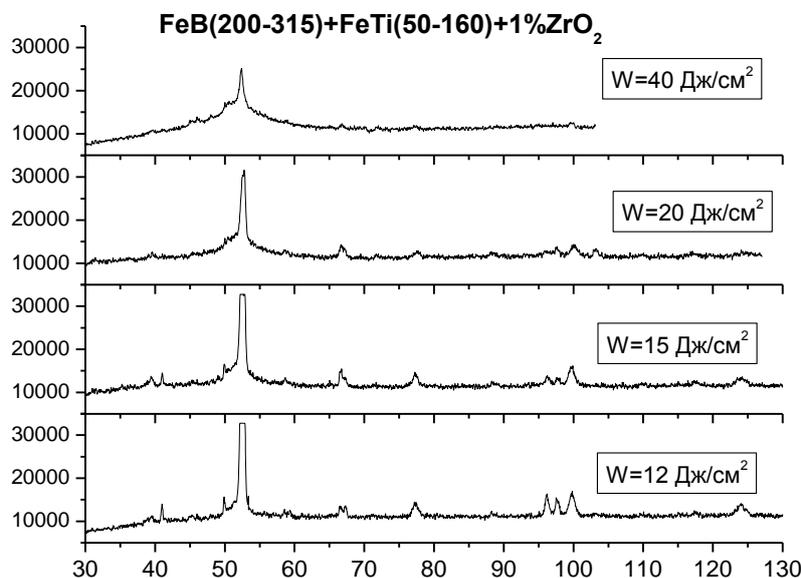


Рисунок 2 – Дифрактограммы от поверхности оплавленных покрытий при различных значениях плотности тока в импульсе

Таблица 1 - Микротвердость поверхности покрытий при всех режимах импульсного оплавления

Состав покрытия	Микротвердость поверхности покрытия, ГПа			
	Без обработки	W=15 Дж/см <sup>2</sup>	W=20 Дж/см <sup>2</sup>	W=40 Дж/см <sup>2</sup>
FeB(200-315)+FeTi(50-160)+1% ZrO <sub>2</sub>	8-12	9-13	12-23	10-17

Проведенные испытания на износостойкость покрытий в парах трения по методу «неподвижный индентор из твердого сплава - вращающийся диск» показали прямую зависимость трибологических характеристик от режимов импульсного оплавления. Так, при скорости скольжения  $V=5$  см/сек установлено, что интенсивность изнашивания покрытий ( $I$ ) находится в диапазоне 2,16 (при  $W=20$  Дж/см<sup>2</sup>) - 11,03 (при  $W=40$  Дж/см<sup>2</sup>) мкм/км; коэффициент трения ( $f_{тр}$ ) при этом имеет значение 0,6. Следует отметить, что покрытия, обработанные по режиму  $W=20$  Дж/см<sup>2</sup>, показали наименьшие значения коэффициента трения  $f_{тр}=0,145$  (при  $V=11$  см/сек). Анализ поверхностей трения с помощью 3D-профилометра MICRO MEASURE 3D station не выявил следов износа, в связи с чем не удалось количественно определить интенсивность изнашивания, так как не изменялась микро топография поверхностей, что говорит о высокой износостойкости покрытий при испытаниях в парах трения.

**Заключение.** Импульсное электронно-лучевое оплавление приповерхностных слоев композиционных ЭЛН-покрытий системы Ti-B-Fe с 1мас% ZrO<sub>2</sub> приводит к формированию ультра-нанодисперсной структуры и дополнительному обра-

зованию фазы  $Ti_3B_4$ . Эти факторы, вероятно, и обусловили более высокие значения твердости и износостойкости оплавленных покрытий по сравнению с исходным состоянием (не обработанными импульсным пучком).

#### Список литературы

1. S.V. Grigoriev, V.N. Devjatkov, N.N. Koval, and A.D. Teresov. The Automated Installation for Surface Modification of Metal and Ceramic-Metal Materials and Products by Intensive Pulse Sub-Millisecond Electron Beam. // 9<sup>th</sup> International Conference on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows: Proceedings. Tomsk, 2008. - P.19-22.
2. Н.К. Гальченко, С.И. Белюк, К.А. Колесникова, В.Г. Гальченко. Структура и твердость покрытия системы Ti-B-Fe, модифицированного ультрадисперсным порошком  $ZrO_2$ . // Деформация и разрушение материалов, -№4.-2010.-С. 25-28.

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПЛАЗМЕННЫХ МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ПОСЛЕ ОПЛАВЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

*Н.К. ГАЛЬЧЕНКО, Н.А. СЕРЕДОВ*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

#### Введение

Известно, что металлокерамические покрытия на основе тугоплавких соединений при высоких температурах обладают рядом специфических свойств, позволяющих их использовать для надёжной защиты материалов. Для увеличения прочности сцепления плазменных покрытий с подложкой, а также прочности самого керамического покрытия в практике используют ряд технологических приёмов, в том числе предварительное нанесение подслоя, оплавление покрытия с поверхности и другие, которые неизбежно вызывают структурные изменения в объеме слоя и приводят к изменению пористости, толщины формируемого слоя, твёрдости и т.д.

В настоящей работе было проведено исследование влияние воздействия электронного пучка на структуру и свойства плазменных покрытий системы  $Al_2O_3-W_2N$  (5 -30мас.%).

#### Материалы и методики эксперимента

Покрытия наносили на подложки из меди с промежуточным подслоем из сплава Н85Ю15, Для нанесения покрытия использовали смесь порошков исходных компонентов дисперсностью менее 40 мкм, которую гранулировали гидростатическим прессованием с последующим дроблением и выделением фракции 65-100 мкм. Режимы напыления:  $U=40В$ ,  $I=400А$ ; плазмообразующий газ – смесь аргона с 10% азота; транспортирующий газ аргон; расход плазмообразующего газа –  $2м^3/ч$ ; расход порошка – 60 г/мин; дистанция напыления – 100-120 мм; оборудование – плазменная установка УПУ – 8М и плазмотрон ПП-25. Ввод порошка осуществлялся под срез сопла плазматрона. Для оплавления использовали источник электронов с плазменным эмиттером на основе отражательного разряда с полым катодом [1]. Диаметр луча составлял 1 мм., длина развертки луча 10 мм., ускоряющее напряжение 28 кВ. Исследовали влияние величины тока луча как наиболее легко и плавно регулируе-

мого технологического параметра, на микроструктуру. Оплавление проводили при  $I_{\text{луча}} = 16 - 68$  мА. Абразивный износ проводили о не жёсткозакреплённые абразивные частицы (ГОСТ 23.208-79). В качестве абразивного материала использовался кварцевый песок зернистостью 160-350 мкм. Исследование адгезионной прочности проводили методом царапания алмазным наконечником (полусфера на конусе  $R=20$  мкм) на приборе Micro Scratch Tester при изменяющейся во времени нагрузке от 0 до 7 Н, длина трека - 4 мм.

### Результаты эксперимента и их обсуждение

Из литературы [1] известно, что от изменения параметров электронного луча, воздействующего на структуру покрытия, зависят структура и свойства материала. В случае выбора оптимальных режимов оплавления плазменных покрытий можно значительно повысить их плотность и прочностные характеристики, повлиять на формирование структуры и фазовый состав. Проведенные в работе исследования показали, что с повышением плотности мощности луча у всех составов покрытий наблюдается увеличение толщины оплавленных слоев и значительное снижение пористости, что хорошо видно на примере покрытия состава  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}30\text{мас.}\% \text{W}_2\text{N}$  (Рисунок 1). Металлографический анализ показал, что покрытия с минимальным содержанием нитрида вольфрама (5мас.%) имеют слоистую, структуру с большим количеством пор и микротрещин. С увеличением доли нитридной составляющей в покрытии до 10-30мас.% структура приобретает смешанный характер: слоистые участки чередуются с более однородными, подобными литым структурам. Причем дефектность структур снижается с повышением доли нитрида в исходном составе покрытий как в напыленном, так и в оплавленном состоянии.



Рисунок 1 - Микроструктура покрытий состава  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}20\text{мас.}\% \text{W}_2\text{N}$  (подслоя Н85Ю15); а- без оплавления; б - оплавление при  $I=24$  мА

Рентгенофазовым анализом установлено, что после плазменного напыления в структуре всех покрытий основными фазами являются W и  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Показано повышение степени обогащения оплавленных слоев атомами никеля и алюминия из подслоя Н85Ю15, что выражается в дополнительном появлении на дифрактограммах линий, соответствующих фазе  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , интенсивность которых возрастает с ростом тепловложения ( $I$ , мА). Этому способствует увеличение количества жидкой фазы, в присутствии которой происходит интенсивное перемешивание элементов подслоя из сплава Н85Ю15 и самого покрытия. Также отмечено появление в оплавленных образцах следов фазы  $\text{WAl}_{12}$  (рисунок 2).

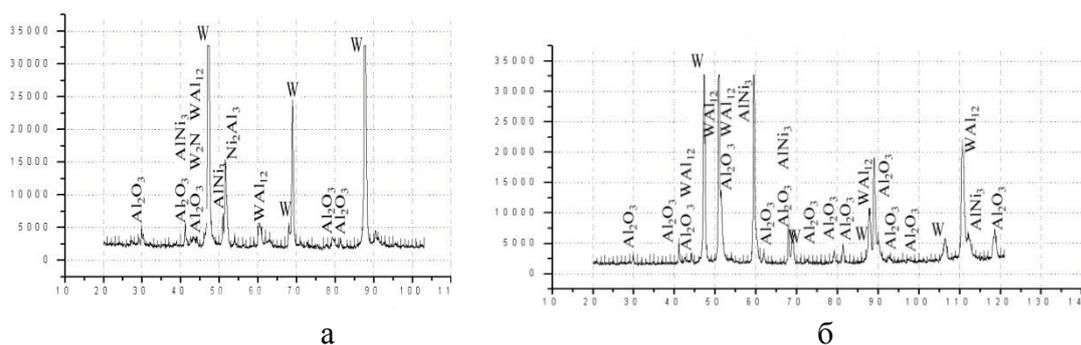


Рисунок 2 - Рентгеновские дифрактограммы плазменных покрытий  $Al_2O_3$ -30мас.% $W_2N$  (подслой H85Ю15); а - после напыления; б - после оплавления при  $I=68$ -74мА.

Установлено, что максимальной твердостью обладает покрытие с 5%мас.  $W_2N$  после оплавления при  $I=26$ -30мА, когда не происходит проплавления подложки, но значительно снижается дефектность структуры оплавленного слоя. Интервал значений микротвердости составляет 3750-6200МПа, что, очевидно, обусловлено высоким содержанием упрочняющей фазы  $Al_2O_3$  в исходном составе напыляемого порошка (95мас.%). Оплавление при токах луча свыше 30 мА сопровождается интенсивным порообразованием, растрескиваем и снижением микротвердости (рисунок 3, кривая 1).

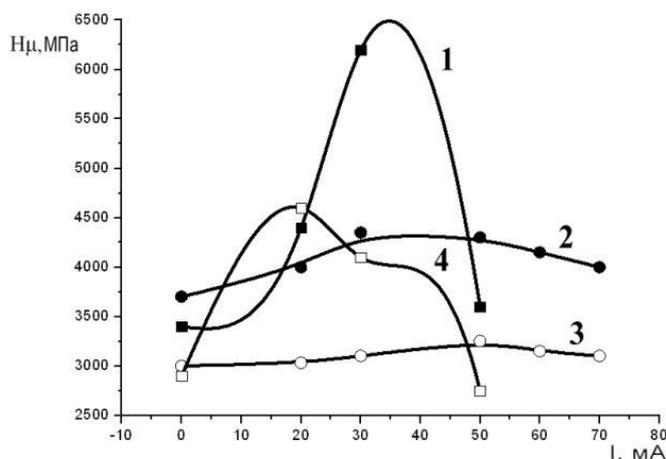


Рисунок 3 - График изменения микротвёрдости в зависимости от состава покрытий и режимов оплавления электронным пучком: 1- $Al_2O_3$ -5% мас.  $W_2N$ ; 2 -  $Al_2O_3$ -10% мас.  $W_2N$ ; 3-  $Al_2O_3$ -20% мас.  $W_2N$ ; 4-  $Al_2O_3$ -30% мас.  $W_2N$

Анализ кривых показывает, что изменение значений тока луча в пределах от 22 до 65 мА слабо влияет на твердость оплавленных покрытий, содержащих 10 и 20 мас.%  $W_2N$ . При этом наблюдается сужение интервала микротвердости и смещение максимума распределения в сторону меньших значений (рисунок 3, кривые 2, 3). У покрытий состава  $Al_2O_3$ -30мас.% $W_2N$  максимум твердости ( $H\mu=4,5$ ГПа) был достигнут после оплавления при  $I=24$ мА. Сравнительный анализ микроструктур показал, что у данного состава покрытия сформировалась наиболее совершенная литая структура без видимых пор и макродефектов.

Исследование абразивной износостойкости показало, что наибольшей абразивной износостойкостью обладают плазменные покрытия  $Al_2O_3$  –30мас.% $W_2N$  после оплавления при токе луча 24 мА.

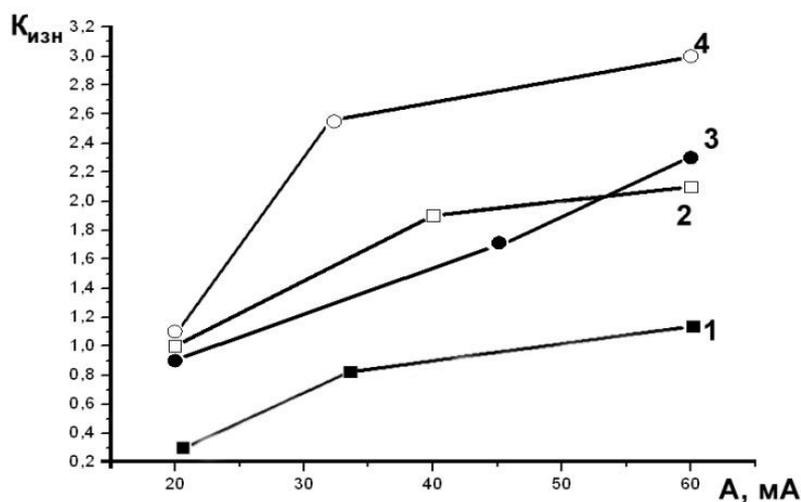


Рисунок 4 - Зависимость абразивной износостойкости плазменных покрытий от состава и режимов оплавления электронным лучом: 1- $Al_2O_3$ -5% мас.  $W_2N$ ; 2-  $Al_2O_3$ -10% мас.  $W_2N$ ; 3- $Al_2O_3$ -20%мас.  $W_2N$ ; 4- $Al_2O_3$ -30% мас.  $W_2N$ .

Проведённые исследования на адгезионную прочность, показали, что максимальные значения адгезионной прочности  $\sigma_{адг}$  имеют покрытия  $Al_2O_3$ +30% вес.  $W_2N$ :

- 1.)  $Al_2O_3$ +5% мас.  $W_2N$ :  $\sigma_{адг}=100$ кг/мм<sup>2</sup>;
- 3.)  $Al_2O_3$ +10% мас.  $W_2N$ :  $\sigma_{адг}=117,29$ кг/мм<sup>2</sup>.
- 2.)  $Al_2O_3$ +30% мас.  $W_2N$ :  $\sigma_{адг}=159,23$ кг/мм<sup>2</sup>;

#### Выводы

Оптимизированы режимы электронно-лучевого оплавления для каждого из исследуемого в работе составов металлокерамических покрытий системы  $Al_2O_3$ - $W_2N$  (5-30мас.%  $W_2N$ ), обеспечивающие получение заданного уровня твердости за счет формирования слоя с определенным химическим составом и микроструктурой. Рациональный выбор состава металлокерамических покрытий и режимов оплавления электронным пучком обеспечивает повышение твердости от 10 до 100%, абразивной стойкости в 2-3 раза.

#### Список литературы

1. Аварова К.Б., Банных О.А., Казанская Н.К., Антонова А.В. Жаропрочные композиты с металлической или интерметаллической матрицей, упрочнённые частицами оксидов, боридов, карбидов. Физико-химическая стабильность композитов с интерметаллидной матрицей, упрочнённых фазами внедрения.//Металлы №1 2002 г. Москва «Элиз»
2. Патент №2200208. «Способ нанесения плазменного покрытия.» Приоритет от 23.04.2001. Самарцев В.П., Панин В.Е., Заборовский В.М., Белюк С.И., Гальченко Н.К. 2003 г.

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЗОТИСТЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫХ ПОКРЫТИЙ И СТАЛИ 110Г13 ПРИ ТРЕНИИ СКОЛЬЖЕНИЯ В ПАРЕ С ВК6<sup>1</sup>

*Д.Н. ТАГИЛЬЦЕВА, Н.А. НАРКЕВИЧ\**

Томский политехнический университет, Институт физики высоких технологий,  
\*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Основополагающим при разработке новых износостойких материалов и покрытий авторы [1,2] считают принцип нестабильности аустенита, когда под действием абразива в тонких поверхностных слоях материала инициируется превращение аустенита в мартенсит, являющееся эффективным способом релаксации напряжений, возникающих в контакте рабочей поверхности с абразивом, что способствует повышению сопротивления изнашиванию. Типичным представителем такого износостойкого материала является сталь 110Г13. Представляет интерес разработка новых наплавочных материалов для нанесения покрытий, работающих в коррозионной абразивной среде, основой которых является железохромомарганцевый аустенит, содержащий 0,5-0,8%N мас. (равновесное содержание при атмосферном давлении).

Целью работы является исследование износостойкости и трибологических характеристик аустенитных азотистых электронно-лучевых покрытий в зависимости от их состава.

Исследуемые покрытия наносились методом электронно-лучевой наплавки порошка азотистой стали 60Х24АГ16 в вакууме. Электронно-лучевую наплавку [3], осуществляли на установке ЭЛУ-5. Покрытия наплавляли на плоские образцы, размерами 20×100×8 мм из стали 65Г, после закалки и получения твердости 56HRC. Покрытие, толщиной 2,5-3 мм, наплавляли за несколько проходов, каждый из которых формировал слой ~ 0,5 мм. Для исследования износостойкости дисперсно-упрочненных покрытий в порошок стали 60Х24АГ16 добавляли азотированный феррованадий в количестве 5, 10, 20, 25, 30% по массе. Химические составы компонентов наплавочных смесей приведены в таблице 1.

*Таблица 1 - Химический состав компонентов наплавочных смесей, %мас*

	Cr	Mn	C	N	Si	Ni	V
Азотированный феррованадий			3,0	9,0			40,0
Порошок 60Х24АГ16	24,4	16,4	0,57	0,7	1,1	0,18	

Исследования проводились на установке High-temperature Tribometr. В качестве трущего индентора применяли шарик диаметром 3 мм из твердого сплава ВК6, который прижимали к испытываемой поверхности с нагрузками P = 1, 2, 3, 5, 6, 7Н. Испытания проводили при комнатной температуре с приспособлением для удаления продуктов износа. Скорость скольжения шарика по траектории диаметром 4 мм составляла 3 см/с. Износостойкость определяли как среднее арифметическое из 5 измерений площади поперечного сечения дорожки трения - трека. Эффективную микротвердость в треках исследуемых покрытий определяли на приборе Nano Hardness Tester при нагрузке P = 10 мН по результатам трех-пяти измерений. Упругие свой-

<sup>1</sup> Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 09-08-00059-а)

ства активного поверхностного слоя в треках определяли по величине упругого восстановления  $W_e$ , рассчитанной по формуле  $W_e = (h_{max} - h_f) / h_{max}$ , где  $h_{max}$  - глубина максимального проникновения индентора;  $h_f$  - глубина проникновения индентора после снятия нагрузки. Сопротивление сдвигу поверхностного слоя рассчитывали по формуле Ф. Боудена [4]:  $\tau = f \cdot HV_{эфф}$ , где  $f$  - коэффициент трения;  $HV_{эфф}$  - эффективная микротвердость, выраженная в МПа.

Испытания скользящим шариком из ВК6 по круговой траектории можно представить как многократно повторяющийся акт взаимодействия единичной частицы твердого абразива с поверхностью испытываемого покрытия, наплавленного порошком 60X24AG16. При такой схеме испытаний прирост микротвердости за счет фрикционного упрочнения составляет от 130 до 500 кг/мм<sup>2</sup> в зависимости от нагрузки, рис. 1а. Упругие свойства рабочего, упрочненного трением, слоя заметно увеличиваются лишь при больших нагрузках, превышающих 5Н, рис.1б. Возможно, это связано с тем, что при измерении микротвердости с нагрузкой 10 мН тонкий поверхностный слой в треке продавливается алмазной пирамидой, и измеренные значения характеризуют свойства как поверхностного слоя, так и слоя, расположенного под ним. Однако при той же методике измерения вариации фрикционного упрочнения и упругого восстановления в зависимости от нагрузки на скользящий индентор в высокомарганцовистой стали Г13 значительно больше.

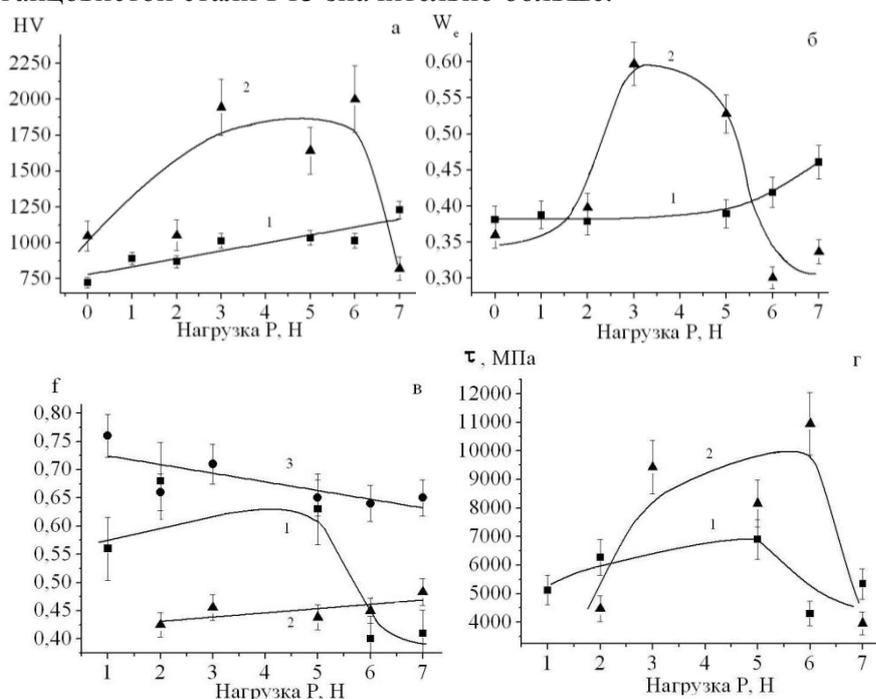


Рисунок 1 - Зависимость эффективной микротвердости  $HV$  – а, коэффициента упругого восстановления  $W_e$  – б, коэффициента трения  $f$  – в, сопротивления сдвигу  $\tau$  – г от нагрузки на шарик из ВК6 при трении скольжения по покрытию, наплавленному порошком 60X24AG16- 1 и стали 110Г13 – 2, стали X18H10 -3

Сравнение эффективной микротвердости и коэффициента упругого восстановления, измеренных в треках, после одинаковых условий испытаний в азотистом покрытии и стали Гадфильда выявило характерные отличия. Если в азотистом покрытии свойства изменяются по зависимостям линейным или близким к линейным,

то в стали 110Г13 с явно выраженными максимумами, что свидетельствует о различиях в физико-механических процессах, протекающих в поверхностных слоях исследованных материалов в диапазоне нагрузок 1-5 Н и более 5 Н.

Для испытаний во всем диапазоне нагрузок стали 110Г13 характерно диффузионное взаимодействие рабочего слоя с трущим индентором, в результате чего на стадиях установившегося износа наблюдаются осцилляции коэффициента трения, являющиеся результатом адгезионного взаимодействия, рис.2 а, б. Амплитуда этих осцилляций изменяется от 0,025 до 0,14 при нагрузках 2Н и 7Н соответственно. Под действием касательных напряжений, создающихся при движении нагруженного индентора, в поверхностном слое идет фрикционное упрочнение, по величине значительно превышающее упрочнение азотистого аустенита в покрытии, наплавленном порошком 60X24АГ16, рис.1 а, б. Однако при увеличении нагрузки более 5Н одновременно происходит практически полный вынос упрочненного материала с образованием ювенильной поверхности, которая срезается при каждом последующем акте взаимодействия твердосплавного индентора с испытываемой поверхностью. При возрастающем с повышением нагрузки коэффициенте трения  $f$  сопротивление сдвигу ювенильной поверхности становится ниже, чем в слое, подвергшемся фрикционному упрочнению при нагрузке 2 Н, рис.1 в, г.

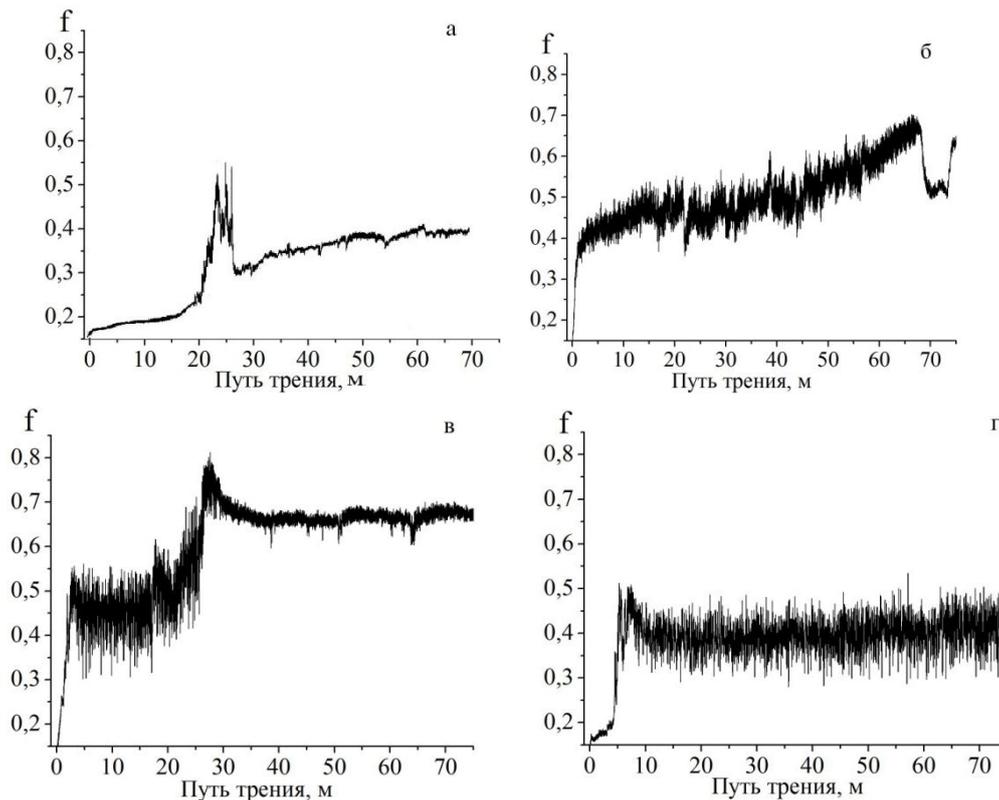


Рисунок 2 - Изменение коэффициента трения  $f$  стали 110Г13 при нагрузках 2Н - а, 7Н -б и покрытия, наплавленного порошком 60X24АГ16 при нагрузках 2Н - в, 7Н - г

Для азотистого покрытия, наплавленного порошком 60X24АГ16 также характерно адгезионное схватывание с твердосплавным индентором ВК6 при трении скольжения, с диапазоном изменения амплитуды коэффициента трения при каждой из нагрузок находится в пределах от 0,04 до 0,12 при нагрузках 2Н и 7Н соответственно, рис. 2 в, г.

Характер изменения сопротивления сдвигу активного поверхностного слоя  $\tau$  в азотистом покрытии и стали Гадфильда одинаков. Однако азотистый аустенит легче приспособляется к условиям фрикционного нагружения. Максимальные значения  $\tau$  для обоих материалов различаются  $\sim 3000$  МПа, и достигаются они в стали 110Г13 благодаря высокому фрикционному упрочнению, а в азотистом покрытии за счет более высоких значений коэффициента трения. Резкое уменьшение  $\tau$  при испытаниях с нагрузкой 5Н азотистого покрытия и с нагрузкой 6Н стали 110Г13 происходит при адекватном уменьшении коэффициента трения в азотистом покрытии и уменьшении эффективной микротвердости в стали 110Г13.

Наличие низкого коэффициента трения и малого сопротивления активного поверхностного слоя сдвигу в направлении действия силы трения у азотистых аустенитных сталей было отмечено в работе [4], авторы которой связывают указанные трибологические свойства с развитием в азотистом аустените планарного скольжения и с сокращением числа действующих систем скольжения в азотистом аустените. На наш взгляд природа такого поведения азотистого аустенита в условиях фрикционного нагружения заключается в способности структуры реагировать на внешнее механическое воздействие путем локальных структурно-фазовых превращений, в частности превращения аустенита в  $\alpha$ -мартенсит деформации и гексагональный  $\epsilon$ -мартенсит. Уменьшение коэффициента трения и сопротивления сдвигу при больших нагрузках, превышающих в нашем случае 5Н, возможно, свидетельствует о изменении механизма деформации поверхностного слоя покрытия при фрикционном нагружении от накопления плотности дефектов при скольжении и двойниковании до локальных фазовых превращений. Вероятно, структура активного поверхностного слоя азотистого покрытия эволюционирует постепенно, и наиболее значимым механизмом фазового превращения становится при высоких удельных нагрузках. Износостойкость азотистого покрытия, наплавленного порошком 60X24AG16, испытанного с нагрузками на скользящий шарик из ВК6, более 5Н превышает износостойкость стали 110Г13 более, чем в 2 раза, и более, чем в 4 раза превышает износостойкость стали X18H10, рис. 3 а.

Добавление в наплавочный порошок азотированного феррованадия дополнительно повысило износостойкость азотистого покрытия, во всем исследуемом интервале нагрузок, рис. 3. Сопротивление изнашиванию дисперсноупрочненного азотистого покрытия оказалось выше, чем аустенитной хромоникелевой стали X18H10, аустенитной высокомарганцевой стали 110Г13 и покрытия, наплавленного порошком 60X24AG16.

Наибольший прирост износостойкости отмечается при добавлении в наплавочный порошок 60X24AG16 до 20 % азотированного феррованадия. Дальнейшее увеличение содержания азотированного феррованадия на износостойкость азотистых покрытий не повлияло, рис. 3 б. Это можно объяснить тем, что частицы азотированного феррованадия создают своеобразный каркас и препятствуют взаимодействию твердосплавного шарика с азотистой матрицей. Для формирования такого каркаса достаточно добавления в наплавочный порошок 20% азотированного феррованадия.

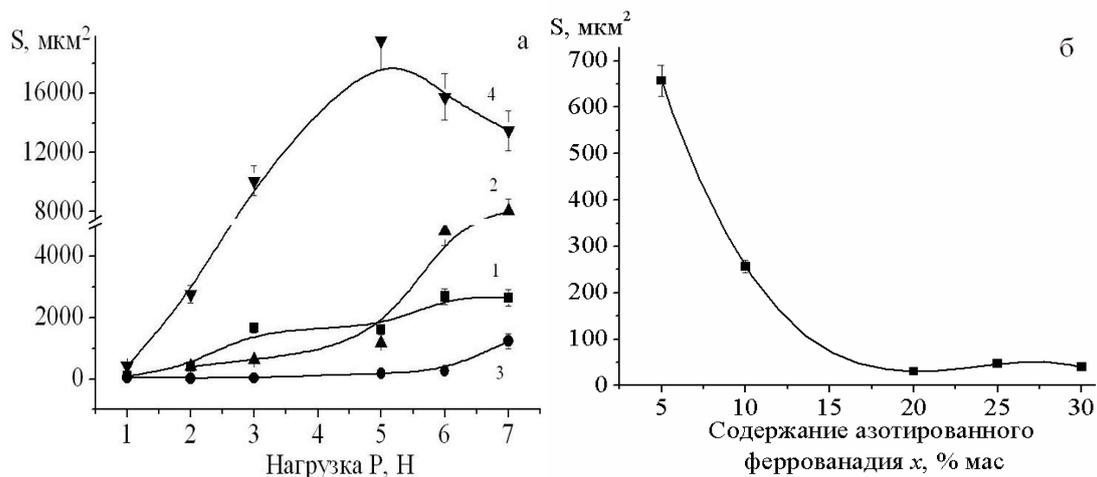


Рисунок 3 - Изменение площади поперечного сечения треков при трении скольжения твердосплавного шарика из ВК6 в зависимости от нагрузки - а (1 – покрытие, наплавленное порошком 60X24AG16, 2 – покрытие, наплавленное порошком 60X24AG16 + 10% азотированного феррованадия) и от массовой доли азотированного феррованадия в наплавочном порошке при нагрузке 6Н на шарик из ВК6, скользящий по азотистому покрытию - б

Таким образом, азотистый аустенит обладает значительным фрикционным упрочнением при взаимодействии со сплавом ВК6, однако уступает по величине упрочнению стали 110Г13. Покрытие, наплавленное порошком азотистой стали 60X24AG16, уступает в сопротивлении изнашиванию в интервале нагрузок 1-5Н. При увеличении нагрузки выше 5Н его износостойкость превышает износостойкость стали 110Г13 в 2 раза. Износостойкость дисперсноупрочненных покрытий, полученных электронно-лучевой наплавкой порошка стали 60X24AG16 с добавлением азотированного феррованадия, в 2-8 раз выше (в зависимости от нагрузки), по сравнению со сталью 110Г13 и в 12-15 раз по сравнению со сталью Х18Н10Т. Наибольший прирост износостойкости отмечается при добавлении в наплавочный порошок 60X24AG16 до 20 % азотированного феррованадия.

#### Список литературы

1. Шейнман Е.Л. Абразивный износ. Обзор американской печати. Абразивная стойкость материалов // Трение и износ. 2006. Том 27. №1. С.110-122.
2. Филиппов М.А., Кулишенко Б.А., Вальков Е.В. Износостойкость наплавочного сплава с метастабильным аустенитом // МиТОМ. 2005. №1. С.9-11.
3. Панин В.Е., Белюк С.И., Дураков В.Г. и др. Электронно-лучевая наплавка в вакууме: оборудование, технология, свойства покрытий // Сварочное производство. 2000. №2. С. 34-38.
4. Коршунов Л.Г., Гойхенберг Ю.Н., Терещенко Н.А., Уваров А.И., Макаров А.В., Черненко Н.Л. Износостойкость и структура поверхностного слоя азотсодержащих нержавеющей аустенитных сталей при трении и абразивном воздействии // ФММ. 1997. Т. 84. Вып. 5. С. 137-149.

