

ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ ОБКАТКОЙ В ПОЛЕ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ КОЛЕБАНИЙ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИОБИЯ И ЖЕЛЕЗА

Я.Д. Стародубов, Э.Н. Метоледи, Г.Н. Малик

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,
Украина, 61108, г. Харьков, ул. Академическая, 1, E-mail: ncs@kipt.kharkov.ua*

Досліджено вплив поверхневої обробки обкатуванням без ультразвукового впливу та у полі ультразвукових коливань при температурах 300 і 77 К на механічні та оптичні характеристики ніобію та заліза. Показано, що у всіх випадках поверхнева обробка відпаленого матеріалу приводить до зміцнення його поверхневого шару. Установлено, що величина зміцнення, а також характер його зміни у здовж глибини проробленого шару залежить від умов обробки. Визначені величини глибини зміцненого шару досліджуваних зразків ніобію і заліза при різних режимах поверхневої обробки.

Исследовано влияние поверхностной обработки обкаткой без ультразвукового воздействия и в поле ультразвуковых колебаний при температурах 300 и 77 К на механические и оптические характеристики ниобия и железа. Показано, что во всех случаях поверхностная обработка отожженного материала приводит к упрочнению его поверхностного слоя. Установлено, что величина упрочнения, а также характер его изменения вдоль глубины проработанного слоя зависят от условий обработки. Определены величины глубины упрочненного слоя исследуемых образцов ниобия и железа при различных режимах поверхностной обработки.

Influencing surface treatment by spinning without ultrasonic action and in a field of ultrasonic oscillations is investigated at temperature 300 and 77 K on the mechanical and optical characteristics of niobium and iron. It was shown, that in all cases the surface treating annealed material results in hardening his surface layer. It was established, that magnitude of hardening, and as nature of his variation along depth of the worked layer depend on conditions of treatment. The magnitudes of depth of the hardened layer of tested samples of niobium and iron at different conditions of surface treating are determined. of surface treating.

Введение

Теоретические и экспериментальные результаты убедительно показали, что существует взаимосвязь между поверхностными и объемными характеристиками металла. Обнаружение поверхностной релаксации и перестройка атомной структуры поверхностного слоя привели к коренному пересмотру в понимании атомного строения металлической поверхности. Важным следствием такого пересмотра является, например, установление взаимосвязи между структурой поверхностного слоя и прочностными свойствами объема металла [1].

Согласно [1] прочностные и пластические свойства металлов и сплавов определяются способностью поверхностного слоя релаксировать внешнее напряжение. Изменение механических свойств обусловлено состоянием поверхности образца и, в частности, склонностью поверхностного слоя к деформированию. Поэтому представляет научный и практический интерес исследовать воздействие различных режимов поверхностной обработки на состояние поверхностного слоя металлов и его влияние на изменение физико-механических свойств.

В методах поверхностной обработки представляют интерес такие аспекты, как степень изменения оптико-механических характеристик поверхностного слоя, а также влияние соответствующих обрабо-

ток на объемные характеристики материалов в целом. Кроме того, особый интерес представляет исследование изменения оптических характеристик и величины микротвердости вдоль глубины проработанного слоя.

Среди известных способов поверхностной обработки обработка с использованием ультразвуковых механических колебаний занимает особое место. Известно, что при совместном действии статических нагрузок и ультразвуковых колебаний снижается уровень напряжений, необходимый для перемещения и размножения дислокаций [2]. Таким образом, совмещение поверхностной обработки материалов с наложением ультразвуковых колебаний происходит в особых энергетических условиях.

Целью настоящей работы является исследование влияния пластической деформации обкаткой поверхности поликристаллических ниобия и армо-железа при 300 и 77 К без наложения и с наложением ультразвуковых колебаний на механические и оптические характеристики, а также определение глубины упрочненного слоя исследуемых материалов.

Образцы и методика исследования

Материалом для исследования служили поликристаллические ниобий чистотой 99,9% со следующим

процентным (по весу) содержанием примесей: 0,044 Ta; 0,001 Ti; 0,003Fe; 0,0024 Si; 0,0083 (W+Mo); 0,01 C; 0,001H; 0,01O; 0,004N, а также армко-железо.

