

PACS numbers: 43.35.+d, 68.55.Ln, 68.55.Nq, 81.40.Lm, 81.65.-b, 83.10.Tv, 83.50.Uv

Особливості формування структурно-фазового стану поверхневих шарів стопу Д16 внаслідок ультразвукового ударного оброблення залізним бойком в різних середовищах

М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко*, С. М. Волошко*,
А. П. Бурмак*

*Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

**Національний технічний університет України «КПІ»,
просп. Перемоги, 37,
03056 Київ, Україна*

Досліджено процес зміцнення поверхневих шарів стопу Д16, зумовлений еволюцією структури та масоперенесенням Fe, спричиненими ультразвуковим ударним обробленням (УЗУО) бойком з армко-заліза, на повітрі та в інертному середовищі. Підтверджено циклічний характер змін мікротвердості, який полягає у чергуванні стадій зміцнення та пластифікації. Збільшення значення мікротвердості поверхневих шарів товщиною до 30 мкм алюмінієвого стопу Д16 після УЗУО бойком із армко-заліза в інертному середовищі (до 4 ГПа) та на повітрі (до \cong 9 ГПа) пов'язується як із зменшенням розміру областей когерентного розсіяння та збільшенням рівня мікродеформації кристалічної ґратниці, так і з механохімічною взаємодією в процесі інтенсивної деформації між Al і Fe з формуванням інтерметалідних фаз Fe–Al, а також між Cu та O за умов УЗУО на повітрі.

Corresponding author: Mykhaylo Oleksiyovych Vasylyev
E-mail: vasil@imp.kiev.ua

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine
*National Technical University of Ukraine 'KPI',
37 Peremohy Ave., 03056 Kyiv, Ukraine*

Please cite this article as: M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, Peculiarities of Structure and Phase Formation in the Surface Layers of 2024 Aluminium Alloy due to Ultrasonic Impact Treatment in Various Environments, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 1: 49–68 (2017) (in Ukrainian), DOI: 10.15407/mfint.39.01.0049.

Обговорено можливий механізм формування залізовмісного поверхневого шару за інтенсивної пластичної деформації та масоперенесення Fe, спричинених багатократним ударним навантаженням при УЗУО бойком з армко-заліза.

Ключові слова: ультразвукове ударне оброблення (УЗУО), поверхня, масоперенесення, механічне легування, алюмінієві стопи, інертне середовище.

The hardening process of the surface layers of 2024 aluminium alloy caused by structural evolution and mass transfer of Fe induced by ultrasonic impact treatment (UIT) with the pin from Armco-Fe carried out in both the air and an inert environment is studied. The cyclical nature of changes in microhardness, which comprises the alternating stages of hardening and plasticization, is confirmed. The increase in the microhardness of the surface layers of 2024 aluminium alloy of $\approx 30 \mu\text{m}$ thick after the UIT process with the pin from Armco-Fe in an inert environment (4 GPa) and in the air (up to $\approx 9 \text{ GPa}$) is associated with the decrease in the size of coherent scattering areas during severe plastic deformation and with the increase in crystal lattice microstrains, with mechanochemical interaction between Al and Fe with the formation of Fe–Al intermetallic phases as well as between Cu and O during UIT in the air. A possible mechanism for the formation of the iron-containing surface layer by severe plastic deformation and mass transfer of iron caused by repetitive impact loading at UIT with the pin of Armco-Fe is discussed.

Key words: ultrasonic impact treatment (UIT), surface, mass transfer, mechanical alloying, aluminium alloys, inert environment.

Исследован процесс упрочнения поверхностных слоёв сплава Д16, обусловленный эволюцией структуры и массопереносом Fe, вызванными ультразвуковой ударной обработкой (УЗУО) бойком из армко-железа на воздухе и в инертной среде. Подтверждён циклический характер изменений микротвёрдости, который состоит в чередовании стадий упрочнения и пластификации. Увеличение значения микротвёрдости поверхностных слоёв толщиной до 30 мкм алюминиевого сплава Д16 после УЗУО бойком из армко-железа в инертной среде (до 4 ГПа) и на воздухе (до $\approx 9 \text{ ГПа}$) связывается как с уменьшением размера областей когерентного рассеяния и увеличением уровня микродеформаций кристаллической решётки, так и с механохимическим взаимодействием в процессе интенсивной деформации между Al и Fe с формированием интерметаллидных фаз Fe–Al, а также между Cu и O в условиях УЗУО на воздухе. Обсуждён возможный механизм формирования железосодержащего поверхностного слоя при интенсивной пластической деформации и массопереносе железа, вызванных многократным ударным воздействием при УЗУО бойком из армко-железа.

Ключевые слова: ультразвуковая ударная обработка (УЗУО), поверхность, массоперенос, механическое легирование, алюминиевые сплавы, инертная среда.

(Отримано 3 листопада 2016 р.)

1. ВСТУП

Формування модифікованих шарів шляхом механічного легування з використанням методів інтенсивної пластичної деформації (ІПД) є актуальним і широко досліджуваним напрямом інженерії поверхні. За умов ІПД ініціюються процеси аномального масоперенесення та фазоутворення навіть за кімнатних температур [1]. Використання при ІПД інертного середовища унеможливорює небажані зміни хімічного складу [2, 3], що може сприяти появі необхідних структурно-фазових станів, які забезпечуватимуть високі фізико-хімічні властивості.

Ультразвукове ударне оброблення (УЗУО) є одним з найбільш ефективних методів модифікації поверхні [2–4] та формування високоміцних композиційних покриттів [5, 6] за умов збільшення щільності дислокацій та концентрації вакансій і точкових дефектів, а також пришвидшення дифузії. Масоперенесення елементів втілення (С) та заміщення (Сo, Ni) в сталі за умов УЗУО вивчалось методом пошарової радіографії в роботах, проаналізованих у огляді [7]. Проникнення Al в Сu на глибину до 150 нм після УЗУО на повітрі було зафіксовано методом Оже-електронної спектроскопії з іонним травленням [8].

З огляду на підвищення стійкості алюмінієвих стопів до зношування та корозії, перспективним є одержання поверхневих шарів, які містять атоми заліза [9–11]. Такі покриття на основі інтерметалідів Fe–Al характеризуються також невисокою собівартістю. Для їх отримання в основному застосовують зварювання тертям із перемішуванням (ЗТП) [9, 11]. Мікроструктура і механічні властивості нанокомпозитів в системі Fe–Al, сформованих за умов ЗТП, є предметом досліджень роботи [9], в якій показано, що в процесі ЗТП відбувається взаємна дифузія та екзотермічна реакція між алюмінієм і залізом. Зафіксовано формування нанорозмірних частинок інтерметаліду $Al_{13}Fe_4$ і ультрадисперсної зеренної структури алюмінієвої матриці, що забезпечує підвищений модуль пружності (до 91 ГПа) і підвищену межу міцності (до 217 МПа). Однак, згідно аналізу досліджень стосовно механічного ЗТП алюмінієвих і залізних стопів, проведеного в роботі [11], поява інтерметалідних частинок може мати і негативні наслідки. Наприклад, міцність отриманих зварних з'єднань різнорідних матеріалів може суттєво погіршуватися за рахунок формування інтерметалідів FeAl різного хімічного складу ($Al_{13}Fe_4$, Al_5Fe_2 , Al_3Fe).

