

PACS: 62.20.Fe, 81.40.Vw

В.Н. Варюхин, Н.Н. Белоусов

СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР, ПОЛУЧЕННЫХ КОНТРОЛИРОВАННЫМ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 25 июля 2005 года

Методом интенсивной пластической деформации сдвига под давлением получены поверхностные нанокристаллические структуры в аустените высокоазотистой стали. Исследованы структурно-кинетические процессы формирования и стабильности поверхностных нанокристаллических структур.

Введение

Формирование поверхностных структур, устойчивых к действию предельных напряжений, является необходимым условием поверхностного упрочнения материалов и сплавов, способных работать в экстремальных условиях эксплуатации [1,2]. Особенно актуальна проблема, связанная как с изучением условий получения, так и с исследованием структурно-кинетических изменений в поверхностных структурах. Наиболее перспективным направлением в этой проблеме является разработка *in situ* технологии сдвига под давлением для контролируемого получения поверхностных нанокристаллических структур в условиях интенсивной пластической деформации. Суть данной технологии заключается в непрерывной регистрации внешних структуроформирующих параметров и внутренних структурно-кинетических изменений в поверхностном слое, а также в нахождении функциональной зависимости между ними.

Цель работы: получение поверхностных нанокристаллических структур в условиях интенсивной пластической деформации сдвига под давлением и *in situ* исследование процессов их формирования.

Эксперимент

Основы объемного сдвига под давлением и триботехнологии изложены в [3,4]. Для осуществления *in situ* технологии получения поверхностных наноструктурных состояний при сдвиге под давлением разработана и изготовлена

универсальная структурно-деформационная камера. Она позволяет: а) деформировать образец непосредственно в устройствах структурно-деформационного комплекса с компьютерной записью кривых деформации; б) контролировать процесс структурообразования резистометрическим и акустическим методами; в) непосредственно следить за этапами формирования нанокристаллических структур методами рентгеноструктурного анализа (XRD), включая малоугловое рассеяние (SAXS) на усовершенствованном компьютеризированном дифрактометре ДРОН-3 в $K_{\alpha 1}$ Fe-излучении.

Физико-механические свойства поверхности исследовали методами кинетического микроиндентирования и динамической склерометрии на структурно-деформационном комплексе, собранном на базе стандартных разрывных машин АЛА-ТОО (ИМАШ20–75) и 2167P-50 с непрерывной компьютерной регистрацией структуроформирующих параметров. Точность измерения силы 10^{-4} N, глубины внедрения индентора – 10^{-4} mm. Скорость при деформации кручения варьировалась в пределах 0.01–1 rad/s; скорость деформации сжатия была постоянной и равнялась 10^{-3} s⁻¹. Использовали образцы в виде дисков (диаметр образцов 5–10 mm, толщина 0.5–5 mm), которые вначале подвергали одноосному сжатию, затем – пластической деформации кручения с заданной скоростью. Устанавливали зависимость угла поворота ϕ от величины крутящего момента M для различных значений напряжения сжатия. Из моментов вращения рассчитывали напряжение сдвига и оценивали коэффициент трения контактирующих поверхностей. Акустическую эмиссию и электросопротивление измеряли непосредственно в процессе поверхностной пластической деформации.

Для осуществления интенсивной поверхностной деформации использовали наковальни [3] в виде усеченных конусов из металлокерамического твердого сплава ВК-6. Основным материалом исследования выбрана высокоазотистая сталь одинакового химического состава, но с различным содержанием азота $C_N = 0.06–0.6\%$ как наиболее перспективная в экономическом плане вследствие возможности замены дефицитного никеля азотом.

Результаты и обсуждение

Получены поверхностные субмикроскопические и нанокристаллические структуры в высокоазотистой стали при интенсивной поверхностной деформации кручения под давлением. Результаты механических исследований (рис. 1) показали, что кривая зависимости напряжения сдвига от величины поверхностной деформации кручения имеет достаточно сложный характер.