## СТРУКТУРНЫЕ МЕХАНИЗМЫ РЕЛАКСАЦИИ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ПОКРЫТИИ, ПОЛУЧЕННОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКОЙ ПОРОШКА 60X24AG16

*Е.Л.ОРЕХОВА, Н.А.НАРКЕВИЧ\**

Томский политехнический университет, Институт физики высоких технологий,

\*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Известен ряд работ [1-3], посвященных разработке и исследованию композиционных дисперсноупрочненных покрытий с азотистой матрицей, которые формируются на поверхности углеродистых сталей электронно-лучевой наплавкой. Применение источника нагрева с высокой концентрацией вводимой энергии, каким является электронный пучок, позволяет при использовании порошковых композиционных наплавочных материалов получать покрытия с высокой объемной долей упрочняющей фазы: карбонитридов титана  $Ti(C,N)$  [2], карбонитридов ванадия  $V(C,N)$  [1, 3]. При этом значительные температурные и концентрационные градиенты в системе подложка-покрытие приводят к несинхронному изменению температуры и скорости охлаждения как самого наплавляемого покрытия, так и в подложке. В результате часто покрытия, полученные на лабораторных образцах, обладающие высокими эксплуатационными свойствами, не могут использоваться для упрочнения и восстановления деталей машин и механизмов вследствие того, что покрытие растрескивается, отслаивается, либо наплавляемое изделие изменяет свою форму и размеры настолько, что эксплуатироваться уже не может. В связи с этим особое значение приобретает разработка таких наплавочных материалов, которые в процессе наплавки, кристаллизации и охлаждения способны релаксировать возникающие остаточные напряжения за счет изменения своей структуры без разрушения покрытия и формоизменения наплавляемого изделия. Применение в качестве основы для таких покрытий азотистого аустенита весьма перспективно. Азотистый аустенит имеет низкую энергию дефекта упаковки, вследствие чего обладает высоким деформационным упрочнением, под действием внешних напряжений нестабилен к мартенситному превращению.

В настоящей работе поставлена задача по исследованию структуры, остаточных напряжений и механизмов их релаксации в покрытии на основе азотистого аустенита, полученного электронно-лучевой наплавкой.

Для получения азотистого покрытия электронно-лучевой наплавкой использовали порошок азотистой стали 60X24AG16. Порошок получали механическим дроблением стружки после старения при  $700^{\circ}C$  в течение 3-х часов. Дисперсность порошка не превышала 400 мкм. Технологические особенности процесса ЭЛН подробно изложены в работе [4]. Покрытие наплавляли толщиной 2-3 мм за несколько проходов. Химический анализ полученных покрытий проводили методом электронной Оже-спектроскопии.

Структуру покрытия исследовали на металлографическом микроскопе Axiovert-25CA и просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai 20 G2 TWIN с ускоряющим напряжением 200 кВ. Фазовый анализ и определение упругих микродеформаций проводили на дифрактометре ДРОН-4М с использованием  $Co-K_{\alpha}$ -излучением методом асимметричных съемок [5].

По данным Оже-спектроскопии, химический состав азотистого покрытия, наплавленного порошком стали 60X24AG16, практически не изменился, таб. 1.

Таблица 1 – Химический и фазовый составы наплавочного порошка и покрытия

	Химический состав, % масс., ост. Fe				Фазовый состав	Параметр решетки Fe <sub>γ</sub> a, нм
	Cr	Mn	N	C		
Наплавочный порошок	24,4	16,4	0,57	0,7	Fe <sub>γ</sub> , Cr <sub>2</sub> N, (Cr,Fe) <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	0,3618±0,0006
Покрытие	24	16,2	0,5	0,65	Fe <sub>γ</sub> , (Cr,Fe) <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	0,3623±0,0004

Наблюдается незначительное увеличение параметра решетки аустенита, являющееся следствием растворения частиц Cr<sub>2</sub>N в легированном аустените и перехода азота в твердый раствор, рис. 1, что свидетельствует об охлаждении с высокой скоростью, обеспечивающем закалку. Быстрое охлаждение наплавляемого покрытия с теплоотводом в подложку предотвращает прерывистый распад азотистого аустенита. В структуре покрытия, как и в наплавочном материале, наблюдается значительное количество карбидов хрома (Cr,Fe)<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, расположенных на границах зерен.

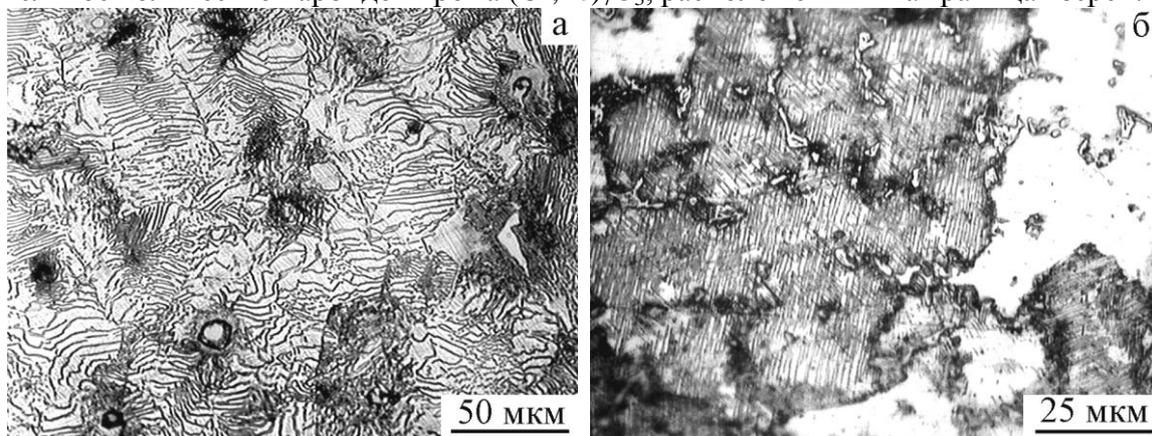


Рисунок 1 – Структура литой стали 60X24AG16 после старения при 700°С в течение 3-х часов - а и покрытия, наплавленного порошком этой стали - б

Металлографические исследования структуры образцов показали, что в отдельных, вероятно, в наиболее благоприятно ориентированных зернах аустенита и их агломератах наблюдается множество параллельных линий, пересекающихся под углом ~54°, рис. 1 б. Такой контраст интерпретирован нами как множественное двойникование, являющееся одним из основных механизмов деформации сплавов с низкой энергией дефекта упаковки. Пересекающиеся двойники деформации наблюдаются во всем объеме покрытия и выявились только в результате многократного, достаточно длительного травления царской водкой, что исключает возможность интерпретирования изображения структуры как подвергшейся распаду с выделением пластин Cr<sub>2</sub>N. Как показано в [6], наблюдаемое множественное двойникование указывает на импульсный, высокоскоростной характер термопластической деформации в материалах, обработанных концентрированными потоками энергии, и является одним из механизмов релаксации остаточных напряжений, по величине превосходящих предел текучести.

Структуру поверхностного слоя покрытия исследовали в фольгах, вырезанных параллельно поверхности подложки. Релаксация растягивающих напряжений в этом слое проявилась в формировании неоднородной дислокационной структуры,

содержащей плоские дислокационные скопления, микродвойники, дефекты упаковки, рис. 2 а-б.

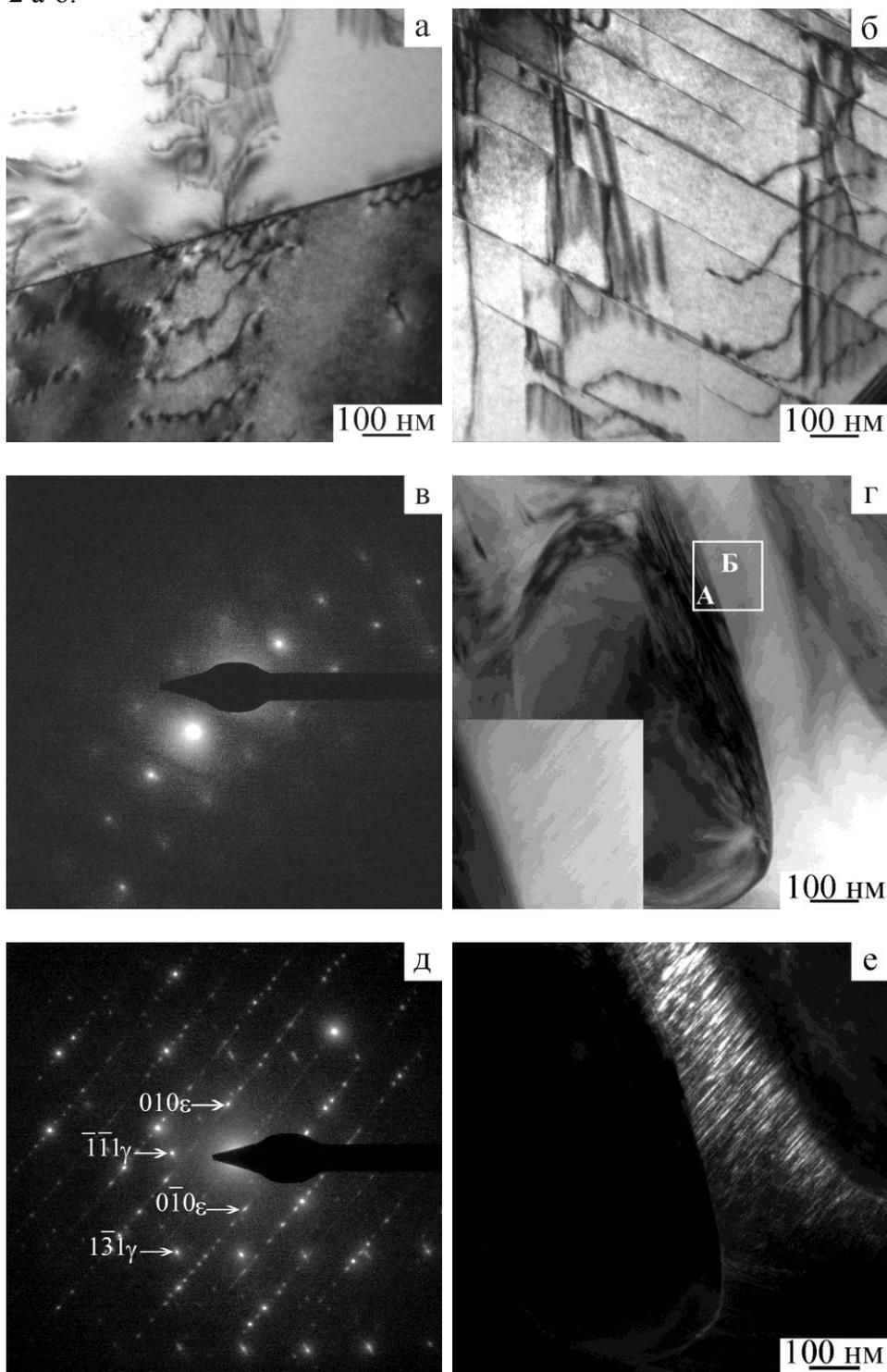


Рисунок 2 – Структура поверхностного слоя покрытия в фольге, вырезанной параллельно поверхности подложки; а, б, г - светлопольные изображения, в - микродифракция к (б), ось зоны  $[110]$ ; д - совмещенная микродифракция к выделенному участку (г) с осью зоны  $[112]$  фрагмента А и фрагмента Б; е - темное поле в рефлексе  $\epsilon$ -мартенсита

Развитию планарной дислокационной структуры в аустенитных нержавеющей сталях, легированных азотом, способствует эффект твердорастворного упрочнения, приводящий к снижению ЭДУ. Вместе с тем как показано [7, 8] на поликристаллах и монокристаллах азотистых сталей с  $C_N=0,5-0,7\%$ , основным механизмом деформации, развивающемся на ранних стадиях, является двойникование, причем как в  $\langle 111 \rangle$ , так и  $\langle 001 \rangle$ . Наряду с двойниками в структуре покрытия наблюдаются пластины кристаллов  $\epsilon$ -мартенсита высокой дисперсности, рис. 2 г-е.

Согласно проведенным электронно-микроскопическим исследованиям фольги, плоскость которой перпендикулярна поверхности подложки, в слое покрытия, примыкающем к зоне сплавления, формируется слоистая микроструктура, состоящая из тонких пластин, толщиной порядка 2-5 нм, ориентированных под углом в  $35^\circ$  к плоскости (111) аустенитной матрицы, рис. 3 а-б. На микродифракционной картине присутствуют диффузные тьжи в направлении  $\langle 220 \rangle$ , характеризующие слоистую структуру аустенита, содержащую пластины  $\epsilon$ -мартенсита. Структура подобного типа наблюдается и в фольге с плоскостью, вырезанной параллельно подложке.

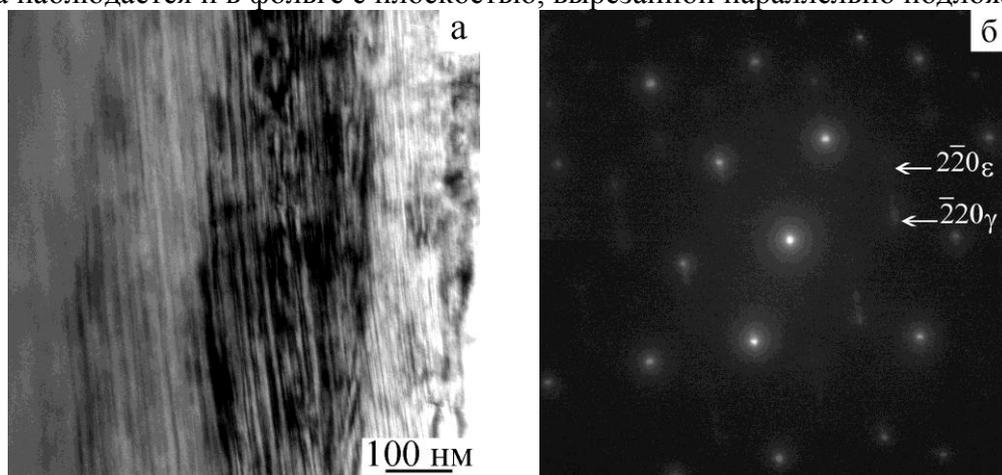


Рисунок 3 - Структура слоя покрытия, прилегающего к зоне сплавления и вырезанного перпендикулярно поверхности подложки. а - светлопольные изображения, б - микродифракция к (а). Ось зоны аустенита  $[111]_A \parallel [111]_{\text{ДД}} \parallel [001]_\epsilon$

Проведенные исследования позволяют сделать следующие выводы. Основным механизмом релаксации остаточных напряжений I рода, вызывающих ориентированные микродеформации решетки аустенита в наплавленном азотистом покрытии, является двойникование. Кроме того, в результате действия остаточных напряжений образуются характерные слоистые пластинчатые структуры  $\gamma$ -Д.Д.- $\epsilon$  высокой дисперсности.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант 09-08-00059-а).*

#### Список литературы

1. Наркевич Н.А., Иванова Е.А., Тагильцева Д.Н. Напряженно-деформированное состояние покрытия, полученного электронно-лучевой наплавкой и его фрикционнок упрочнение// Упрочняющие технологии и покрытия. 2011. №9.
2. Гальченко Н.К., Дампилон Б.В., Белюк С.И., Самарцев В.П. Покрытия на основе азотистой стали с карбонитридным упрочнением, полученные методом

- электронно-лучевой наплавки // Физика и химия обработки материалов. 2003. № 2. С. 61-65.
3. Наркевич Н.А., Иванова Е.А. Структура и абразивная износостойкость электронно-лучевых углеродоазотистых покрытий // МиТОМ. 2008. № 6. С.37-41.
  4. Панин В.Е., Белюк С.И., Дураков В.Г. и др. Электронно-лучевая наплавка в вакууме: оборудование, технология, свойства покрытий // Сварочное производство, 2000. - №2. – С. 34-38.
  5. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: МИСИС, 2002. 360 с.
  6. Бровер А.В., Пустовойт В.Н. О локализованных напряжениях в лазерно-облученной поверхности металлических материалов // Упрочняющие технологии и покрытия. 2010. № 1.С. 3-7.
  7. Киреева И.В., Чумляков Ю.И., Лузгинова Н.В. Скольжение и двойникование в монокристаллах аустенитных нержавеющей сталей с азотом // ФММ. 2002. Т. 94. № 5. С. 92–104.
  8. Дубовик Н.А., Зуев Л.Б. Эволюция дислокационной структуры в высокоазотистых аустенитных сталях // Известия вузов. Черная металлургия. 1992. № 4. с. 34-37.

## **МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ ДУГОВЫМ РАЗРЯДОМ**

*В.В. ДЕМИДЕНКО, В.И. ШАМАНИН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

### **Введение**

В данной работе приведены результаты исследований структуры поверхности и элементного состава приповерхностного слоя конструкционной стали, обработанной дуговым разрядом [1]. Катодные пятна дугового разряда с замкнутым разрядным промежутком способны за очень короткое время убирать содержащиеся на поверхности проката в состоянии поставки окалину, окисные пленки и жировые загрязнения. Изменяя структурно-фазовое состояние приповерхностного слоя стали за счет термического воздействия, катодные пятна создают, тем самым, оптимальные условия для обеспечения высокой адгезии наносимых покрытий с очищенной поверхностью основы. Использование дугового разряда позволяет производить высококачественную очистку, сглаживать рельеф поверхностей материалов и получать в поверхностных слоях материалов составы и структуры, недоступные ни одному из традиционных металлургических способов[2]. Данный метод имеют более широкие возможности модификации структуры и свойств материалов по сравнению с традиционными путями совершенствования инструментальных материалов: термической и алмазной обработками, поверхностным пластическим деформированием.

### **Исследование морфологии поверхности конструкционной стали**

На рисунке 1 приведены топология и профиль шероховатости поверхности стали Ст3 после обработки катодными пятнами (КП) дуги.

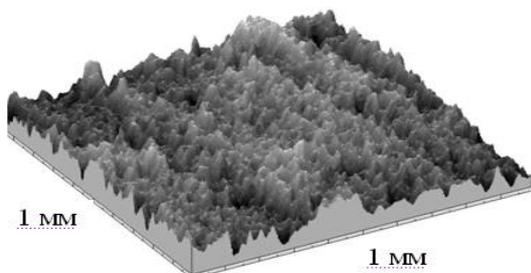


Рисунок 1(а) - До обработки КП дуги

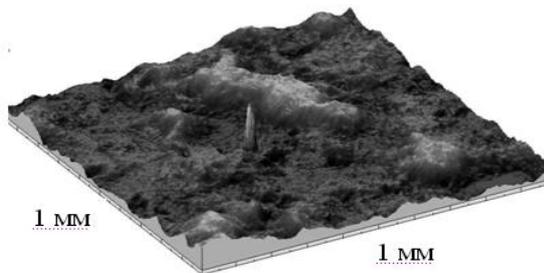


Рисунок 1(б) - После обработки КП дуги

Представленные данные (рисунок 1, а) показывают, что исходный рельеф представляет собой рыхлую структуру оксидных соединений с множеством мелких и глубоких впадин и острых пиков, наблюдается сильно выраженный рельеф с зернистой структурой. После воздействия КП морфология поверхности существенно изменяется, появляются широкие впадины и пологие вершины, происходит частичное сглаживание поверхности. Обработанная поверхность приобретает вид, характерный для термического воздействия плазмы на поверхность металла с последующей кристаллизацией расплава [3]. Полученные из профилограмм (рисунок 1, в, г) значения высотных параметров шероховатости поверхности  $R_{\max}$  и  $R_a$  составили 8,83 мкм и 1,29 мкм для исходной поверхности, а для обработанной КП – 7,51 мкм и 1,06 мкм, соответственно. В результате параметры шероховатости, как для исходной, так и для обработанной поверхности хотя и отличаются незначительно, однако, на качественном уровне морфология поверхности имеет серьезные отличия.

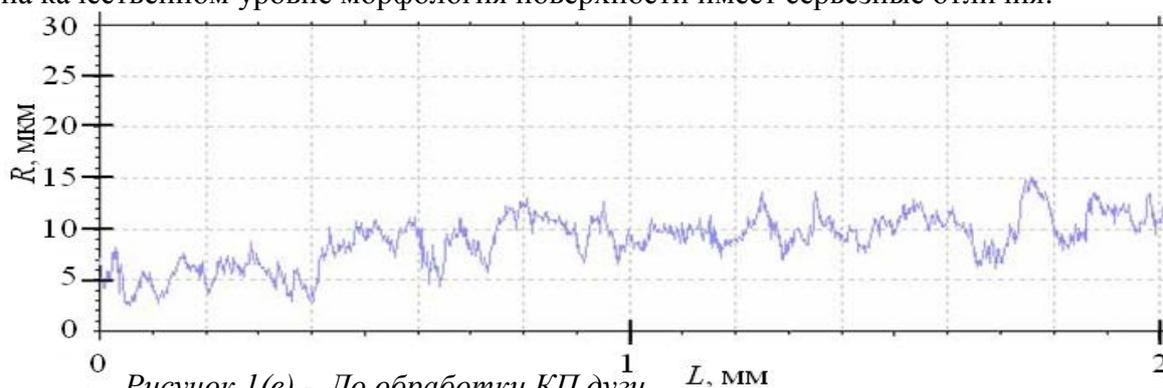


Рисунок 1(в) - До обработки КП дуги

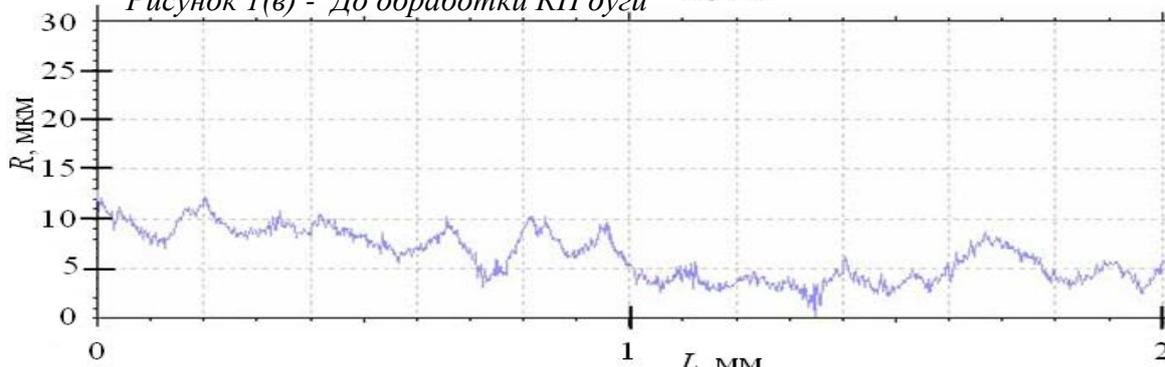


Рисунок 1(г) - После обработки КП дуги

Помимо изменения шероховатости поверхности обработка КП дуги привела к незначительному изменению микротвердости и модуля Юнга, а так же к уменьшению размера зерна. Следует отметить, что обработанная КП поверхность вследствие отсутствия выраженных дефектов в виде трещин, границ зёрен, примесных

включений, а также следов наклёпа может обладать высокой однородностью физико-механических свойств [4].

До и после обработки стали КП дуги проводилась дополнительная съёмка поверхности с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ). Снимки поверхности свидетельствуют о том, что исходная поверхность неоднородна, наблюдается выход на поверхность крупных блоков мозаики с ярко выраженными границами, присутствуют микротрещины, заусенцы и следы наклёпа, возникшие в результате горячей прокатки стали. Напротив, обработанная КП дуги поверхность, образовавшаяся в результате затвердевания расплава, является более однородной со следами оплавления и отсутствием видимых дефектов.

### Элементный состав приповерхностного слоя

Изменение элементного состава приповерхностного слоя, полученное с помощью Оже-спектроскопии [5], приведено на рисунке 2.

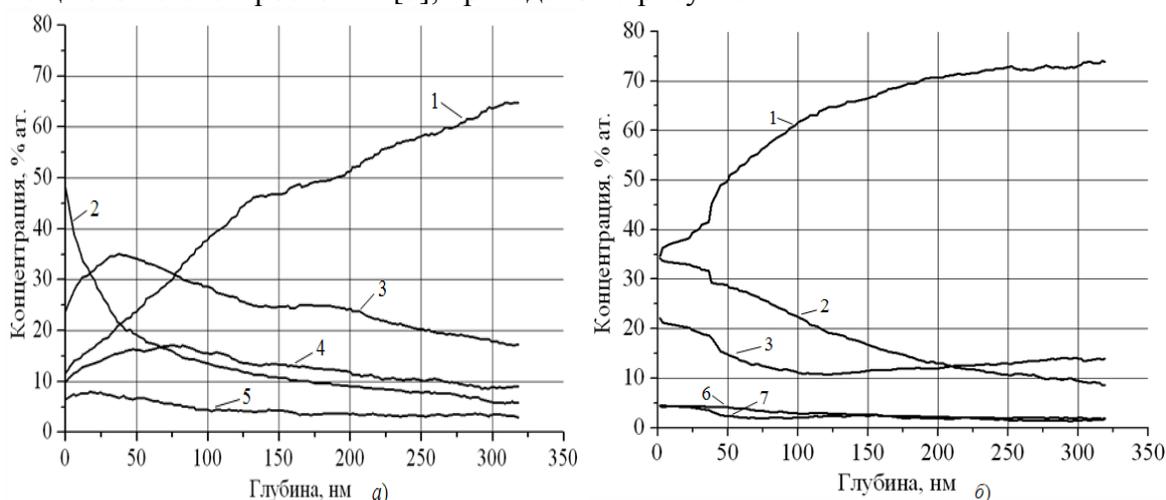


Рисунок 2 – Концентрационные профили распределения элементов в приповерхностном слое стали Ст3 до (а) и после обработки КП дуги (б): 1 – Fe, 2 – C, 3 – O, 4 – Ca, 5 – N, 6 – Cl, 7 – S

В приповерхностном слое необработанной стали толщиной до 300 нм наблюдается повышенное по сравнению с остаточным содержание азота. Причиной этого является влияние микропор оксидных слоёв, содержащих значительное количество газов, и шероховатости поверхности образца (см. рис. 1(а, в)). Для модифицированного слоя, напротив, содержание азота в стали становится заметно меньше исходного, несмотря на то, что дуга инициируется в атмосфере азота, и поры в оксидных слоях на поверхности стали и в графитовом аноде с пористостью ~ (20...30) % при работе дугового испарителя интенсивно выделяют газы ( $N_2$ ,  $O_2$ ,  $CO_2$ ) и дают заметный вклад в парогазовую смесь в межэлектродном пространстве. Данное обстоятельство должно было бы привести к повышению концентрации азота в приповерхностном слое обработанного КП дуги образца, однако, в полученных концентрационных профилях элементов (рисунок 2, б) азот присутствует на уровне порога чувствительности установки Оже-спектроскопии и поэтому его профиль распределения не зафиксирован. Существует прямая зависимость между содержанием азота и углерода. На уменьшение азота в стали оказывает влияние как повышенная концентрация углерода, что уменьшает растворимость азота, так и непрерывное промывание жидкого металла выделяющейся окисью углерода. Высокое содержание

кислорода в обработанном образце обусловлено в основном внедрёнными ионами кислорода, выделяющегося из пор графитового анода.

### **Выводы**

В результате исследований структуры поверхности и элементного состава приповерхностного слоя конструкционной стали Ст3 до и после воздействия катодного пятна (КП) дугового разряда было установлено, что данный метод обеспечивает новые возможности модификации структуры и свойств материалов по сравнению с традиционными: термической и алмазной обработками, поверхностным пластическим деформированием. Например, обработанная поверхность приобретает вид характерный для термического воздействия плазмы на поверхность металла с последующей кристаллизацией расплава, её активация прикатодной плазмой разряда может обеспечивать повышение адгезионной прочности наносимых покрытий. Плотность мощности в КП дуги может достигать  $(10^9 \dots 10^{10})$  Вт/м<sup>2</sup>, а температура  $(2 \dots 7) \cdot 10^3$  К в зависимости от материала катода. При данной температуре любые окислы железа при испарении диссоциируют на железо и кислород, которые в области катодного падения ионизируются, при этом положительные ионы железа под действием катодного падения ускоряются и возвращаются обратно на очищенную поверхность. Таким образом, концентрация атомов железа в приповерхностном слое обработанной КП поверхности существенно возрастает вследствие доменного процесса восстановления железа из его окислов. Кроме перечисленного выше, использование дугового разряда позволяет производить высококачественную очистку поверхностей материалов.

### **Список литературы**

1. Кобайн Дж. Вакуумные дуги: пер. с англ. / Под ред. Д. М. Лафферти. – М.: Мир, 1982. – 428 с.
2. Металловедение, термообработка и рентгенография: Учебник для вузов. Новиков И. И., Строганов Г. Б., Новиков А. И. – М.: МИСИС, 1994. – 480 с.
3. Войценья В.С., Гужова С.К., Титов В.И. Воздействие низкотемпературной плазмы и электромагнитного излучения на материалы. – М.: Энергоатомиздат, 1991. – 224 с.
4. Банных О. А., Александров Н. Н. Материалы в машиностроении: Стали. Чугуны // Машиностроение: энциклопедия в 40 т. / Гл. ред. К. В. Фролов. – М.: Машиностроение, 2001. – Т. II-2. – 780 с.
5. Карлсон Т.А. Фотоэлектронная и Оже-спектроскопия, - Л.: Машиностроение, 1981. – 431 с.

## **ПРИМЕНЕНИЕ ПРОМЕЖУТОЧНОГО СЛОЯ ПРИ НАНЕСЕНИИ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ**

*Б.С.ЗЕНИН, М.С.ЗУНДАН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Повышение надежности современной техники, снижение себестоимости ее обслуживания, обеспечение конкурентоспособности, продление ресурса эксплуатации, а также ее реновация путем применения современных технологий для восста-

новления работоспособности узлов до уровня новых изделий - наиболее приоритетные направления развития техники.

Применение технологий нанесения защитных покрытий, среди которых газотермические процессы занимают значительное место, является одним из кардинальных путей решения данного вопроса. С использованием существующих в настоящее время оборудования, материалов и технологий газотермического напыления стало возможным значительно снизить или исключить влияние на сокращение срока службы деталей таких факторов, как износ, коррозия (в том числе высокотемпературная), кавитация и др.

Для повышения качества покрытий иногда прибегают к напылению подслоев. Необходимость в этом возникает при неудовлетворительной совместимости материала покрытия с напыляемым изделием. Особенно часто несовместимость проявляется в низкой адгезионной прочности, большого различия в температурных коэффициентах линейного расширения материала покрытия и изделия [1]. Обычно при выборе материала подслоя стремятся к тому, чтобы его температурный коэффициент линейного расширения занимал промежуточное значение в композиции покрытие – изделие. Часто для напыления промежуточных слоев применяют термореагирующие порошки системы Al – Ni, а также порошки тугоплавких металлов молибдена, вольфрама и др. [2,3]. Другой фактор, определяющий работоспособность напыленного покрытия – формирование адгезионных связей на границе покрытие-основа. Данный процесс протекает за короткий промежуток времени и конечный результат (величина адгезионной связи частица-подложка) определяется величиной контактной температуры и временем, в течение которого завершается процесс кристаллизации напыленной частицы т.е. параметрами термического цикла на границе [4, 5]. Правильно выбранный материал промежуточного слоя значительно повышает теплостойкость напыленных покрытий, а так же обеспечивает наилучшую адгезионную прочность.

По практическому назначению газотермические покрытия могут быть разделены на несколько групп. В работе рассмотрены теплофизические условия формирования газотермического покрытия на примере покрытия с применением промежуточного слоя для защиты от износа (износостойкие покрытия) и покрытия для защиты от разрушения при высоких температурах (термобарьерные покрытия).

#### **Покрытие для защиты от износа**

Для изучения такого вида покрытия выбраны следующие модельные материалы: материал основы сталь, как основной материал в машиностроении; в качестве промежуточного слоя молибден, обеспечивающий хорошую адгезионную прочность с основным металлом [3]; рабочий материал никель, являющийся основой многих покрытий, обеспечивающих защиту от износа [6]. Применение для упрочнения деталей машин износостойких покрытий позволяет изготавливать детали машин и механизмов ответственного назначения из обычных конструкционных сталей.

На рисунке 1 представлена схема покрытия из выбранных материалов для защиты изделия от износа.

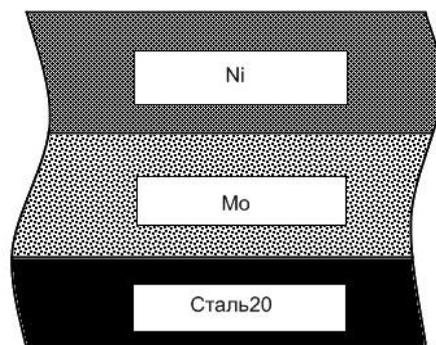


Рисунок 1 – Многослойная модель покрытия для защиты от износа

### Покрытие для защиты от разрушения при высоких температурах

Теплоизоляционные свойства покрытий прежде всего определяются теплопроводностью самого напыляемого материала, т.е. его химическим составом и структурой (пористостью) получаемого покрытия. Типичными материалами, широко используемыми для напыления теплоизоляционных покрытий, являются керамика и керметы [3].

Для создания модельного термобарьерного покрытия в работе рассматривались следующие материалы: материал основы сталь; рабочее покрытие, обеспечивающее защиту от высоких температур – керамика  $Al_2O_3$ ; материал для создания подслоя, обеспечивающий прочность сцепления покрытия с подложкой – Ni (рисунок 2). Свойства выбранных модельных материалов представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Теплофизические характеристики материалов

Me	$T_{пл}, K$	$\rho_0, \text{кг/м}^3$	$\lambda, \text{Вт/м}^*K$	$C, \text{Дж/кг}^*K$	$L*10^{-3}, \text{Дж/кг}$
Mo	2901	1024	93,3	320	210
Ni	1728	8900	72	364	305
Ст20	1812	7850	50,7	690	
$Al_2O_3$	2318	3970	9	1247,4	1060

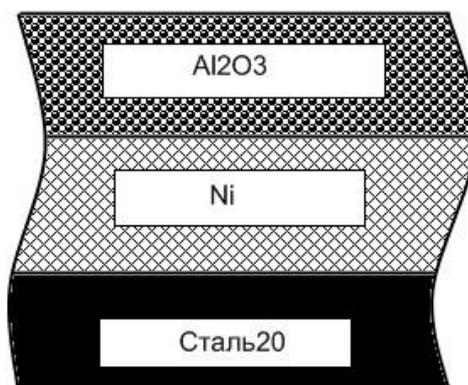


Рисунок 2 - Многослойная модель покрытия для защиты от высоких температур

## Результаты расчета

Известно, что основным механизмом формирования газотермического покрытия является последовательное наложение друг на друга напыляемых частиц, адгезионное взаимодействие между которыми определяется температурными условиями на границе или параметрами термического цикла. Для проведения качественного сравнительного анализа адгезии многослойных газотермических покрытий проведены расчеты параметров термического цикла (контактная температура и время полной кристаллизации частицы) на границе основа – промежуточный слой, промежуточный слой – рабочее покрытие для схем, представленных на рисунках 1 и 2. Все расчеты выполнены с помощью компьютерной программы КП CRISTALL [5] для заданных условий напыления: диаметр напыляемых частиц  $d=100$  мкм, скорость частиц в момент столкновения с подложкой  $v=100$  м/с, частица расплавлена и ее температура равна температуре плавления, температура подложки  $T_0=300$ К. В таблице 2 представлены результаты расчета параметров термического цикла для рассматриваемых многослойных моделей износостойкого и термобарьерного покрытий. По данным таблицы построены гистограммы (рисунки 3 и 4). Согласно [4], чем выше температура в контакте и больше время кристаллизации, тем более благоприятные условия для установления межатомных связей на границе напыленная частица-подложка, а, следовательно, и возможность получения более высокой адгезии покрытия. Сравнительный совместный анализ температуры в контакте для различных пар контактирующих материалов и времени кристаллизации частицы напыляемого материала по данным рисунков 3 и 4 показал, что выбранные материалы промежуточного слоя в нашем случае не обеспечивают существенного повышения адгезии рабочего покрытия.