У роботі [12] для механічного легування поверхневих шарів алюмінієвого стопу Д16 атомами Fe в інертному середовищі використано квазігідростатичне ударне стиснення за умов УЗУО «сандвіча» — зразок стопу Д16/пластина армко-заліза. З'ясовано, що

УЗУО веде до формування залізовмісних шарів невеликої товщини, яка обмежується дисипативними процесами у залізній пластині під час ударних навантажень. Ці дисипативні процеси значно зменшують інтенсивність деформації та масоперенесення в поверхневому шарі алюмінієвого зразка. Крім того, використання залізних пластин не забезпечує, по-перше, однорідності обробки і, по-друге, не є технологічно перспективним для обробки довгомірних деталей.

Метою даної роботи є дослідження хімічного та фазового складу, а також змін мікротвердості поверхневих шарів алюмінієвого стопу Д16 після ультразвукової ударної обробки ударником з армкозаліза в різних середовищах за умов квазігдростатичного стиснення.

2. МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Зразки циліндричної форми зі стопу Д16 (склад (% мас.): Al — 93,6%, Cu — 3,97%, Mg — 1,43%, Mn — 0,625%, Si — 0,5%) промислового виробництва одержувались шляхом різання з прутків перпендикулярно напрямку прокатки. Стоп Д16 у вихідному стані містить α -твердий розчин на основі алюмінію з середнім розміром зерен 3–5 мкм, а також ряд дисперсних фаз різного складу і форми (стрижнеподібні дисперсоїди T -фази ($Al_{20}Cu_2Mn_3$) та частинки θ -фази (Al_2Cu) розміром 200 нм і 100 нм відповідно).

Для проведення УЗУО використовувався прилад УЗГ-300, виготовлений в Інституті металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України. Схема вузла навантаження при УЗУО наведена на рис. 1. Частота ультразвукового генератора складала 21 кГц, потужність — 0,6 кВт, частота ударів — 1–2 кГц, енергія удару при обраній амплітуді (25 мкм) становила 15 мДж. Зразок стопу Д16 розміщувався у спеціальній сталевій оправці, в яку заглиблювався на 2 мм. Таким чином, у процесі контактної обробки зразок весь час знаходився в зоні дії ударника у замкненому об'ємі [2, 3, 5, 12].

Ультразвукове ударне оброблення проводилося в середовищі газу аргону та на повітрі впродовж 90–250 с. Інертне середовище використовувалося з метою запобігання процесам окиснення поверхні стопу Д16 під час УЗУО [3]. Обробка в інертному середовищі проводилася у спеціально створеній герметичній заповненій газом камері, тиск у якій вимірювався манометром.

Модифікація методики УЗУО полягала в тому, що замість ударника зі сталі ШХ15 спеціально виготовлявся ударник з армкозаліза. Таким чином забезпечувалось деформаційно-індуковане масоперенесення атомів заліза з ударника до поверхневих шарів стопу Д16.

Після УЗУО за допомогою приладу ПМТ-3М проводилось вимірювання мікротвердості поверхонь ударника з армко-Fe і стопу

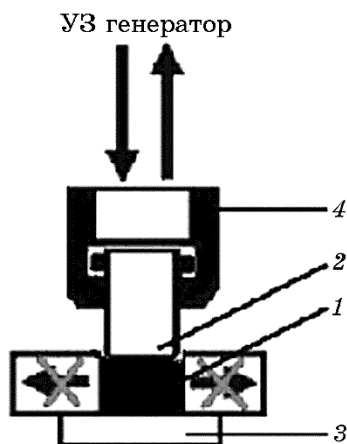


Рис. 1. Схема проведення УЗУО: 1 — зразок ступу Д16, 2 — бойок з армко-Fe, 3 — ковадло, 4 — вібратор з ударною голівкою.

Fig. 1. Scheme of the loading unit for UIT: 1—specimen of 2024 alloy, 2—pin from Armco-Fe, 3—anvil, 4—vibrator with impact head.

Д16, які безпосередньо контактували між собою в процесі ударної деформації (навантаження на індентор в цьому випадку складало 100 г). Крім того, також вимірювали мікротвердість поперечного перерізу зразків ступу Д16 (навантаження — 10 г). Взаємне масоперенесення атомів Fe в Al досліджувалося методом мікрорентгеноспектрального аналізу за допомогою приладу РЕММА-106И з енергодисперсійним аналізатором.

Рентгенівські дослідження проводились з використанням дифрактометра Rigaku Ultima IV (випромінювання $\lambda_{K\alpha}$ -Cu). Зйомка проводилась в інтервалі кутів $2\theta = 20-140^\circ$ з кроком $0,02^\circ$ та часом витримки 2 с. Величина мікродеформацій та середній розмір областей когерентного розсіяння (ОКР) визначалися методом апроксимації.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

3.1. Особливості зміни мікротвердості у поверхневих шарах з часом

Результати вимірювання мікротвердості поверхні алюмінієвого ступу Д16 у вихідному стані та після УЗУО бойком із армко-заліза впродовж різного часу, в інертному середовищі та на повітрі за амплітуди ультразвукового перетворювача $A = 25$ мкм представлені на рис. 2.

Зміна мікротвердості алюмінієвого ступу Д16 після УЗУО в обох

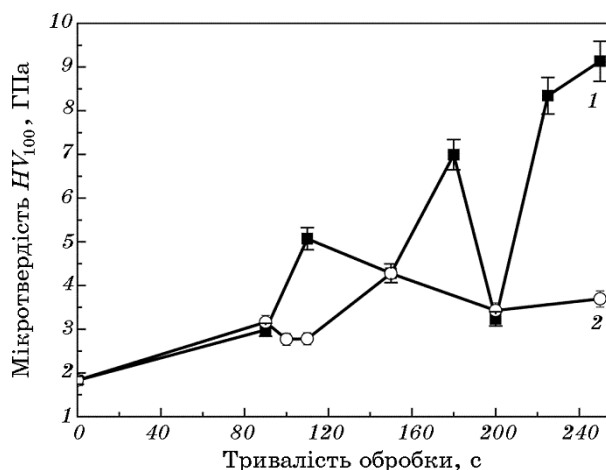


Рис. 2. Зміна мікротвердості HV поверхні зразка алюмінієвого ступу Д16 після УЗУО: 1 — обробка на повітрі, 2 — обробка в інертній середовищі.

Fig. 2. Changes in the surface microhardness HV of specimens of 2024 aluminium alloy after UIT carried out in the air (1) and in inert atmosphere (2).

середовищах має циклічний характер, який проявляється у чергуванні стадій зміцнення та пластифікації. Протягом обробки максимальні значення мікротвердості поступово зростають на кожній наступній стадії зміцнення, а мікротвердість у фазі знеміцнення майже не змінюється, перебуваючи на рівні, який дещо перевищує деформаційне зміцнення матричного ступу [5]. Циклічний характер зміцнення/знеміцнення поверхні ступу Д16 за умов УЗУО спостерігався в роботі [3] і був пояснений структурно-фазовими перетвореннями на стадіях зміцнення та перебігом процесів динамічного повернення та динамічної рекристалізації на стадіях пластифікації (знеміцнення).

На стадіях зміцнення за умов обробки на повітрі впродовж 100 с, 180 с та 250 с досягаються відповідно значення мікротвердості $\cong 5$ ГПа, $\cong 7$ ГПа, $\cong 9$ ГПа, і ефект зміцнення поверхні на завершальній стадії зміцнення становить $\cong 500\%$ у порівнянні з вихідним станом. В той же час, на проміжних стадіях знеміцнення HV знаходиться в інтервалі величин 2,9–4,2 ГПа, що перевищує HV , яке спостерігалось для деформованого матричного ступу Д16 в поверхневих композитних шарах ($\cong 1,6$ ГПа), сформованих при УЗУО [5].