Образцы имели форму пластины сечением 0,5x4,0 мм и рабочей длиной 16мм с уширениями на концах для соединения с захватами испытательной машины. Исходные образцы шлифовались, а затем электролитически полировались до получения зеркальной поверхности, пригодной для оптических измерений [3,4]. Качество поверхности контролировалось на микроинтерферометре МИИ-4. После этого образцы Nb отжигались при температуре 1673 К в течение 8 ч в вакууме 2.8×10^{-4} Па, а образцы Fe при 1073 К в течение 5 ч в таком же вакууме. Средний размер зерна после отжига составлял ~ 200 мкм для Nb и ~ 50 мкм для Fe.

Поверхностная обработка обкаткой без УЗ колебаний и в поле УЗ-колебаний проводилась на специальном устройстве, схема которого изображена на рис. 1.

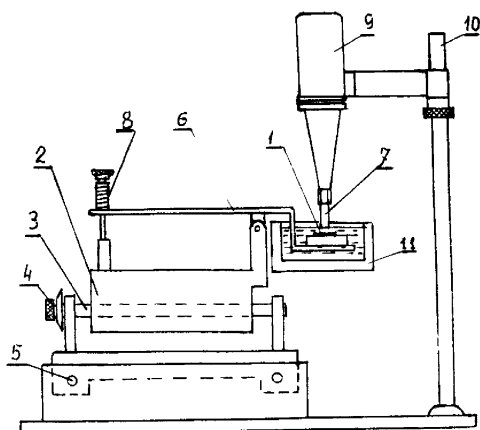


Рис. 1. Схема устройства для поверхностной ультразвуковой обработки: 1-образец; 2-каретка; 3,5- направляющие для перемещения образца в двух взаимно перпендикулярных направлениях; 4-микро-винт с барабанной шкалой; 6-рычаг; 7-инструмент для ультразвуковой обработки поверхности; 8-пружина для поджима обрабатываемого образца к инструменту с заданным усилием; 9- магнито-стрикционный преобразователь; 10-стойка с платой для крепления магнито-стриктора и механизма перемещения образца; 11- емкость для жидкого азота

Устройство состоит из трёх основных узлов: механизма перемещения образца, нагружающего устройства и магнито-стрикционного преобразователя с инструментом. Механизм перемещения столика с закреплённым образцом служит для контролируемого сдвига образца относительно конца рабочего инструмента в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Рабочий инструмент для УЗ-обкатки поверхности образцов представляет собой стержень с вмонтированным стальным шариком диаметром

6 мм. Другой конец стержня посредством накидной гайки для создания надежного акустического контакта крепится к колебательной системе. Возбуждение УЗ-колебаний всей системы обеспечивается магнито-стрикционным преобразователем, питаемым генератором типа УЗГ-0,4.

Для соблюдения условий силового подобия режимов обработки при 77 и 300 К при выборе статических прижимающих нагрузок и амплитуды ультразвуковых колебаний учитывали температурную зависимость предела текучести материала. Амплитуда УЗ-колебаний во всех исследуемых случаях была ниже пороговой, а частота равнялась 18,5 кГц. После различных видов поверхностной обработки определялись величины микротвёрдости, микроискажения, механические характеристики в условиях растяжения при температурах 4,2...300 К со скоростью 10^{-3} с^{-1} и ИК-спектры отражения.

Микротвёрдость H_{μ} измерялась на микротвёрдометре ПМТ-3 при нагрузке на инденторе 50 г.

Микроискажения определялись рентгеновским способом с помощью дифрактометра ДРОН-3 на излучении CoK_{α} по уширению дифракционных линий (110), (220) и (211) по формуле $\epsilon = \Delta a/a = \beta/4 \text{tg} v_{hkl}$, где β - физическое уширение линии, вычисленное из выражения $\beta = 0,5(B - b + \sqrt{B(B - b)})$; B - полуширина $K_{\alpha 1}$ - линии обработанного образца; b - полуширина $K_{\alpha 1}$ - линии эталона (отожженного образца); v_{hkl} - угол отражения линии с индексами (hkl); a - параметр решётки. Для кубической решётки $\Delta a/a = \Delta d/d$ (d - межплоскостное расстояние для плоскости (hkl)).