Таблица 2- Параметры термического цикла в контакте на границе системы покрытие-подложка

Покрытие/подложка	$T_k$ , К	$t_0$ , с
Mo/Cr20	2005.6	1.97E-06
Ni/Mo	1156.6	4.82E-06
Ni/Cr20	1211.5	5.14E-06
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Ni	917.7	3.46E-06
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Cr2	1200,7	5,65E-06

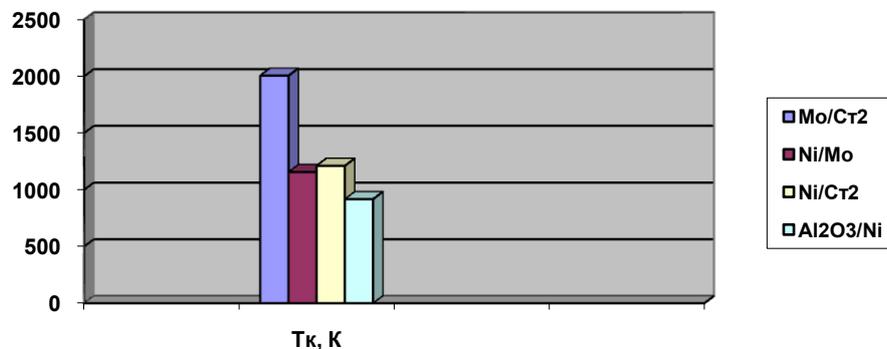


Рисунок 3 - Температура в контакте для различных пар материалов покрытия и подложки

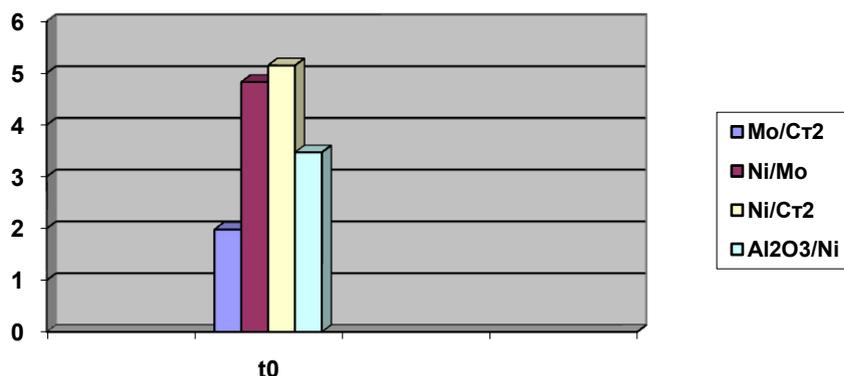


Рисунок 4 - Время кристаллизации напыляемой частицы для различных пар материалов покрытия и подложки

### Вывод

Проведенные расчеты показали, что для более строго вывода о влиянии промежуточного слоя на величину адгезии рабочего покрытия необходимо учитывать не только температурно-временные условия на границе контактирующих материалов, но и величину энергии активации межатомного взаимодействия для атомов поверхностного слоя основного материала на границе покрытие-подложка.

### Список литературы

1. Митин Б.С., Анциферов В.Н. и др. Порошковая металлургия и напыленные покрытия: Учебник для вузов. -М.: Металлургия, 1987.-792 с.
2. Кулик А.Я., Борисов Ю.С., Мнухин А.С., Никитин М.Д. Газотермическое напыление композиционных порошков. -Л.: Машиностроение, Ленинград. отделение, 1985.-199 с., ил.
3. Хасуи А., Моригаки О. Наплавка и напыление/Пер. с яп. В.Н.Попова; Под ред. В.С.Степина, Н.Г.Шестеркина. – М.: Машиностроение, 1985.-240 с., ил.
4. Кудинов В.В., Пузанов А.А., Замбжицкий А.П. – М.: Наука, 1981. -326 с.
5. Капацкая М.А., Зенин Б.С. «Анализ условий взаимодействия напыляемой частицы с преградой с учетом фазового перехода». Труды III МНТК «Современные проблемы машиностроения». Томск. ТПУ. 2006. С. 102-105.
6. Борисов Ю.С., Борисова А.Л. Плазменные порошковые покрытия.- К.:Техника,1986.-223 с., ил.

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ АДГЕЗИОННЫХ И КОГЕЗИОННЫХ СВЯЗЕЙ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

Б.С.ЗЕНИН, Ю. А.МИТЮШОВА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Для повышения характеристик газотермического покрытия (ГТП) и лучшего сцепления материала покрытия с подложкой необходимо повышать не только адгезию (прочность связи покрытия с основой), но и когезию (прочность связи напыленных частиц между собой) [1]. Чтобы определить качество адгезионных (когези-

онных) связей необходимо обратить внимание на термический цикл, состоящий из двух этапов: время затвердевание частицы, в течение которого контактная температура остается постоянной, и второй этап – охлаждение затвердевшей частицы до температуры основы. При этом важнейшими характеристиками термического цикла являются температура в контакте на границе частица-подложка и время полной кристаллизации частицы [2].

Для проведения сравнительного анализа условий образования адгезионных и когезионных связей при формировании газотермических покрытий рассмотрим термические циклы в контакте частица-подложка (условия образования адгезионных связей) и в контакте напыляемая частица – напыленная частица в формирующемся покрытии (условия образования когезионных связей).

В ходе проведения численного моделирования процесса формирования ГТП была использована компьютерная программа КП CRISTALL [3] (Рисунок 1), которая дает возможность проводить численное моделирование температурных условий в системе напыляемая частица - подложка. В качестве входных параметров используются характеристики напыляемой частицы (температура, размер, скорость) и температура поверхности подложки. Выходные параметры включают в себя температуру контакта, время полной кристаллизации, распределение температуры в частице и в подложке для различных моментов времени.

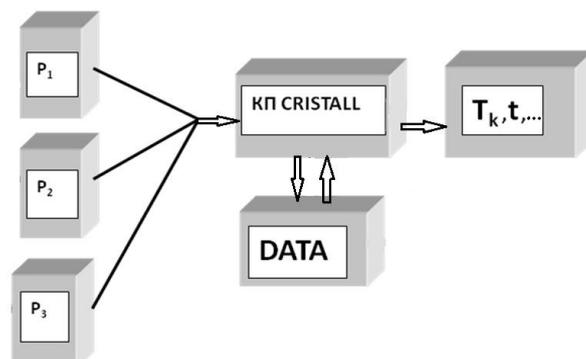


Рисунок 8 - Схема компьютерной программы КП CRISTALL

$P_1$  - характеристики материала,  $P_2$  - модельные параметры,  $P_3$  - технологические параметры, DATA – база данных характеристик материалов,  $T_k, t$  – выходные параметры

В качестве исследуемых модельных материалов выбраны для частицы – алюминий и никель, для подложки – сталь Ст20. Кроме того проведены расчеты для случая напыления алюминия на алюминий и никеля на никель. Теплофизические свойства всех представленных материалов, приведены в таблице 1. Расчеты проводились при условии: исходный диаметр частицы  $D=0,1$  мм, скорость частицы в момент столкновения с подложкой  $V=100$  м/с, температура подложки  $T_0=300$ К.

Таблица 1 - Теплофизические характеристики материалов

Материал	$T_{пл},$ К	$\rho,$ кг/м <sup>3</sup>	$C,$ Дж/кг·К	$\lambda,$ Вт/м·К	$L,$ Дж/кг
St20	1812	7850	690	50,7	—
Ni	1728	8100	625	78	305
Al	933,52	2702	903,7	196,46	393

С помощью программы CRISTALL были проведены расчеты изменения температуры в контакте со временем, по данным которых построены термические циклы в контакте напыленная частица – подложка для выбранных материалов и получены значения параметров термического цикла: температура в контакте  $T_k$  и время кристаллизации частицы  $t_k$ . Результаты расчетов приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Изменение температуры в контакте со временем

Ni-St20		Ni-Ni		Al-Al		Al-St20	
$T_k$ , К	$t_k$ , с						
1306,6	4,4E-06	1276,8	4,2E-06	769	6,7E-06	819,7	9,3E-06
1306,6	8,8E-06	1276,8	8,4E-06	769	1,3E-05	819,7	1,9E-05
1306,6	1,3E-05	1276,8	1,3E-05	769	2,0E-05	819,7	2,8E-05
1306,6	1,8E-05	1276,8	1,7E-05	769	2,7E-05	819,7	3,7E-05
1306,6	2,2E-05	1276,8	2,1E-05	769	3,4E-05	819,7	4,6E-05
1306,6	2,7E-05	1276,8	2,5E-05	769	4,0E-05	819,7	5,6E-05
1123,2	6,5E-05	1115,2	6,0E-05	805,1	2,6E-05	852,1	5,0E-05
858,5	1,8E-04	856,6	1,6E-04	723,9	6,0E-05	739,6	8,9E-05
718,1	3,1E-04	717,4	2,8E-04	649,7	1,0E-04	656,7	1,6E-04
633,3	4,5E-04	633	4,0E-04	595	1,5E-04	598,7	2,4E-04
577	5,9E-04	576,8	5,3E-04	554,2	2,1E-04	556,4	3,3E-04

По данным таблицы построены графики зависимости изменения температуры в контакте от времени в процессе кристаллизации и охлаждения частицы для выбранных пар взаимодействующих материалов (рисунок 2). Представленные графики или термические циклы характеризуют теплофизические условия формирования адгезионных и когезионных связей. Главными параметрами термического цикла являются  $T_k$  – температура в контакте и  $t_k$  – время полной кристаллизации напыленной частицы. Данные параметры для исследуемых материалов представлены на рисунках 3 и 4.

Для детального анализа условий образования адгезионных и когезионных связей рассмотрим отдельно представленные параметры термического цикла.

Как можно увидеть из рисунка 3, температуры в контакте при напылении металла на сталь и металла на металл для выбранных пар материалов отличаются незначительно. При этом в случае напыления никеля наблюдается более высокая температура в контакте, чем в случае напыления алюминия. Это объясняется тем, что температура напыляемой частицы (температура плавления) никеля выше, чем у алюминия.

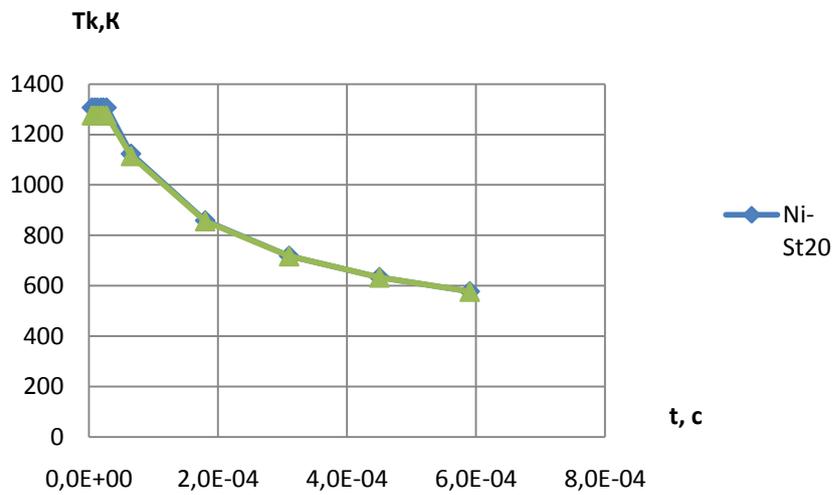
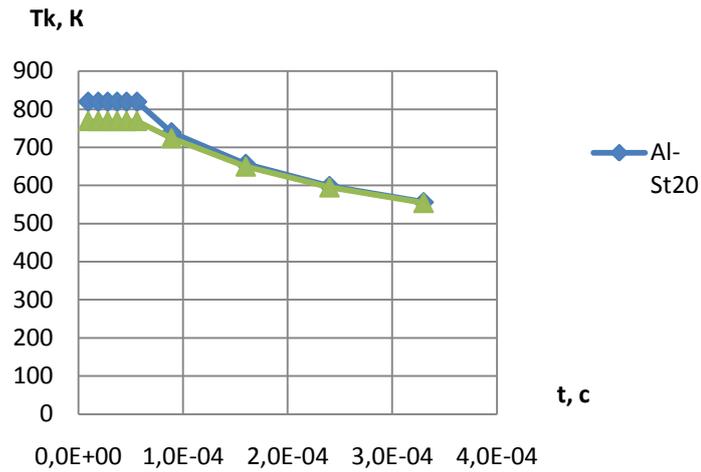


Рисунок 2 – Термические циклы в контакте для исследуемых материалов

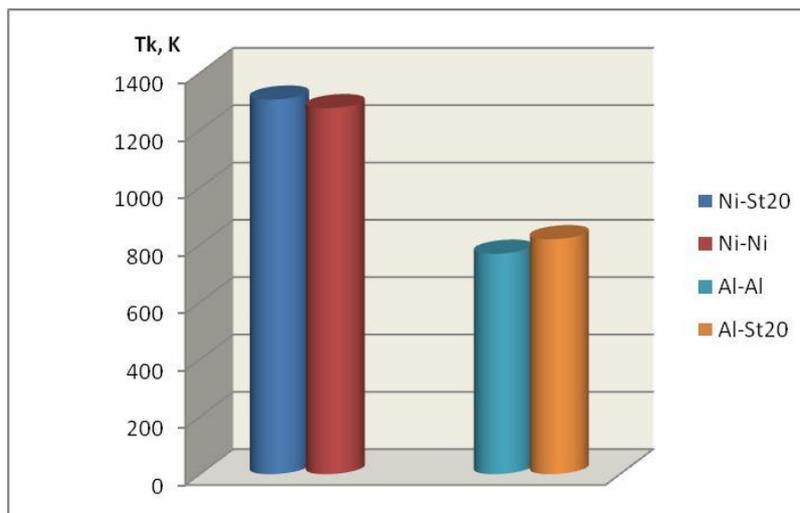


Рисунок 3 - Температура в контакте для различных пар материалов покрытия и подложки

На рисунке 4 представлены времена кристаллизации частиц для соответствующих пар материалов. Гистограмма показывает, что в случае с никелем времена кристаллизации и при напылении металла на сталь и при напылении металла на металл имеют близкие значения. В случае с алюминием эти времена значительно отличаются. Это объясняется тем, что теплопроводность у алюминия выше, чем у никеля и стали. При напылении алюминия на алюминий тепло от расплавленной частицы с большей скоростью отводится в подложку, чем при напылении частиц алюминия на сталь. При напылении алюминия на сталь, вследствие меньшей теплопроводности стали, время кристаллизации больше, чем в случае с напылением алюминия на алюминий. Общий анализ рисунков 3 и 4 показывает, что для покрытия из никеля значения адгезии и когезии близки. В случае напыления алюминия на стальную подложку можно ожидать, что величина адгезии будет больше, чем величина когезии.

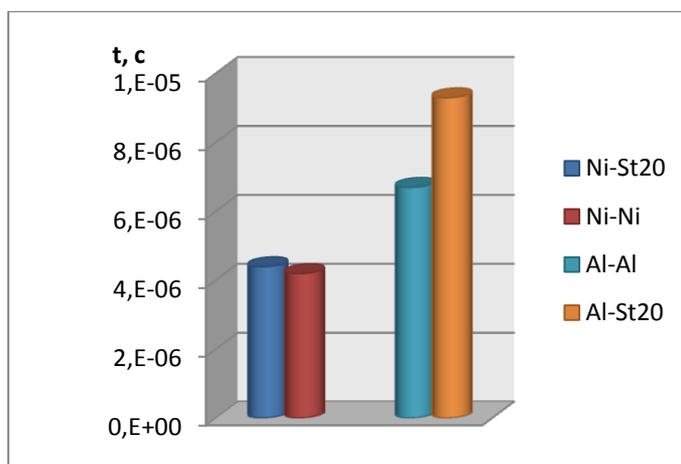


Рисунок 4 - Время кристаллизации напыляемой частицы для различных пар материалов покрытия и подложки

### Выводы

Газотермические покрытия могут придавать изделиям специальные свойства: повышенную износостойкость и коррозионную стойкость, твердость, плотность и пористость. Их используют для улучшения эксплуатационных свойств деталей машин и механизмов. При этом следует учитывать, что срок службы таких покрытий зависит от соотношения таких параметров покрытия как адгезия и когезия. При низкой адгезии покрытие быстро выходит из строя. В противном случае (адгезия выше когезии) покрытие будет изнашиваться постепенно и срок службы покрытия увеличивается.

Проведенные расчеты показывают, что при контактном взаимодействии металлических материалов с близкими теплофизическими характеристиками получаются практически одинаковые параметры термического цикла. При этом значения адгезии и когезии в покрытиях из этих материалов примерно одинаковы. Различие между адгезией и когезией можно ожидать, когда теплофизические характеристики материалов покрытия и подложки будут заметно отличаться друг от друга..

### Список литературы

1. Хасуи А., Моригаки О. Наплавка и напыление/Пер. с яп. В.Н.Попова; Под ред. В.С. Степина, Н.Г.Шестеркина. – М.: Машиностроение, 1985.-240 с., ил.
2. Кудинов В. В., Бобров Г. В. Нанесение покрытий напыления. Теория, технология и оборудование. Учебник для вузов.- М.: Металлургия, -1992.- 432с.
3. Капацкая М.А., Зенин Б.С. «Анализ условий взаимодействия напыляемой частицы с преградой с учетом фазового перехода». Труды III МНТК «Современные проблемы машиностроения». Томск. ТПУ.- 2006.- С. 102-105.

## ИССЛЕДОВАНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ АУСТЕНИТНЫХ АЗОТИСТЫХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ В ВАКУУМЕ

*И.С. ИБРАГИМОВА, Е.А. ИВАНОВА*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

С 80-х годов прошлого века не угасает интерес к высокоазотистым легированным сталям, особенно коррозионно-стойким [1]. Зарубежные исследования и разработки (в США, Германии, Франции, Японии, Швеции, Швейцарии, Австрии, Японии, Болгарии) в основном направлены на введение азота в нержавеющие стали аустенитного и аустенитно-ферритного классов с целью стабилизации аустенита и повышения стойкости к межкристаллитной коррозии и питтингообразованию.

Для создания коррозионно-стойких объемно-азотированных сплавов в основном используют систему Fe-Cr-N [1], т.к. азот в сталях изменяет кинетику образования карбидных и других избыточных фаз при термической обработке, а хром, в свою очередь, увеличивает содержание азота в жидком металле при его кристаллизации и после затвердевания. Таким образом, азот и хром в сталях увеличивают коррозионную стойкость (сопротивление питтинговой и ножевой коррозии, коррозионному растрескиванию под напряжением, интеркристаллитной коррозии) и сопротивление общей коррозии на воздухе, морской воде и многих других коррозионно-активных средах, улучшают стойкость к процессам локальной коррозии в результате расширения потенциала пассивации и снижения плотности пассивирующего тока. В работе [2] показано, что при испытании в 3,5 %-ном водном растворе NaCl азотистая сталь аустенитного класса не склонна к коррозионному растрескиванию и межкристаллитной коррозии.

В последнее время ведутся работы по исследованию износостойких азотистых покрытий с аустенитной и аустенитно-мартенситной структурой. В ИФПМ СО РАН разработаны износостойкие азотистые покрытия, полученные электронно-лучевой наплавкой порошков на основе сталей 60X24AГ16 и 07X17AГ18 [3, 4]. Авторы показали, что эти материалы обладают высокой износостойкостью и могут быть использованы для упрочнения и восстановления деталей машин и механизмов, работающих в условиях абразивного изнашивания (например, в дорожном строительстве, при добыче песка и гравия и т.п.). Кроме того, основываясь на данных об азотистых сталях, авторы предполагают, что данные покрытия являются коррозионно-стойкими, хотя испытания на коррозионную стойкость не проводились.

В связи с этим является интересным провести исследование коррозионной стойкости азотсодержащих покрытий, полученных методом электронно-лучевой наплавки, и сравнить полученные показатели с показателями коррозионной стойкости нержавеющей стали.

В качестве объектов исследования были выбраны следующие материалы аустенитного класса, обладающие разными свойствами: износостойкая сталь 110Г13Л, коррозионно-стойкая сталь X18H10T, азотистая сталь 60X24AG16, покрытия состава 60X24AG16 и 60X24AG16+5 % азотированного феррованадия.

Анализ структуры проводили с помощью металлографические микроскопы ЛабoМет-И с системой визуализации и Axiovert–25CA. Для выявления микроструктуры применяли химическое травление. В качестве травителя использовали "царскую водку" состава: 3 части HCl и 1 часть HNO<sub>3</sub>.

Фазовый анализ проводили рентгенографическим методом. Для съёмки рентгенограмм использовали дифрактометр ДРОН-4М. Применяли характеристическое излучение CoK<sub>α</sub>. Обработку дифрактограмм проводили с помощью компьютерной программы RENEX. Качественный фазовый состав образцов определяли сравнением интенсивностей линий на дифрактограммах и соответствующих им межплоскостных расстояний  $d_{hkl}$  с аналогичными параметрами известных веществ. Для этого использовали картотеку, содержащую 39 627 веществ.

Для испытаний на коррозионную стойкость готовили образцы в виде пластин. Образцы шлифовали и полировали со всех сторон, включая торцевые поверхности, до получения зеркальной поверхности. Испытания на коррозионную стойкость материалов проводили в концентрированной (100 %) азотной кислоте с выдержкой 20 мин. Общее время испытаний для каждого образца составило 5 часов. Коррозионную стойкость оценивали по изменению массы пластин. Взвешивание проводили на аналитических весах.

Относительное изменение массы вычисляли в процентах через промежутки времени по формуле [5]:

$$h_i = \frac{M - M_i}{M} \cdot 100\%,$$

где  $M$  – масса исходного образца,  $M_i$  – масса образца после растворения в кислоте через промежуток времени  $\Delta t_i$ .

Структуры поверхности нетравленных образцов до испытаний представлены на рисунке 1. Поверхности всех образцов имеют незначительные царапины, вызванные полированием. На фотографии нетравленной структуры нержавеющей стали видны точечные выделения карбидов титана, рисунок 1а. На полированных поверхностях сталей 110Г13Л и 60X24AG16 не наблюдается каких-либо выделений, рисунки 1б и 1в. В структурах покрытий на основе азотистой стали, даже без предварительного травления, видны выделения карбидов хрома по границам зерен, в случае покрытия 60X24AG16, рисунок 1г, и карбонитридов ванадия, а также присутствуют не растворившиеся исходные частицы азотированного феррованадия, в случае покрытия с добавлением твердой фазы, рисунок 1д.

Металлографические картины поверхности исследуемых образцов после испытаний изменились, кроме структуры нержавеющей стали X18H10T. Структура нержавеющей стали после выдержки в течение 5 часов в 100% азотной кислоте, рисунок 2а, идентична структуре до испытаний, рисунок 1а. На структурах азотистой стали и покрытий на ее основе проявилось воздействие агрессивной среды в виде

поражений границ и приграничных областей аустенитных зерен, рисунки 2в-д, но масштаб их не одинаков. На стали 60X24AG16 областей повреждения значительно меньше, чем в покрытиях, рисунок 2в. Кроме того в покрытии, упрочненном частицами твердой фазы, наблюдается наибольшее коррозионное разрушение в исходных частицах азотированного феррованадия, не полностью растворившихся при наплавке, рисунок 2д.

С данными металлографического анализа хорошо согласуются результаты коррозионных испытаний. На рисунке 3 представлен график зависимости относительной потери массы образцов от времени выдержки в коррозионной среде (100 %  $\text{HNO}_3$ ). Кривые, отражающие изменение массы образцов, имеют общий характер. В начальный момент испытаний идет интенсивная потеря массы, а затем коррозионное разрушение идет с постоянной скоростью. Отличный характер кривой имеет покрытие 60X24AG16. Сначала относительная потеря массы небольшая, а после 2,5 ч выдержки в кислоте резко увеличивается. Возможно, на начальном этапе идет межкристаллитная коррозия, которая вытравливает материал по обедненным хромом приграничным областям, что приводит в свою очередь к потере границами карбидов хрома.

Наилучший показатель коррозионной стойкости имеет нержавеющая сталь X18H10T. Эта сталь известна своей высокой способностью сопротивляться воздействию различных коррозионных сред, в том числе и воздействию азотной кислоты. Совершенно по другому повела себя марганцевая сталь 110Г13Л, за 1,5 минуты нахождения в концентрированной кислоте она подверглась сильному разрушению и потеряла 80 % массы, что хорошо видно на металлографическом снимке, рисунок 2б.

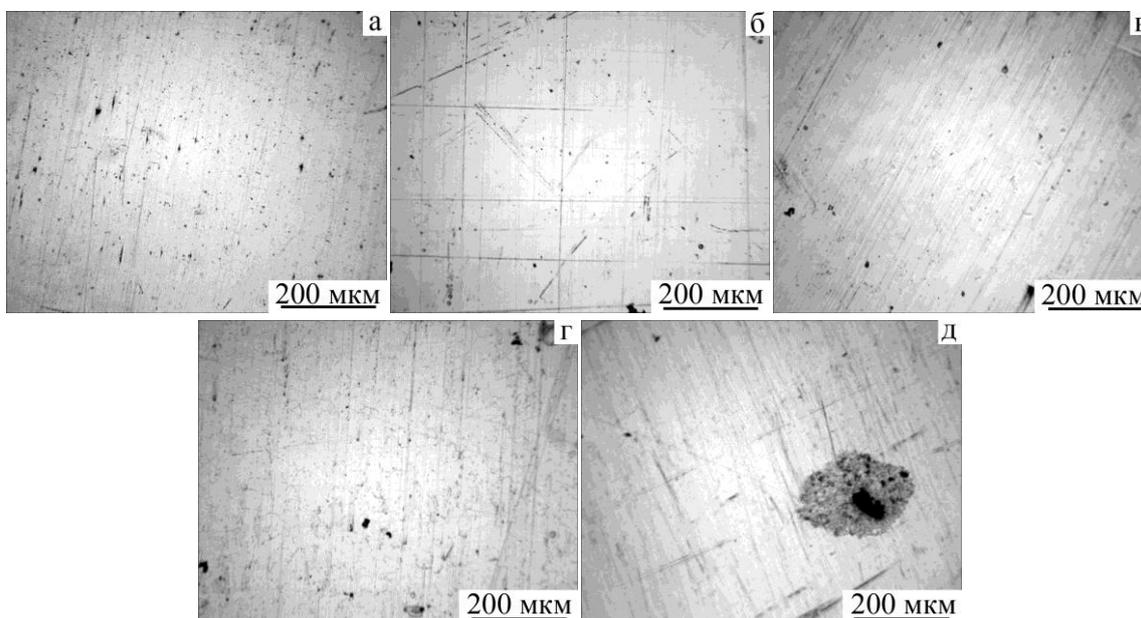


Рисунок 1 – Структуры аустенитных материалов после шлифования и полирования: стали X18H10T – а, 110Г13Л – б, 60X24AG16 – в; покрытий 60X24AG16 – г и 60X24AG16 с добавлением 5 % масс. азотированного феррованадия – д

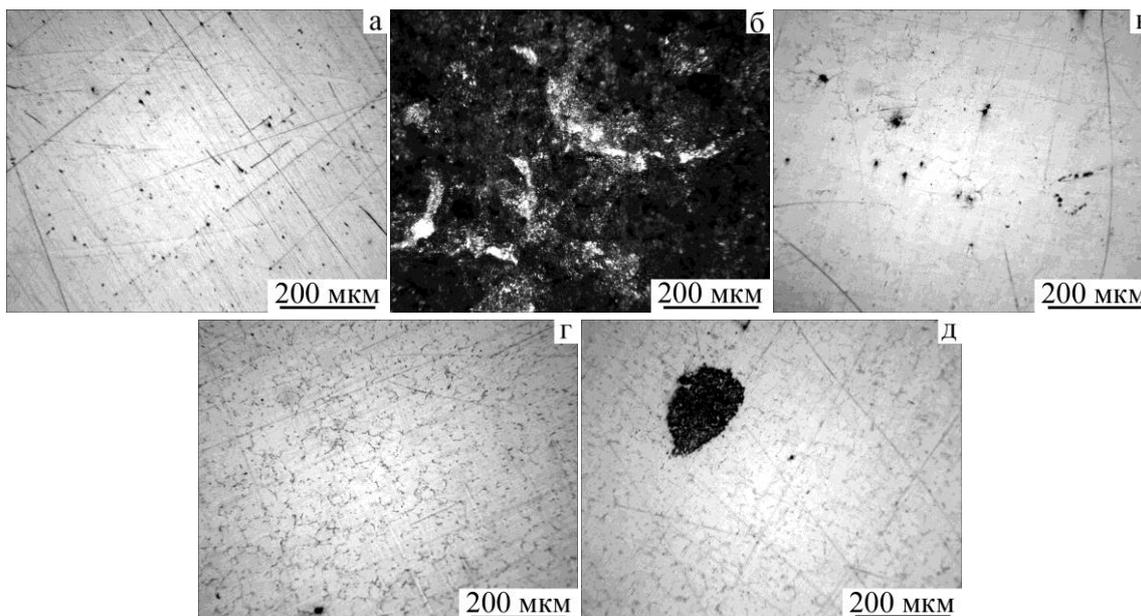


Рисунок 2 – Структуры аустенитных материалов после испытаний на коррозионную стойкость: стали X18H10T – а, 110Г13Л – б, 60X24АГ16 – в; покрытий 60X24АГ16 – г и 60X24АГ16 с добавлением 5 % масс. азотированного феррованадия – д

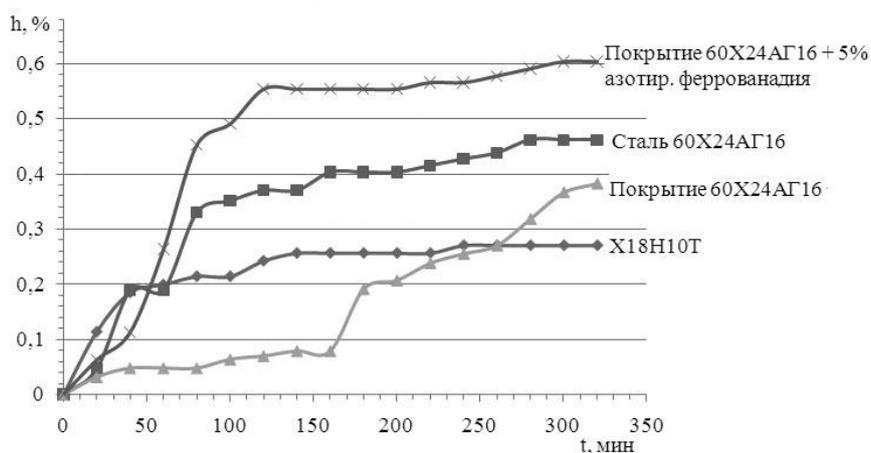


Рисунок 3 – График зависимости потери относительной массы от времени выдержки в коррозионной среде (100% HNO<sub>3</sub>)

Несколько меньшую коррозионную стойкость, чем нержавеющая сталь, показало покрытие 60X24АГ16 (потеря относительной массы X18H10T  $h=0,27\%$ , покрытие 60X24АГ16 –  $h=0,38\%$ ). Самый худший показатель коррозионной стойкости в азотной кислоте после 5 часов испытаний имеет покрытие, наплавленное смесью 95 % порошка азотистой стали 60X24АГ16 и 5 % азотированного феррованадия ( $h=0,6\%$ ). Это связано, по-видимому, с интенсивным растворением железа, входящего в состав частиц наплавочного порошка азотированного феррованадия, что приводит к выпадению из них карбонитридов ванадия. Значение коррозионной стойкости стали 60X24АГ16 находится между показателями коррозионной стойкости покрытий 60X24АГ16 и 60X24АГ16 и 5 % азотированного феррованадия. Очевидно, лучшая коррозионная стойкость покрытия 60X24АГ16 по сравнению с исходной азотистой сталью связана с тем, что в азотистой стали практически весь

хром в основном находится в нитриде, а в азотистом покрытии в твердом растворе содержится порядка 13 % хрома.

По результатам проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

- 1 Азотистое покрытие 60Х24АГ16, полученное электронно-лучевой наплавкой в вакууме, имеет коррозионную стойкость на 30 % меньше по сравнению с нержавеющей сталью.
- 2 Введение в наплавочную смесь 5 % упрочняющей фазы в виде азотированного феррованадия уменьшает стойкость азотистого покрытия к коррозии примерно на 45 %.
- 3 Износостойкая сталь Гадфильда практически не обладает стойкостью в используемой коррозионной среде.

Таким образом, можно говорить о том, что наряду с высокой износостойкостью при абразивном изнашивании азотистые покрытия обладают достаточной коррозионной стойкостью. Это расширяет область применения азотистых электронно-лучевых покрытий. Применение покрытий такого состава позволит увеличить срок службы деталей машин и механизмов, работающих в условиях одновременного абразивного воздействия и коррозионной среды.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант 09-08-00059-а.*

#### **Список литературы**

- 1 Банных О.А., Блинов В.М., Костина М.В., Азот как легирующий элемент в сплавах на основе железа // Труды шк.-сем. «Фазовые и структурные превращения в сталях», 25-30 ноября 2002г., Магнитогорск. – 2002. – С.157–192.
- 2 Материалы для корпусных конструкций // Прогрессивные материалы и технологии. – 2003. № 6. – С.9-12.
- 3 Наркевич Н.А., Иванова Е.А. Структура и абразивная износостойкость электронно-лучевых углеродоазотистых покрытий//МиТОМ. – 2008. – №6. – С.37-41.
- 4 Иванова Е.А., Наркевич Н.А. Структура и износостойкость азотистых электронно-лучевых покрытий, дисперсноупрочненных азотированным феррованадием // Известия вузов. Черная металлургия. – 2008. – №10. – С.41–44.

## **Секция 3**

# **Перспективные материалы и технологии в машиностроении**



## ПОРИСТАЯ СТРУКТУРА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ГРУБОДИСПЕРСНОГО И ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКОВ $ZrO_2$

*А.В. КОЗЛОВА, Т.А. АСТАШОВА, Н.Е. ПЛЕШАКОВ*

Томский Государственный Университет

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Керамические материалы на основе  $ZrO_2$  обладают уникальным комплексом свойств: высокой температурой плавления, стойкостью к коррозии, износу, аномально низкой теплопроводностью, причем теплопроводность уменьшается с ростом пористости, высокими прочностью и вязкостью разрушения. Керамические пористые материалы используются в биотехнологии, фармацевтике, процессах регенерации, машиностроении, металлургической промышленности, энергетике в качестве эндопротезов костной ткани, коронок и мостовидных протезов, мембран, огнеупоров, нагревательных элементов, устойчивых на воздухе при очень высокой температуре, термически стойких деталей современных авиационных устройств [1].