Предварительные исследования показали отсутствие проскальзывания между поверхностью образца и наковальней при выбранных сжимающих напряжениях. Обработка кривых выявила стадийность пластической деформации и структурообразования. Можно выделить стадии: упругого взаимодействия; локальной пластической деформации поверхности, сопровождаемой динамической рекристаллизацией и фрагментацией деформированных

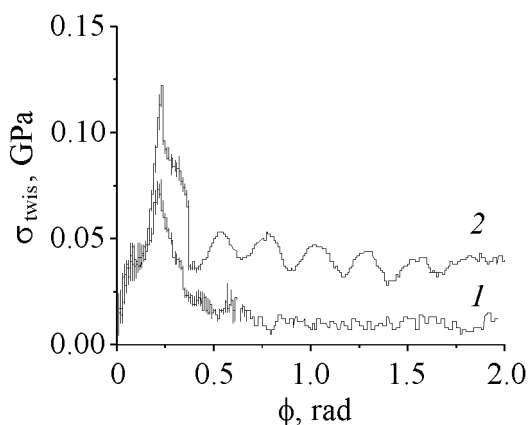


Рис. 1. Зависимость напряжения сдвига от угла поворота наковален при постоянной скорости кручения ($d\phi/dt = 0.01 \text{ rad/s}$) и различных давлениях P , МПа: 1 – 100, 2 – 600

дует отметить, что подобные структуры не наблюдаются при деформации объемных (массивных) образцов данной стали, что, вероятно, является проявлением размерного эффекта. Прекращение деформации кручения сопровождалось: 1) релаксацией напряжений; 2) исчезновением акустической эмиссии; 3) стабилизацией электросопротивления; 4) структурно-фазовым упрочнением.

При давлении, превышающем 1 GPa, дополнительная деформация сдвига приводила к заметному увеличению фона и величины диффузного рассеяния.

Количественная обработка профилей дифракционных линий в области больших углов отражения с использованием независимых и взаимодополняющих методов: аппроксимации (с построением графика Холла), моментов, Уоррена–Авербаха, фурье-анализа – показала наличие наноразмерных

зерен; поверхностного структурно-фазового и дисперсионного упрочнения (в зависимости от концентрации примеси азота).

Обнаружено, что в условиях поверхностной деформации происходит немонотонное изменение уширения и интенсивности рентгеновских линий. Для стали с минимальной концентрацией азота ($C_N = 0.06\%$) в данных условиях деформации под давлением в поверхностном слое обнаружены вторичные структуры деформации, связанные с дестабилизацией аустенита и образованием мартенситной фазы (рис. 2,а). Следует отметить, что подобные структуры не наблюдаются при деформации объемных (массивных) образцов данной стали, что, вероятно, является проявлением размерного эффекта. Прекращение деформации кручения сопровождалось: 1) релаксацией напряжений; 2) исчезновением акустической эмиссии; 3) стабилизацией электросопротивления; 4) структурно-фазовым упрочнением.

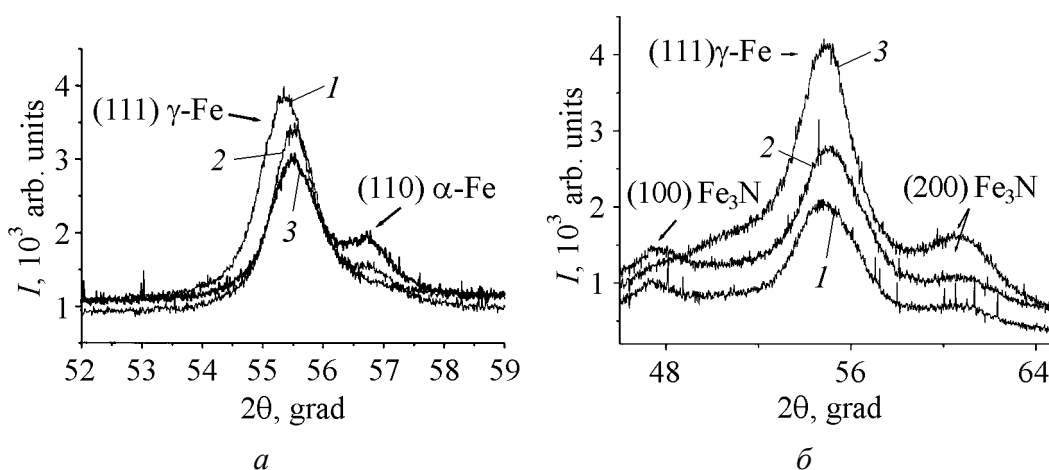


Рис. 2. Образование мартенсита в аустените ($C_N = 0.06\%$) (а) и выпадение дисперсных нитридных фаз ($C_N = 0.57\%$) (б) в условиях поверхностной пластической деформации при кручении на угол ϕ , rad: 1 – 1, 2 – 10, 3 – 100; $P = 600 \text{ МПа}$, $d\phi/dt = 0.01 \text{ rad/s}$