Ефект циклічності зміни мікротвердості ступу Д16 так само проявляється після УЗУО в інертній середовищі, хоча і в меншій мірі. В цьому випадку також слід відзначити менші абсолютні величини мікротвердості: $\cong 3$ ГПа, $\cong 4,3$ ГПа та 3,8 ГПа. Видно, що максимальне значення, яке досягається за тривалості обробки $\tau = 150$ с,

більш ніж вдвічі нижче за величину HV поверхні стопу, обробленого УЗУО на повітрі. Мікротвердість на стадіях знеміцнення дещо нижча ніж у попередньому випадку (2,7–3,4 ГПа).

Суттєво більші значення мікротвердості поверхні стопу Д16 після УЗУО на повітрі можна пояснити тим, що поглинання деформаційної енергії в цьому випадку супроводжується перебігом різних хімічних реакцій на поверхні оброблюваних матеріалів, в яких беруть участь крім матеріалу залізного бойка і елементи навколишнього середовища. Тобто, в процесі УЗУО відбувається формування шару оксиду алюмінію [3] чи складних оксидів $FeAl_2O_4$, $AlFeO_3$ [13, 14], які можуть в певні проміжки часу руйнуватись з утворенням окремих частинок оксиду, що здатні переміщуватись вглиб з формуванням композитного шару [5] внаслідок механічного перемішування приповерхневих шарів під час ПД [5, 15].

Зміну мікротвердості при віддаленні від обробленої поверхні визначено на поперечних перерізах зразків стопу Д16 після УЗУО в різних середовищах впродовж 100 с (рис. 3) та 250 с (рис. 4). Профілі розподілу мікротвердості по глибині модифікованих шарів, наведено на рис. 3 і рис. 4 та додатково проілюстровано оптичними зображеннями їх мікроструктур.

Після УЗУО впродовж 100 с спостерігаються щонайменше дві відмінності профілів мікротвердості шарів, оброблених в різних середовищах. По-перше, у тонкому поверхневому шарі товщиною до 25 мкм значення HV значно вищі для випадку УЗУО на повітрі, що добре корелює з даними щодо залежності HV від тривалості УЗУО, наведеними на рис. 2, і пояснюється механохімічними реакціями окиснення. По-друге, загальна товщина модифікованого шару з підвищеними значеннями HV більша у випадку оброблення в інертній атмосфері ($\cong 180$ мкм) в порівнянні з УЗУО на повітрі ($\cong 125$ мкм). Ці дані корелюють і з оптичними зображеннями мікроструктури (рис. 3, б, в).

УЗУО впродовж 250 с призводить до перерозподілу профілів мікротвердості у модифікованих шарах без суттєвої зміни мікроструктури, особливо у випадку УЗУО на повітрі (рис. 4). Найвищі значення HV , що спостерігаються у тонких приповерхневих шарах товщиною до 40 мкм, в обох випадках складають 3,5–4 ГПа. Цікаво, що загальна товщина модифікованих шарів залишається майже незмінною у порівнянні з менш тривалою УЗУО (впродовж 100 с). Крім того, зберігається і різниця у загальній товщині модифікованих шарів, досягнутій після УЗУО в різних середовищах. Тобто спостерігається насичення у зростанні товщини модифікованого шару, а основні зміни твердості відбуваються ближче до оброблюваної поверхні. Це слід пов'язувати із змінами у структурі і хімічному складі поверхні та приповерхневих шарів, які будуть розглянуті в наступному параграфі.

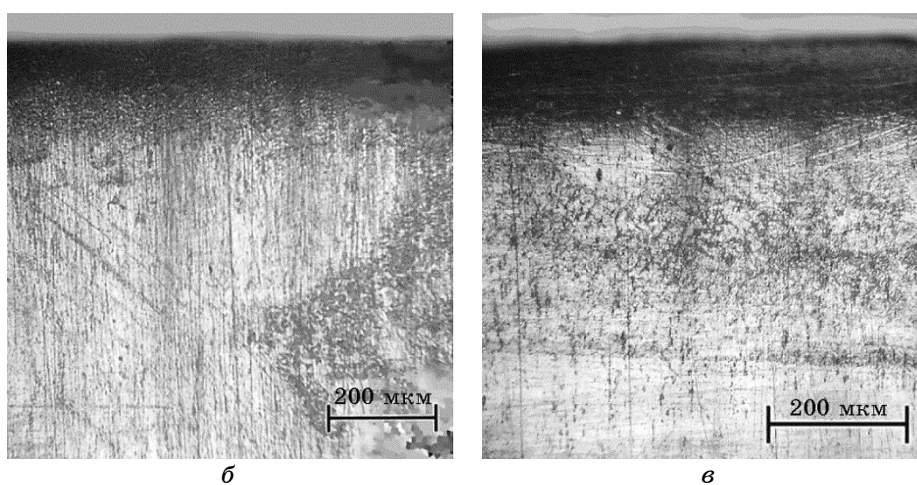
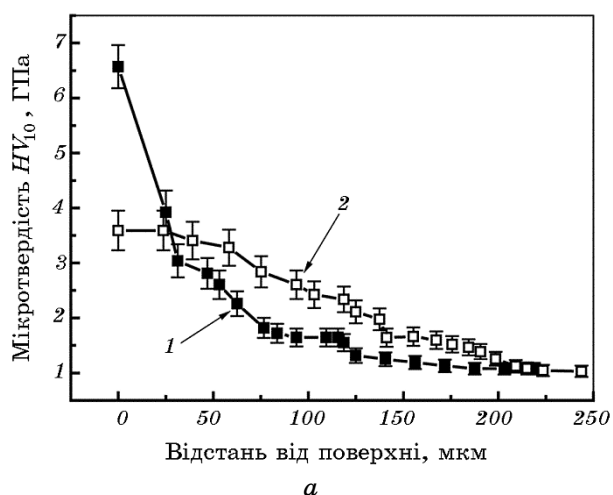


Рис. 3. Профіль мікротвердості (*a*) і оптичні зображення мікроструктури (*б, в*) поперечного перерізу алюмінієвого ступу Д16 після УЗУО протягом $\tau = 100$ с на повітрі (крива *1, б*) та в інертному середовищі (крива *2, в*).

Fig. 3. Microhardness profile (*a*) and light images of microstructures (*б, в*) of cross-sections of 2024 aluminium alloy after UIT during 100 s in the air (curve *1, б*) and in inert atmosphere (curve *2, в*).

3.2. Особливості змін хімічного складу та мікроструктури

Мікроструктура та хімічний склад поверхні ступу Д16 за даними мікрорентгеноспектрального аналізу після УЗУО на повітрі та в нейтральному середовищі наведені на рис. 5 та 6 відповідно.