Одним из способов управления структурой материалов, получаемых по порошковым технологиям, является использование порошковых систем бифракционного состава: с крупными частицами основной фракции и более мелкими частицами того же химического состава. Как правило, введение частиц мелкой фракции в порошок с крупными частицами преследует цель сокращения пористости в материалах. Однако этот подход весьма эффективно может использоваться и для получения пористых материалов. В этом случае введение тонкодисперсной фракции в грубодисперсный порошок может обеспечить увеличение прочности пористого каркаса [2].

Целью настоящей работы является изучение влияния дисперсности порошка на структуру керамик на основе  $ZrO_2$ .

Порошковые смеси готовились в режиме сухого смешивания в течение 1 часа в барабанной мельнице с мелющими телами из высокоплотной алюмооксидной керамики. Количество высокодисперсного порошка  $ZrO_2(MgO)$  в смесях варьировалось от 20 до 80 объемных %. Образцы керамик получены прессованием порошков при давлении 120 МПа с последующим спеканием в интервале гомологических температур [0.56 - 0.65] с изотермической выдержкой в течение часа.

Исследования макро- и микроструктуры осуществлялись на сканирующем электронном микроскопе Philips SEM 515. Измерения размеров частиц в порошках и зёрен в керамиках осуществлялось методом случайных секущих [3].

В керамике на основе  $ZrO_2(Y_2O_3)$  без добавки высокодисперсного порошка пористость составила 40 % при температуре спекания 0.56, а в керамике на основе высокодисперсного порошка пористость составила 27% при той же температуре. При увеличении температуры спекания объем порового пространства для керамики всех составов уменьшался. При наибольшей температуре спекания значение пористости незначительно отличалось для керамик всех составов и составило около 20%. Для высокодисперсного порошка при температуре спекания от 0.6 и выше пористость практически не изменялась.

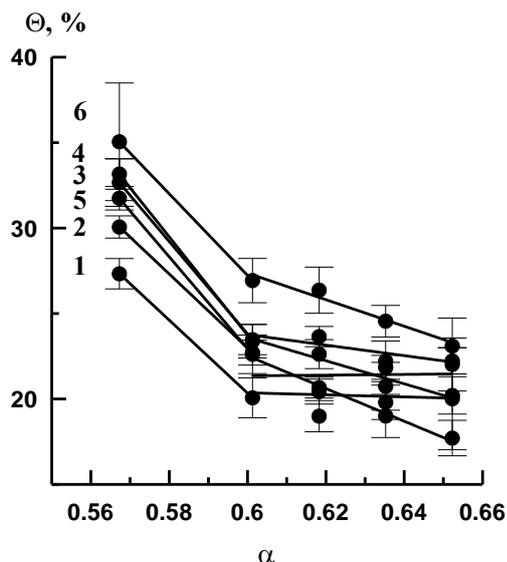


Рисунок 1 - Зависимость объема порового пространства от температуры спекания для керамики всех составов: 1.- 100%  $ZrO_2(MgO)$ , 2.-80%  $ZrO_2(MgO)+20\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 3.- 60%  $ZrO_2(MgO)+40\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 4.- 40%  $ZrO_2(MgO)+60\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 5.- 20%  $ZrO_2(MgO)+80\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 6.- 100%  $ZrO_2(Y_2O_3)$

Увеличение дисперсности порошка, привело к уменьшению размера пор в получаемых керамиках от 11 мкм в образцах, полученных из грубодисперсного порошка до 4 мкм в образцах, полученных из высокодисперсного порошка при температуре спекания 0.56. Для керамики всех составов средний размер пор уменьшался при температуре спекания от 0.56 и до 0.64. Наблюдалось, что для составов, содержащих грубодисперсный порошок, средний размер пор возрастал при температуре более 0.64. Однако для высокодисперсного порошка размер пор оставался неизменным при температуре более 0.64 и приблизительно был равен 2 мкм.

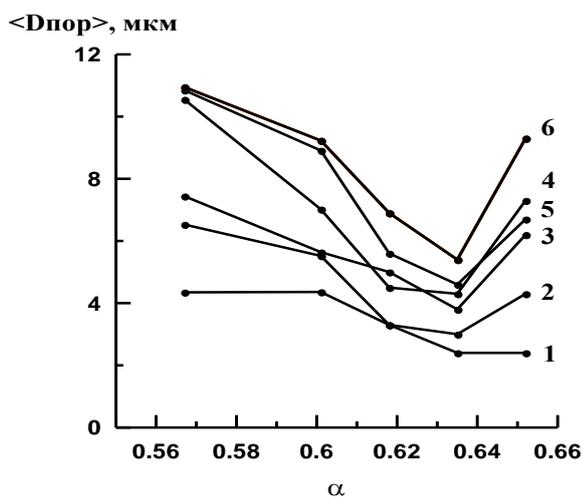


Рисунок 2 - Зависимость среднего размера пор от температуры спекания для керамики всех составов: 1.- 100%  $ZrO_2(MgO)$ , 2.-80%  $ZrO_2(MgO)+20\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 3.- 60%  $ZrO_2(MgO)+40\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 4.- 40%  $ZrO_2(MgO)+60\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 5.- 20%  $ZrO_2(MgO)+80\%$   $ZrO_2(Y_2O_3)$ , 6.- 100%  $ZrO_2(Y_2O_3)$

При одинаковом объёме порового пространства в керамиках, полученных из грубодисперсного и высокодисперсного порошков, имела место разница в характере поровой структуры. Так в керамике, полученной из грубодисперсного порошка  $ZrO_2(Y_2O_3)$ , пористость представлена, по большей мере, сообщающимися поровыми кластерами. Увеличение доли высокодисперсной фракции в смеси с грубодисперсным порошком сопровождалось увеличением в получаемой керамике доли изолированных пор. В керамике, полученной из высокодисперсного порошка  $ZrO_2(MgO)$ , преобладали изолированные поры.

Таким образом, увеличение доли высокодисперсного порошка в порошковых смесях сопровождается уменьшением объёма порового пространства и среднего размера пор в получаемых керамиках. В керамике, полученной из грубодисперсного порошка  $ZrO_2$ , пористость представлена, по большей мере, сообщающимися поровыми кластерами, а в керамике, полученной из высокодисперсного порошка  $ZrO_2$ , преобладают изолированные поры. Увеличение доли высокодисперсной фракции в порошковых смесях сопровождалось увеличением числа изолированных пор.

#### **Список литературы**

1. Порозова С.Е., Кульметова В.Б. Получение керамического материала функционально назначения на основе нанокристаллического диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия. г.Пермь
2. Красулин Ю.Л. - Пористая конструкционная керамика. - М.: «Металлургия», 1980. - 100 с.
3. Салтыков С. А. - Стереометрическая металлография. - М.: Metallurgia. - 1970. - 376 с.

### **ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ ТВЕРДОСТЬЮ И ИЗНОСОМ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СВМПЭ**

*А.А. ШУРИКОВА, А.А. КОНДРАТЮК*

Национальный исследовательский Томский Политехнический Университет  
Институт Физики Высоких Технологий

Создание приборов и машин нового поколения с высокими технико-экономическими характеристиками отличающимися надежностью и долговечностью тесно связано с применением перспективных конструкционных материалов, в том числе полимерных, на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ).

Термин «полимерные материалы» является обобщающим. Он объединяет три обширные группы синтетических пластиков, а именно: полимеры, пластмассы и их морфологическую разновидность - полимерные композиционные материалы, или как их еще называют армированные (наполненные) пластики. Общее для перечисленных групп то, что их обязательной частью является полимерная составляющая, которая и определяет основные технологические и термомеханические свойства материала. Полимерная составляющая

представляет собой органическое высокомолекулярное вещество, полученное в результате химической реакции между молекулами исходных низкомолекулярных веществ-мономеров [1].

В нашем случае, используемый в качестве связующей матрицы СВМПЭ, получаемый полимеризацией полиэтилена на комплексных металлоорганических катализаторах при низком давлении, отличается от других термопластов рядом весьма ценных свойств. Он устойчив к воздействию радиации и вакуума, сохраняет конструкционные характеристики при температуре до  $-180^{\circ}\text{C}$ , имеет низкий коэффициент трения, износостоек [2]. В связи с малой плотностью СВМПЭ (менее  $1,0 \text{ г/см}^3$ ) и как указано выше хорошими механическими характеристиками, весьма перспективна возможность применения композитов на его основе в качестве материалов конструкционного назначения, взамен традиционно используемых. Введение наполнителей в состав полимерных композиций позволяет изменять свойства, в том числе эксплуатационные, изделий изготавливаемых из этих материалов.



*Рисунок 1- Общий вид установки «Импульс-1Р»*

Основной целью данной работы являлось исследование износа и твердости композитов на основе СВМПЭ с введением в них в качестве наполнителя мелкодисперсной электролитической порошковой меди марки ПМС-1 в различном количестве, а также определение возможной взаимосвязи этих двух характеристик.

Модельные заготовки для образцов изготавливались методом горячего прессования (Г.П.) на установке спроектированной и изготовленной авторами. На первом этапе работы были сформованы образцы из СВМПЭ без наполнителей двух производителей: «ТНХК» (Россия) и «Ticona» (ФРГ). Предварительные исследования износа данных образцов показали более стабильные результаты, получаемые при использовании СВМПЭ производимого «ТНХК» (рис.3). На основании этого в дальнейшем в качестве матрицы мы не использовали СВМПЭ «Ticona». По вышеуказанной технологии Г.П. нами были изготовлены образцы для исследования на основе СВМПЭ имеющие следующее количество наполнителя: 3%, 7%, 10%, 13 % (весовых).



Рисунок 2- Установка для испытания износостойкости «ИИП-1»

Определение твердости по Шору, а также IRHD (International Rubber Hardness Density) было проведено на вышеуказанных образцах с использованием установки «Импульс-1Р» (рис.1). Твердость по Бринеллю определяли на твердомере модели «ТШ-2». Исследование износостойкости полимерных композиционных образцов проводили на установке «ИИП-1» (рис.2) [3].

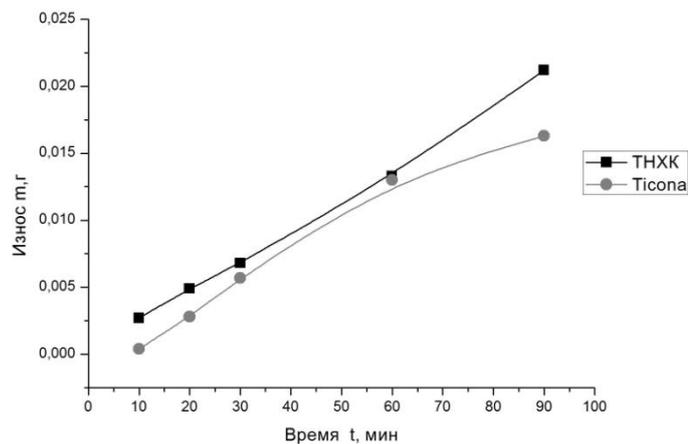
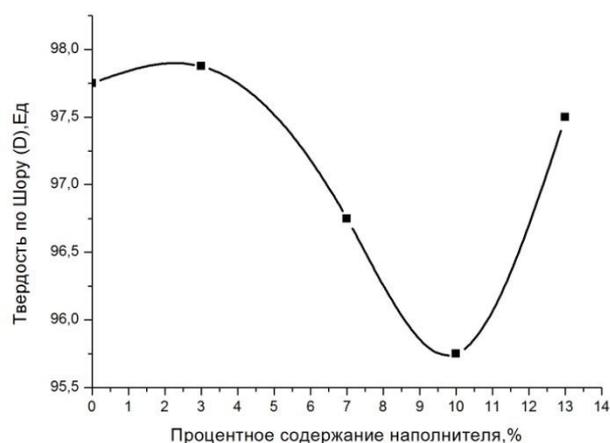
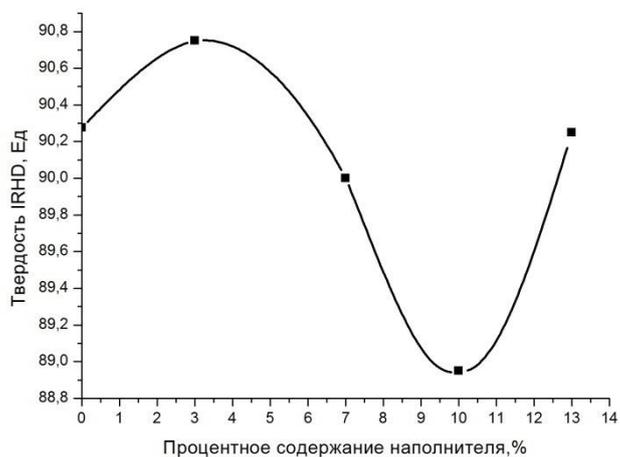


Рисунок 3- График зависимости износа от времени для СВМПЭ марок «ТНХК» и «Ticona»

По результатам измерений твердости по Шору построена зависимость, представленная на рисунке 4. Аналогичным образом была обработана и графически интерпретирована твердость IRHD представленная на рисунке 5. Вышеуказанная методика предназначена в основном для измерения твердости изделий из резины, эластомеров и пластмасс. Однако, в связи с тем, что полученные нами композиты находятся по твердости на пределе измерений (по Шору на шкале D- для твердых материалов, более 90), авторами были проведены исследования твердости композитов по методу Бринелля. Полученные результаты представлены в виде зависимости на рисунке 6.



*Рисунок 4- График зависимости твердости по Шору от процентного содержания наполнителя в композициях*



*Рисунок 5 – График зависимости твердости в единицах IRHD от процентного содержания наполнителя в композициях*

Далее авторами на установке «ИИП-1» в условиях сухого абразивного трения были исследованы на износ композиты на основе СВМПЭ с аналогичным содержанием наполнителей. В качестве абразива использовался порошок оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ).

Методика исследования заключалась в предварительном определении веса модельного образца (взвешивание производили на аналитических весах «ТУР WA-33») с точностью до 0,00005г, с последующим износом и повторными взвешиваниями через 10,20,30,60,90 мин. По результатам уменьшения массы образцов были построены графические зависимости, представленные на рисунке 7.



Рисунок 6- График зависимости твердости по Бринеллю от процентного содержания наполнителя в композициях

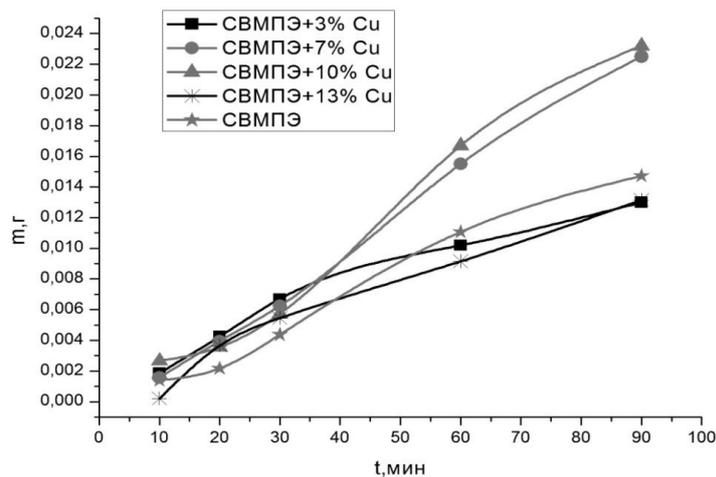


Рисунок 7 – График зависимости износа от времени, для композиций с различным процентным содержанием наполнителя

К основным результатам данной работы можно отнести:

- установлено, что методы Шора, Бринелля и IRHD являются достаточно достоверными при измерении твердости композитов на основе СВМПЭ, имеющих в качестве наполнителя порошковую медь в диапазоне (0-13%);
- определено что уменьшение твердости композитов приводит к увеличению их абразивного износа.

#### Список литературы

1. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности./ И.Н. Андреева, Е.В. Веселовская, Е. И. Наливайко и др.- Л.: Химия, 1982.-80 с., ил.
2. Полимерные композиционные материалы: Научное издание / Баженов С.Л., Берлин А. А., Кульков А. А., Ошмян В.Г.- Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2010.-352 с.

3. Зенин Б.С. Определение износостойкости покрытий. Методические указания.- Томск: ТПИ, 1984.-8с.

## **РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРОИЗВОДСТВА ЧУГУНА ДЛЯ ТЕРМОСТОЙКИХ ОТЛИВОК В МАЛЫХ ИНДУКЦИОННЫХ ПЕЧАХ**

*С.В. ЛУБЯНАЯ, Д.Д. ЛУБЯНОЙ, В.А.ЩЕГЛОВ*

Новокузнецкий филиал Томского политехнического университета,  
Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк

Технология производства термостойких отливок в индукционных печах отработана и в настоящее время в достаточной степени освещена в литературе. При выплавке чугуна в индукционных печах малой емкости требуется адаптация технологии применительно к малым индукционным электропечам. В настоящее время на ОАО «Ремонтно-механический завод» в литейном цехе для выплавки чугуна установлены однотонные индукционные сталеплавильные тигельные печи ИСТ1/0.5М4, выполняющие задачу по производству серого чугуна СЧ20. На предприятии для экономии затрат, в качестве шихтовых материалов используют чугунный лом и возврат собственного производства. Загрузка шихтовых материалов осуществляется персоналом вручную, т.к. объем печи не велик и надобности в лебедках не наблюдается. Особо тяжелые куски (брак, лом) разрешается загружать краном, с мерами предосторожности во избежание разрушения футеровки печи.

Составная часть шихты имеет вид (в % масс): лом чугунный ГОСТ 2787 – 76, возврат (брак) – 21, ферромарганец ФМН-1 (ГОСТ 4755) – 1, ферросилиций ФС-45 (ГОСТ 1415) – 2.

Химический состав чугуна (в % масс): 3,3-3,5 С; 0,7-1,0 Mn; 1,4-2,4 Si; 0,1-0,15 S; 0,1-0,2 P. Серый чугун имеет пластинчатую форму графитовых включений. Изделия из серого чугуна стойко переносят вибрационные нагрузки и дешевле изготовленных из стали.

Для получения чугуна с более высокими показателями качества используют десульфурацию чугуна. Ее задача – понизить содержание серы, если ее концентрация в металле превышает 0,03%. Для этого нагревают металл до определенной температуры (1355-1375°C), отключают печь и скачивают шлак. Затем, при сливе металла в разливочный ковш, в печь присаживают небольшое количество извести и плавикового шпата (10-15кг и 2-3кг). По завершении этих операций, печь снова нагревают до температуры расплава (1400-1420°C), затем опять следует отключение печи и скачивание шлака. После этого сливают металл в ковш. Наибольшее влияние на степень десульфурации чугуна оказывает степень заполнения тигля и основность шлака. Это объясняется тем, что с уменьшением заполнения тигля возрастает удельная мощность перемешивания, и это приводит к повышению скорости циркуляции шлакометаллической эмульсии, что и обеспечивает повышение степени десульфурации металла[1]. С увеличением основности шлака степень десульфурации металла значительно увеличивается. Для обеспечения степени десульфурации металла около 60% необходимо обеспечить основность шлака 1,4...1,5.

Получение лома металла из разных источников и без должного анализа, негативно сказывается на производстве. Однако, термовременная обработка позволяет снизить негативное влияние разнородной шихты, стабилизировать свойства готовой металлопродукции. При этом расход электроэнергии существенно не увеличивается. Это связано с тем, что ТВО проводится только с частью расплава чугуна и после ее проведения происходит присадка холодной металлошихты для снижения температуры расплава до температур, необходимых для выпуска чугуна.

В переплавляемом чугунном ломе, наряду с обычными элементами содержится титан и ванадий до 0.3%, что благоприятно сказывается на эксплуатационных показателях термостойких отливок. При отработке состава первоначально составляются группы изделий, эксплуатируемых в схожих условиях. В данном случае за основную отливку была выбрана изложница для разлива алюминия. При проведении экспериментальных плавов отбираются пробы на химический анализ не только базовых элементов, таких, как: С, Мn, Si, Р, S, но и микропримесей, вносимых с шихтой индукционной плавки таких, как: Cr, V, Ti. После заливки форм изложниц, изложницы испытывают в реальных условиях производства. При этом от той части литниковой системы, которая примыкает к изложнице, отбирают пробу для определения микроструктуры чугуна. После проведения испытаний строят зависимости влияния параметров технологии на микроструктуру и эксплуатационные показатели изделий [2].

При наличии специализированного оборудования, позволяющего определить химический состав шихты и крановых весов, возможна экономия дорогостоящих ферросплавных лигатур, что объективно положительно сказывается на финансовом положении предприятия. Для получения нужного химического состава металла, определяется наличие необходимых элементов в металлошихте, производится расчет загрузки шихтовых материалов исходя из степени заполнения тигля печи. При наличии оптимального процентного содержания элементов в шихтовых материалах, дополнительная подача ферросплавов в металл нецелесообразна [3].

Для производства чугуна экономически выгодно заменять дорогостоящий передельный чугун на обрезь механического цеха. С увеличением доли стального лома в шихте возрастают прочностные свойства чугуна, и уменьшается размыв изложниц падающей струей металла. При анализе эффективности технологии, за основу была принята методика, приведенная в работе [4].

Таким образом, можно сделать заключение по производству чугуна для отливок в малых индукционных печах: при наличии грамотной и точной схемы плавки, необходимых шихтовых материалов, ферросплавов и оборудования, можно не только выплавлять качественный металл, но и существенно экономить на сырье для улучшения технико-экономических показателей, как цеха, так и предприятия в целом. Данная инновация внедряется в производство.

#### **Список литературы**

1. Лубяной Д.А., Диянова Е.С. Исследование кинетики десульфурации чугуна в кислых индукционных печах//Современные проблемы электрометаллургии стали: материалы XI Междунар. конференции. - Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2001.- С.74-75.
2. Лубяной Д.А., Требинская В.В., Брыляков В.И., и др.// Металлургия России на рубеже XXI века: Сб. научных тр. Международной научно-практической конференции./ СибГИУ. - Новокузнецк, 2005. Том II.- С.117-122.

3. Новиков Н.И., Быстров В.А., Лубяной Д.А. Стратегическое управление развитием предприятий черной металлургии Западно-Сибирского региона./ Отв. ред.: В.В. Титов, Н.И. Новиков. – Новосибирск: Сибирское научное издательство, 2006. – 288с.
4. Эффективность современных способов повышения качества изделий из чугуна и развитие металлургических и машиностроительных предприятий в условиях конкуренции / Д.А. Лубяной, Б.А. Кустов, Н.И. Новиков и др.; Под редакцией к.т.н. Д.А. Лубяного и к.э.н. Н.И. Новикова – Новосибирск: Изд-во ИЭОПП СО РАН, 2004.-131с.

## **СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СВЕРХВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИЭТИЛЕНА (СВМПЭ), ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СВОБОДНОГО СПЕКАНИЯ**

*СМАЧНАЯ О.В.<sup>1</sup>, ПАНИН С.В.<sup>1,2</sup>, ИВАНОВА Л.Р.<sup>2</sup>, ЛЕРНЕР М.И.<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

<sup>2</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

### **1. Введение**

Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) – конструкционный полимерный материал с уникальными физико-механическими свойствами для разнообразных областей применения, в том числе для экстремальных условий. СВМПЭ используется там, где обычные марки ПЭНД и многих других полимеров не выдерживают жестких условий эксплуатации. СВМПЭ может выступать в качестве заменителя других, более дорогостоящих материалов (сталь, бронза, полиамид, фторопласт и др.), а может являться технически необходимым, либо даже единственно пригодным для данной цели материалом [1].

Пористые полимерные материалы на основе СВМПЭ используются для приготовления фильтров. Фильтрация играет важную роль в производственных процессах многих отраслей промышленности (химической, нефтяной, фармацевтической, пищевой и др.), связанных с переработкой и очисткой от загрязнений жидкостей и газов, регулированием их давления и пр. Фильтры необходимы в медицине, при очистке воды, улавливании пыли, при очистке топлива, в измерительной технике и т.п. [2].

В данной работе методом свободного спекания были исследованы пористые образцы на основе СВМПЭ. В качестве модификаторов использовали привитый полиэтилен HDPE-g-SMA, нановолокна оксида алюминия, также варьировали время механоактивации порошковой смеси для спекания [3].

### **2. Материал и методика исследований**

В работе для получения объемных пористых материалов на основе СВМПЭ был использован метод холодного прессования с последующим свободным спеканием. Технология процесса: холодное прессование порошкового полимера производится при давлении прессования 8-12 МПа. Сформированные заготовки спекают при температуре 140-150°C.

В качестве наполнителей использовали полиэтилен с привитыми ангидридными и карбоксильными группами HDPE-g-SMA (не >300 мкм),

нановолокна оксида алюминия (40-50 нм). Использовали оксиды алюминия 2-х типов: 1) – полученный гидролизом Al, полученного методом электровзрыва проволочек (ЭВП) в азоте и 2) – полученный прямым ЭВП в кислородсодержащей среде.

Механическую активацию порошка сверхвысокомолекулярного полиэтилена проводили в планетарной шаровой мельнице MP/0,5×4. Варьировали продолжительность механоактивации от 10 до 40 минут.

Механические испытания в условиях одноосного статического сжатия и запись диаграмм нагружения проводились на испытательной машине Instron-5582 со скоростью перемещения захвата 0,5 мм/мин. Образцы для испытаний в условиях одноосного статического сжатия были вырезаны в форме параллелепипеда размерами и 7×15×41 мм соответственно.

Испытания на «сухое» трение по схеме «вал–колодка» проводили на машине трения СМТ-1, размер образцов 7×7×10 мм. Диаметр контртела составлял 62 мм. Испытания на трение проводили при скорости вращения вала 150 об/мин при увеличивающейся нагрузке. Продолжительность нагружения, как правило, составляла до 90 минут. Интенсивность изнашивания оценивали путем измерения площади дорожки трения, проводившегося с использованием программного обеспечения Rhinoceros v3.0 по оптическим изображениям, с помощью микроскопа Carl Zeiss Stemi 2000–С.

Исследование надмолекулярной структуры проводили с помощью растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50 путем сканирования поверхности серебряных реплик, напыленных на поверхность сколов образцов из СВМПЭ. Скол реализовывали путем механического изгибающего разрушения плоских образцов, извлеченных из жидкого азота. Исследования степени кристалличности композиций выполняли на совмещенном анализаторе SDT Q600. ИК-спектры получали на спектрометре NIKOLET 5700.

### 3. Результаты эксперимента

Пористость композиций на основе СВМПЭ определяли по формуле (1):

$$П=(1-\rho_v/\rho_t)\times 100\%, \quad (1)$$

где:  $\rho_t$  – истинная плотность материала образца, кг/м<sup>3</sup>

$$\rho_v=m/V, \quad (2)$$

где:  $m$  – масса образца с порами, кг,  $V$  – объём образца с порами, м<sup>3</sup>.

Свойства пористых образцов СВМПЭ до и после спекания представлены в таблицах 1 - 4.

Таблица 1 - Свойства пористых образцов СВМПЭ до и после спекания

Состав образцов	Плотность, $\rho$ , г/см <sup>3</sup>		Пористость, П, %	
	До спекания	После спекания	До спекания	После спекания
СВМПЭ	0,538	0,407	42	56
СВМПЭ+1 вес.% HDPE-g-SMA	0,488	0,422	47,5	55
СВМПЭ+3 вес.% HDPE-g-SMA	0,528	0,434	43	53
СВМПЭ+5 вес.% HDPE-g-SMA	0,540	0,383	42	59
СВМПЭ+7 вес.% HDPE-g-SMA	0,544	0,450	41,5	52
СВМПЭ+10 вес.% HDPE-g-SMA	0,551	0,472	41	49

Таблица 2 - Свойства пористых образцов СВМПЭ+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1) до и после спекания

Состав образцов	Плотность, ρ, г/см <sup>3</sup>		Пористость, П, %	
	До спекания	После спекания	До спекания	После спекания
СВМПЭ	0,500	0,410	47	56
СВМПЭ+0,1 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1)	0,515	0,421	45	55
СВМПЭ+0,3 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1)	0,501	0,423	45	55
СВМПЭ+0,5 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1)	0,523	0,426	44	54
СВМПЭ+1 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1)	0,522	0,426	44	54

Таблица 3- Свойства пористых образцов СВМПЭ+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(2) до и после спекания

Состав образцов	Плотность, ρ, г/см <sup>3</sup>		Пористость, П, %	
	До спекания	После спекания	До спекания	После спекания
СВМПЭ	0,500	0,410	47	56
СВМПЭ+0,1 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2)	0,507	0,521	44	45,5
СВМПЭ+0,3 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2)	0,458	0,523	44	51
СВМПЭ+0,5 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2)	0,467	0,532	43	50
СВМПЭ+1 вес.% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2)	0,421	0,539	42	55

Таблица 4 - Свойства пористых образцов МА СВМПЭ до и после спекания

Состав образцов	Плотность, ρ, г/см <sup>3</sup>		Пористость, П, %	
	До спекания	После спекания	До спекания	После спекания
СВМПЭ чистый	0,500	0,410	47	56
10 мин МА	0,534	0,419	43	55
20 мин МА	0,520	0,512	44	45
30 мин МА	0,567	0,510	39	45
40 мин МА	0,467	0,464	50	50

Показано, что при увеличении содержания наполнителей всех типов плотность полученных образцов увеличивается, их пористость снижается при увеличении процентного содержания модификатора. Максимальной пористостью обладают образцы составов СВМПЭ+5 % HDPE-g-SMA, времени активации 10 мин, СВМПЭ+0,3% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1) СВМПЭ+1% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(2).

На рисунках 1-5 представлены РЭМ-изображения образцов пористого СВМПЭ с наполнителями, обладающие максимальной пористостью.

Результаты измерений механических характеристик при сжатии пористых компактов на основе СВМПЭ, полученных методом свободного спекания представлены на рисунке 6.

При увеличении процентного содержания наполнителей всех типов механические характеристики при сжатии пористых компактов на основе СВМПЭ (предел прочности, предел текучести, модуль упругости) увеличиваются. Максимальной прочностью при сжатии обладают образцы, содержащие 10 мас.% HDPE-g-SMA, 0,3 мас.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1), 1 мас.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(2), образцы, время активации для которых составляет 30 мин.

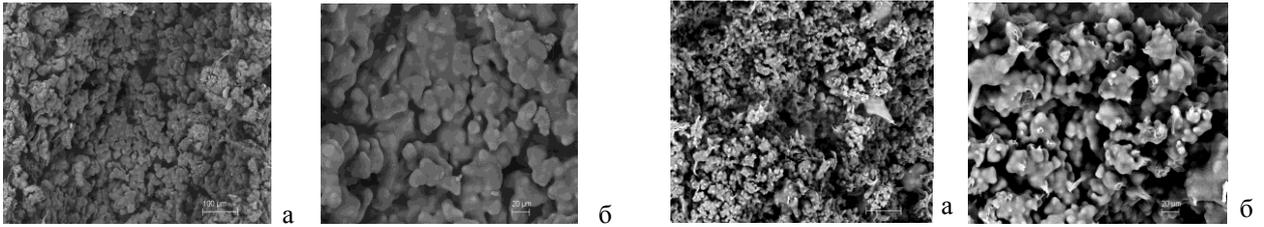


Рисунок 1. РЭМ-изображения пористого СВМПЭ, изготовленного из порошка, подвергнутого МА, время МА 20 мин: ( $\rho=0,512 \text{ г/см}^3$ ) а)  $\times 400$ , б)  $\times 1000$ .

Рисунок 2. РЭМ-изображения пористого СВМПЭ: СВМПЭ+10 %HDPE-g-SMA ( $\rho=0,472 \text{ г/см}^3$ ); а)  $\times 400$ , б)  $\times 1000$ .

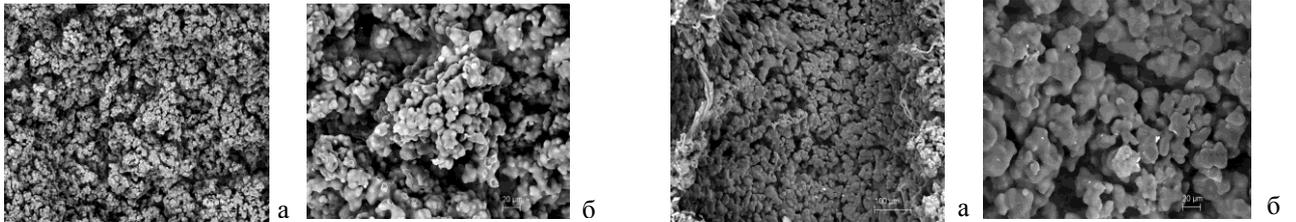


Рисунок 3. РЭМ-изображения пористого СВМПЭ: СВМПЭ+0,3 вес.%  $\text{Al}_2\text{O}_3(1)$  ( $\rho=0,423 \text{ г/см}^3$ ) а)  $\times 400$ , б)  $\times 1000$ .

Рисунок 4. РЭМ-изображения пористого СВМПЭ: СВМПЭ+0,5 вес.%  $\text{Al}_2\text{O}_3(2)$  ( $\rho=0,532 \text{ г/см}^3$ ) а)  $\times 400$ , б)  $\times 1000$ .

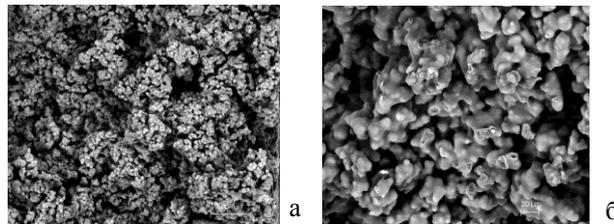


Рисунок 5. РЭМ-изображения пористого СВМПЭ без наполнителей ( $\rho=0,410 \text{ г/см}^3$ ): а)  $\times 400$ , б)  $\times 1000$

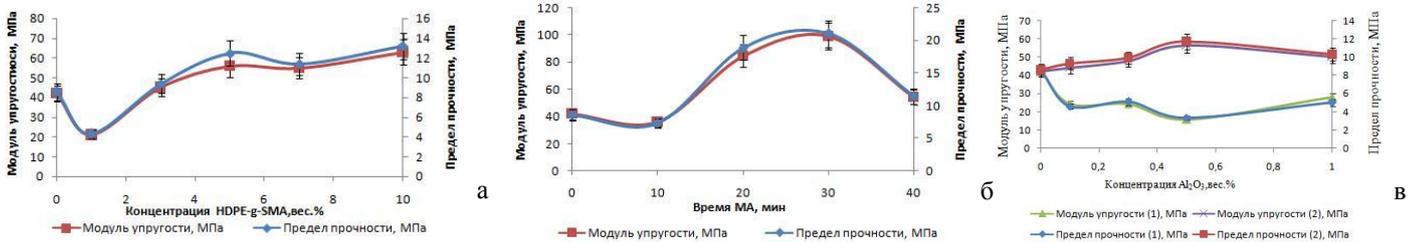


Рисунок 6. Механические характеристики образцов пористого СВМПЭ с наполнителями

Данные по результатам испытаний на «сухое» трение при увеличивающейся нагрузке пористых спеченных образцов на основе СВМПЭ с наполнителями представлены на рисунке 7.