Эффективными методами контроля состояния поверхностного слоя металлов являются спектроскопические методы исследования, в том числе метод ИК-спектроскопии. Исследование ИК-спектров отражения в соответствующей области спектра дает возможность контролировать состояние электронной системы и влияние на нее дефектной структуры на глубине скин-слоя металла [5]. ИК спектры отражения измерялись на инфракрасном спектрофотометре ИКС-29 с использованием приставки ИПО-22. Погрешность измерения не превышала 1%.

С целью изучения оптических свойств, толщины упрочненного приповерхностного слоя и уровня его упрочнения определялись изменения величины отражательной способности $\Delta R (\Delta R = R_{\text{исх}} - R_{\text{обр}})$ и H_{μ} по глубине обработанного слоя. Для этого методом электролитической полировки с обработанных образцов последовательно снимался слой контролируемой толщины и проводились соответствующие измерения.

Результаты исследований и их обсуждение

Результаты измерения микротвёрдости в зависимости от температуры и способа обработки поверхности образцов Nb и Fe представлены в табл. 1.

Из табл.1 следует, что во всех случаях поверхностная обработка отожженного материала приводит к упрочнению его поверхностного слоя. Результаты измерения микротвёрдости свидетельствуют о том, что

обкатка при 77 К более эффективно упрочняет поверхностный слой материала, чем обкатка при 300К.

При наложении в процессе обкатки ультразвуковых колебаний величина упрочнения несколько меньше, за исключением обработки Nb при 77 К, когда значение H_c практически не изменяется. Уменьшение величины H_c в образцах, подвергнутых обкатке в поле УЗ-колебаний, по сравнению с величиной H_c образцов, обкатанных без УЗ-воздействия, вызвано, как показали рентгеноструктурные исследования Fe (табл. 2), частичной релаксацией внутренних напряжений под действием УЗ-колебаний.

Таблица 1

Величины микротвердости образцов ниобия и железа до и после обработки поверхности

Обработка	Температура обработки, К	H _c , МПа	
		Nb	Fe
Исходный	—	1120	1270
Обкатка без УЗ	300	1890	2080
Обкатка с УЗ		1780	1900
Обкатка без УЗ	77	2050	2170
Обкатка с УЗ		2060	2080

Таблица 2

Величина микроискажений ϵ поверхности образцов армко-железа в зависимости от способа обработки

Обработка металла	Температура обработки, К	$\epsilon = \Delta a/a$, %
Обкатка без УЗ	300	0,05
Обкатка с УЗ	300	0,04
Обкатка без УЗ	77	0,07
Обкатка с УЗ	77	0,05

Действительно, из табл. 2 следует, что а) одинаковая обработка поверхности железа при различных температурах приводит к разному уровню микроискажений, при этом образцы, обработанные при 77 К, имеют больший уровень микроискажений, чем образцы, обработанные при комнатной температуре, и б) обработка с ультразвуком приводит к снижению микроискажений, т.е. к частичной релаксации напряжений и тем большей, чем ниже температура обработки.

При электронно-микроскопических исследованиях установлено, что наложение ультразвуковых колебаний в процессе обкатки интенсифицирует процессы динамического возврата и связанную с ними фрагментацию материала. Так, в результате обкатки железа при 300 К возникает слабо разориентированная ячеистая структура с широкими границами ячеек. При ультразвуковой обкатке границы ячеек сужаются, а вызываемые ими разориентировки возрастают до 2,5°. Небольшое разупрочнение поверхностного слоя по сравнению с обкаткой без ультразвука вероятнее всего связано с уменьшением плотности дислокаций в теле ячеек. Снижение температуры обработки несколько увеличивает уровень дефектности материала. После ультразвуковой

обкатки железа при 77 К плотность дислокаций составляет $3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$, размер фрагментов - 0,26 мкм, разориентации между ними достигают 5,2°, а при аналогичном воздействии при 300 К величина $N_D \approx 2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ и размер ячеек 0,3 мкм. При ультразвуковой обкатке ниобия при 77 и 300 К возникают однотипные структуры, характеризующиеся чередованием областей с однородно распределенными дислокациями и фрагментированной структурой. Плотность дислокаций в областях с их однородным распределением практически одинакова, а в участках с фрагментированной структурой расстояние между границами уменьшается с 0,25 мкм (300 К) до 0,19 мкм (77 К).