Після УЗУО поверхні ступу Д16 на повітрі впродовж 90 с спосте-

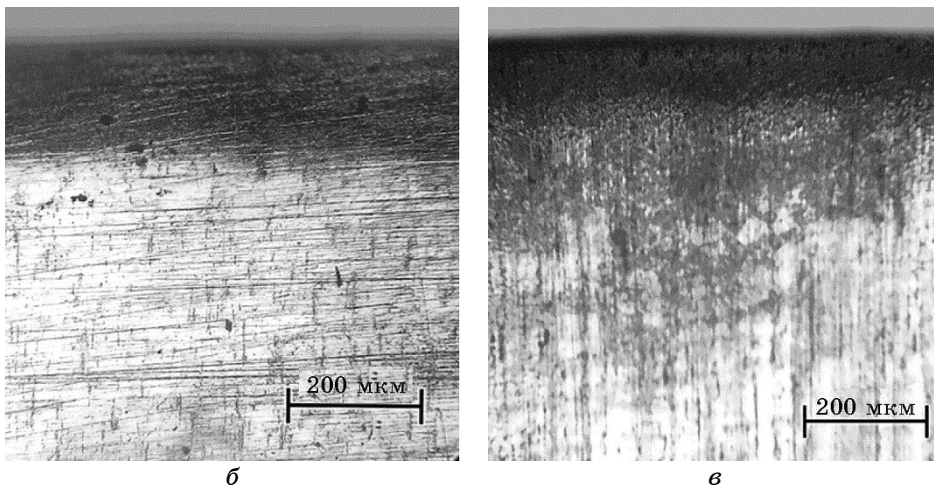
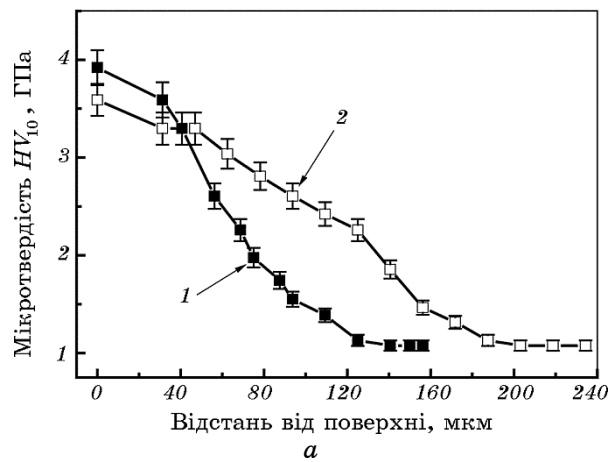
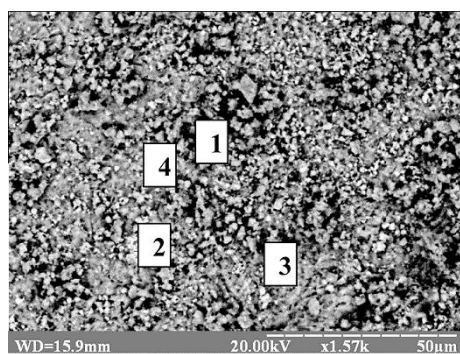


Рис. 4. Профіль мікротвердості (а) і оптичні зображення мікроструктури (б, в) поперечного перерізу алюмінієвого ступу Д16 після УЗУО протягом $\tau = 250$ с на повітрі (крива 1, б) та в інертному середовищі (крива 2, в).

Fig. 4. Microhardness profile (a) and light images of microstructures (б, в) of cross-sections of 2024 aluminium alloy after UIT during 250 s in the air (curve 1, б) and in inert atmosphere (curve 2, в).

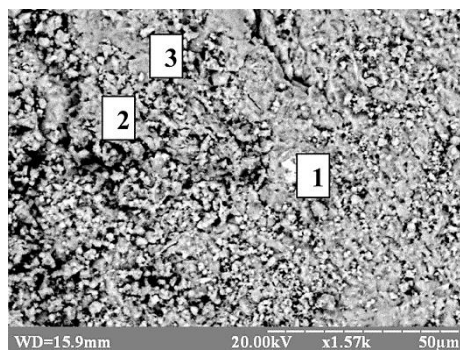
рігається невелика кількість світлих областей розміром до 1 мкм практично чистого Fe ($\cong 98$ ат.%), в інших точках концентрація Fe варіюється в межах від 77 до 84 ат.%. Концентрація Al при цьому складає 13–20 ат.%.

Із збільшенням тривалості обробки до 180 с хімічний склад поверхні практично вирівнюється і концентрація Fe становить 85 ат.%, а Al зменшується до 11 ат.%. Значних коливань концентрації Si не



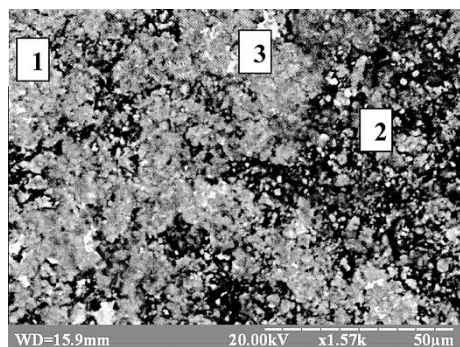
Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	13,59	83,74	2,67
2	1,53	97,87	0,6
3	19,38	77,13	3,49
4	15,82	82,01	2,17

а



Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	0,58	98,92	0,50
2	11,06	86,57	2,37
3	10,13	86,47	3,40

б



Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	9,33	88,68	1,99
2	28,77	66,30	4,93
3	7,4	90,00	2,6

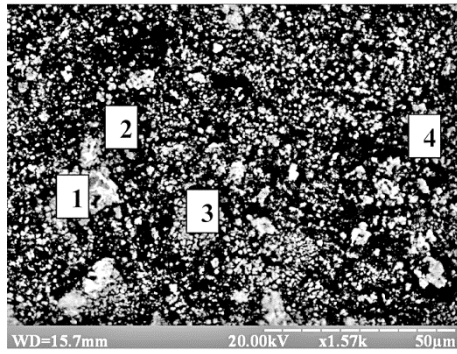
в

Рис. 5. Мікроструктура поверхні та відповідний хімічний склад зразка алюмінієвого сплаву Д16 після УЗУО на повітрі: *а* — $\tau = 90$ с, *б* — $\tau = 180$ с, *в* — $\tau = 250$ с.

Fig. 5. Microstructure and chemical composition of surface of 2024 aluminum alloy specimen after UIT in the air during *a*— $\tau = 90$ s, *б*— $\tau = 180$ s, *в*— $\tau = 250$ s.

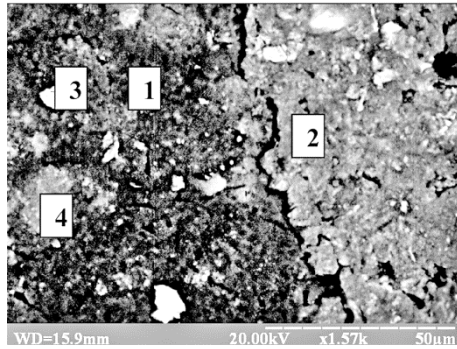
виявлено, вона дорівнює 2–3,5 ат.%. Лише в деяких місцях спостерігаються окремі включення заліза. Таким чином, за рахунок механохімічного легування на поверхні Al поступово формується ущільнений шар Fe.