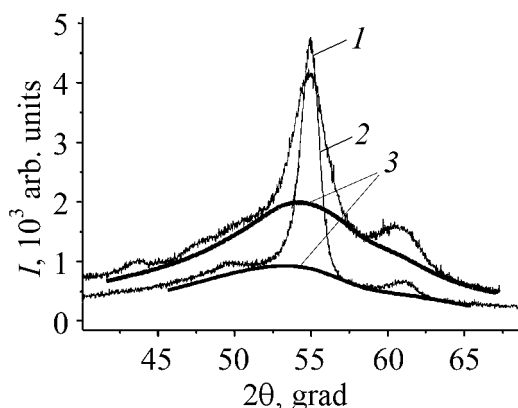


Рис. 3. Количественная обработка дифрактограмм с выделением области диффузного рассеяния (3): 1 – $\phi = 36$ rad, 2 – $\phi = 100$ rad

полидисперсных блоков мозаики в поверхностной структуре деформации (рис. 3). Эти блоки размерами порядка 40–120 nm занимают более 50% от общего количества структурных элементов (определялось по отношению площадей дифракционного максимума и диффузного фона).

Обработка угловых зависимостей интенсивности при малоугловом рассеянии (на примере стали с $C_N = 0.3\%$) методом касательных в координатах $\ln I(\Theta) - \Theta^2$ (в диапазоне углов $\Theta \leq \lambda/2\pi R_\Theta$) позволила определить размеры неоднородностей

(по радиусу инерции R_Θ), их распределение и угловую разориентацию. Двумя методами XRD и SAXS подтверждено, что структура поверхности является полидисперсной. Кроме того, обнаружена разориентация блоков мозаики в большом диапазоне углов (от $8'$ до 5° в зависимости от условий деформации). Экспериментально установлено, что повышение давления (нормальные напряжения) способствует формированию мелкоблочной структуры со значительным ростом микронапряжений, а повышение сдвиговых напряжений вызывает увеличение степени разориентации образованных блоков мозаики. Эта область давлений и сдвиговых деформаций приводит к структурному упрочнению поверхности. Значительное увеличение деформации сдвига при постоянном давлении вызывает разрушение сформированной поверхностной структуры.

Обнаружено, что для поверхности, имеющей более мелкое зерно в исходном состоянии, процессы разориентации блоков мозаики протекают наиболее интенсивно. Так, для поверхности с исходным размером зерна $50 \mu\text{m}$ максимальное значение угла разориентации δ возрастает с $6'$ в отожженном состоянии до $10'$ в деформированном, для поверхности с размерами зерен $20 \mu\text{m}$ – с 15 до $48'$, а при $1 \mu\text{m}$ – с $45'$ до 5° при тех же условиях деформации ($P = 600$ МПа, $\phi = 100$ rad, $d\phi/dt = 0.01$ rad/s). Большая степень разориентации блоков вызвана, вероятно, тем, что внутризеренное скольжение, приводящее к дезориентации блоков мозаики, интенсивнее протекает в поверхностях с мелкозернистой структурой. Поскольку значения разориентировок определяются плотностью дислокаций в межблочных границах, мелкоблочная структура, имеющая больше подобных границ, способствует образованию и более дезориентированной структуры после деформации.

В рамках точности эксперимента получена линейная зависимость между значениями статической микротвердости H_μ и уровнем разориентации δ блоков мозаики. При этом установлено, что при одном и том же давлении,

но при разных скоростях деформации сдвига $d\phi/dt$ можно получить различную структуру. Так, деформация при $d\phi/dt = 0.01$ rad/s приводит к более разориентированной структуре. При одном и том же уровне достигнутого упрочнения деформация при большей скорости $d\phi/dt = 1$ rad/s приводит к менее развитой мозаичной структуре зерен. Вероятно, это является следствием того, что при большой скорости деформации главную роль играют зарождение дефектов кристаллической решетки и рост их плотности, а перемещение дефектов при больших скоростях деформации затруднено. Ограниченность в перемещении дефектов кристаллической структуры при скоростной деформации, по-видимому, есть результат меньшего развития мозаичной структуры зерен. При малой скорости деформации подводимая энергия успевает почти полностью затрачиваться на внутризеренные сдвиговые процессы.