В табл. 3 приведены результаты измерения предела текучести $\sigma_{0,2}$, предела прочности σ_b и относительного удлинения δ в зависимости от температуры и способа обработки материала.

Таблица 3

Изменение предела текучести, предела прочности и относительного удлинения при 300 К в зависимости от температуры и способа обработки поверхности образцов Nb и Fe

Обработка материала	Температура обработки, К	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Fe				
Исходный	—	140	266	35
Обкатка в УЗ-поле	300	182	270	28
	77	190	302	25
Nb				
Исходный	—	202	260	25
Обкатка в УЗ-поле	300	210	260	21
	77	230	282	33

Как видно из табл. 3, обкатка в УЗ-поле железа при 77 и 300 К повышает значение $\sigma_{0,2}$ соответственно на 35 и 30 % по сравнению с исходным состоянием. Увеличение предела прочности наблюдается только после обработки при 77 К, а относительное удлинение уменьшается после упрочнения поверхностного слоя как при 300, так и при 77 К. Подобным образом изменяются механические характеристики ниобия, однако величина относительного удлинения после ультразвуковой обкатки при 77 К возрастает по сравнению с исходным значением с 25 до 33%.

Изменение величины микротвердости для обработанных образцов Fe при разной толщине снятого электрополировкой слоя показано на рис.2. Как видно, толщина проработанного слоя после низкотемпературной обработки меньше, чем после аналогичного воздействия при комнатной температуре. Уменьшение толщины проработанного слоя после обкатки в УЗ-поле в условиях низких температур по сравнению с данными для 300 К объясняется снижением подвижности дислокации при охлаждении.

Обращает на себя внимание сложный характер изменения H_c после обкатки при 300 К в поле УЗ-колебаний. Строение упрочненного слоя таково, что максимальные значения H_c фиксируются не на поверхности, а на глубине ~15 мкм. Затем величина

H_c быстро уменьшается, достигая исходных значений на глубине примерно 50 мкм. Отметим, что для образцов, обработанных при 77 К, немонотонное изменение H_c выражено слабее.

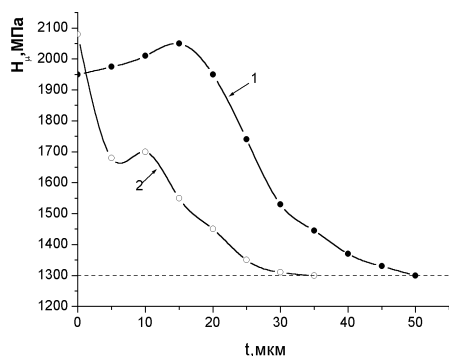


Рис.2. Изменение микротвердости образцов Fe по глубине проработанного слоя после обкатки при 300 (1) и 77 К (2) в поле УЗ-колебаний. (Пунктирная линия обозначает величину H_c исходного образца)

Механические свойства исходных и обработанных образцов железа и ниобия в интервале температур 4,2...700 К представлены в табл.4. Как видно, УЗ-обкатка при 300 и 77 К не изменяет характер типичной для ОЦК-металлов температурной зависимости предела текучести и практически полностью подобен этой зависимости для исходных образцов. Это указывает на то, что проведенные обработки не привели к изменению типа барьеров, контролирующих термоактивированное движение дислокаций, хотя напряжение начала массового их движения увеличилось. Аналогичные зависимости наблюдаются и для предела прочности этих материалов. Отметим, что обработка при 300 и 77 К привела к охрупчиванию железа при растяжении в жидком азоте и уменьшению запаса пластичности при 300 и 700 К. В то же время аналогичная обработка ниобия при 300 К слабо влияет на его пластические свойства, а снижение температуры ультразвуковой обкатки до 77 К повышает запас пластичности этого материала, причем наибольший эффект наблюдается в результате растяжения при 300 К.