При зростанні часу УЗУО до 250 с на поверхні зразків знову починають з'являтися області з підвищеним вмістом алюмінію. Це може бути пов'язано з руйнуванням сформованого і зміцненого залізозмісного покриття (окришеного значним вмістом Оксигену) та



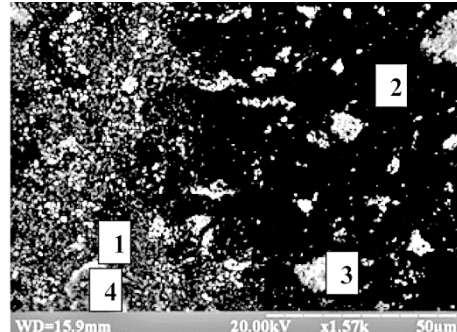
Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	4,04	95,19	0,77
2	79,37	16,07	4,56
3	35,97	59,47	4,56
4	52,08	42,87	5,05

a



Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	84,68	11,12	4,20
2	49,45	45,65	4,0
3	0,77	99,12	0,11
4	46,93	47,59	5,48

б



Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	94,43	0,43	5,14
2	91,97	2,67	5,36
3	14,32	81,58	4,10
4	45,87	49,24	4,89

в

Рис. 6. Мікроструктура поверхні та відповідний хімічний склад зразка алюмінієвого ступу Д16 після УЗУО в інертній середовищі: *a* — $\tau = 90$ с, *б* — $\tau = 180$ с, *в* — $\tau = 250$ с.

Fig. 6. Microstructure and chemical composition of surface of 2024 aluminum alloy specimen after UIT in inert atmosphere during *a*— $\tau = 90$ s, *б*— $\tau = 180$ s, *в*— $\tau = 250$ s.

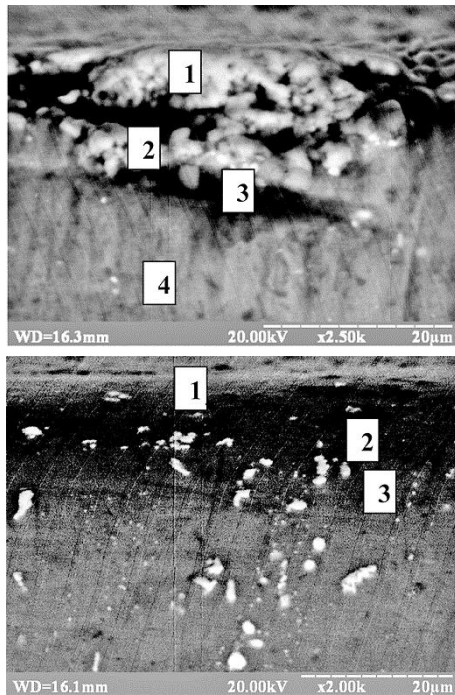
наступним проникненням його уламків (частин) вглиб поверхневого шару шляхом механічного перемішування із виходом на поверхню матричного стопу з більш глибоких шарів [6, 15, 16].

За умов УЗУО в аргоні впродовж 90 с процес легування відбувається значно повільніше і менш рівномірно. Кількість частинок Fe (світлі області, наприклад, область 1 на рис. 6, а) значно збільшується і вони більшого розміру ніж після обробки на повітрі. В областях сірого кольору (3, 4) концентрація Fe складає 40–60 ат. % і, на решті, в темних областях (2) вона зменшується до 16 ат. %. При збільшенні часу обробки досягається однорідний склад і поверхня сірого кольору стає гладкою, концентрація Fe та Al практично однакова, що свідчить про формування інтерметаліду FeAl. Але залишаються одиничні частинки чистого Fe великого розміру (до 20 мкм).

Дослідження поперечних перерізів зразків після УЗУО у растровому електронному мікроскопі показали суттєвий вплив на мікроструктуру і хімічний склад модифікованих шарів середовища оброблення (рис. 7, 8). Зовнішній вигляд приповерхневих шарів суттєво відрізняється: шари, сформовані за умов УЗУО на повітрі, мають неоднорідну композитну будову (рис. 7, а, рис. 8, а), в той час як інертне середовище під час УЗУО унеможливує доступ кисню і запобігає формуванню оксидів. Дані РЕМ та локального мікрорентгеноспектрального аналізу дозволяють оцінити товщину модифікованого залізом поверхневого шару на стопі Д16 після УЗУО в різних середовищах. Глибина проникнення заліза в алюмінієву матрицю за умов УЗУО на повітрі впродовж 100 с становить ≈ 25 мкм (рис. 7, а), а після УЗУО протягом 250 с складає ≈ 30 мкм (рис. 8, а). У випадку оброблення в інертному середовищі глибини проникнення заліза менші у 2,5 рази: ≈ 10 мкм (рис. 7, б) і ≈ 12 мкм (рис. 8, б) після 100 с і 250 с оброблення відповідно.

Слід однак зазначити, що отримані товщини залізовмісних шарів все ж більші ніж у випадку УЗУО стопу Д16, проведеного з застосуванням проміжної пластини з армко-заліза [12]. Таким чином застосування залізного бойка при УЗУО веде до інтенсифікації масоперенесення Fe вглиб стопу Д16 з утворенням поверхневого шару з градієнтною зміною концентрації заліза. Слід зазначити, що за умов УЗУО на повітрі впродовж 250 с на границі розділу сформованого шару та стопу Д16 спостерігається інтенсивна сегрегація міді до 37 ат. % (рис. 8, а, область 3).

Аналогічний ефект спостерігався при використанні проміжної пластини з армко-Fe, коли також вдалось виявити поверхневу сегрегацію Cu (до ≈ 30 ат. %) у локальних ділянках поверхні стопу Д16 після УЗУО [12]. Пояснення цього ефекту потребує подальших досліджень. Також цікаво, що на поверхні залізного бойка після деформацийного впливу не виявлено ані алюмінію, ані інших компонен-



Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	31,13	66,24	2,63
2	44,56	52,59	2,85
3	56,55	37,82	5,63
4	93,30	0,53	6,17

a

Область дослідження	Концентрація елементів, ат. %		
	Al	Fe	Cu
1	76,70	9,10	5,6
2	86,59	4,76	5,85
3	94,79	0,64	3,47

б

Рис. 7. Мікроструктура поперечних перерізів та їх хімічний склад для зразків алюмінієвого ступу Д16 після УЗУО протягом $\tau = 100$ с: на повітрі (а), в інертному середовищі (б).

Fig. 7. Microstructure and chemical composition of cross-sections of 2024 aluminium alloy specimens after UIT during $\tau = 100$ s in the air (a) and in inert atmosphere (b).

тів ступу Д16.

Рентгенівський структурно-фазовий аналіз дозволив виявити цілий ряд ефектів, які можуть спричиняти зафіксоване зміцнення поверхні (рис. 2). На рисунку 9 показано зміни розмірів областей когерентного розсіяння (ОКР) і мікроспотворень кристалічної ґратниці, зафіксовані у поверхневих шарах ступу Д16 після УЗУО в різних середовищах. На основі рентгенівських даних також проаналізовано еволюцію вмісту заліза (рис. 10) та інтерметаліду Al_2Fe (рис. 11) в тонкому поверхневому шарі алюмінієвого ступу Д16 в залежності від тривалості УЗУО в різних середовищах.