Установление линейной зависимости микротвердости от степени разориентировки блоков мозаики эквивалентно зависимости прочности от густоты дислокационных сеток, образующих границы блоков. Повышение прочности эквивалентно уменьшению коэффициента локализации перенапряжения в деформированном теле и связано с ростом плотности дислокаций в границах блоков. Распад зерен на фрагменты (блоки с малоугловыми границами) при высоких нормальных напряжениях и увеличение их разориентировки при сдвиговых напряжениях являются взаимосвязанными процессами с критическими значениями параметров. Превышение этих параметров приводит к отслоению сформированной поверхностной структуры, нарушению сплошности, растрескиванию и, в конечном итоге, к переходу от вязкого разрушения поверхностного слоя к хрупкому.

Практический интерес представляет получение поверхностных структур, способствующих торможению и даже залечиванию трещин. Установлена экспериментальная зависимость между параметрами внутризеренной структуры (размеры блоков, угол разориентации) и сопротивляемостью поверхностной структуры зарождению и распространению трещин по оценке величины критического коэффициента интенсивности напряжений K_{Ic} методом микроиндентирования. Экспериментально обнаружено, что чем меньше размеры блоков и больше их разориентация, тем выше коэффициент трещиностойкости K_{Ic} . Однако эта зависимость выполняется до определенных значений параметров поверхностной структуры – чем больше величина K_{Ic} , тем лучше поверхностная структура сопротивляется разрушению и тем при большей длине трещины и при большем напряжении происходит разрушение. Это открывает возможности повышения механических свойств объемных материалов путем формирования поверхностных структур с повышенной трещиностойкостью.

В изотермических условиях размеры блоков мозаики и их разориентация управляются внешними структуроформирующими параметрами, такими как напряжения сжатия, сдвига и скорости их изменения, которые являются наиболее важными факторами формирования поверхностных структур, определяющих структурное упрочнение поверхности. По мере формирования поверхностных нанокристаллических структур в зависимости от concentra-

ции азота в материале поверхностного слоя осуществляется переход от механизма скольжения (для $C_N = 0.06\%$) к двойникованию и ротационному механизму пластической деформации (для $C_N = 0.3-0.57\%$). В локальных зонах фактической площади контакта происходит формирование вторичной структуры поверхностного слоя с повышенной концентрацией азота (вторичный аустенит для $C_N = 0.06\%$) и инициированием прямого и обратного мартенситного превращения, вызывающего азотнофазовый наклеп.

Обнаруженный эффект не проявляется на массивных образцах при деформации в аналогичных условиях. Для стали с $C_N = 0.3-0.57\%$ масштабный эффект и образование вторичных структур при интенсивной поверхностной деформации связаны с началом выпадения нитридных фаз (см. рис. 2,б) в поверхностном слое и инициированием дисперсионного упрочнения.

Следует отметить, что мартенситные превращения и выпадение нитридных фаз не удалось инициировать при объемном деформировании образцов в аналогичных условиях деформации.

In situ методами кинетического микроиндентирования (рис. 4) и динамической склерометрии обнаружено, что физико-механические свойства поверхностных слоев неоднородны по толщине. Сформированные структуры являются градиентными.

Для стали с $C_N = 0.3-0.57\%$ при значительных деформациях структурное упрочнение поверхности намного больше, чем при малых, а для стали с $C_N = 0.06\%$ – наоборот. Для образцов высокоазотистой стали выбранной толщины (не более 1 mm) и заданной концентрации азота ($C_N = 0.06-0.6\%$) существует оптимальный диапазон значений деформирующих напряжений сдвига (нормированных на напряжение предела текучести), при которых формируется определенная поверхностная структура, приводящая к максимальному объемному упрочнению.