При исследовании приповерхностного слоя исходных и обработанных образцов Fe и Nb методом ИК-спектроскопии обнаружено существенное снижение отражательной способности в диапазоне длин волн $\lambda=2...15$ мкм при всех режимах поверхностной обработки, причем это изменение наблюдается в большей степени в образцах, обкатанных без УЗ-воздействия. На рис.3 в качестве примера приведены данные измерения спектров отражения образцов Fe, обработанных при 77 К.

Равномерное накопление дефектов при обкатке сопровождается как упрочнением поверхностного слоя, так и ростом поглощения электромагнитного излучения, что обуславливает снижение отражательной способности материала [5]. Частичная релаксация внутренних напряжений под действием УЗ-поля приводит к частичному восстановлению

электронной подсистемы и дефектной структуры обкатанных образцов.

Измерение отражательной способности в ИК-области спектра, где глубина проникновения излучения в металл порядка глубины его скин-слоя (500...600 Å), позволило контролировать протекание процессов деформации и степень дефектности в нем, в особенности если решающее влияние оказывает дефектная структура поверхностного слоя образца.

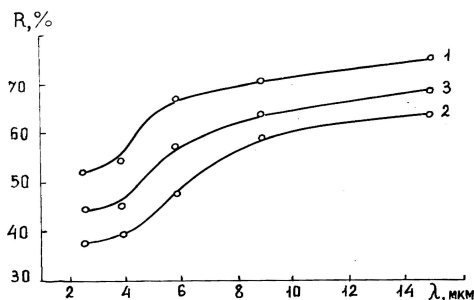


Рис.3. Спектры отражения образцов железа: 1 – в исходном состоянии; 2 – обработанных обкаткой при 77 К; 3 – обработанных обкаткой при 77 К в поле УЗ-колебаний

Изменение отражательной способности данных образцов при разной толщине снятого электрополировкой слоя (для $\lambda=6$ мкм) показаны на рис.4.

По мере увеличения снятого слоя (t) наблюдается уменьшение величины ΔR , т.е. отражательная способность стремится вернуться к исходному значению, причем возврат спектров отражения происходит быстрее у образцов, подвергнутых обкатке без УЗ-воздействия, чем у образцов, обкатанных в поле УЗ-колебаний. Обнаружена немонотонная зависимость $\Delta R(t)$ у образцов, обкатанных в поле УЗ-колебаний, что хорошо коррелирует с аналогичной немонотонностью зависимости $H_c(t)$, причем при температуре обкатки 300 К эта немонотонность выражена более ярко.

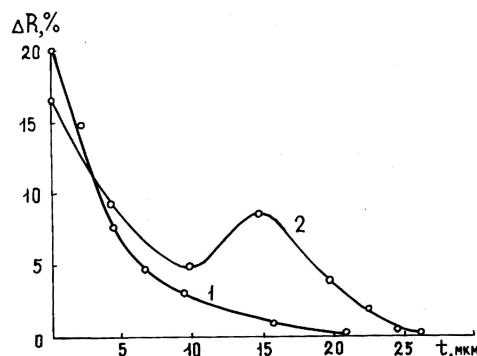


Рис.4. Изменение отражательной способности образцов Fe при разной толщине сполированного слоя: 1 – обработка обкаткой при 77 К; 2 – обработка обкаткой в поле УЗ колебаний при 77 К ($\lambda=6$ мкм) ($\Delta R = R_{исх} - R_{об}$)

Как показали результаты проведенных экспериментов, последовательное удаление параллельных слоев контролируемой толщины с поверхности исследуемых образцов приводит в конечном счете к

слою, где плотность дефектов осталась на уровне исходного состояния, что определяется полным воз-

вратом отражательной способности к исходному значению.