Враховуючи наведені рентгенівські дані (рис. 9–11), можна встановити кореляцію між ними і отриманими залежностями зміни мікротвердості від часу оброблення (рис. 1). За умов УЗУО в обох середовищах (на повітрі та в аргоні) процес зміцнення можна розділити на три стадії. Перша стадія зміцнення (до 100 с), на якій від-

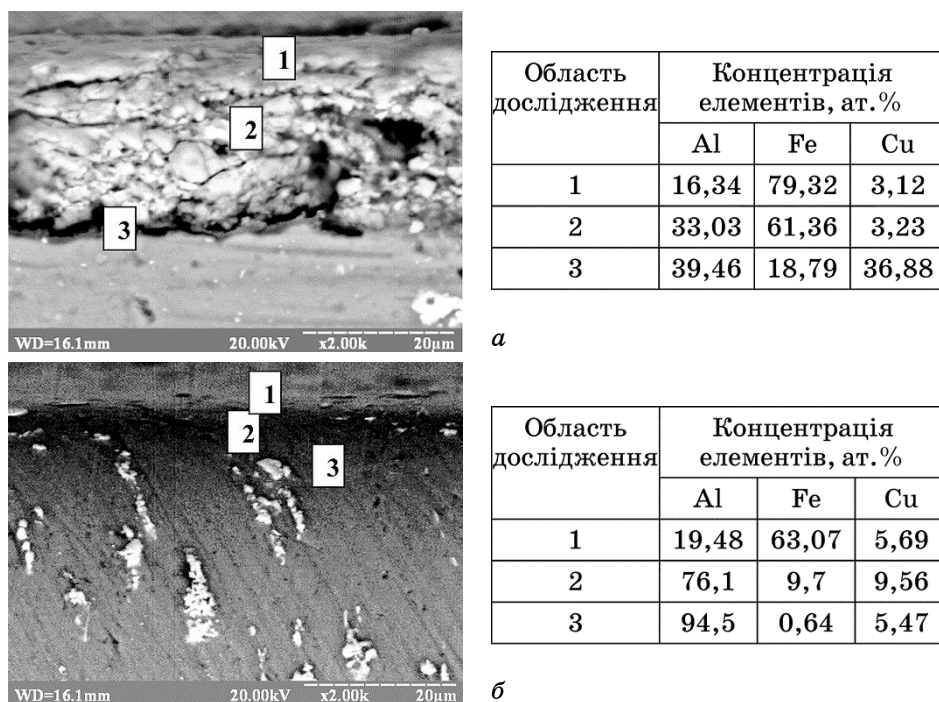


Рис. 8. Мікроструктура поперечних перерізів та їх хімічний склад для зразків алюмінієвого сплаву Д16 після УЗУО протягом $\tau = 250$ с: на повітрі (а), в інертному середовищі (б).

Fig. 8. Microstructure and chemical composition of cross-sections of 2024 aluminium alloy specimens after UIT during $\tau = 250$ s in the air (a) and in inert atmosphere (b).

бувається зростання мікронапружень алюмінієвої ґратниці у $\cong 3$ рази та зменшенням розміру ОКР в $\cong 2-2,5$ рази, очевидно, обумовлена деформаційним наклепом. Крім того, під час УЗУО на поверхні утворюється шар заліза та формуються включення інтерметалідної фази Al_2Fe . При обробці в інертному середовищі масоперенесення заліза та утворення інтерметалідів менш інтенсивні ніж при обробці на повітрі. Домінуючим фактором зміцнення на цій стадії є деформаційний наклеп та подрібнення зеренної структури.

На другій стадії зміцнення (100–180 с) відбувається подальше подрібнення зеренної структури, величини мікродеформацій кристалічної ґратниці поступово зменшуються (рис. 9). Даний етап характеризується найбільшим вмістом заліза в поверхневому шарі (рис. 10). Кількість інтерметалідної фази Al_2Fe знаходиться на рівні 2%, крім випадку УЗУО в інертному середовищі впродовж 100 с (рис. 11). Можна зробити припущення, що зростання мікротвердості від-

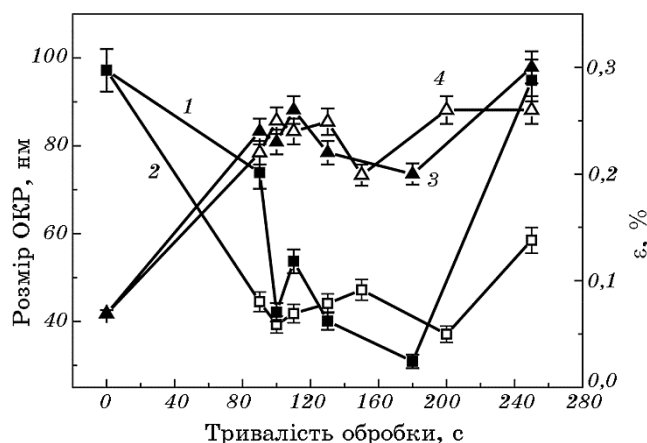


Рис. 9. Зміна розмірів ОКР (1, 2) і величини мікроспотворень кристалічної ґратниці (3, 4) ступу Д16 після УЗУО на повітрі (1, 3) і в інертному середовищі (2, 4).

Fig. 9. Changes in the CSA size (1, 2) and lattice microstrain (3, 4) of 2024 aluminium alloy after UIT in the air (1, 3) and in inert atmosphere (2, 4).

бувається за рахунок формування інтерметалідних фаз в поверхневому шарі алюмінієвого ступу Д16, оскільки розмір ОКР та величина деформації кристалічної ґратниці алюмінію на цій стадії змінюються не так суттєво. Іншим чинником можуть бути фазові перетворення і утворення виділень зміцнювальної S' -фази Al_2CuMg [3].

Третя стадія зміцнення (180–250 с) напевно пов'язана, в першу чергу, з формуванням щільного оксидного покриття оскільки в матричному стопі починаються процеси рекристалізації із збільшенням розмірів ОКР до значень у вихідному стані (рис. 9). Мікродеформація кристалічної ґратниці алюмінію при тривалості обробки 250 с в 1,5 рази більша ніж на попередній стадії. Вміст заліза та інтерметалідної фази Al_2Fe стрімко зменшується, що може бути пов'язано з інтенсивним механічним перемішуванням поверхневих шарів з виходом матричного ступу на поверхню (див., наприклад, рис. 6, в).

3.3. Механізм формування залізовмісного поверхневого шару

Аналіз наведених залежностей, отриманих на основі аналізу рентгенівських даних, дозволяє запропонувати наступний можливий механізм формування збагаченого залізом поверхневого шару на стопі Д16 в інертному середовищі. На початковому етапі (при тривалості УЗУО до 100 с) за рахунок деформаційно-індукованого перенесення атомів заліза в поверхневий шар відбувається формуван-

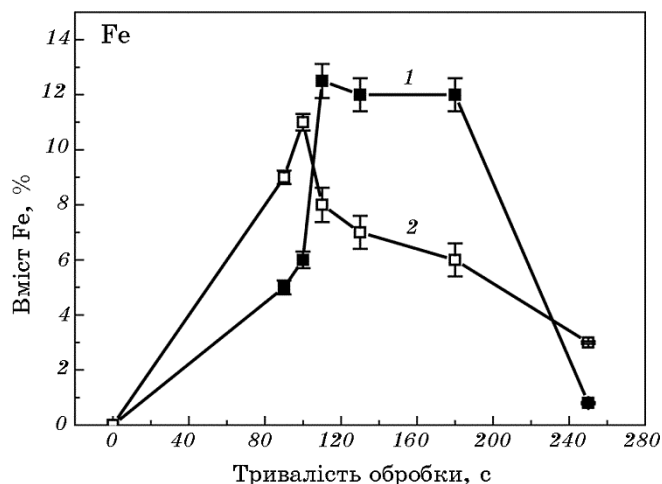


Рис. 10. Еволюція вмісту заліза у приповерхневих шарах ступу Д16 після УЗУО на повітрі (1) та в інертному середовищі (2).

Fig. 10. Evolution of iron content on the surface of 2024 aluminium alloy after UIT in the air (1) and in inert atmosphere (2).