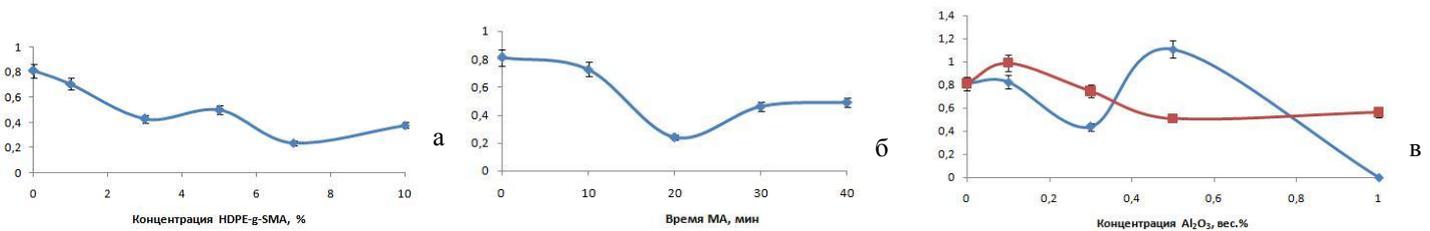


Рисунок 7 - Триботехнические характеристики пористых образцов СВМПЭ с наполнителями

При введении наполнителей всех типов износ материала снижается. Введение наполнителя в количестве 10 вес.% HDPE-g-SMA и 0,3 вес.%  $Al_2O_3(1)$  позволяет снизить интенсивность изнашивания в 2 раза по сравнению с ненаполненным образцом. Введение наполнителя в количестве 0,5 вес.%  $Al_2O_3(2)$  позволяет снизить интенсивность изнашивания в 1,5 раза по сравнению с ненаполненным образцом. Максимальной износостойкостью обладает образец, время активации которого составляет 20 мин.

Водопроницаемость пористых компактов определяли путем измерения времени, в течение которого заполняется мерный цилиндр при разных давлениях на фильтрующем материале. Графики зависимости давления от времени фильтрации представлены на рисунке 8.

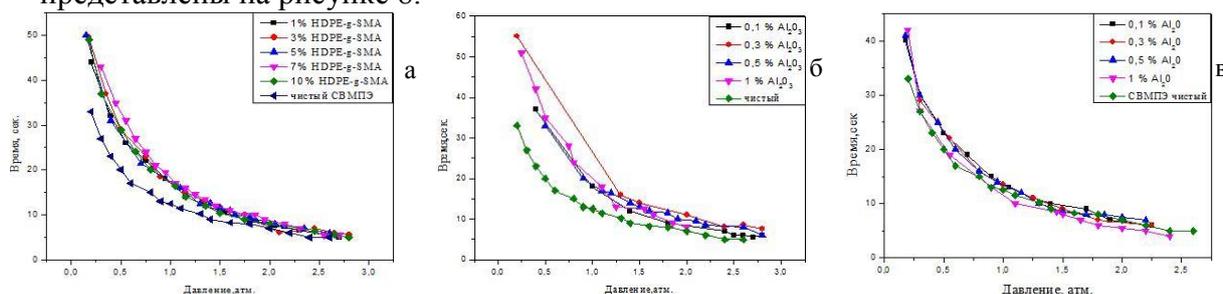


Рисунок 8. График зависимости давления от времени фильтрации: а) SVMPE+HDPE-g-SMA, б) SVMPE+ $Al_2O_3(1)$ , в) SVMPE+ $Al_2O_3(2)$

Как видно из рисунка б с увеличением процентного содержания наполнителей в виде привитого полиэтилена HDPE-g-SMA и оксида алюминия  $Al_2O_3(1)$  водопроницаемость пористых образцов практически не изменяется, но снижается по сравнению с ненаполненным SVMPE. При введении наполнителя в виде оксида алюминия  $Al_2O_3(2)$  водопроницаемость пористых образцов с наполнителем остается на уровне ненаполненного SVMPE.

Результаты измерения степени кристалличности образцов пористого SVMPE без добавок и с наполнителями методом дифференциальной сканирующей калориметрии представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Степень кристалличности пористых образцов SVMPE

Образец	Степень кристалличности $\chi, \%$
SVMPE (плотный)	56,5
SVMPE (пористый)	45
SVMPE+0,3% $Al_2O_3(1)$	48,2
SVMPE+0,5% $Al_2O_3(2)$	50,2
SVMPE+10%HDPE-g-SMA	55,7
20 мин МА	53,6

Значение степени кристалличности для пористого SVMPE ниже, чем для плотного, что связано с повышением температуры спекания плотного SVMPE до 190°C, полученного методом горячего прессования.

ИК-спектры плотного и пористого СВМПЭ представлены на рисунке 7. ИК-спектры плотного и пористого СВМПЭ идентичны, возрастает пиковая интенсивность колебаний связи С-О в области  $802\text{ см}^{-1}$  (рисунок 9, кривая 2).

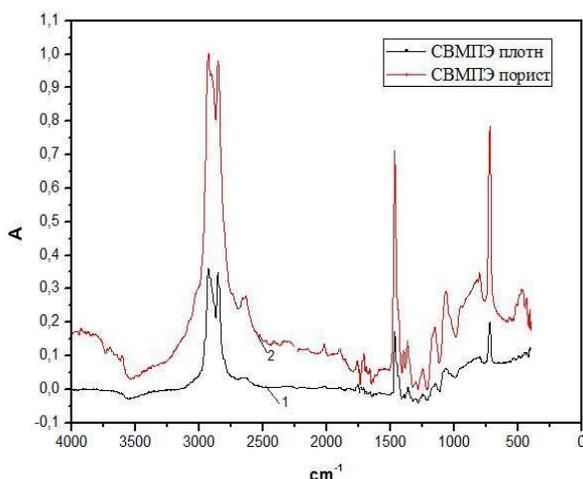


Рисунок 9 -ИК-спектры плотного и пористого СВМПЭ

### Заключение

В данной работе были исследованы структура и свойства пористых компактов на основе СВМПЭ, полученных методом свободного спекания, при введении наполнителей в виде привитого полиэтилена, оксида алюминия и при предварительной механической активации порошка СВМПЭ для спекания.

Установлено, что при увеличении процентного содержания наполнителей всех типов плотность образцов увеличивается, соответственно их пористость снижается.

В структуре образцов механоактивированного СВМПЭ (20 мин МА) и состава СВМПЭ+10 % HDPE-g-SMA поры распределены квазиоднородно, форма пор сферическая, средний размер пор 30 мкм. Для структур составов СВМПЭ+0,5%  $\text{Al}_2\text{O}_3(2)$  и СВМПЭ+0,3%  $\text{Al}_2\text{O}_3(1)$  характерно менее однородное распределение пор по объему, форма пор носит случайный характер, средний размер пор 20 мкм по оси x и 40 мкм по оси y.

Механические характеристики при сжатии пористых компактов на основе СВМПЭ (предел прочности, предел текучести, модуль упругости) увеличиваются с увеличением концентрации наполнителей всех типов.

Износостойкость пористых компактов на основе СВМПЭ также увеличивается с увеличением процентного содержания наполнителей всех типов.

На основании полученных результатов следует заключить, что оптимальным наполнителем для повышения комплекса свойств пористых компактов на основе СВМПЭ является  $\text{Al}_2\text{O}_3(2)$ . Введение его в количестве до 1% позволяет повысить прочностные свойства пористых компактов на основе СВМПЭ, водопроницаемость композиций остается на уровне ненаполненного СВМПЭ.

### Список литературы

1. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности / Под ред. И.Н. Андреева, Е.В. Веселовская, Е.И. Наливайко и др. – Л.: Издательство Химия, 1982.- 80с.
2. Требин Г.Ф. Фильтрация жидкостей и газов в пористых средах. – М., 1959.

3. Смачная О.В., Панин С.В., Степанова И.В. Свойства пористых полимерных материалов на основе СВМПЭ, полученных методом свободного спекания // Современные техника и технологии: сборник трудов XVI Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – 2010. – Т.3. – С.238-240
4. Наканиси К. Инфракрасные спектры и строение органических соединений. — М.: Мир. — 1965

## **ВЛИЯНИЕ ДОБАВЛЕНИЯ ПЭНД, ПРИВИТОГО СМА И ВТМС НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВМПЭ**

*С.В. ПАНИН<sup>1,2</sup>, С.ПИРИЯОН<sup>2</sup>, НГУЕН СУАН ТЬУК<sup>1</sup>*

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

<sup>2</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

**Введение.** Полимерные композиционные материалы, обладающие низким коэффициентом трения и высокой износостойкостью в сочетании с приемлемыми деформационно-прочностными характеристиками и хорошей технологичностью, находят широкое использование в триботехнике. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) в ряду полимерных связующих занимает особое место благодаря высокой коррозионной и химической стойкости, обусловленной отсутствием свободных связей в полимерной цепи [1].

В настоящей работе сделаны попытка повышения адгезионных свойств СВМПЭ к нанонаполнителям через химическую модификацию полимера путем введения ПЭНД, привитого стиролом малеинового ангидрида и винилтриметоксисиланом, в целях создания на его основе антифрикционных композитов [2].

**Методики исследований.** В работе использовали СВМПЭ фирмы Ticona (Германия) и композиционные материалы на его основе. Молекулярная масса составляет  $2,6 \times 10^6$  г/моль. Механическое перемешивание порошков полимерного связующего СВМПЭ и ПЭНД проводили в планетарной шаровой мельнице MP/0,5x4, обеспечивающей перемешивание до 2-х литров порошковой смеси. Образцы получены методом горячего прессования при давлении 10 МПа и температуре 190 °С со скоростью последующего охлаждения  $3 \div 4$  °С/мин [3].

Определение твердости по Шору проводили с помощью прибора «Импульс 1Р». Износостойкость материалов при скольжении определяли по схеме «вал-колотка» с использованием машины трения СТМ-1. Изображения дорожек трения были исследованы с использованием оптического микроскопа «Carl Zeiss Stemi 2000-C» и площади дорожки трения были рассчитаны с помощью программного обеспечения «Rhinoseros, v 3» путем ручного выделения контура поверхности истирания и последующего автоматического расчета площади. Механические характеристики материалов при статическом нагружении определяли на разрывной машине «Instron-5582».

**Результаты исследований.** В данной работе исследовали механические и триботехнические свойства композиций СВМПЭ с различным содержанием введенных в исходную порошковую смесь ПЭНД, привитого стиролом малеинового

ангидрида и винилтриметоксисиланом. В табл. 1 приведены механические характеристики СВМПЭ с различным содержанием ПЭНД-привитого-СМА.

Таблица 1 - Механические свойства СВМПЭ с добавкой ПЭНД, привитого СМА

СВМПЭ+ ПЭНД <sub>прив</sub> %	Плотность $d$ , г/см <sup>3</sup>	Модуль упругости $E$ , МПа	Твердость по Шору Д	Предел текучести $\sigma_{0.2}$ , МПа	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Удлинение $\epsilon$ , %
0	0.933	571.9	97.5	19.2	34.3	470.9
1	0.919	595.6	97.3	23.3	40.4	507.7
3	0.935	552.9	97.1	24.4	38.4	488.5
5	0.932	582.8	97	24.8	38.7	486.6
10	0.933	576.8	96	24.9	36.2	484.7

В результате исследований оказалось, что плотность и твердость такой композиции остаются практически неизменными с увеличением содержания наполнителя. Упругопластические свойства при этом возрастают по сравнению с исходным СВМПЭ.

В табл. 2 приведены физико-механические характеристики СВМПЭ с различным содержанием ПЭНД-привитого-ВТМС.

Таблица 2 - Механические свойства СВМПЭ с добавкой ПЭНД, привитого ВТМС

СВМПЭ+ ПЭНД <sub>прив</sub> %	Плотность $d$ , г/см <sup>3</sup>	Модуль упругости $E$ , МПа	Твердос ть по Шору Д	Предел текучести $\sigma_{0.2}$ , МПа	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Удлинение $\epsilon$ , %
0	0.939	571.9	97.5	19.2	34.3	470.9
3	0.942	545.2	97.4	15.2	23.7	476.3
5	0.938	539.5	97.2	17.4	29.4	483.5
10	0.945	554.7	97,2	16.6	24.1	493.6
20	0.941	534.3	96,8	17.0	27.4	512.5

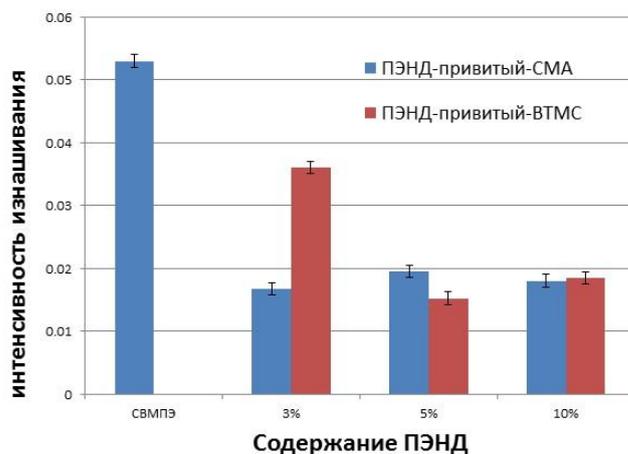


Рисунок 1 - Интенсивность изнашивания образцов при введении ПЭНД-привитого-СМА и ПЭНД-привитого-ВТМС

При введении ПЭНД-привитого-ВТМС упруго-пластические характеристики СВМПЭ (модуль упругости, предел текучести, предел прочности) и твердость (по Шору) несколько снижаются. Плотность новой смеси изменяется незначительно.

Диаграмма интенсивности изнашивания образцов при введении ПЭНД-привитого-СМА и ПЭНД-привитого-ВТМС, показана на рис. 1.

Видно, что при добавлении наполнителей в матрицу из СВМПЭ, износостойкость повышается: в частности, при добавлении 3 мас. % ПЭНД, привитого СМА, она повышается 3,2 раза. При добавлении ПЭНД, привитого 5% мас. ВТМС, износостойкость СВМПЭ повысилась 3,5 раза.

Зависимость предела прочности и удлинения СВМПЭ от содержания ПЭНД-привитого-СМА и ПЭНД-привитого-ВТМС в виде диаграммы, показана на рис. 2.

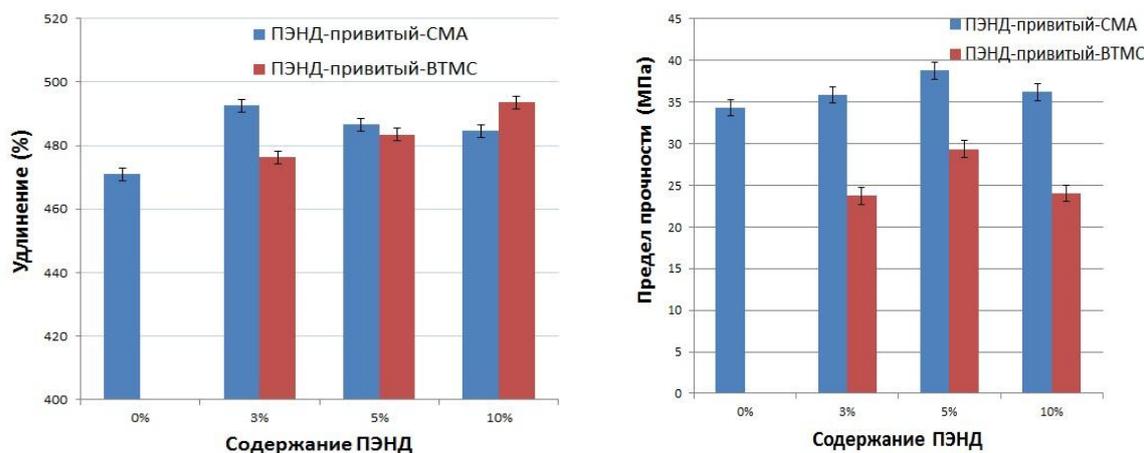


Рисунок 2 - Зависимость предела прочности и удлинения от содержания ПЭНД-привитого-СМА и ПЭНД-привитого-ВТМС

Видно, что при добавлении 1 мас. % ПЭНД, привитого СМА, упруго-пластические свойства СВМПЭ увеличиваются незначительно (предел прочности на 18 %, удлинение на 8 %). При введении большего количества наполнителей характеристики изменяются незначительно.

При введении наполнителей удлинение СВМПЭ увеличивается, и чем больше содержание ПЭНД-привитого-ВТМС, тем выше удлинение. Предел текучести и предел прочности уменьшаются при добавлении наполнителей.

Для выяснения характера структурных изменений в СВМПЭ при добавлении ПЭНД, привитого ВТМС, проведены исследования методом растровой электронной микроскопии при различном содержании сополимера.

Надмолекулярная структура СВМПЭ+ПЭНД-привитого-СМА и СВМПЭ+ПЭНД-привитого-ВТМС, показаны на рис. 3.

Из рисунка следует, что в модифицированном СВМПЭ при кристаллизации формируется сферолитная структура (в чистом СВМПЭ формируется ламеллярная структура). Средние размеры сферолитов в случае добавления ПЭНД-привитого-СМА и в случае добавления ПЭНД-привитого-ВТМС примерно одинаковые. Внутренняя структура сферолитов (упаковка молекул) в обоих случаях подобная.

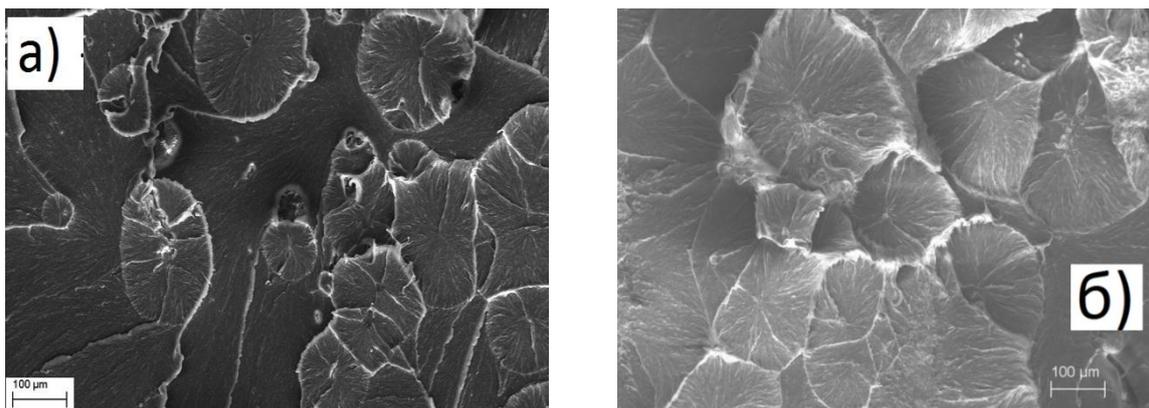


Рисунок 3 - Надмолекулярная структура СВМПЭ+10 мас. % ПЭНД-привитого-СМА (а) и СВМПЭ+10 мас. % ПЭНД-привитого-ВТМС (б)

**Заключение.** На основе сравнения полученных результатов можно сделать следующие выводы:

1. Добавление ПЭНД, привитого СМА, в матрицу из СВМПЭ позволяет повысить износостойкость в 3,2 раза. При этом введение 3 мас. % ПЭНД, привитого СМА, приводит к максимальному повышению износостойкости.

2. При добавлении ПЭНД, привитого ВТМС, повышается износостойкость СВМПЭ. При введении 5 мас. % ПЭНД, привитого ВТМС, она повышается в 3,5 раза.

3. При введении ПЭНД, привитого СМА, упруго-пластические свойства СВМПЭ увеличиваются незначительно. При добавлении ПЭНД-привитого-ВТМС, упруго-пластические характеристики СВМПЭ (модуль упругости, предел текучести, предел прочности) и твердость (по Шору) несколько снижаются. Плотность новой смеси изменяется незначительно. С добавкой наполнителей удлинение СВМПЭ увеличивается, и чем больше содержание ПЭНД-привитого-ВТМС, тем выше удлинение.

#### Список литературы

1. Машков Ю.К., Овчар З.Н., Байбарацкая М.Ю., Мамаев О.А. Полимерные композиционные материалы в триботехнике. – М.: ООО «Недра-Бизнесцентр», 2004. -262 с.
2. Прут Э.В., Зеленецкий А.Н. Химическая модификация и смешение полимеров в экструдере-реакторе // Успехи химии.- 2001 (70), №1, 72-87.
3. Панин В.Е., Панин С.В., Корниенко Л.А. и др. Влияние механической активации сверхвысокомолекулярного полиэтилена на его механические и триботехнические свойства // Трение и износ.- 2010(31), № 2, 13-19.

# СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ МАТЕРИАЛОВ НА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ

М.В. РОГОЗИНА, А.А. КОНДРАТЮК

Научный исследовательский Томский политехнический университет  
Институт физики высоких технологий

Широкое применение конструкционных керамик в промышленности в настоящее время обусловлено, как получением новых видов исходных компонентов - ультрадисперсных порошков (УДП), так и развитием теории их применения. В частности создания керамик из композиций на основе  $Al_2O_3$  с добавками модификаторов типа  $Y_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $TiO_2$  (все УДП получены методом плазмохимического распыления при помощи плазмотронов) позволяет получать техническую керамику конструкционного назначения.

Известно, что в общем случае керамики подразделяются на следующие основные виды: строительную керамику, тонкую, химически стойкую, огнеупорную и техническую [1]. Основной характеристикой строительной керамики является ее пористость, значительно влияющая на такие эксплуатационные качества, как тепло- и звукоизоляционные свойства, весовые характеристики, а также проницаемость, используемая в области создания фильтров для очистки газов, жидкостей и расплавленных солей. Второй по распространению является техническая керамика, объединяющая материалы, используемые в различных областях современной техники. Это конструкционная, инструментальная, электро-радиотехническая и керамика с особыми свойствами [2,3]. Вопросам предварительной подготовки (механической активации – МА) исходных порошковых компонентов для создания огнеупорных, конструкционных керамик посвящена данная работа.



Рисунок 1 – Общий вид установки «ВКМД-6»



Рисунок 2 – Общий вид планетарной мельницы «Активатор 2SL»

УДП, вследствие их низкого значения насыпного веса обладают неудовлетворительной технологичностью – плохой текучестью из-за образования агломератов частиц порошка. Это объясняется тем, что они представляют собой в

основном полые сфероиды размером до 200нм, имеющие высокоразвитую поверхность[4]. Основным видом борьбы с вышеуказанным недостатком предлагается технологический процесс МА - раздробления данных микросфер до размеров кристаллитов (порядка 50нм) с последующей технологической операцией, позволяющей компактировать данные наноразмерные частицы в порошок, имеющие насыпную плотность в 5-10 раз выше, чем у исходного УДП.

Авторами рассмотрены 2 вида МА: обработка УДП порошков многократным одноосным прессованием в жесткой металлической матрице и обработка исходных порошков в планетарной мельнице инертными телами.

Спрессованные по первой технологии на прессе «Р-20» заготовки имели диаметр 23мм и толщину 3мм. В дальнейшем они измельчались до частиц, имеющих размеры 50-180 мкм, на установке «ВКМД-6» и снова подвергались прессованию по вышеуказанной методике (рис. 1). Результаты 3-х кратной обработки шести композиций УДП приведены на рис. 3. Анализ полученных графиков указывает на то, что при использовании образцов с  $h/d=0,15$  мы получаем полную «пропрессовку» заготовок при однократном приложении усилий. Дальнейшее использование 2-х и 3-х кратных нагружений не оказывает существенного влияния на увеличение насыпной плотности ( $\rho$ ) композиций.

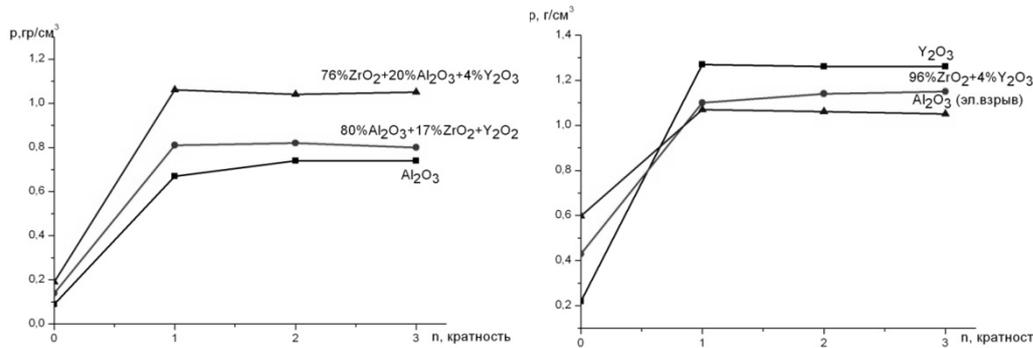
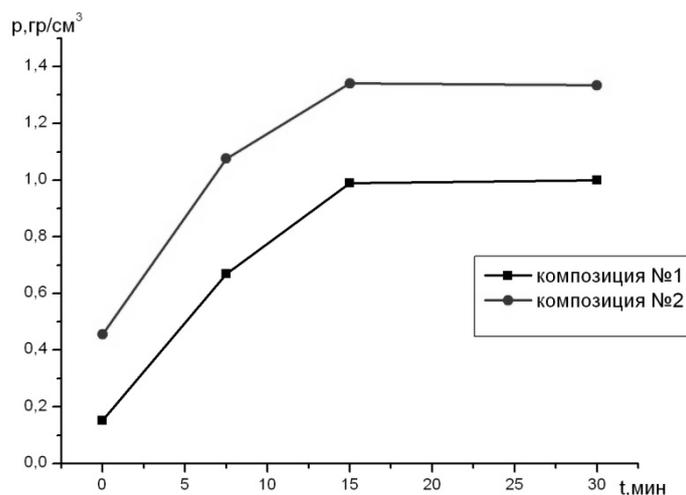


Рисунок 3 – Графики влияния на насыпную плотность порошков количества МА методом одноосного прессования

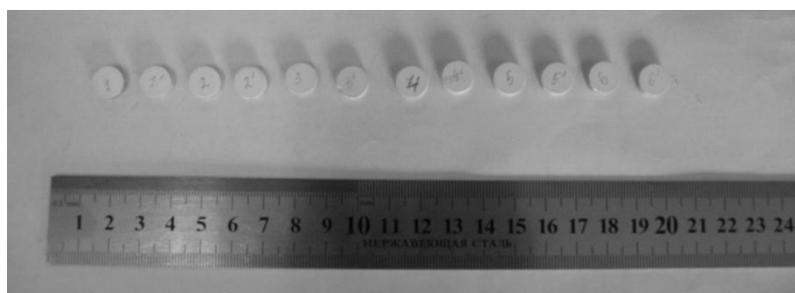
МА по второй технологии проводилась на планетарной мельнице «Активатор 2SL» (рис. 2), при различной длительности обработки, составлявших 7,5, 15 и 30 мин соответственно. Результаты экспериментальных исследований в виде графиков приведены на рис. 4. Анализ полученных данных позволяет сказать о том, что оптимальной длительностью МА в планетарной мельнице указанных композиций является пятнадцатиминутный промежуток, так как 2-х кратное увеличение длительности процесса не приводит к увеличению насыпной плотности обрабатываемых композиций (рис. 4).

Полученные нами в результате МА по двум технологиям порошковые композиции имели приемлемые технологические свойства - повышенную насыпную плотность и отсутствие эффекта агломирования. Для оценки влияния предварительной МА на плотность получаемых изделий нами были сформованы образцы цилиндрической формы диаметром 10мм из вышеупомянутых композиций состава 1, 2.(рис. 5)



*Рисунок 4 - Графики влияния длительности МА на насыпную плотность композиции №1 (76%ZrO<sub>2</sub>+4%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+20%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) и композиции №2 (96%ZrO<sub>2</sub>+4%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)*

Прессование данных образцов производилось в диапазоне 0-300 МПа. Полученные образцы измерялись, и для каждого из них определялась плотность. Для каждой композиции было изготовлено по три партии образцов и построены графические зависимости их плотности от усилий прессования (рис. 6,7).



*Рисунок 5 - Общий вид образцов, изготовленных из композиций МА на планетарной мельнице*

В связи с некоторым разбросом полученных результатов, данные были усреднены и отображены отдельным графиком, обозначенным на рисунках «мат.обработ.». Полученные зависимости указывают на то, что в общем случае при максимальном усилии формования равной 300МПа сформованные образцы имеют максимальное значение плотности.

Для экономического обоснования выбора метода предварительной МА являются следующие факторы: длительность процесса МА, стоимость используемого оборудования и объемы нарабатываемых порошковых композиций.

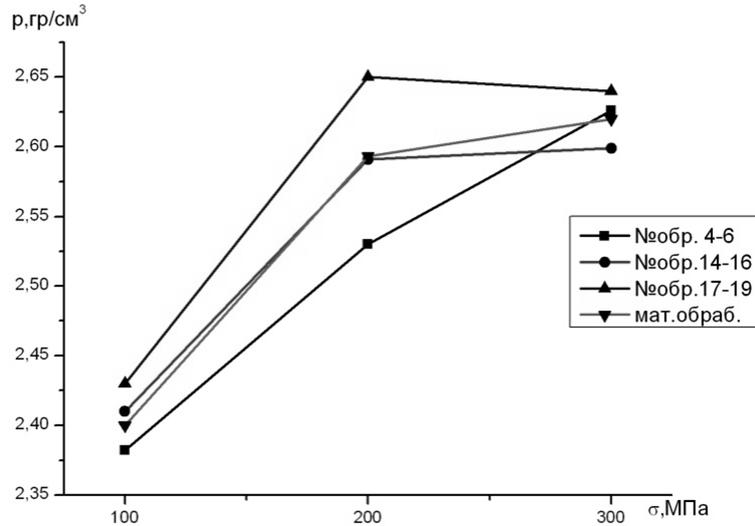


Рисунок 6 – Графики влияния усилий прессования на плотность образцов из композиции  $76\%ZrO_2+4\%Y_2O_3+20\%Al_2O_3$ , МА на планетарной мельнице

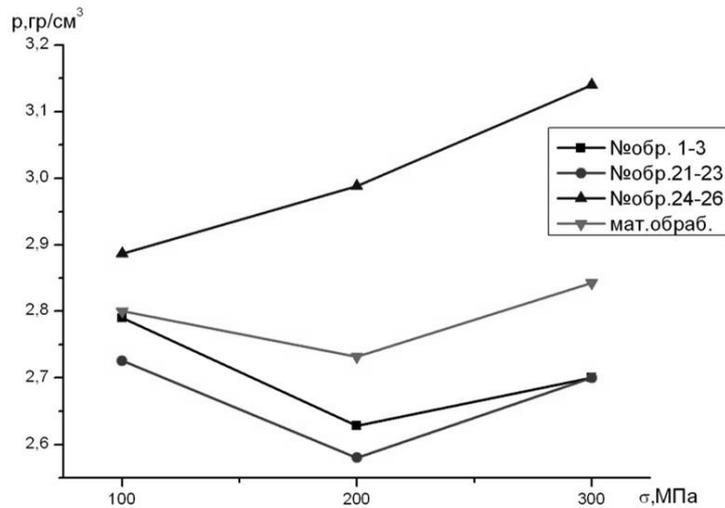


Рисунок 7 – Графики влияния усилий прессования на плотность образцов из композиции  $96\%ZrO_2+4\%Y_2O_3$ , МА на планетарной мельнице

### Список литературы

1. Шевченко В.Я. Введение в техническую керамику.- М.: Наука, 1993- 112с.
2. Кайнарский И.С., Дегтярева Э.В., Орлова И.Г. Корундовые огнеупоры и керамика.// Металлургия. 1981.- С.168с.
3. Плинер С.Ю., Рутман Д.С., Дабиджа А.А., Комоликов Ю.И. Высокопрочная керамика из тетрагонального циркония.// Огнеупоры.-1986.-С. 19-20.
4. Кондратюк А.А., Матренин С.В. Технология получения конструкционной оксидной керамики гидростатическим прессованием.// Механика и машиностроение. Сборник трудов.-Томск2000.-С.124-126.

# ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ НА СТРУКТУРУ СПЕЧЕННОГО МАТЕРИАЛА СИСТЕМЫ Fe-Ti.

*М.Ю.ПАНЬКОВА, Ю.В. МЯЧИН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Институт физики высоких технологий

## **Введение**

Плотность, прочность и другие физико-механические свойства спеченных изделий зависят от структуры материала. В то время как структура зависит от условий изготовления: давления **прессования**, температуры, времени и атмосферы спекания и других факторов.

В данной работе ставится задача исследовать влияние условий прессования и спекания на структуру спеченного материала, а именно на размер и количество его зерен и пор.

Результаты работы будут использованы для определения технологического режима изготовления материала, с изначально заданными свойствами.

## **Материалы и методики исследований**

В работе использовали спеченный материал состава Fe:Ti = 95:5 %(масс.). Для приготовления шихты использовали железный порошок ПЖ 4.160.26 ГОСТ 9849-86. Титан вводился в шихту в виде ферротитана марки FeTi70-3 ГОСТ 4761-91 после размола и классификации. Формование производили методом холодного двухстороннего прессования на разрывной машине Р-20 при давлении 350, 520 и 690 МПа. Спекание проводили в вакуумной электрической печи сопротивления. Температура спекания составляла 1250°C, 1300°C, 1400°C, 1450°C, время выдержки –1, 2 и 4 часа.

Подготовку образцов для исследований микроструктуры проводили на шлифовальной установке «Нерис» с использованием шлифовальной бумаги различных номеров и абразива Cries. Структуру материала рассматривали на микроскопном комплексе «ЛабoМет-И вариант 1», а расчеты пористости и зернистости проводили на программно-аппаратном комплексе SIAMS.

## **Обсуждение результатов**

На рисунках 1 - 4 представлены зависимости пористости и зернистости от температуры спекания образца. Из данных графиков мы видим, что с увеличением температуры спекания образца количество и размер пор уменьшается (рис.2, рис.4). В области низких температур (до 1300<sup>0</sup>С) количество пор мало изменяется, однако средний размер пор резко уменьшается. Из этого можно сделать вывод, что небольшое количество больших пор исчезает, что может быть связано с тем, что происходит испарение влаги.

В области температур 1300<sup>0</sup>С-1400<sup>0</sup>С изменение размера пор не наблюдается, это связано с тем, что данная температура не достаточна для протекания всех процессов диффузии.

В области высоких температур (свыше 1400<sup>0</sup>С) наблюдается резкое снижение размера пор, что означает, что процесс спекания вступил в активную стадию.

Увеличение размера зерен при сравнительно небольших температурах происходит в поверхностных слоях прессовки и называется поверхностной рекристаллизацией. Этим же и объясняется уменьшение количества зерен

Исходя из стремления получить материал мелкозернистой структуры, можно выбрать интервал температур 1250<sup>0</sup>С-1300<sup>0</sup>С, однако рис.2 показывает нам, что при этой температуре наблюдается очень высокая пористость. Для получения необходимых характеристик материала можно выбрать интервал температур 1300<sup>0</sup>С-1400<sup>0</sup>С.