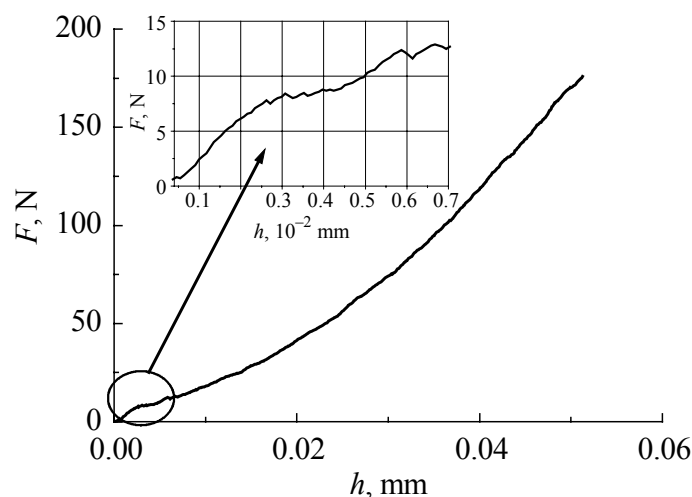


Рис. 4. Кинетическое микроиндентирование деформированной поверхности ($C_N = 0.57\%$, $P = 600$ МПа, $\phi = 10$ rad) с выявлением участков пластичности (вставка сверху)

Исследованы структурно-кинетические изменения предела текучести и поверхностной субмикро- и наноструктуры в процессе изотермического и изохронного отжига в температурной области максимальной диффузионной подвижности атомов азота. Выявлены три стадии возврата предела текучести и условия стабилизации поверхностной структуры. Первая стадия характеризуется существенной релаксацией внутренних упругих напряжений, слабым изменением предела текучести и отсутствием роста зерна, сформированного в процессе динамической рекристаллизации. На второй стадии выявлены существенное уменьшение предела текучести и незначительный равномерный рост зерен. Третья стадия характеризуется дальнейшим более слабым уменьшением предела текучести и значительным неравномерным ростом зерен с увеличением дисперсности по размерам. Методом термоактивационного анализа вычислены значения энергии активации на 2-й и 3-й стадиях, которые равны 50 и 90 кДж/м² соответственно.

Полученные структуры являются градиентными с нанокристаллическим поверхностным слоем. Свойства и закономерности формирования поверхностных наноструктур отличны от таковых для структур, получаемых на массивных образцах при аналогичных условиях деформации. Различие в свойствах планарных и градиентных объемных структур есть результат проявления размерного эффекта.

1. В. Пишбыльский, Технология поверхностной пластической обработки, Металлургия, Москва (1991).
2. И.М. Любарский, Л.С. Палатник, Металлофизика трения, Металлургия, Москва (1976).
3. П.В. Бриджмен, Новейшие работы в области высоких давлений, Изд-во иностр. лит., Москва (1948).
4. Справочник по триботехнике в 3-х томах, М. Хебда, А.В. Чичинадзе (ред.), Машиностроение, Москва (1989).

V.N. Varyukhin, N.N. Belousov

PROPERTIES OF SURFACE NANOCRYSTALLINE STRUCTURES PRODUCED BY CONTROLLED SHEAR UNDER PRESSURE

Surface nanocrystalline structures in austenitic high-nitrogen steels have been produced by severe plastic deformation. Structure formation kinetics and thermal stability of such structures have been investigated.

Fig. 1. Dependence of shearing strain on angle of die turning for constant rate of twisting ($d\phi/dt = 0.01$ rad/s) and different pressures P , MPa: 1 – 100, 2 – 600

Fig. 2. Martensite formation in austenite ($C_N = 0.06\%$) (a) and precipitation of disperse nitride phases ($C_N = 0.57\%$) (b) under surface plastic shearing strain for twisting by angle ϕ , rad: 1 – 1, 2 – 10, 3 – 100; $P = 600$ MPa, $d\phi/dt = 0.01$ rad/s

Fig. 3. Quantitative processing of diffraction patterns showing the range of diffuse scattering (3): 1 – $\phi = 36$ rad, 2 – $\phi = 100$ rad

Fig. 4. Kinetic microindentation of deformed surface ($C_N = 0.57\%$, $P = 600$ MPa, $\phi = 10$ rad). The shown are sites of plasticity (upper part of the figure) and crack nucleation