ня залізовмісного покриття, яке в процесі обробки піддається деформаційному зміцненню. Крім того, атоми заліза активно взаємодіють з атомами алюмінію з утворенням твердого розчину алюмінію в залізі та різних інтерметалідних фаз системи Fe–Al. Рентгенівські дані свідчать про формування в основному фази FeAl_2 , але згідно з EDX-аналізом поверхневих шарів і поперечних перерізів зразків в локальних ділянках можна спостерігати і області іншого складу (Fe_3Al , FeAl , Fe_2Al_5) (рис. 6). При цьому вдвічі зменшуються розміри областей когерентного розсіювання матричного ступу та зростає їх дефектність (мікродеформація ґратниці). Рентгенівський аналіз дає максимальні величини концентрації заліза ($\cong 12\%$) та об'ємної частки інтерметаліду FeAl_2 ($\cong 6\%$) після 100 с УЗУО.

Розрахунки теплоти формування (ентальпії) і ентропії інтерметалідних з'єднань системи Al–Fe, проведені в роботах [17, 18], також свідчать про найбільшу ймовірність утворення фаз Fe_3Al , FeAl і FeAl_2 . Так, згідно даних різних авторів найбільш ймовірним є утворення фаз з меншим вмістом алюмінію (FeAl , Fe_3Al і FeAl_2), оскільки вони мають найнижчі величини ентальпії утворення — ΔH_{298} : 48,4 кДж/моль [17], 57,1 кДж/моль [17] і 72,6 кДж/моль [18] відповідно.

Мікротвердість фаз Fe_2Al_5 , FeAl_3 и FeAl_2 значно вища ніж величина HV алюмінію та заліза й знаходиться в інтервалі 9,6–11,5 ГПа, і спадає із зростанням кількості заліза до 6,6 ГПа (фаза FeAl) і 2,7 ГПа (фаза Fe_3Al) [17, 18]. Тому їх поява може бути додатковою при-

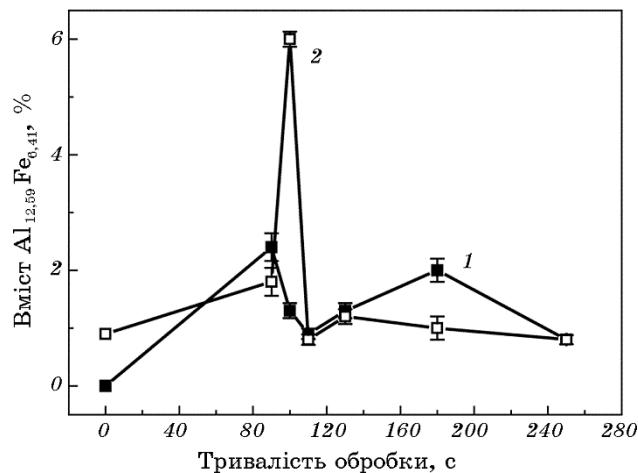


Рис. 11. Еволюція вмісту інтерметаліду Al_2Fe у приповерхневих шарах ступу Д16 після УЗУО на повітрі (1) та в інертному середовищі (2).

Fig. 11. Evolution of Al_2Fe intermetallics content on the surface of 2024 aluminium alloy after UIT in the air (1) and in inert atmosphere (2).

чиною спостережуваного на експерименті зростання мікротвердості зразків ступу Д16 (рис. 2, рис. 3, а, рис. 4, а). В той же час відзначений авторами [17, 18] основний недолік інтерметалідів, який полягає в їх крихкості за кімнатної температури, може призводити до їх легкого руйнування під дією високошвидкісних ударних деформацій. За умов УЗУО на повітрі велику роль також відіграють додаткові механохімічні реакції окиснення, що інтенсивно ініціюються в поверхневих шарах за рахунок додаткової механічної енергії. Ці процеси були нещодавно виявлені на цілому ряді матеріалів, як за умов ІПД танталу [19] або за умов УЗУО титанових [20, 21], цирконієвих [22, 23], алюмінієвих [4] ступів і детально обговорені в огляді [24]. В нашому випадку вплив механохімічних реакцій окиснення проявляється у формуванні оксидного шару з дуже високою мікротвердістю ($\cong 9$ ГПа) в порівнянні з залізовмісним деформованим шаром без оксидів (4 ГПа), отриманим в інертному середовищі, або деформованим шаром ступу Д16 без заліза (1,5–2 ГПа).

Подальше зростання тривалості УЗУО веде до підвищення дефектності поверхневого шару, до перерозподілу дефектів між границями і тілом зерен/субзерен, а також до подальшої інтенсифікації транспорту атомів заліза вглиб поверхневого шару новими границями зерен/субзерен утвореними в процесі інтенсивної пластичної деформації. В той же час, кількість алюмінію на поверхні починає зростати за рахунок інтенсивного механічного перемішування поверхневого шару (зміцнені залізовмісні області та частки зруйнова-

них фаз Fe–Al переміщуються вглиб шару, а більш пластичний матричний стоп, що поки не зазнав значних деформацій, переміщується з більш глибоких шарів до поверхні). Такий процес можливий за рахунок ротаційних мод інтенсивної пластичної деформації та описаний в літературі [6, 25, 26]. Отримані в даній роботі рентгенівські дані свідчать про зменшення концентрації заліза і об'ємної частки інтерметаліду FeAl_2 в поверхневому шарі товщиною $\cong 10\text{--}15$ мкм за УЗУО протягом 120–250 с, що можна пов'язувати з утворенням композитного шару [5, 6, 15].

4. ВИСНОВКИ

1. Запропоновано метод створення міцних інтерметалідних покриттів, який передбачає ультразвукове ударне оброблення поверхні алюмінієвого стопу Д16 ударником з армко-заліза за умов квазігідростатичного стиснення задля забезпечення наноструктуризації алюмінієвої матриці та активації масоперенесення атомів Fe до неї.
2. Підтверджено циклічний характер зміцнення поверхневих шарів стопу Д16 в залежності від тривалості УЗУО на повітрі та в інертному середовищі, який полягає у чергуванні стадій зміцнення та пластифікації, обумовлених відповідно структурно-фазовими перетвореннями та процесами динамічного повернення.
3. Встановлено, що деформаційно-індуковане масоперенесення атомів Fe під дією УЗУО дозволяє синтезувати на поверхні стопу Д16 шар залізовмісного покриття товщиною до 30 мкм із мікротвердістю $HV_{100} = 9$ ГПа, який міцно зв'язаний з деформованим шаром товщиною 180 мкм.
4. Доведено, що зростання величини мікротвердості поверхні стопу Д16 внаслідок ультразвукового ударного оброблення обумовлюється зменшенням розміру ОКР та формуванням інтерметалідних фаз Fe–Al.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Д. С. Герцрикен, В. Ф. Мазанко, В. М. Тышкевич, В. М. Фальченко, *Масоперенос в металах при низких температурах в умовах зовнішніх впливів* (Київ: РИО ИМФ: 1999).
2. А. П. Бурмак, С. І. Сидоренко, М. О. Васильєв, С. М. Волошко, *Наукові вісті НТУУ «КПІ»*, № 1: 57 (2013).
3. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **37**, № 9: 1269 (2015).
4. Г. И. Прокопенко, А. Л. Березина, С. М. Волошко, И. Е. Котенко, А. П. Бурмак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **32**, № 3: 397 (2010).
5. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, М. В. Кіндрачук, *Металлофиз. новейшие технол.*, **38**, № 4:

- 545 (2016).
6. B. N. Mordyuk, G. I. Prokopenko, Yu. V. Milman, M. O. Iefimov, K. E. Grinkevych, A. V. Sameljuk, and I. V. Tkachenko, *Wear*, **319**: 84 (2014).
 7. Д. С. Герцрикен, В. П. Кривко, Л. Н. Ларииков, И. Г. Полоцкий, Г. И. Прокопенко, В. М. Фальченко, *ФиХОМ*, № 4: 154 (1979).
 8. М. А. Васильев, А. В. Козлов, Г. И. Прокопенко, Б. Н. Мордюк, *Металлофиз. новейшие технол.*, **15**, № 1: 75 (1995).
 9. I. S. Lee, P. W. Kao, and N. J. Ho, *Intermetallics*, **16**: 1104 (2008).
 10. В. Л. Сироватка, В. Е. Оликер, М. С. Яковлева, *Материаловедение*, № 3: 46 (2013).
 11. F. Haidara, M.-C. Record, B. Duployer, and D. Mangelinck, *Intermetallics*, **23**: 143 (2012).
 12. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. И. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **37**, № 12: 1603 (2015).
 13. А. В. Голованов, *МиТОМ*, № 6: 42 (2008).
 14. M. H. Enayati and M. Salehi, *J. Mater. Sci.*, **40**: 3933 (2005).
 15. B. N. Mordyuk, M. O. Iefimov, K. E. Grinkevych, M. I. Danylenko, and A. V. Samelyuk, *Surf. Coat. Technol.*, **205**: 5278 (2011).
 16. A. Shafiei-Zarghani, S. F. Kashani-Bozorg, and A. Zarei-Hanzaki, *Mater. Sci. Eng. A*, **500**: 84 (2009).
 17. Е. Г. Иванов, *МиТОМ*, № 6: 33 (1979).
 18. Д. Н. Макеев, *Вестник Саратов. ГТУ*, № 3(67): 92 (2012).
 19. P. Kar, K. Wang, and H. Liang, *Electrochimica Acta*, **53**: 5084 (2008).
 20. М. А. Vasylyev, S. P. Chenakin, and L. F. Yatsenko, *Acta Mater.*, **60**: 6223 (2012).
 21. М. А. Vasylyev, S. P. Chenakin, and L. F. Yatsenko, *Acta Mater.*, **103**: 761 (2016).
 22. B. N. Mordyuk, O. P. Karasevskaya, G. I. Prokopenko, and N. I. Khripta, *Surf. Coat. Technol.*, **210**: 54 (2012).
 23. B. N. Mordyuk, O. P. Karasevskaya, and G. I. Prokopenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **559**: 453 (2013).
 24. М. О. Васильев, С. М. Волошко, Л. Ф. Яценко, *Успехи физ. мет.*, **15**: 79 (2014).
 25. В. В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение металлов* (Москва: Металлургия: 1986).
 26. А. Л. Березина, Т. А. Монастырская, Г. И. Прокопенко, О. А. Молебный, С. С. Полищук, А. В. Котко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **36**, № 3: 329 (2014).

REFERENCES

1. D. S. Gertsriken, V. F. Mazanko, V. M. Tyshkevich, and V. M. Falchenko, *Massopere nos v Metallakh pri Nizkih Temperaturakh v Usloviyakh Vneshnikh Vozdeystviy* [Mass Transfer in Metals at Low Temperatures and External Influences] (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S.U.: 1999) (in Russian).
2. А. П. Бурмак, С. И. Сидоренко, М. О. Васильев, and С. М. Волошко, *Naukovi Visti NTUU 'KPI'*, No. 1: 57 (2013) (in Ukrainian).
3. М. О. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and

- A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 9: 1269 (2015) (in Ukrainian).
4. G. I. Prokopenko, A. L. Berezina, S. M. Voloshko, I. E. Kotenko, and A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **32**, No. 3: 397 (2010) (in Russian).
 5. M. O. Vasyliiev, B. M. Mordiyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, and M. V. Kindrachuk, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **38**, No. 4: 545 (2016) (in Ukrainian).
 6. B. N. Mordiyuk, G. I. Prokopenko, Yu. V. Milman, M. O. Iefimov, K. E. Grinkevych, A. V. Sameljuk, and I. V. Tkachenko, *Wear*, **319**: 84 (2014).
 7. D. S. Gertsriken, V. P. Krivko, L. N. Larikov, I. G. Polotskiy, G. I. Prokopenko, and V. M. Falchenko, *Phys. Chem. Treat. Mater.*, No. 4: 154 (1979) (in Russian).
 8. M. A. Vasyliiev, A. V. Kozlov, G. I. Prokopenko, and B. N. Mordiyuk, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **15**, No. 11: 75 (1995) (in Russian).
 9. I. S. Lee, P. W. Kao, and N. J. Ho, *Intermetallics*, **16**: 1104 (2008).
 10. V. L. Syrovatka, V. E. Olikier, and M. S. Yakovleva, *Materialovedenie*, No. 3: 46 (2013) (in Russian).
 11. F. Haidara, M.-C. Record, B. Duployer, and D. Mangelinck, *Intermetallics*, **23**: 143 (2012).
 12. M. O. Vasyliiev, B. M. Mordiyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 12: 1603 (2015) (in Ukrainian).
 13. A. V. Golovanov, *Metall. Therm. Treat.*, No. 6: 42 (2008) (in Russian).
 14. M. H. Enayati and M. Salehi, *J. Mater. Sci.*, **40**: 3933 (2005).
 15. B. N. Mordiyuk, M. O. Iefimov, K. E. Grinkevych, M. I. Danylenko, and A. V. Samelyuk, *Surf. Coat. Technol.*, **205**: 5278 (2011).
 16. A. Shafiei-Zarghani, S. F. Kashani-Bozorg, and A. Zarei-Hanzaki, *Mater. Sci. Eng. A*, **500**: 84 (2009).
 17. E. G. Ivanov, *Metall. Therm. Treat.*, No. 6: 33 (1979) (in Russian).
 18. D. N. Makeev, *Vestnik Saratov. GTU*, No. 3(67): 92 (2012) (in Russian).
 19. P. Kar, K. Wang, and H. Liang, *Electrochimica Acta*, **53**: 5084 (2008).
 20. M. A. Vasylyev, S. P. Chenakin, and L. F. Yatsenko, *Acta Mater.*, **60**: 6223 (2012).
 21. M. A. Vasylyev, S. P. Chenakin, and L. F. Yatsenko, *Acta Mater.*, **103**: 761 (2016).
 22. B. N. Mordiyuk, O. P. Karasevskaya, G. I. Prokopenko, and N. I. Khripta, *Surf. Coat. Technol.*, **210**: 54 (2012).
 23. B. N. Mordiyuk, O. P. Karasevskaya, and G. I. Prokopenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **559**: 453 (2013).
 24. M. O. Vasiliev, S. M. Voloshko, and L. F. Yatsenko, *Uspehi Fiziki Metallov*, **15**: 79 (2014) (in Russian).
 25. V. V. Rybin, *Bolshie Plasticheskie Deformatsii i Razrushenie Metallov* [Large Plastic Deformations and Fracture of Metals] (Moscow: Metallurgiya: 1986) (in Russian).
 26. A. L. Berezina, T. O. Monastyrskaya, G. I. Prokopenko, O. A. Molebny, S. S. Polishchuk, and A. V. Kotko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **36**, No. 3: 329 (2014) (in Russian).