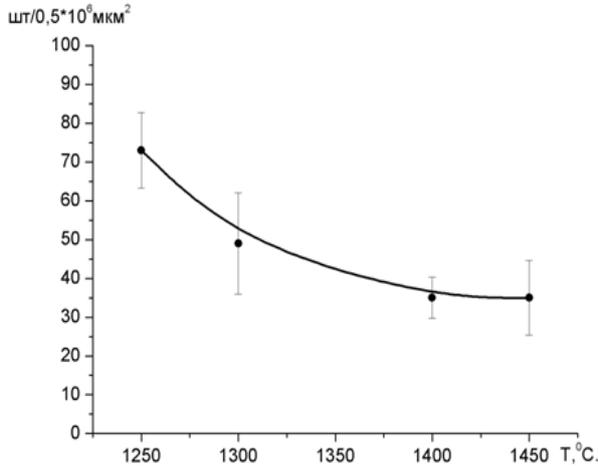


Рисунок 1 – Зависимость количества зерен от температуры спекания образца

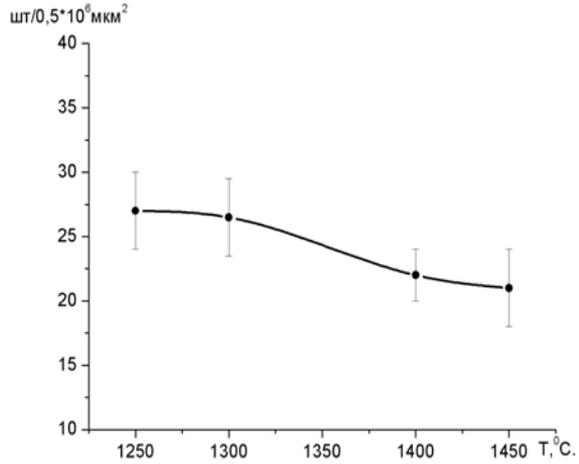


Рисунок 2 – Зависимость количества пор от температуры при спекании образца

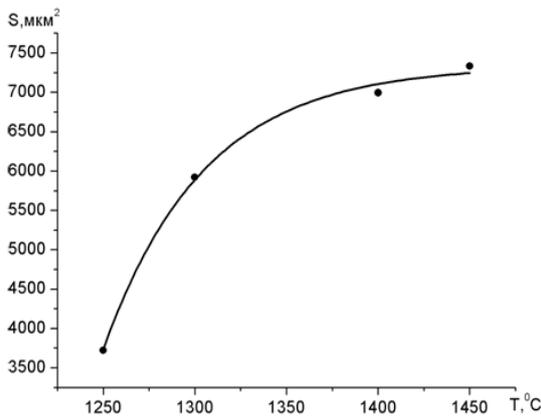


Рисунок 3 – Зависимость среднего размера зерна от температуры спекания образца

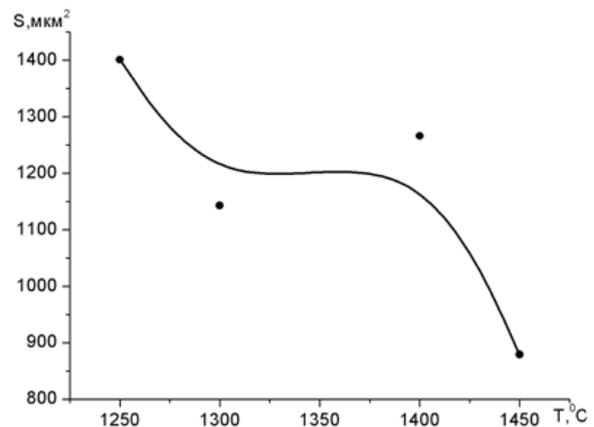
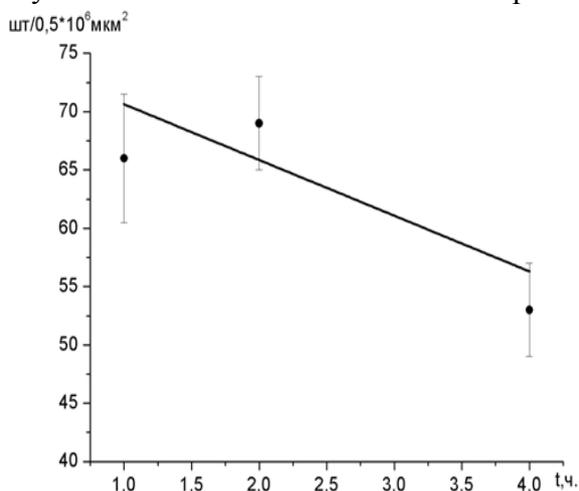


Рисунок 4 – Зависимость среднего размера пор от температуры спекания образца

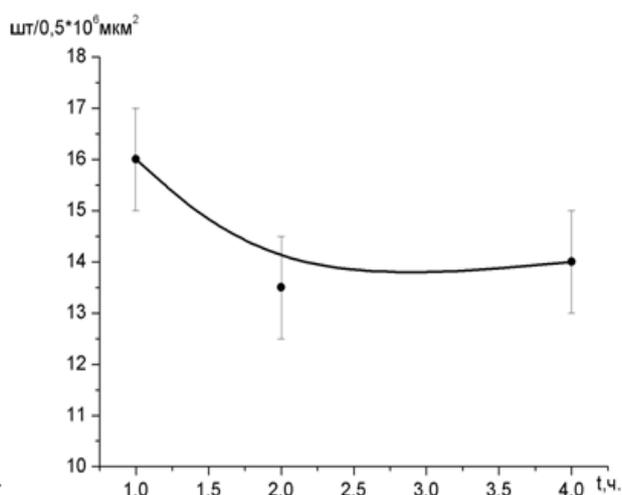
На рисунках 5-8 представлена зависимость зернистости и пористости от времени спекания образца в печи. Аналогично температуре временной фактор так же приводит к уменьшению количества зерен и увеличению их размера, однако зависимость от времени менее выражена.

С увеличением времени выдержки наблюдается уменьшение количества и среднего размера пор (рис.6, рис.8). В интервале времени от 1 до 2 часов наблюдается заметное уменьшение количества пор (рис.6), а при дальнейшем увеличении времени выдержки количество пор не изменяется, а изменяется их размер.

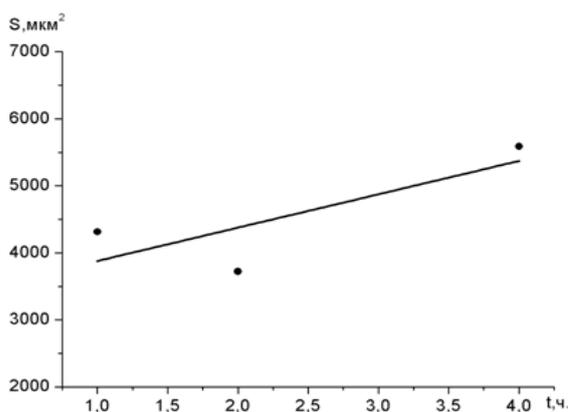
Исходя из вышеизложенного, можно сделать вывод, что для сохранения мелкой зернистости и необходимой пористости нужно выбирать время выдержки от 1 до 2 часов. Окончательный выбор времени спекания можно сделать после изучения механических свойств материала.



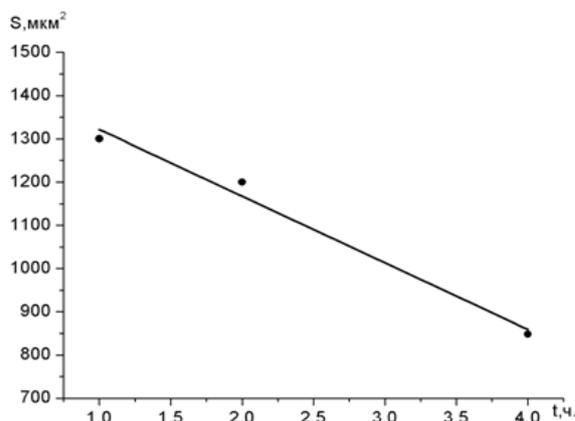
*Рисунок 5 -Зависимость количества зерен от времени спекания образца*



*Рисунок 6 –Зависимость количества пор от времени спекания образца*



*Рисунок 7 – Зависимость среднего размера зерен от времени спекания образца*



*Рисунок 8 – Зависимость среднего размера пор от времени спекания образца*

На рисунках 9-12 мы видим зависимости пористости и зернистости образца от давления прессования.

Из рисунков 9 и 11 мы видим, что с увеличением давления прессования количество зерен увеличивается, а их размер уменьшается, причем более выражено это наблюдается при давлениях 350МПа до 500МПа.

Как известно, любая пластическая деформация может оказывать существенное влияние на микроструктуру и свойства материалов. Например, при интенсивной прокатке или протяжке происходят измельчение микроструктуры. В нашем случае, с увеличением давления прессования частицы порошка дробятся, образуются новые центры рекристаллизации, вокруг которых при спекании

материала растут новые зерна. Таким образом, имеет смысл прессовать материал при давлении от 500МПа и выше с целью получения более высоких механических характеристик.

Из рисунков 10 и 12 мы видим, что количество пор возрастает, а размер уменьшается. С учетом желания получить максимальные механические характеристики и достаточную остаточную пористость, оптимальным будет давление прессования в районе 500МПа.

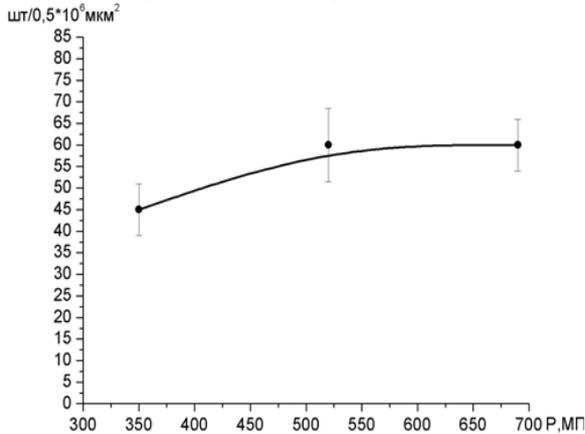


Рисунок 9 – Зависимость количества зерен от давления при прессовании образца

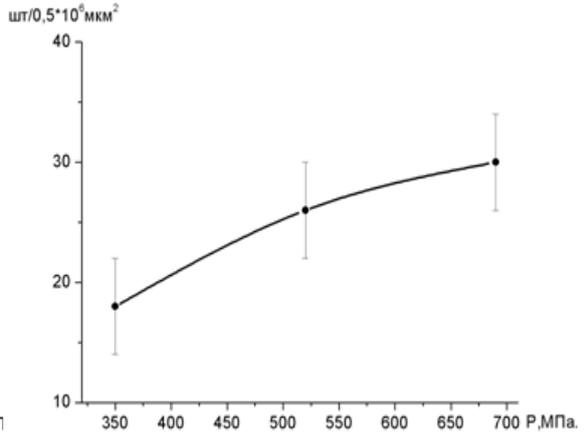


Рисунок 10 – Зависимость количества пор от давления при прессовании образца

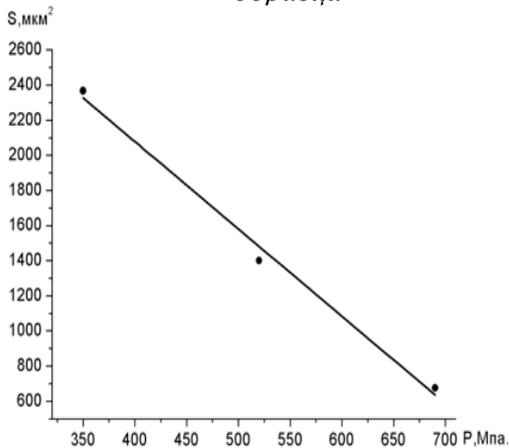


Рисунок 12 – Зависимость среднего размера пор от давления при прессовании образца

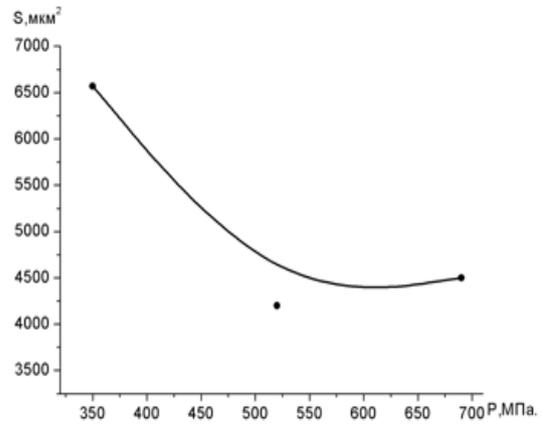


Рисунок 11 – Зависимость среднего размера зерен от давления при прессовании образца

### Выводы

1. Расчетная пористость композиции железо-титан составляет 18 – 28 %, что дает возможность пропитывать будущее изделие маслом с целью повышения антифрикционных характеристик.
2. Установлено, что на структуру материала большее влияние оказывает температура спекания. Исходя из полученных данных, наиболее приемлемой является температура в интервале 1300<sup>0</sup>С-1400<sup>0</sup>С.

3. Время выдержки при спекании материала в меньшей степени влияет на зернистость по сравнению с температурой спекания. Исходя из наших данных оптимальное время спекания 1-2 часа.

4. С увеличением давления прессования наблюдается измельчение зерна. Оптимальное давление прессования рекомендуется выбирать около 500МПа.

#### **Список литературы**

1. Оликер В.Е. Структурообразование при спекании порошковых смесей Fe-TiFe// Порошковая металлургия. – 1993. – №11/12. – С. 20 – 26.
2. А.Е.Вол Строеие и свойства двойных металлических систем, т. II

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ МАТЕРИАЛА СИСТЕМЫ Fe-Ti НА ЕГО МОДУЛЬ УПРУГОСТИ И МИКРОТВЕРДОСТЬ**

*Ю.Е.БЫЛИНА, Ю.В. МЯЧИН*

Национальный Исследовательский Томский политехнический университет  
Институт физики высоких технологий

#### **Введение**

Механические характеристики материалов зависят от его структуры. Применяя различные режимы изготовления спеченного материала, такие как давление прессования, время и температура спекания, можно влиять на структуру и конечные свойства материала.

В данной работе ставится задача исследовать влияние условий прессования и спекания на механические характеристики спеченного материала, а именно на микротвердость и модуль упругости.

Результаты работы будут использованы для определения технологического режима изготовления материала, с изначально заданными свойствами.

#### **Материалы и методики исследований**

В работе использовали спеченный материал состава Fe:Ti = 95:5 %(масс.). Для приготовления шихты использовали железный порошок ПЖ 4.160.26 ГОСТ 9849-86. Титан вводился в шихту в виде ферротитана марки FeTi70-3 ГОСТ 4761-91, после размола и классификации. Формование производили методом холодного двухстороннего прессования на разрывной машине Р-20 при давлении 350, 520 и 690 МПа. Спекание проводили в вакуумной электрической печи сопротивления. Температура спекания составляла 1250°C, 1300°C, 1400°C, 1450°C, время выдержки –1, 2 и 4 часа.

Подготовку образцов для исследований микроструктуры проводили на шлифовальной установке «Нерис» с использованием шлифовальной бумаги различных номеров и абразива Gries. Измерения микротвердости и модуля упругости проводили на полированной поверхности образца с помощью системы Nano Indenter G200/XP (ISO 14577). Система предоставляет исследователю несколько методов для проведения измерений. В данной работе был выбран метод «G-Series Basic Hardness, Modulus, Tip Cal, Load Control», позволяющий измерять как твердость, так и модуль упругости.

### Обсуждение результатов

При нагреве порошковых формовок происходит сложный комплекс разнообразных физико-химических явлений, протекающих одновременно или

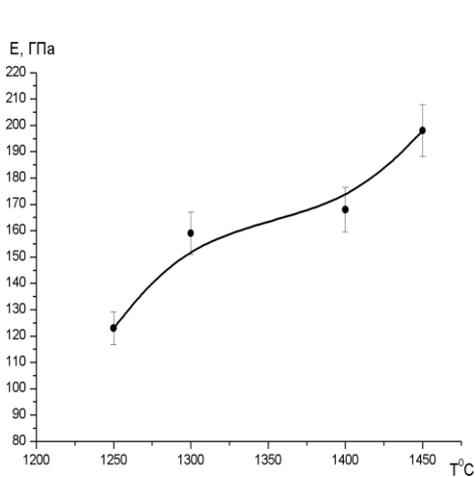


Рисунок 1 – Зависимость модуля упругости от температуры спекания образца

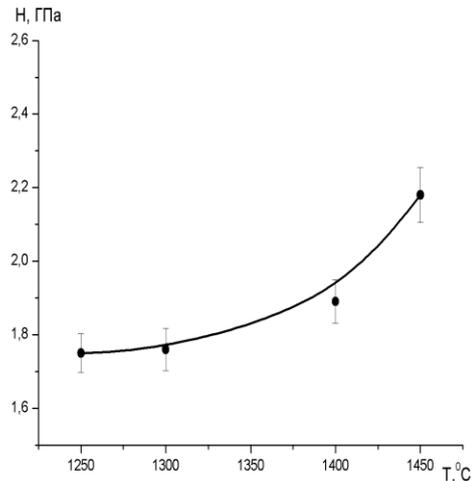


Рисунок 2 – Зависимость микротвердости от температуры спекания образца

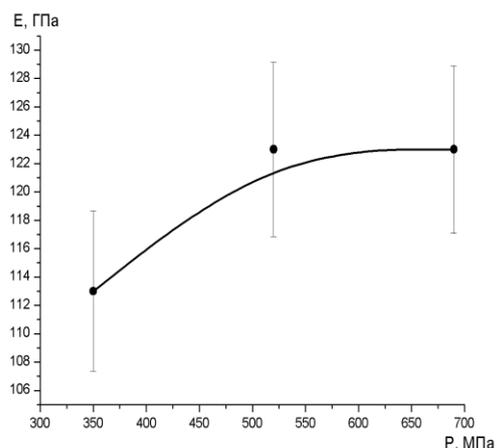
последовательно. Во время спекания происходит изменение размеров, структуры и свойств исходных порошковых тел, протекают процессы поверхностной, граничной и объемной само- и гетеродиффузии, разнообразные дислокационные явления, осуществляются перенос вещества через газовую фазу, химические реакции, релаксация микро- и макронапряжений, рекристаллизация частиц и др.

На рисунках 1 и 2 представлены зависимости модуля упругости и микротвердости от температуры спекания образца. Из данных рисунков видно, что при увеличении температуры спекания модуль упругости и микротвердость возрастают. На графике зависимости модуля упругости от температуры спекания видна особенность – в интервале температур 1300<sup>0</sup>C-1400<sup>0</sup>C наблюдается незначительное изменение модуля упругости. Этот эффект объясняется тем, что температуры до 1300<sup>0</sup>C недостаточны для протекания полноценного процесса спекания. Это подтверждается и рисунком 2, где микротвердость в интервале температур от 1250<sup>0</sup>C до 1300<sup>0</sup>C практически не изменяется. В интервале температур от 1300<sup>0</sup>C до 1400<sup>0</sup>C процесс спекания входит в стадию, когда начинают протекать процессы диффузии и рекристаллизации, однако при данной температуре эти процессы малоактивны. При температуре выше 1400<sup>0</sup>C модуль упругости резко возрастает, что означает, что процесс спекания вступил в активную стадию. Это же подтверждает рисунок 2, на котором видно, что выше 1400<sup>0</sup>C микротвердость резко возрастает.

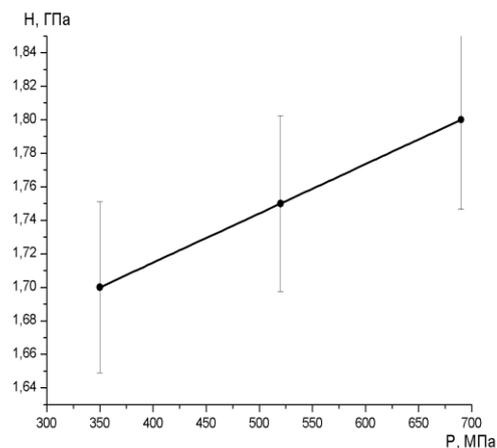
Таким образом, использование высокой температуры спекания позволяет получать наиболее высокие механические свойства. Однако для спеченного антифрикционного материала необходимо сохранить определенный процент остаточной пористости. Использование высоких температур может привести к уменьшению остаточной пористости. Так как свойства материала не сильно

изменяются в пределах от 1300<sup>0</sup>С до 1400<sup>0</sup>С, то можно считать этот интервал наиболее оптимальным для спекания образца.

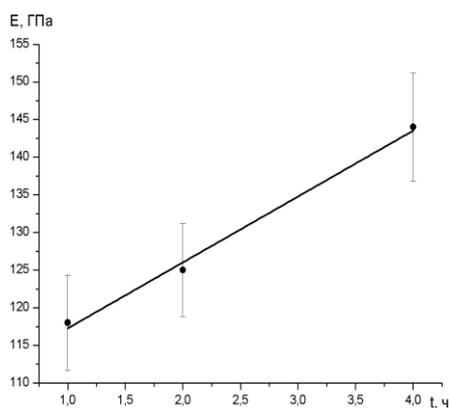
На рисунках 3 и 4 представлены зависимости модуля упругости и микротвердости от давления прессования образца. Как видно из рисунка 3 интенсивный рост модуля упругости наблюдается до 550 МПа и при дальнейшем увеличении давления прессования его значение практически не меняется. Микротвердость линейно возрастает с увеличением давления прессования. Таким образом, наиболее оптимальное давление прессования с точки зрения механических свойств – от 550 до 700 МПа. Более точное значение давления прессования можно будет выбрать после того как будут получены зависимости пористости от давления прессования.



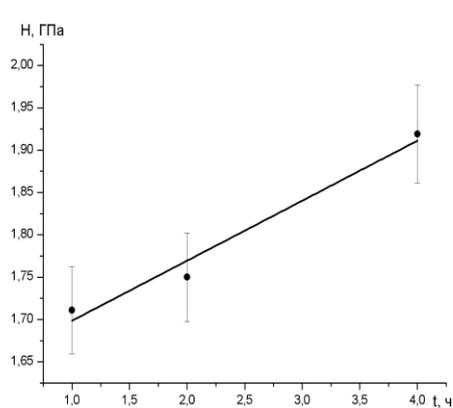
*Рисунок 3 – Зависимость модуля упругости от давления прессования образца*



*Рисунок 4 – Зависимость микротвердости от давления прессования образца*



*Рисунок 5 – Зависимость модуля упругости от времени спекания образца*



*Рисунок 6 – Зависимость микротвердости от времени спекания образца*

На рисунках 5 и 6 представлены зависимости модуля упругости и микротвердости от времени спекания образцов. Видно, что модуль упругости и микротвердость с увеличением времени выдержки при спекании линейно возрастают. По сравнению с температурой спекания время выдержки в меньшей степени влияет на увеличение свойств материала. Так же как и в случае увеличения температуры, увеличивая время выдержки, мы рискуем получить минимальный процент остаточной пористости. Поэтому следует выбирать среднее время выдержки 2-3 часа.

#### **Выводы**

1. Установлено, что на механические характеристики материала большее влияние оказывает температура спекания. Исходя из полученных данных, наиболее приемлемой является температура в интервале 1300<sup>0</sup>С-1400<sup>0</sup>С.

2. Оптимальным давлением прессования является интервал 550-700 МПа, в этом интервале наблюдаются максимальные значения модуля упругости и микротвердости.

3. Время выдержки при спекании материала в меньшей степени влияет на механические характеристики материала по сравнению с температурой спекания. Исходя из наших данных наиболее подходящее время спекания 2-3 часа.

#### **Список литературы**

1. Гриценко А.В., Мячин Ю.В. Влияние параметров получения на модуль упругости и микротвердость спеченного Fe-Ti сплава. //Новые материалы. Создание, структура, свойства-2010 : Труды X Всероссийской школы-семинара с международным участием - Томск, ТПУ, 9-11 сент. 2010. - Томск: Изд. ТПУ, 2010. - с. 200-203 (90688352)
2. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. Изд. металлургия, 1980

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ НАНОДИСПЕРСНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ**

*Д.А. ГРУДИНИНА, С.МЕЛЬНИКОВА*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

#### **Введение**

Изделия из порошков железа, алюминия, меди и никеля являются в настоящее время основным по объему видом продукции порошковой металлургии [1, 2]. Качество этих изделий в значительной мере зависит от условий протекания процесса спекания, который является наиболее длительной и энергоемкой операцией в порошковой металлургии. Поэтому разработка новых эффективных методов активирования процесса спекания имеет важное практическое значение в технологии спеченных материалов на основе указанных металлов.

Одним из перспективных направлений развития современного материаловедения является получение наноструктурированных материалов и нанопорошков. В сравнении с грубодисперсными порошками нанопорошки обладают совершенно иными свойствами. [3]. При уменьшении линейных размеров

частиц от 1 мкм и менее их физические свойства качественно изменяются: устойчивым становится иной тип кристаллической структуры, например,  $\alpha$ -Fe переходит в  $\gamma$ -Fe, понижаются температуры фазовых переходов, снижается теплопроводность, существенно меняется поведение нанопорошков при формовании и спекании. Поэтому исследование этих изменений представляет существенный теоретический и практический интерес в связи с модернизацией технологии порошковой металлургии.

Целью данной работы являлось изучение процессов формования и спекания нанодисперсных порошков железа, алюминия, меди и никеля, а также исследование структуры и свойств спеченных материалов.

### Эксперимент

Исходными материалами являлись нанодисперсные электровзрывные порошки Fe, Cu, Ni, Al со среднеповерхностным диаметром частиц 100 нм [4]. Для сравнения использовали также и порошки указанных металлов обычной дисперсности: порошок железа марки ПЖЗ, никеля марки ПНК, меди марки ПМС, алюминия марки ПА. Порошки формовали методом одноосного статического прессования, давление прессования составляло 100, 200, 400 и 600 МПа. Прессовки взвешивали, измеряли диаметр и высоту, определяли плотность после прессования. Затем прессовки спекали в вакуумной печи типа СНВЭ в интервале температур  $0,5 \dots 0,8 T_{пл}$ . Спеченные образцы взвешивали, обмеряли, определяли их плотность и усадку, строили зависимости полученных характеристик от давления прессования и температуры спекания.

Для оценки пористости и изучения микроструктуры спеченные образцы полировали и подвергали травлению. Структуру исследовали с помощью металлографического микроскопа «ЛабoМет».

Микротвердость спеченных образцов определяли с помощью прибора ПМТ-3 и наноиндентора G-200.

На рисунке 1 приведены зависимости плотности прессовок от давления

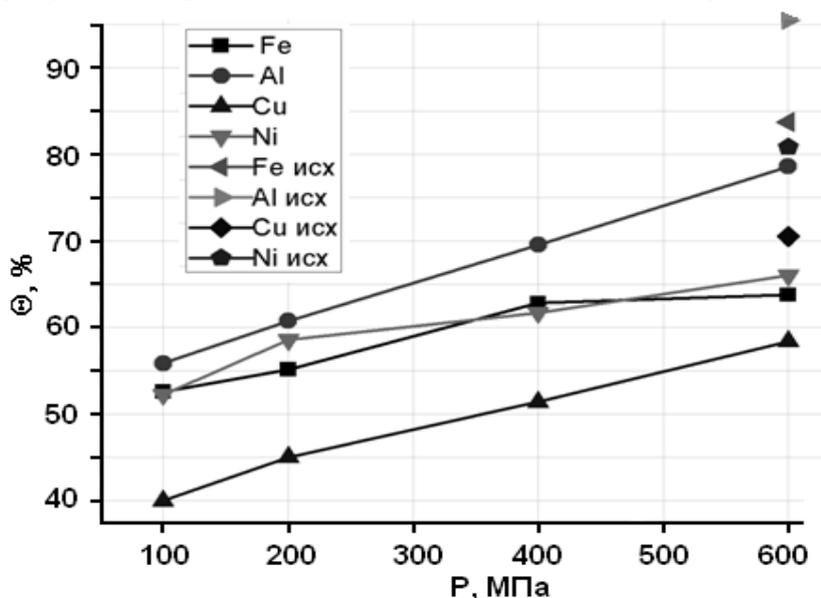


Рисунок 1 - Зависимость плотности прессовок от давления прессования

прессования. Видно, что с ростом давления прессования увеличивается плотность образцов.

Плотность прессовок из порошков обычной дисперсности выше плотности прессовок из нанодисперсных порошков. Это можно объяснить разницей в условиях прессования нанодисперсных порошков и порошков средней дисперсности. Во-первых, их насыпная плотность (1-5% и 30-40% соответственно) значительно различается. Во-вторых, нанодисперсные порошки малопластичны, и их уплотнение обусловлено главным образом за счет хрупкого разрушения наночастиц.

На рисунках 2, 3 приведены зависимости плотности и усадки спеченных железных и алюминиевых образцов от давления прессования.

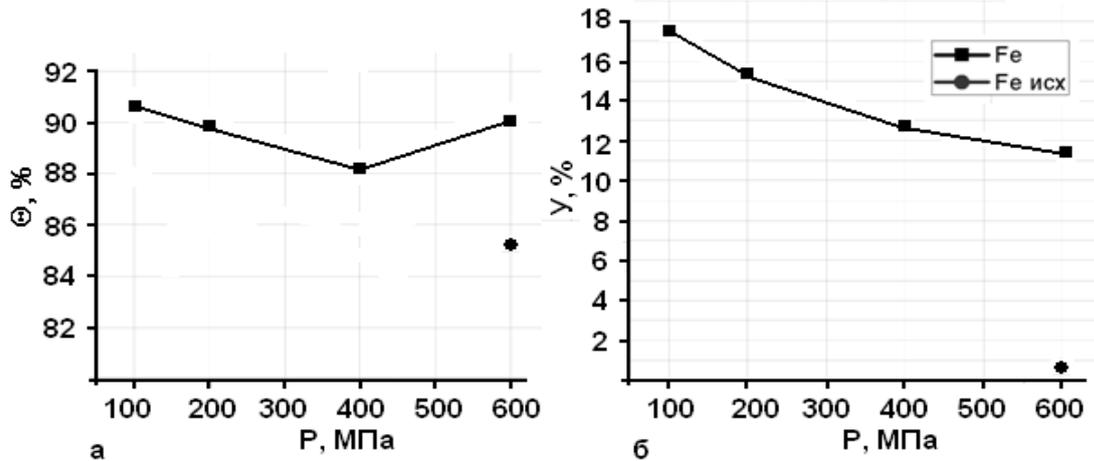


Рисунок 2 - Зависимости плотности и усадки спеченных железных образцов от давления прессования

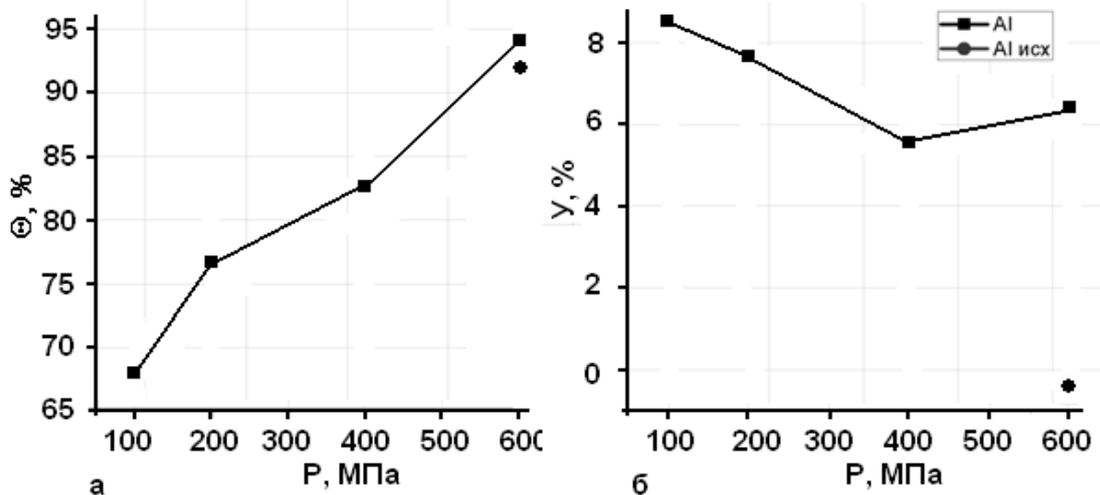


Рисунок 3 - Зависимости плотности и усадки спеченных алюминиевых образцов от давления прессования

Образцы спечены при температуре  $0,8T_{пл}$ . Видно, что давление прессования нанопорошков не оказывает особенного влияния на плотность спеченных железных прессовок. В то же время, плотность данных образцов существенно выше плотности спеченного образца, спрессованного из порошка обычной дисперсности.

Плотность прессовок из нанодисперсного алюминия существенно зависит от давления прессования. Это может быть обусловлено значительной степенью окисленности наночастиц алюминия, вследствие которой в прессовках, спрессованных при относительно небольших давлениях, остается каркас из  $Al_2O_3$ , который тормозит процессы массопереноса при спекании

#### **Заключение**

В ходе выполнения работы были исследованы процессы формования и спекания нанодисперсных порошков железа, алюминия, меди и никеля, а также исследованы структура и свойства спеченных из указанных порошков материалов.

Показано, что нанодисперсные порошки уплотнились в зависимости от давления прессования до следующих значений относительной плотности: Fe – до 63 %, Al – до 78 %, Cu – до 58 %, Ni – до 66%.

Установлено, что в процессе спекания прессовки из нанодисперсных порошков уплотнились в зависимости от давления прессования до плотности: Fe – 88÷90 %, Al – до 94 %.

*Работа выполнена в рамках реализации ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 годы, проект НК – 616П(8), ГК № П–920.*

#### **Список литературы**

1. Порошковая металлургия. Материалы, технология, свойства, области применения: Справочник / И.М.Федорченко, И.Н.Францевич, И.Д.Радомысльский, М. С. Ковальченко. – Киев: Наукова думка, 1985. – 624 с.
2. Маслюк В.А., Львова Г.Г. Перспективные тенденции развития методов получения порошковых конструкционных материалов // Порошковая металлургия. – 2006. – № 5/6. – С. 92–100.
3. Ильин А.П., Назаренко О.Б., Тихонов Д.В., Ушаков В.Я. Структурно-энергетические процессы при электрическом взрыве проводников // Известия вузов. Физика. – 2002. – № 12. – С.31–34; Ilyin A.P., Nazarenko O.B., Tikhonov D.V., Ushakov V.Ya., Yablunovskii G.V. Structural and energy processes in electrically exploded conductors // Russian Physics Journal. – 2002. – V. 45, # 12. – P. 1176–1180.
4. Назаренко О.Б. Электровзрывные нанопорошки: получение, свойства, применение / Под ред. А.П.Ильина. – Томск: Изд-во ТПУ, 2005. – 148 с.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КОНСОЛИДИРОВАННЫХ НАНОПОРОШКОВ ВОЛЬФРАМА И МОЛИБДЕНА**

*Ю.В.ДУТЛОВА, С.В.МАТРЕНИН*

Томский политехнический университет, *E-mail:* [vm-s@mail.ru](mailto:vm-s@mail.ru)

#### **Введение**

Тугоплавкие металлы и сплавы благодаря высокой жаропрочности, находят широкое применение во многих отраслях промышленного производства: в космической технике, ракето- и самолетостроении, металлургии, энергетике, химической промышленности и т.д. Эти материалы и изделия из них производят

практически только методами порошковой металлургии [1]. Поэтому исследование различных методов активации процесса спекания тугоплавких металлов с целью повышения плотности спеченных изделий, получения более мелкозернистой структуры и улучшения их эксплуатационных характеристик является важной в научном и практическом отношении задачей. В [2] показано, что эффективным методом активирования процесса спекания является применение нанодисперсных порошков (НП), поведение которых при прессовании и спекании существенно отличается от поведения порошков, обычно используемых в порошковой металлургии.