Таблица 4

Механические свойства при 4,2...700 К ниобия и железа в исходном состоянии и после ультразвуковой обкатки при 300 и 77 К

Материалы	Температура испытания, К	Исходное состояние			После УЗ-обкатки при 300К			После УЗ-обкатки при 77К		
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Nb	4,2	1240	1270	0	1200	1220	0	1190	1290	0
	77	770	790	7	750	800	8,4	800	830	10,0
	300	202	260	25	210	260	21,0	230	282	33,0
	700	170	290	13	205	280	12,8	195	280	14,8
Fe	4,2	675	675	0	700	790	0	840	840	0
	77	660	720	12	640	680	0,8	675	675	0,8
	300	140	266	35	182	270	28,0	190	302	25,0
	700	180	360	23	250	340	19,5	200	320	18,6

Таблица 5

Значения глубины упрочненного слоя (t) образцов Fe и Nb, определенные оптическим методом, при различных режимах поверхностной обработки

Fe				Nb			
77 К		300 К		77 К		300 К	
Обкатка t, мкм	Обк. сУЗ t, мкм	Обкатка t, мкм	Обк. сУЗ t, мкм	Обкатка t, мкм	Обк. сУЗ t, мкм	Обкатка t, мкм	Обк. сУЗ t, мкм
21	25	26	30	24	29	27	32

В табл.5 приведены значения глубины упрочненного слоя (t, мкм) образцов Fe и Nb, определенных оптическим методом, при различных режимах поверхностной обработки. Видно, что величина упрочненного слоя больше у образцов, обкатанных в поле УЗ-колебаний, по сравнению с образцами, обкатанными без УЗ-воздействия. При повышении температуры обработки от 77 до 300 К глубина упрочненного слоя увеличивается в основном на 4...5 мкм.

Таким образом, особенность отражательной способности в ИК-области спектра дифференцировать количество дефектов и величину внутренних напряжений в образцах позволяет четко выделить момент, при котором состояние электронной подсистемы, а следовательно, и дефектная структура образцов возвращается к исходному уровню, что позволяет определить на какой глубине этот возврат происходит, т.е. выяснить конечную толщину упрочненного слоя оптическим методом, не деформируя его дополнительно индентором при измерении микротвердости.

Заключение

Исследовано влияние ультразвуковой поверхностной обработки при температурах 77 и 300 К на структуру, прочностные, пластические и оптические свойства ниобия и железа. Определена глубина упрочнения и характер изменения микротвёрдости и отражательной способности вдоль глубины упрочнённого слоя. Установлено, что поверхностная обработка отожженного материала приводит к упрочнению поверхностного слоя. Снижение температуры обработки с 300 до 77 К при соблюдении условий силового подобия режимов обработки приводит к увеличению прочности поверхностного слоя, однако его

глубина заметно уменьшается. Показано, что поверхностная обработка (обкатка) без ультразвука при 77 и 300 К приводит к росту прочностных и снижению пластических характеристик массивных образцов ниобия и железа в интервале 4,2...700 К. Наложение в процессе обкатки ультразвуковых колебаний эффективно способствует развитию релаксационных процессов в пластически деформируемых поверхностных слоях и формированию более равновесного структурного состояния, что сопровождается частичным восстановлением этих характеристик, а в случае обкатки ниобия при 77 К даже заметному росту пластичности. Установлено, что данные по отражательной способности металлов, полученные методом ИК-спектроскопии, коррелируют с данными по микротвердости и позволяют эффективно контролировать уровень дефектности и степень упрочнения после поверхностных обработок, а при измерениях толщины упрочненного слоя этот метод более точен.

Литература

1. В.П. Алехин. *Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материала*. М.:«Наука», 1983, с.280.
2. А.В. Кулемин. *Ультразвук и диффузия в металлах*. М.:«Металлургия». 1978, с.198.
3. И.Е. Лексина. Оптические свойства и электронные характеристики ниобия и его сплава с титаном. // *Труды ФИАН*. 1974, т.72, с.150 – 207.
4. И.А. Гиндин, Э.Н. Метолитиди, Л.А. Чиркина, Б.А. Хинкис. Отражательная способность в ИК области спектра Nb и Fe, деформированных двойникованием // *Украинский физический журнал*. 1989, т.34, №10, с. 1530 - 1534.

5. И.А. Гиндин, Л.А. Чиркина, Э.Н. Метоледи. *Оптические свойства и дефектная структура кристаллических тел*: Обзор. М.: «ЦНИИАтоминформ», 1989, с. 28.