Целью работы было исследование процессов спекания нанопорошков вольфрама и молибдена с добавками нанопорошка никеля, оценка структуры и свойств спеченных материалов.

### Эксперимент

Для исследований использовали электровзрывные НП W, Mo и Ni с диаметром частиц до 100 нм [3]. НП отжигали в вакууме при 750°C в течение 2 часов. Порошковые шихты получали мокрым смешиванием НП W и Mo с добавкой 1 мас. % НП Ni в спирте и пластификацией смесей каучуком. Подготовленные шихты формовали методом одноосного прессования, давление прессования составляло 300 МПа. Прессовки спекали в вакууме и аммиачной плазме тлеющего разряда при температуре 1175...1450°C. Время изотермической выдержки составляло 1 ч.

Использовали следующие методики исследования: определение насыпной плотности и текучести порошков, измерение плотности прессовок и спеченных образцов с помощью гидростатического взвешивания, изучение микроструктуры, остаточной пористости, (металлографический микроскоп «Альтами – М»).

Инденитрование осуществляли с помощью прибора Nano Indenter G200. В качестве индентора использовали пирамиду Берковича, нагрузка составляла 500 мН (50 г). Конструкция прибора позволяет выводить диаграмму внедрения индентора на монитор в режиме реального времени. Первичные данные – нагрузка и глубина внедрения. По диаграмме внедрения прибор автоматически рассчитывал модуль упругости  $E_{IT}$  и микротвердость  $H_{IT}$  в соответствии со стандартом ISO 14577. Когда индентор вдавливаются в материал, упругая и пластическая деформации приводят к образованию отпечатка в соответствии с формой индентора на определенной

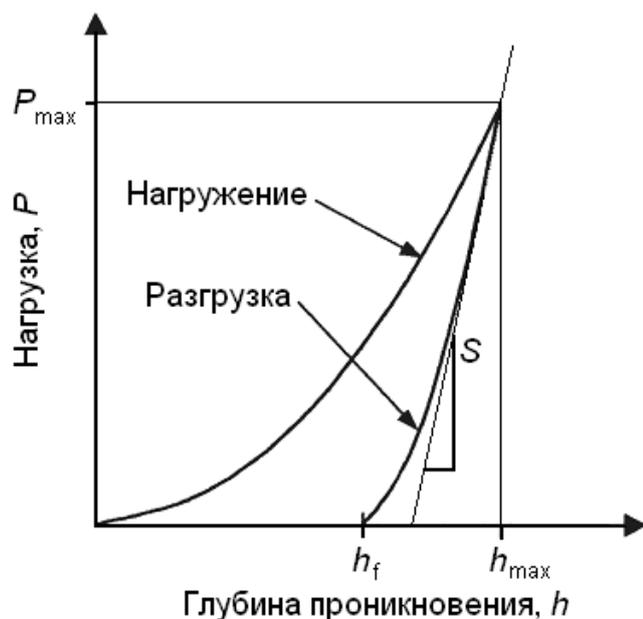


Рисунок 1 - Кривая «нагрузка – внедрение», получаемая в процессе инденитрования

глубине  $h_c$ . Как только индентор поднимается, упругая деформация восстанавливается, это восстановление позволяет определить упругие свойства материала.

Экспериментальная первичная кривая «нагрузка – внедрение» (диаграмма внедрения), непрерывно получаемая в процессе индентирования, показана на рис.1. По диаграмме определяются следующие величины: пиковая нагрузка и глубина проникновения индентора  $P_{max}$  и  $h_{max}$ , остаточная глубина после разгрузки  $h_f$ , и наклон начальной части кривой разгрузки  $S=dP/dh$ . Наклон  $S$  имеет размерность силы на единицу расстояния, и также известен как упругая жесткость контакта.

Твердость исследуемой поверхности  $H$  определяется по следующей формуле:

$$H = \frac{P}{A}$$

где  $P$  – нагрузка, прилагаемая к испытываемой поверхности,  $A$  – площадь контакта под нагрузкой.

Модуль упругости исследуемого образца  $E$  определяется из приведенного модуля  $E_r$ , который рассчитывается по формуле:

$$E_r = \frac{(S\sqrt{\pi})}{2\beta\sqrt{A}}$$

$\beta$  является константой, которая зависит от геометрии индентора. Уравнение было получено для осесимметричного индентора, и формально относится только к круговым контактам, для которых  $\beta=1$ . Тем не менее, было показано, что уравнение работает и тогда, когда геометрия индентора не осесимметрична, при условии, что используются различные значения  $\beta$ . Для индентора с квадратным сечением (пирамида Виккерса)  $\beta=1,012$ , для треугольного сечения (пирамида Берковича)  $\beta=1,034$ .

Окончательно модуль упругости исследуемого материала  $E$  рассчитывается с помощью выражения:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i},$$

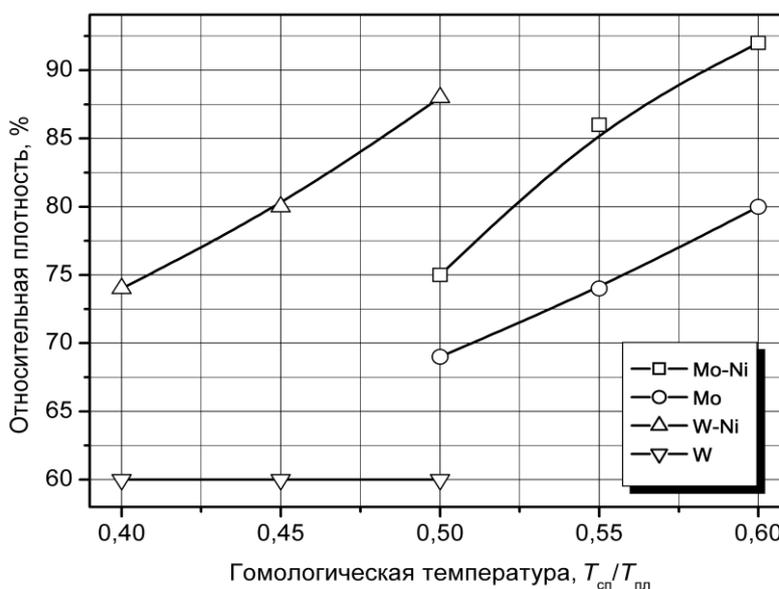


Рисунок 2 - Зависимость относительной плотности образцов от гомологической температуры спекания

где  $\nu$  – коэффициент Пуассона исследуемого материала,  $E_i$  и  $\nu_i$  – модуль упругости и коэффициент Пуассона материала индентора. Для алмаза  $E_i=1141$  ГПа и  $\nu_i=0,07$ .

На рис. 2 и в таблице 1 приведены результаты измерения плотности и усадки спеченных прессовок исследованных составов, а также данные испытаний на индентирование. Для сравнительной оценки указаны значения гомологической температуры спекания  $T_{сп}/T_{пл}$  и относительной плотности  $\theta_{сп}$ . Температура спекания 1175°C соответствовала гомологической 0,4 для W и 0,5 для Mo, 1313°C – 0,45 и 0,55, 1450°C – 0,5 и 0,6 соответственно.

Видно, что прессовки из НП W практически не спеклись при данных температурах, но добавление НП Ni резко активировало процесс спекания. Молибденовые прессовки спекались при указанных температурах, однако имели значительную пористость. И в этом случае добавка НП Ni существенно активировала спекание. Модуль упругости  $E_{IT}$  и микротвердость  $H_{IT}$  определяли только у образцов, которые спеклись до плотности более 80%.

Таблица 1 – Свойства образцов, спеченных в вакууме

№ образца	Состав	$t_{сп}, ^\circ\text{C}$	$\rho_{сп}, \text{г/см}^3$	$\theta_{сп}, \%$	$U, \%$	$E_{IT}, \text{МПа}$	$H_{IT}, \text{МПа}$
1	Mo – 1 мас. % Ni	1450	9,39	92	11,2	264422	3178
2		1313	8,25	86	8,2	-	-
3		1175	7,65	75	5,2	-	-
4	Mo	1450	8,17	80	7,3	203251	2315
5		1313	7,67	74	5,4	-	-
6		1175	7,12	69	2,8	-	-
7	W	1450	11,53	60	0,2	-	-
8		1313	11,56	60	0,3	-	-
9		1175	11,62	60	0,4	-	-
10	W – 1 мас. % Ni	1450	16,98	88	10,5	322091	3426
11		1313	15,64	80	8,4	-	-
12		1175	14,47	74	7	-	-

В таблице 2 приведены результаты измерения плотности и усадки прессовок, спеченных в аммиачной плазме тлеющего разряда, их модуль упругости и микротвердость. Образец вольфрама без добавки никеля, как и в случае вакуумного спекания, практически не уплотнился. Очевидно, что температура 1450°C (0,5  $T_{пл}$ ) недостаточна для твердофазного спекания НП W. Добавка 1 % Ni в исходную шихту активировала спекание вольфрама. Модуль упругости спеченного легированного никелем вольфрама близок к табличному (398 ГПа) [4]. Сравнение результатов спекания прессовок из НП W в вакууме и в аммиачной плазме тлеющего разряда показало, что во втором случае образцы при примерно одинаковой плотности имели более высокие значения модуля упругости и, особенно, микротвердости. Этот эффект объясняется тем, что спекание порошковых прессовок в плазме тлеющего разряда являются активированным, что было показано в работах [5, 6].

Таблица 2 – Свойства образцов, спеченных в плазме

№ п/п	Состав	$t_{\text{сп}}, ^\circ\text{C}$	$\rho_{\text{сп}}, \text{г/см}^3$	$\theta_{\text{сп}}, \%$	$Y, \%$	$E_{\text{IT}}, \text{МПа}$	$H_{\text{IT}}, \text{МПа}$
1	Mo-Ni	1450	7,86	77	5,3	257450	3063
2	Mo		6,83	66	0	172696	1769
3	W		11,87	61	0	-	-
4	W-Ni		16,33	84	10,4	394156	4131

На рис.3. приведены диаграммы внедрения спеченных образцов. По наклону кривой разгрузки можно видеть, что наиболее жесткими являются образцы, содержащие добавку никеля.

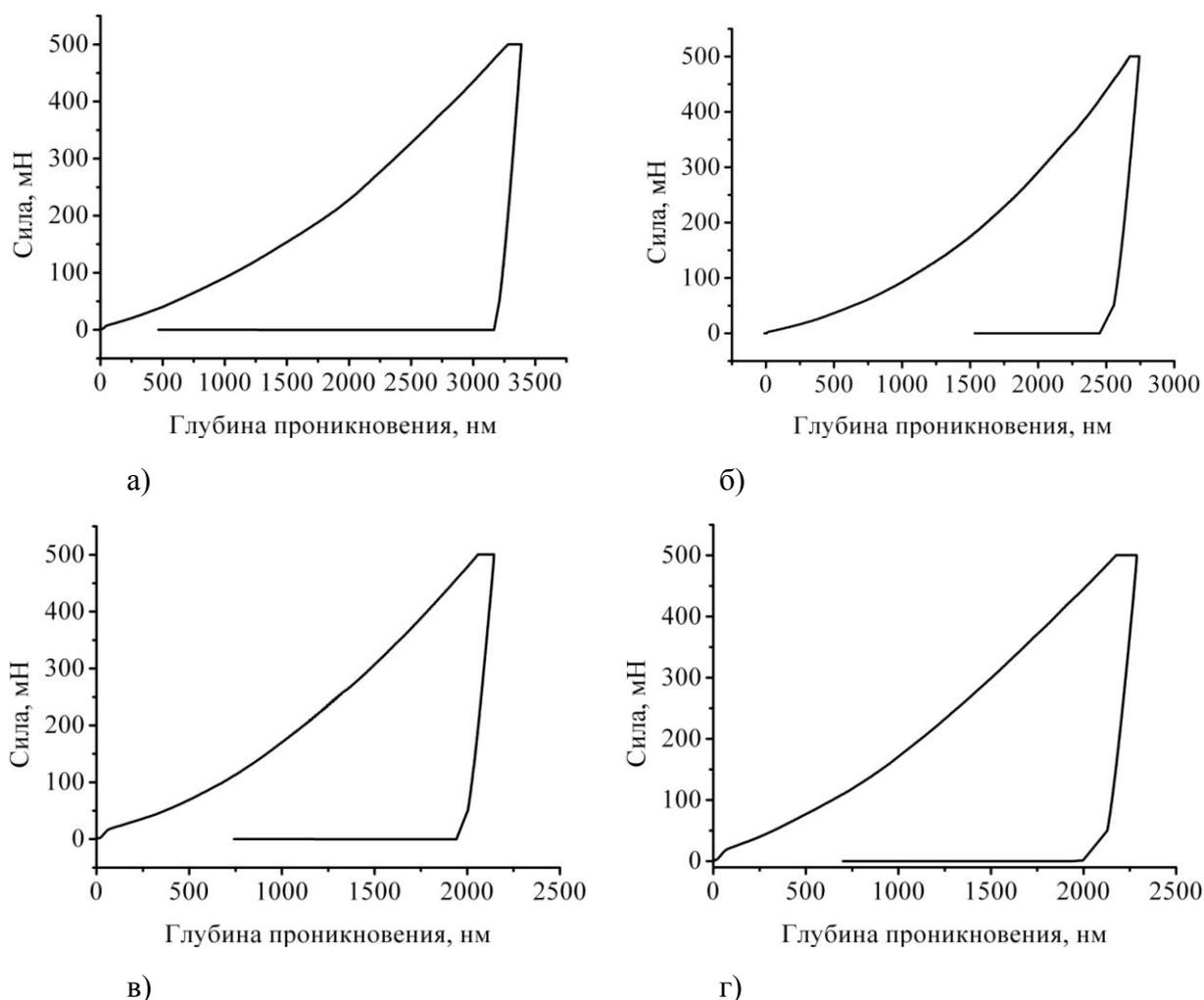


Рисунок 3 - Диаграммы внедрения спеченных образцов: а – Mo, спекание в плазме, б – Mo – 1 % Ni, спекание в плазме, в – W – 1 % Ni, спекание в плазме, г – W – 1 % Ni, вакуумное спекание

Минимальная глубина внедрения индентора, которая определяет площадь контакта и твердость материала, получена на образцах, спеченных с добавкой никеля. Результаты испытаний образцов из W, не содержащих добавку Ni не

указаны, поскольку данные образцы имели высокую пористость после спекания при 1450°C.

### **Заключение**

При выполнении работы были исследованы процессы формования и спекания НП вольфрама и молибдена с добавками НП никеля, определены плотность, усадка, модуль упругости и микротвердость спеченных образцов. Установлено положительное влияние добавки НП никеля на процесс уплотнения прессовок при спекании, которое приводит к повышению механических свойств спеченных тугоплавких металлов. Показано, что образцы, полученные прессованием НП W с добавкой НП Ni и спеканием в плазме тлеющего разряда, имеют более высокие значения модуля упругости и твердости по сравнению с образцами, спеченными в вакууме.

*Работа выполнена в рамках реализации ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009 – 2013 годы, проект НК – 616П(8), ГК № П-920.*

### **Список литературы**

1. Зеликман А.Н., Коршунов Б.Г. Металлургия редких металлов. – М.: Металлургия, 1991. – 432 с.
2. Матренин С.В., Ильин А.П., Слосман А.И., Толбанова Л.О. Спекание нанодисперсного порошка железа // Перспективные материалы. – 2008. – №5. – С. 81 – 87.
3. Назаренко О.Б. Электровзрывные нанопорошки: получение, свойства, применение / Под ред. А.П.Ильина. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2005. – 148 с.
4. Колачев Б.А., Елагин В.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. – М.: МИСИС, 2005. – 432 с.
5. Слосман А.И., Матренин С.В. Электроразрядное спекание керамики на основе диоксида циркония // Огнеупоры, 1994. - №9.- С.24 – 27.
6. Матренин С.В., Слосман А.И., Мячин Ю.В. Спекание железотитанового сплава в аммиачной плазме тлеющего разряда // Металловедение и термическая обработка металлов (МИТОМ), 2007. – № 6. – С. 17 – 23.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА СВОЙСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ И КЕРАМИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ И СПЕЧЁННЫХ ИЗ НИХ ИЗДЕЛИЙ**

*А.О. БЕЛОКРЫЛОВА, С.В. МАТРЕНИН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
Институт физики высоких технологий, [aleksandra\\_belokrylova@mail.ru](mailto:aleksandra_belokrylova@mail.ru)

### **Введение**

Механическая активация - это процесс изменения энергетического состояния, физического строения и химических свойств веществ под действием механических сил при измельчении. Применение механической активации может

существенно повысить эффективность порошковой технологии, в результате неё следует ожидать увеличения плотности изделий, повышения их физико-механических характеристик [1].

Порошковая металлургия является перспективным технологическим методом, позволяющим получать металлические и керамические изделия различных форм и назначений, создавать принципиально новые материалы, создание которых другими способами затруднительно, а в ряде случаев невозможно. Порошковые технологии наиболее распространены для производства изделий из металлических порошков железа, алюминия, меди, тугоплавких металлов, а также для получения керамики конструкционного и инструментального назначения [2].

Из теории активированного спекания известно, что процесс измельчения - это сложный физико-химический процесс повышения активности порошка вследствие увеличения поверхностной и объёмной энергии частиц. Более активным порошком принято считать тот, прессовка из которого уплотняется с большей скоростью при пониженной температуре. Активность однозначно связывают с присутствием дефектов кристаллической структуры порошка, высокой дисперсностью, неомогенностью и фазовой нестабильностью [3].

Целью работы было исследование влияния условий механической активации металлических и керамических порошков на их физические и технологические свойства, поведение при спекании и свойства спечённых образцов.

### **Эксперимент**

Исходные материалы: порошки железа марки ПЖВ, алюминия марки ПА-3, меди марки ПМС-Н, ультрадисперсные порошки составов 80 %  $Al_2O_3$  – 19 %  $ZrO_2$  – 1 %  $Y_2O_3$ , 95 %  $ZrO_2$  – 5 %  $Y_2O_3$  (мол. %).

Методики исследования и оборудование:

1. Механическая активация исходных порошков в энергонапряжённой планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» по различным режимам.
2. Определение технологических свойств исходных и обработанных порошков (насыпная плотность, текучесть).
3. Определение гранулометрического состава порошков методом ситового анализа на виброприводе с использованием набора сит (ГОСТ 3584-53), время отсева 9 минут, частота 70 Гц.
4. Определение гранулометрического состава методом микроскопического анализа (микроскоп Jenaval).
5. Холодное статическое одноосное прессование в жесткой пресс-форме, при давлении 600 МПа для металлических порошков, 200, 400, 600, 800 МПа для керамических (гидравлическом пресс Р - 20, номинальное усилие 20 тонн).
6. Спекание металлических прессовок при температуре:  $0,8 T_{пл}$ . (камерная вакуумная печь типа СНВЭ), керамических – при  $1600^{\circ}C$  (высокотемпературная печь сопротивления).
7. Определение плотности после прессования, спекания; определение усадки.
8. Исследование микроструктуры (металлографический микроскоп «ЛабoМет», система анализа изображений «SIAMS Photolab»).
9. Определение микротвёрдости и модуля упругости методом наноиндентирования (наноиндентор G – 200, ПМТ-3).

На рисунке 1 представлены некоторые из полученных зависимостей дисперсности порошков от режима помола.

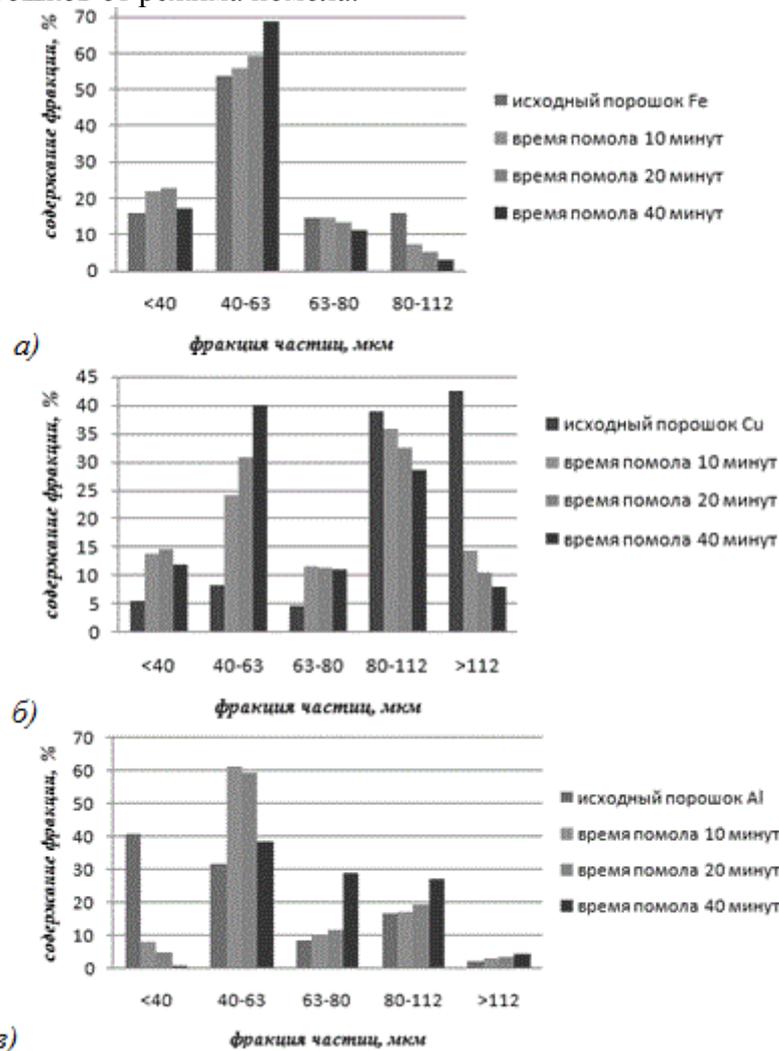


Рис.1 – Гранулометрический состав порошков: а) железа, б) меди, в) алюминия (10 Гц)

Видно, что при частоте 10 Гц, с увеличением времени помола в порошках железа и меди повышается содержание мелких фракций, и снижается содержание крупных. В порошке алюминия наблюдается обратная тенденция. Это обусловлено агломерацией и свариванием порошка в процессе помола.

На рисунке 2 приведены результаты микроскопического анализа.

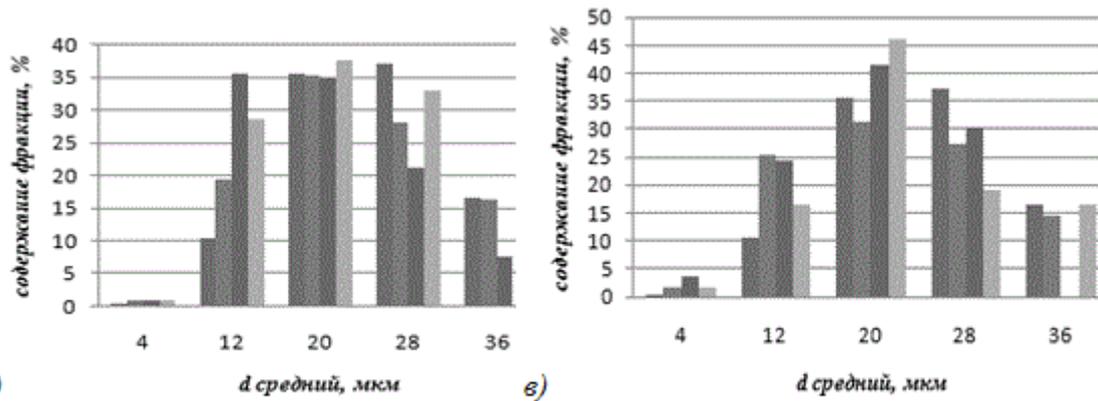
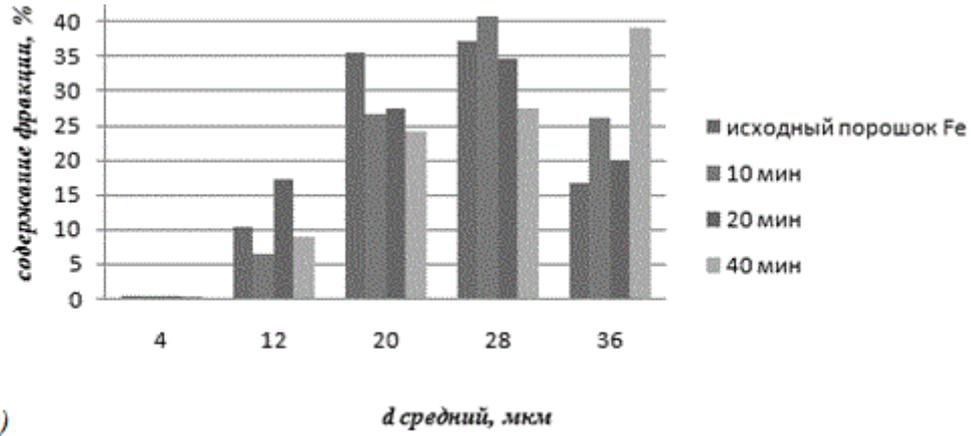


Рис. 2 – Гранулометрический состав порошка железа: а) 10 Гц, б) 20 Гц, в) 30 Гц

Видно, что при увеличении частоты помола содержание частиц со средним размером 4...20 мкм повышается, а содержание частиц со средним размером 28...36 мкм снижается.

На рисунке 3 приведены зависимости относительной плотности спечённых железных образцов от частоты и времени помола.

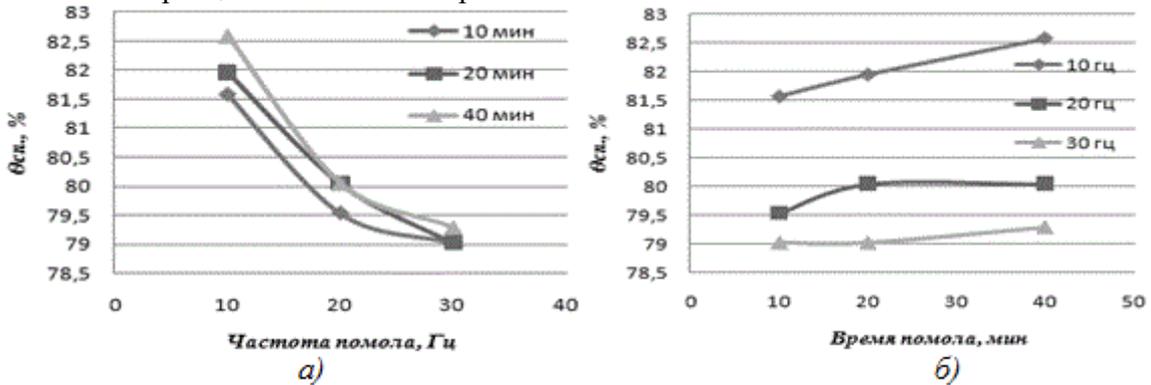


Рис.3 – Зависимость относительной плотности ( $\theta_{сп}$ , %) порошка железа от режима механической активации: а) от частоты помола, б) от времени помола

Видно, что с увеличением времени помола при заданной частоте повышается плотность спечённых образцов.

На рисунке 4 приведены фотографии микрошлифов спечённых железных образцов после травления в 4 %-ном спиртовом растворе  $\text{HNO}_3$ .

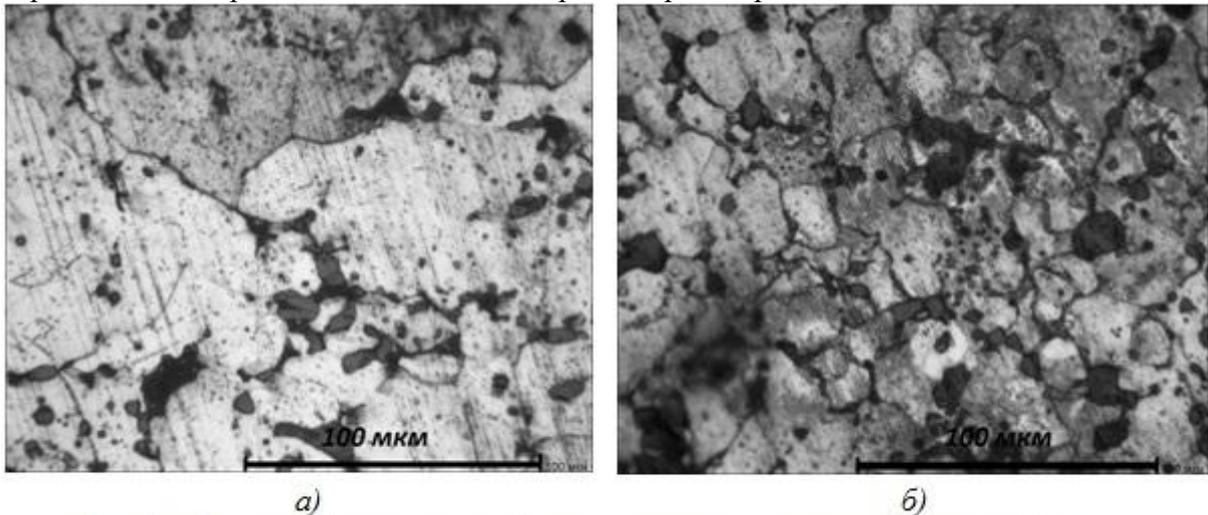


Рис.4 – Фотографии микрошлифов спечённых железных образцов: а) из исходного порошка, б) из обработанного порошка (10 Гц – 40 мин)

Видно, что обработка исходного порошка в планетарной мельнице приводит к существенному уменьшению размера зерна (более чем в 2 раза).

#### **Заключение**

При выполнении работы были исследованы процессы механической активации, формования и активированного спекания металлических и керамических порошков, определены гранулометрический состав порошков, насыпная плотность, текучесть, плотность прессовок, плотность спечённых образцов, усадка, модуль упругости и микротвёрдость спечённых образцов. Установлено положительное влияние механической активации на свойства порошков железа марки ПЖВ и меди марки ПМС - Н и спечённых из них изделий. Показано, что образцы, полученные прессованием и спеканием из порошков, активированных в энергонапряжённой шаровой планетарной мельнице «Активатор 2SL», имеют более высокие значения плотности, и более мелкое зерно. В случае порошка алюминия марки ПА-3 положительное влияние механической активации не прослеживается.

#### **Список литературы**

1. Хермель В., Кийбак Б., Шатт В. и др.; под ред. Скорохода В.В. Процессы массопереноса при спекании. – Киев: Наукова Думка, 1987. – 152 с.
2. Анциферов В.Н., Бобров Г.В. и др.; под ред. Митина Б.С. Порошковая металлургия и напылённые покрытия. Учеб. пособие для вузов. – М.: Металлургия, 1987. – 792 с.
3. Опыт обобщенной теории спекания. Под ред. Г.В. Самсонова и М.М. Ристича. – Белград: Международная группа по изучению спекания, 1974.

# ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ $Al_2O_3$ С ДОБАВКАМИ КАРБИДА КРЕМНИЯ И ТИТАНА

*А.В. ЛЫМАРЕВА, С.В. МАТРЕНИН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

## **Введение**

В настоящее время пристальное внимание материаловедов привлекают керамические и композиционные материалы, характеризующиеся уникальным разнообразием и сочетанием важных химических, физических и механических свойств. Важнейшими компонентами современной конструкционной и инструментальной керамики являются оксиды алюминия, циркония, нитриды кремния, бора, алюминия, карбиды кремния и бора, их твердые растворы и разнообразные композиты. Перспективность керамики обусловлена исключительным многообразием ее свойств по сравнению с другими типами материалов, доступностью сырья, низкой энергоемкостью технологий, долговечностью керамических конструкций в агрессивных средах. Производство керамики, как правило, не загрязняет окружающую среду в такой мере, как металлургия. Керамические материалы обладают большей биологической совместимостью, чем металлы и полимеры, и это позволяет использовать их в медицине, как для имплантации искусственных органов, так и в качестве конструкционных материалов в биотехнологии и генной инженерии.

Целью работы является исследование процессов формования и спекания нанодисперсного порошка  $Al_2O_3$  с добавками карбидов кремния и титана и физико-механических свойств спеченной керамики.

## **Методика эксперимента**

В работе использовали нанодисперсный плазмохимический порошок  $Al_2O_3$ , электровзрывной порошок  $Al_2O_3$ , нанопорошки SiC и TiC. Применялось следующее оборудование: гидравлический пресс, высокотемпературная печь сопротивления, металлографический микроскоп «ЛабoМет», прибор для определения микротвердости ПМТ-3, наноиндентор G200.

Исходные порошки  $Al_2O_3$  подвергали отжигу в печи при температуре 1200 °С. После отжига в печи в исходный плазмохимический порошок  $Al_2O_3$  добавили нанопорошки SiC и TiC. В итоге получили две порошковые смеси следующих составов:

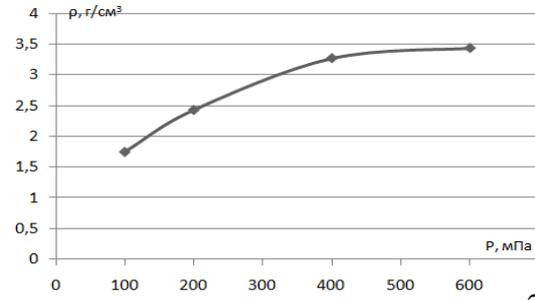
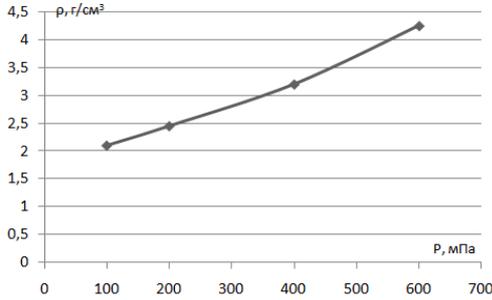
1. 80 %  $Al_2O_3$  - 20 % SiC
2. 80 %  $Al_2O_3$  - 20 % TiC

Полученные композиции смешивали и пластифицировали в растворе каучука в бензине (1%). После сушки композиции протирали через сито 200 мкм, получили агломерированные смеси. Из полученных смесей и исходных порошков  $Al_2O_3$  готовили навески, которые прессовали методом одноосного статического прессования в стальной пресс форме с помощью гидравлического пресса Р-20. Давление прессования составляло 100, 200, 400 и 600 МПа. Полученные прессовки взвешивали на электронных весах ВУЛ – 250, измеряли диаметр ( $d$ ) и высоту ( $h$ ) с помощью микрометра, рассчитывали площадь ( $S$ ), объем ( $V$ ) и плотность ( $\rho$ ). Прессовки спекали в высокотемпературной печи, температура спекания составила 1600 °С, время выдержки 1 час. Спеченные образцы также взвешивали, обмеряли,

определяли плотность и усадку. На полированных микрошлифах исследовали пористость, структуру, определяли микротвердость.

**Результаты эксперимента**

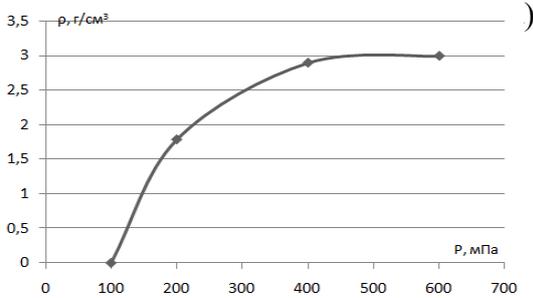
На рисунках 1 и 2 представлены диаграммы прессования порошков.



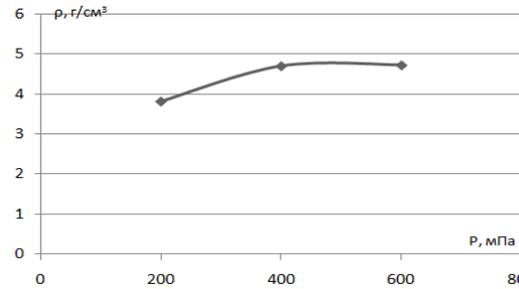
а)

б)

Рисунок 1 - Зависимость плотности образцов от давления прессования: а- композиция  $Al_2O_3 + TiC$ , б- композиция  $Al_2O_3 + SiC$



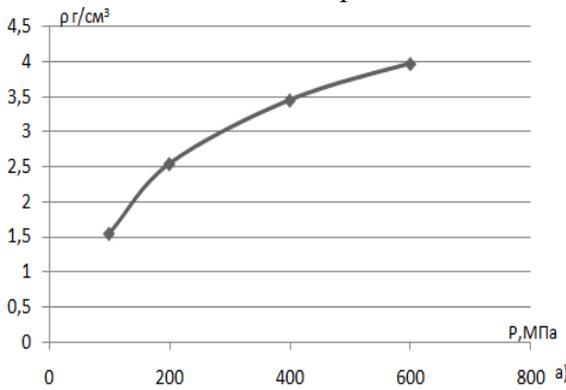
а)



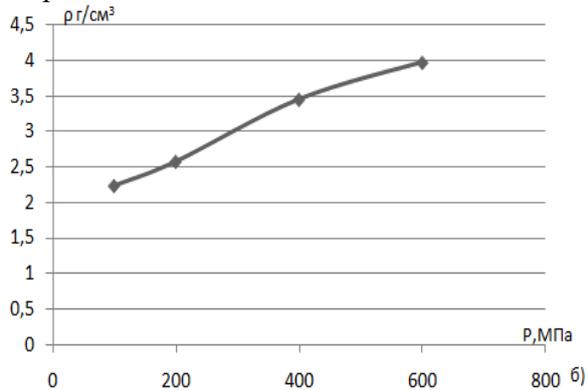
б)

Рисунок 2 - Зависимость плотности образцов от давления прессования: а- плазмохимический  $Al_2O_3$ ; б- взрывной  $Al_2O_3$

Видно, что оптимальное давление прессования для всех исследованных порошков составляет 600 МПа. На рисунках 3 и 4 приведены зависимости плотности спеченных образцов от давления прессования.



а)



б)

Рисунок 3 - Зависимость плотности спеченных образцов от давления прессования: а- композиция  $Al_2O_3 + TiC$ , б- композиция  $Al_2O_3 + SiC$

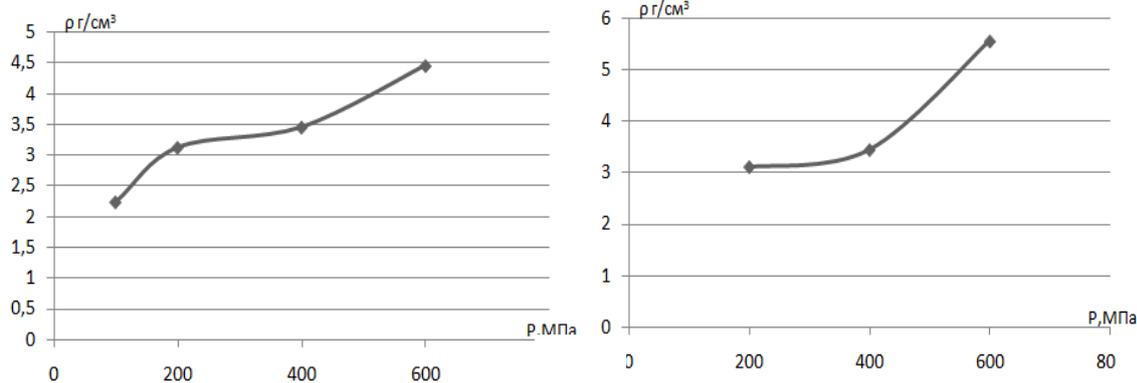


Рисунок 4 - Зависимость плотности спеченых образцов от давления прессования: а- плазмохимический  $Al_2O_3$ ; б- электровзрывной  $Al_2O_3$

Видно, что образцы всех исследованных составов, спрессованные при давлении 600 МПа имеют максимальную плотность после спекания

### Закключение

Был проведен литературный обзор технической керамики на основе  $Al_2O_3$  показана перспективность ее использования в качестве конструкционного материала.

В экспериментальной части были получены данные по оптимальным режимам подготовки и формирования керамических порошковых смесей. Определены физико-механические характеристики спеченной керамики.

### Список литературы

1. Керамические материалы / Масленникова Г.И., Мидзута С., Коумото К. Стройиздат, 1991. 320 с.
2. Композиционные материалы. Справочник под ред. Карпиноса Д.М. Киев.: Наукова думка, 1985, 592 с
3. Техническая керамика, учебное пособие С.В.Матренин, А.И.Слосман 2004г.
4. Техническая керамика П.И. Филимонов
5. Новая профилированная керамика на основе карбида кремния. К.Н. Филонов, В.Н. Курлов. 2009г
6. Химическая энциклопедия: в 5 т. — Москва: Советская энциклопедия, 1995.

## ДЕФЕКТЫ КРУПНОГАБАРИТНЫХ ЗАГОТОВОК ВЫСОКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

*Е. В. БЕЛИКОВ, И. В. ЗАЙЦЕВА*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

### Введение

Стремление к наиболее полному использованию свойств стали на практике предусматривает в первую очередь обеспечение одинаковых воспроизводимых состояний после термообработки.

Дефекты при термообработке могут быть обусловлены различными причинами. В одном случае эти причины непосредственно связаны с процессом термообработки, а в другом — с характером (в том числе металлургическим качеством) стали, конструкцией детали или технологией ее изготовления.

Дефекты при проведении термообработки могут возникать в связи с нарушением заданного режима нагрева, повышением или понижением (по отношению к заданной) температуры термообработки и времени выдержки, неправильной загрузкой деталей в печи, неправильным выбором, регулировкой и контролем атмосферы в нагревательных устройствах для термообработки, нарушением режима охлаждения и т. д. К дефектам, связанным с условиями производства деталей, относятся ошибка в выборе материала, дефекты при изготовлении деталей и т. д. Эти дефекты оказывают влияние на результаты термообработки (дефекты часто проявляются только после термообработки).

Целью данной работы являлось изучение свойств и структуры высоколегированных сталей (сталь Гадфильда (110Г13) и шарикоподшипниковая сталь (ШХ15, ШХ15СГ, 11Х18)).

#### **Материалы и методики исследования**

- ✓ Исследуемый материал – высокомарганцевая и шарикоподшипниковая стали.
- ✓ Метод исследования – металлографический и структурный анализы.

#### **Оборудование**

- ✓ Шлифовально-полировальные станки для приготовления шлифа,
- ✓ Приборы для измерения твердости по Роквеллу и Бринеллю,
- ✓ Металлографические микроскопы для исследования микроструктуры,

Практическая часть включала в себя следующие стадии:

В металлографическую лабораторию поступали образцы, которые необходимо исследовать. Для этого сначала приготавливались шлифы (шлифовка образцов последовательно на наждачном, ленточно-шлифовальном и шлифовально-полировальном станках; шлифовка образцов вручную на наждачных шкурках убывающей зернистости, уложенных на толстое стекло; полировка образцов на суконном круге). Затем происходило травление шлифов 4%-ым раствором азотной кислоты в спирте. Следующей стадией являлось исследование микроструктуры образцов на микроскопе. И измерения микротвердости на микротвердомерах.

Методы выявления дефектов могут осуществляться двумя способами: холодное травление и глубокое травление.

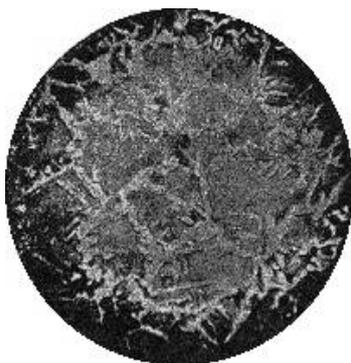
Холодное травление производится после шлифования и полирования деталей для выявления поверхностных дефектов шлифовочного происхождения и мягких пятен.

Глубокое травление производится в 30-50 % (по объему) водном растворе соляной кислоты при температуре 60- 80 °С для обнаружения внутренних дефектов.

#### **Результаты**

Наиболее часто встречающиеся дефекты в крупногабаритных заготовках из стали Гадфильда и марки ШХ представлены ниже.

## 1. Цементитная сетка



Описание. В заэвтектоидных сталях присутствующий в структуре наряду с перлитом вторичный цементит может образовывать сетку в виде грубых выделений по границам исходных аустенитных зерен. При этом толщина цементитных прожилок, образующих сетку, в общем, увеличивается с повышением содержания углерода и уменьшением скорости охлаждения.

### Причины возникновения.

Слишком высокая температура конца деформации (существенно выше линии ES на диаграмме железо — углерод); слишком медленное охлаждение после горячей деформации (например, при охлаждении изделий с большим поперечным сечением)

Устранение. Нагрев выше линии ES (выше линии растворимости карбидов на диаграмме железо — углерод) с последующим ускоренным охлаждением.

## 2. Крупнозернистость



Описание. Для каждой марки стали нормальная структура характеризуется определенной (небольшой) величиной зерна. При образовании грубого зерна размер его во всем объеме или в отдельных участках существенно превышает эту величину. Поверхность разрушения имеет вид грубозернистого блестящего (кристаллического) излома. В микроструктуре при соответствующем увеличении наряду с мелкими зернами наблюдается большое число крупных зерен.

Кроме того, после закалки можно обнаружить крупнокристаллическую структуру мартенсита (крупные иглы), а после улучшения — неравномерную структуру.

Причины возникновения. Несоблюдение заданной технологии прокатки,ковки, отжига или закалки, например: слишком высокая температура (перегрев); слишком длительный нагрев (излишне длительная выдержка); слишком медленное охлаждение; слишком высокая температура конца прокатки иликовки; слишком высокая температура рекристаллизационного отжига; отжиг после критической степени холодной деформации.

Устранение. Повторная нормализация. Если одновременно с крупнозернистостью наблюдается пережог, то устранение дефекта невозможно; изделие бракуется.



## 3. Карбидная ликвация

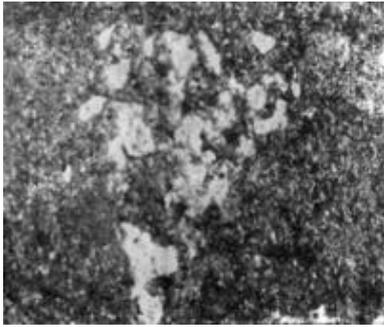
Описание. Четко выраженные карбидные скопления, вытянутые в виде строчек вдоль направления деформации.

Причины возникновения. Основной причиной является

неравномерное распределение первичных карбидов, образующихся при охлаждении после разливки. При деформации карбиды вытягиваются в строчки.

Устранение. Карбидная строчечность вследствие первичной дендритной ликвации может быть устранена диффузионным отжигом или хорошим прогревом материала при нагреве перед последующей горячей деформацией. Вторичная ликвация может быть устранена нагревом выше линии SE с последующим быстрым охлаждением.

#### 4. Неметаллические включения



Описание. Скопление неметаллических включений на поверхности.

Причины возникновения. Экзогенные включения (из огнеупорного материала, используемого в устройствах для выпуска металла и разливки, попутный шлак) или эндогенные включения (продукты раскисления), не полностью удаленные из стали.

Устранение. Шлифовка, строжка, огневая зачистка или вырубка.

#### 5. Дефекты металлургического происхождения .

Волосовины - мелкие трещины различной длины, вытянутые вдоль волокна (направления деформации). Трещины заполнены окалиной, края трещин могут быть частично обеднены или обезуглерожены. Волосовинами называют также строчки неметаллических включений, имеющие на поверхности вид тонких нитей, а в поперечном сечении - точек.

Закаты - продольные трещины, чаще всего расположенные по всей длине заготовки, иногда - с диаметрально противоположных сторон прутка и в поперечном сечении, имеющие наклонное направление во внутрь (не по радиусу).

Закаты как и волосовины, заполнены окалиной, края частично или полностью обезуглерожены.

#### Список литературы

1. Атлас дефектов стали. Пер. с нем. М. "Металлургия", 1979.
2. Валуев Д. В. Разливка и кристаллизации стали и сплавов: учебное пособие/Юргинский технологический институт. - Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2010. – 226с.
3. Лейпцинг. Технология термической обработки стали., 1976. Пер. с нем. М. «Металлургия», 1981.-608 с.
4. Гуляев А. П. Металловедение. Учебник для вузов. 6-е изд., перераб. и доп. М.: Металлургия, 1986. - 544 с.
5. Рудской А. И. Теория и технология прокатного производства/Изд-во «Наука»,2008. – 526с.
6. Раузин Я. Р. Термическая обработка хромистой стали. Изд. 4-е, перераб. И доп. М., «Машиностроение», 1978.- 277с.

## ИЗМЕРЕНИЕ И РАСЧЕТ ПРОКАЛИВАЕМОСТИ ПО ХИМИЧЕСКОМУ СОСТАВУ СТАЛИ

Д.С.ВЕДЯШКИНА, Е.В.БЕЛИКОВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
Институт физики высоких технологий, darya\_vedyashkin@mail.ru

Под прокаливаемостью понимают глубину проникновения закаленной зоны. При определении прокаливаемости методом торцевой закалки прокаливаемость стали одной плавки характеризуется кривой, построенной в координатах: твердость (по оси ординат) - расстояние от охлаждаемого торца (по оси абсцисс).

Прокаливаемость стали характеризуется марочной полосой прокаливаемости, определяемой граничными кривыми, установленными для нескольких плавков данной стали (рис.1).

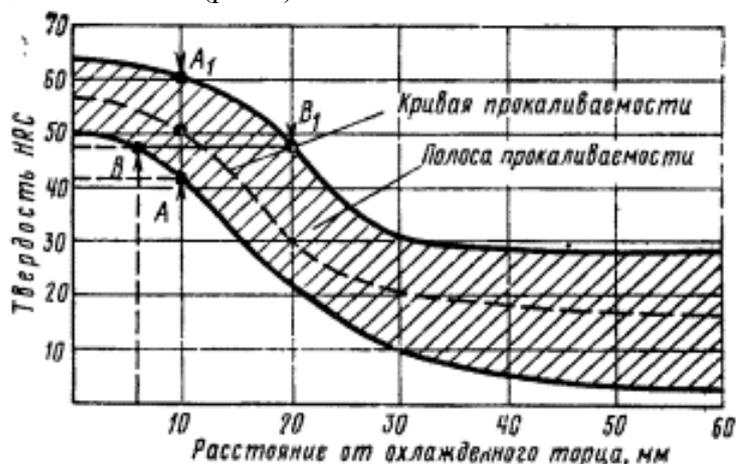


Рисунок 1 - Марочная полоса прокаливаемости нескольких марок стали

Прокаливаемость стали может быть выражена индексами (цифровыми показателями) прокаливаемости (вместо кривой или полосы прокаливаемости).

Индекс прокаливаемости  $\Pi$  выражается твердостью (HRC) на данном расстоянии от охлажденного торца ( $l$  в мм) по одному из следующих вариантов (см.рис 1):

1) твердость максимальная или минимальная на заданном расстоянии  $\Pi$  HRC/1- $\Pi$  60/10;

2) минимальное и максимальное значение твердости на заданном расстоянии от охлажденного торца (точки A и A<sub>1</sub>)- $\Pi$ 42:60/10;

3) минимальное и максимальное расстояние от охлаждаемого торца с определенной твердостью (точки B и B<sub>1</sub>)- $\Pi$  48/6:20;

4) максимальные значения твердости на разных расстояниях от охлаждаемого торца (точки B и A)- $\Pi$  18/6: $\Pi$ 42/10;

5) максимальные значения твердости на разных расстояниях от охлаждаемого торца (точки A<sub>1</sub> и B<sub>1</sub>)- $\Pi$  60/10; $\Pi$ 48/20.

### Отбор образцов для определения прокаливаемости

Образец для испытания стали на прокаливаемость должен быть цилиндрической формы диаметром (25±0,25)мм и длиной(100±0,5)мм.

Конец образца, который не подвергается закалке, должен быть снабжен заплечиком или фланцем (рис.2).

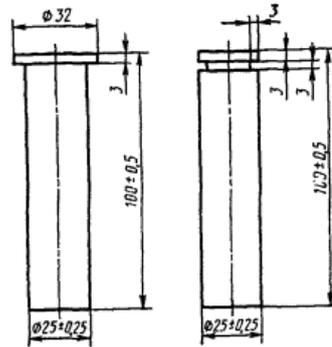


Рисунок 2 - Образцы для определения прокаливаемости

Из прутков сечением от 28 до 50 мм образец вытачивают из центра в соответствии с требованиями ГОСТ 7564-73. На поверхности образца не допускаются следы обезуглероживания.

Перед изготовлением образца заготовка должна быть подвергнута термической обработке:

- нормализации - заготовка из конструкционной стали;
- отжигу - заготовка из инструментальной и подшипниковой стали (в случае изготовления образцов из неотоженной стали).

Структура стали после отжига должна соответствовать требованиям соответствующего стандарта на сталь в отожженном состоянии.

Время выдержки стали при нормализации должно быть от 30 до 60 мин.

На торце образца должна быть нанесена маркировка номера плавки и номера образца.

Число образцов для испытания на прокаливаемость устанавливается стандартами или техническими условиями на продукцию. Если такие указания отсутствуют, то испытания проводятся на одном образце от плавки.

Поверхность образца и торца должна быть отшлифована.

#### Метод торцевой закалки образцов.

Метод Джомини и Бегехольда. Сущность метода состоит в следующем. Струю воды направляют на торец образца и одновременно противоположный торец охлаждается воздухом.

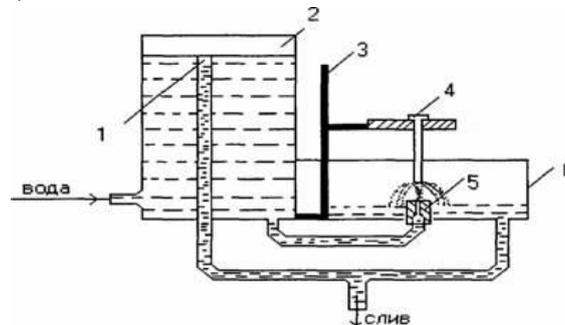


Рисунок 3 - Схема установки для определения прокаливаемости методом Джомини: 1 - уравнивательная трубка для создания постоянства напора; 2 - напорный бачок; 3 - штатив; 4 - образец; 5 - сопло; 6 - сливная емкость

Благодаря этому торцы охлаждаются с различной скоростью. После закалки вдоль образующей путем шлифования создают две диаметрально противоположные параллельные между собой плоскости, на которых на различных расстояниях от охлаждаемого водой торца определяют твердость. Результаты определения твердости выражают графически в виде кривой прокаливаемости в координатах твердость-расстояние от закаливаемого торца, мм.

### Расчетный метод прокаливаемости

Рассмотрим расчетный метод на примере стали ШХ15, расчет будем вести по химическому составу стали.

Таблица 1- Химический состав стали ШХ15

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu
0.95 - 1.05	0.17 - 0.37	0.2 - 0.4	до 0.3	до 0.02	до 0.027	1.3 - 1.65	до 0.25

$$Pr=(Si\%+C\%+Mn\%+Cr\%+S\%+P\%+Ni\%+Cu\%)$$

$$Pr=(0,17+0,95+0,2+1,3+0,02+0,027+0,3+0,25)=3,217$$

Также на прокаливаемость оказывает влияние величина зерна аустенита. С увеличением размеров зерна скорость образования центров кристаллизации, а следовательно, и скорость превращения уменьшаются. Крупное зерно способствует также снижению температуры превращения, что также уменьшает скорость превращения, снижает критическую скорость закалки и вследствие этого увеличивает прокаливаемость стали.

Крупнозернистая сталь более чувствительна к воздействию температуры, чем мелкозернистая. Однако с увеличением содержания углерода в стали, эффективность влияния температуры нагрева под закалку уменьшается.

### Список литературы

1. Качанов Н.Н. Прокаливаемость стали. М., «Металлургия», 1978.
2. Журнал «Traitement thermique dans le monde» №6
3. Блантер М.Е. Фазовые превращения при термической обработке стали. М., Metallurgizdat, 1962.268 с. с ил.
4. Курдюмов Г.В. Явления закалки и отпуска стали. М., Metallurgizdat, 1960.64 с.с ил.
5. Малинкина Е.И., Ломакин В.Н. Прокаливаемость стали. М., «Машиностроение», 1970. 180 с. С ил.

## ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ В ПЯТНЕ НАПЫЛЕНИЯ

*И.А.ГЛАДКИХ, В.С. ЧУПИНА, Б.С.ЗЕНИН*

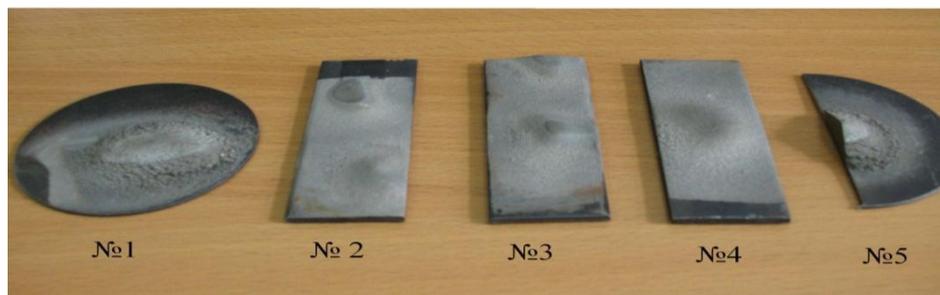
Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Газотермическое напыление является одним из перспективных методов получения покрытий и композиционных материалов. Широкий температурный и динамический диапазон двухфазной струи (высокотемпературной газовой или плазменной струи и потока напыляемых дисперсных частиц) позволяет за счет варьирования условий напыления получать качественные покрытия из различных материалов.

Особенностью процесса напыления газотермических покрытий является механизм формирования материала покрытия из отдельных дисперсных частиц, что и обеспечивает возможность варьирования свойств покрытий в широких пределах как за счет целенаправленного управления химическим составом, так и структурой получаемого покрытия. Для реализации положительных качеств покрытия необходимо выполнить одно главное условие – обеспечить высокую адгезию.

Практика газотермического нанесения покрытий и специальные эксперименты показывают, что адгезионная прочность получаемых покрытий определяется не только контактной температурой на границе раздела соударяющихся частиц с подложкой и временем их взаимодействия, но также и скоростью соударения частиц с подложкой.

**Особенности макроструктуры пятна напыления.** Прочность соединения напыляемых частиц с подложкой и друг с другом определяется не только контактной температурой и временем взаимодействия, но и скоростью частиц. Наибольшее практическое значение скорость частиц как технологический параметр приобретает при невозможности по тем или иным причинам использовать подогрев изделия или перегрев частиц напыляемого материала. Действительно, в плазменной струе напыляемые частицы в зависимости от их размера, плотности и формы приобретают различную скорость. Кроме того, даже одинаковые частицы, движущиеся по оси плазменной струи и по периферии, будут иметь различную скорость вследствие неодинаковых характеристик самой струи в рассматриваемых зонах. Различие в скорости частиц, из которых формируется покрытие, вызывает неоднородность структуры и свойств напыленного материала. Это можно наглядно продемонстрировать исследовав макроструктуру пятна напыления.



*Рисунок 1-Образцы газотермических покрытий*

При неравномерном нанесении (образцы №1 и №5 рис.1) очевидна разница структуры покрытия в центре и на периферии пятна напыления. Толщина покрытия в центре много больше толщины по краям, где частицы не успели расплавиться и образовали шероховатый рельеф. Это свидетельствует о том, что, как было показано выше, условия формирования пятна напыления в различных точках могут сильно отличаться по своим параметрам. Когда условия в центре пятна и на его периферии приблизительно одинаковы, то получаем равномерное покрытие (образцы №2, 3, 4 рис.1). Хотя толщина в центре больше чем по краю, покрытие практически не отличается по свойствам и шероховатости, на периферии так же получили плотное однородное покрытие.

Для определения температурных условий формирования напыляемого покрытия необходимо знать тепловую мощность струи  $q$  и коэффициент ее сосредоточенности  $k$ , которые зависят от режима напыления и во многом от дистанции напыления.

**Особенности микроструктуры пятна напыления.** Строение отдельных элементов и всего покрытия в целом хорошо видно на травленном микрошлифе газотермического покрытия (рис.2).



Рисунок 2- Микрошлиф пятна напыления

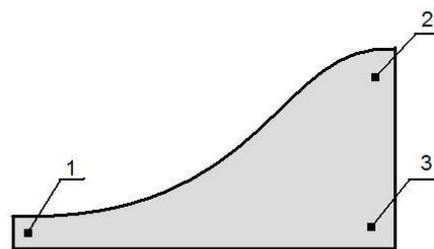


Рисунок 3- Зоны изучения микрошлифа

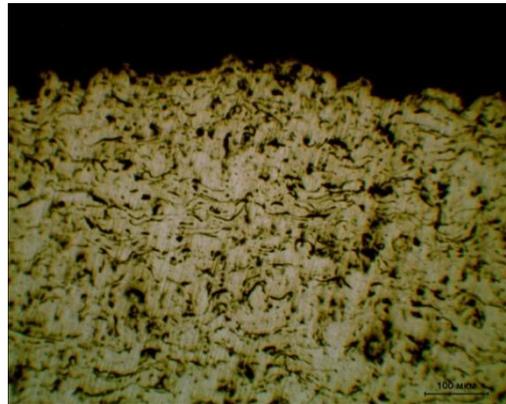
Для этого был получен поперечный срез пятна напыления, затем на шлифовально-полировальном станке «НЕРИС» получили шлиф, на котором исследовали структуру пятна напыления в различных точках, отличающихся по высоте и расстоянию от центра пятна напыления (рис. 3). Структура слоя, сформированного за один проход, неоднородна и определяется различными размерами и энергетическим состоянием — температурой и скоростью частиц, находящихся в периферийной и центральной зоне двухфазного потока, состоящего из частиц и газа.

На рисунках 4 а,б,в представлены микрофотографии полученные с помощью металлографического микроскопа ЛабоМет-И. Анализ структуры покрытия на периферии и в центре пятна напыления показывает, что структура покрытия на периферии заметно отличается от структуры в центре - значительно уменьшается количество полостей и микропустот, улучшается заполнение покрытия — плотность его увеличивается, строение покрытия становится более однородным. В центре

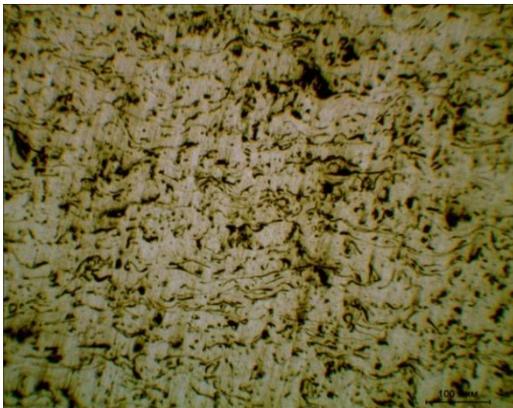
пятна напыления свойства будут практически одинаковы в точках 2 и 3, поскольку скорость и температура частиц, летящих по данной траектории одинаковы, независимо от глубины образующегося слоя покрытия.



а Зона 1



б. Зона 2



в. Зона 3

Рисунок 4- Микроструктура покрытия в разных точках пятна напыления

**Тепловые условия в пятне напыления.** Особенность нагрева частиц в пятне напыления определяется характером высокотемпературной газовой струи. На рис.5 показана схема распределения тепла по пятну напыления в случае плазменного напыления покрытия.

Из рисунка 5 видно, что температура плазменной струи в центре пятна и на периферии существенно отличаются по величине. Аналогичная картина имеет место и для распределения скоростей плазменной струи, и как следствие и для температуры и скорости частиц по пятну напыления.

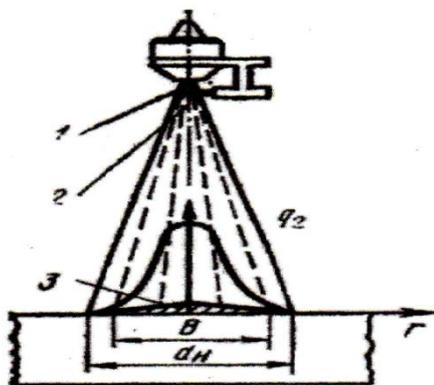


Рисунок 5-Схема ввода тепла напыляемыми частицами и плазменной струей в изделие и распределение удельного теплового потока  $q_2$  по пятну нагрева диаметром  $d_n$ . 1-плазменная струя; 2-поток частиц распыленного материала; 3- покрытие

Экспериментальные данные, представленные в работе [2] (рис.6) показывают, что характер температур и скоростей плазменной струи по радиусу в пятне напыления для различных условий напыления подобны и наилучшим образом аппроксимируются кривыми Гаусса.

Можно предполагать, что такая же закономерность радиального распределения скорости и температуры будет иметь место и для потока частиц, что подтверждается в работе [3] на примере материала ванадия.

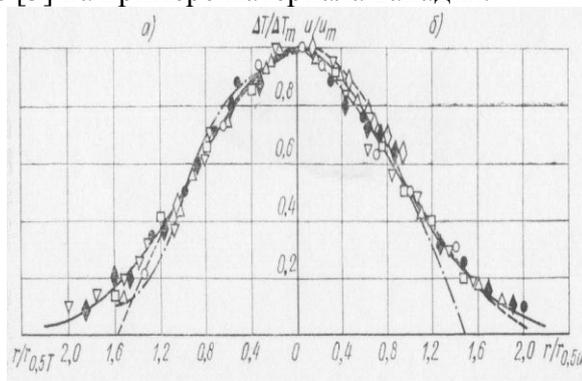


Рисунок 6-Радиальное распределение относительной температуры а) и относительной скорости б) плазменной струи в пятне напыления

**Результаты расчетов.** В данной работе предлагается методика расчета тепловых условий формирования газотермического покрытия с учетом радиального распределения  $T_q$  и  $V_q$  и проведен численный расчет параметров термического цикла в контакте напыленная частица – подложка в разных точках пятна напыления для модельных материалов. Расчеты проведены с помощью компьютерной программы CRISTALL. В качестве исследуемых материалов были выбраны: Fe-подложка, W-напыляемый материал. Теплофизические свойства материалов приведены в таблице 1.

Таблица 1- Теплофизические свойства материалов

Материал	$T_{пл},$ К	$\rho_0, \text{кг/м}^3$	$c, \text{Дж/кг}\cdot\text{°C}$	$\lambda, \text{Вт/м}\cdot\text{°C}$	$L, 10^3$ Дж/кг	$a, 10^{-3}$ $\text{м}^2/\text{с}$
Fe (подложка)	1810	7870	432,9	34	276	6,9
W(частица)	3695	17500	270	99	191	208

Численные расчеты характеристик теплофизического взаимодействия напыляемой частицы при её взаимодействии с холодной подложкой проводились для частиц диаметром  $D$  при следующих значениях технологических параметров, соответствующих центру пятна напыления с  $V_0$  и на расстоянии  $r$  от центра, где скорость частиц составляет  $0.5V_0$

- а)  $V=100 \text{ м/с}; T_0=300 \text{ К}; D=100 \text{ мкм};$
- б)  $V=50 \text{ м/с}; T_0=300 \text{ К}; D=100 \text{ мкм}.$

Результаты расчета представлены в таблице 2.

Сравнительный анализ условий в различных точках пятна напыления можно провести по рисунку 7, из которого видно, что при удалении от центра пятна напыления, когда температура и скорость частицы уменьшаются, то температура в

контакте между напыленной частицей и подложкой так же падает, в то время как время полной кристаллизации возрастает. Известно, что чем выше параметры термического цикла, тем выше адгезия формируемого покрытия [1].

Таблица 2. Параметры термического цикла в контакте в заданных точках пятна напыления

W / Fe	Температура контакта, К	Время полной кристаллизации, $10^{-7}$ с
$V=100\text{м/с}$	2649	0.7
$V=50\text{м/с}$	1714	1.55

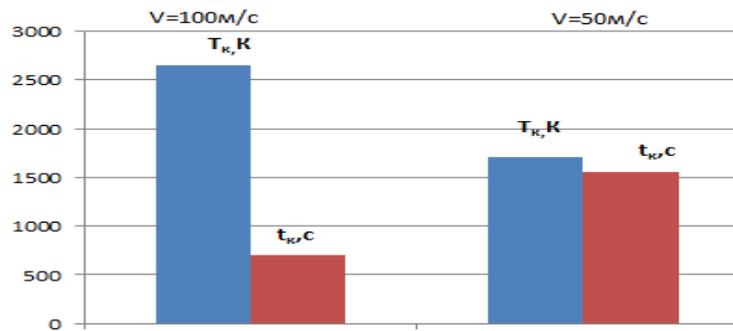


Рисунок 7- Влияние скорости на параметры термического цикла в пятне напыления

**Выводы.** Наши результаты показывают, что температурные условия на границе частица-подложка носит неоднозначный характер, что затрудняют проведение сравнительной количественной оценки величины адгезии в разных точках пятна напыления. Такая неопределенность требует более глубокого изучения условия формирования газотермического покрытия в пятне напыления.

#### Список литературы

1. Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование – М.: Металлургия, 1992г. – 432 с.
2. Донской А.В., Клубникин В.С. Электроплазменные процессы и установки в машиностроении – Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1979г. – 221 с.
3. Кудинов В.В., Пузанов А.А., Замбрицкий А.П. Оптика плазменных покрытий – М.: Наука, 1981г. – 187 с.