

**Ю.М. Подрезов, д.ф.-м.н.**

**М.І. Даниленко, к.ф.-м.н., с.н.с.**

*Інститут проблем матеріалознавства НАН України*

## **ОСОБЛИВОСТІ ФОРМУВАННЯ НАНОСТРУКТУРИ ПРИ ПОВЕРХНЕВОМУ ДЕФОРМУВАННІ СТАЛІ 65 Г**

*У статті розглянуто проблему структуроутворення в приповерхневих шарах сталі після накочування. Встановлено, що в тонкому шарі на глибині до 200 нм формується надзвичайно дисперсна деформаційна наноструктура з розміром зерна в 20 нм. Причиною такого диспергування є наявність домішок, що стримують рух дислокацій поблизу поверхні зразка.*

**Вступ.** Нові технології модифікування і диспергування структури поверхневих шарів (Surface mechanical attriction, SMA), засновані на обробці поверхні методами інтенсивного деформування. Ці технології базуються на фізичних принципах формування структури при високоенергетичному механічному впливі на матеріал. Особливість такої обробки полягає в тому, що поверхневі шари крупнозернистого матеріалу при високоенергетичному механічному впливі перетворюються в наноструктурні утворення без зміни фазового складу. Лу зі співробітниками в [1] продемонстрував можливості створення такої структури при вібраційній обробці поверхні армко-заліза кулями з частотою 20–50 кГц. У результаті такої обробки був досягнутий розмір структурних елементів у приповерхневому шарі 10–100 нм. Матеріал приповерхневого шару мав високу твердість, що у 2–3 рази перевищував твердість грубозернистого матеріалу. У роботах з Юрковой і Білоцьким [2] було показано, що при високошвидкісному терті армко-заліза в атмосфері аміаку утвориться шар з мілкодисперсної структурою (розмір зерна 20 нм) товщиною 100 мкм, що має твердість 8000 МПа при твердості матеріалу основи 2000 МПа. Аналогічне диспергування структури знайшли Ляпунов і Дзюбенко після вакуумного розмелу порошку заліза протягом 60 годин [3].

Відомим практичним наслідком процесу поверхневого зміцнення є ефект зношування поверхні залізничних рейок. Це явище детально проаналізовано багатьма авторами. Було встановлено, що поверхневий шар містить прошарки з різною структурою. Останні дослідження довели, що зміцнений поверхневий шар рейок має нанокристалічну неоднорідну структуру і містить розчинені карбіди [4].

Усі перераховані приклади свідчать про принципову можливість створення нанокристалічних шарів на поверхні матеріалу при деформуванні, однак використовувані авторами технології не придатні для промислової обробки матеріалів.

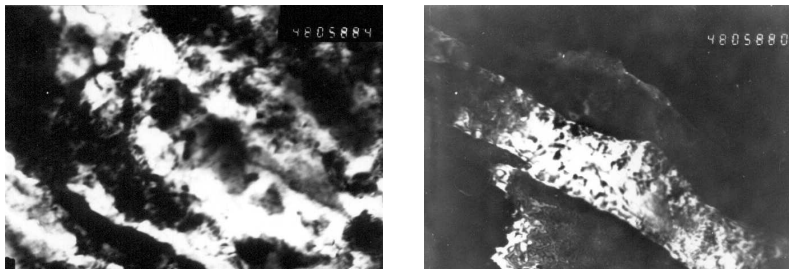
При реалізації умов чистого зсуву матеріал може накопичувати велику деформацію і формувати нанокристалічну структуру деформаційного походження. Нажаль, недолік простої схеми чистого зсуву полягає в тому, що її важко реалізувати через неможливість твердого закріплення зразка торцевими зачепами. На практиці ця проблема вирішується використанням спеціальних схем деформування: пресуванням під кутом [5–6] чи екструзією із крутінням [7].

З погляду практичного використання більш перспективними є розроблені в ІНМ НАН України [8] технології інтенсивного холодного пластичного деформування поверхневих шарів матеріалу. Серед них найбільш привабливим є метод асиметричного пластичного деформування – деформуючого протягування отворів та методи поверхневого накочування матеріалу. Ці технології вдало поєднують у собі оригінальне технічне рішення створення каліброваних отворів і обробки зовнішніх поверхонь сучасними методами обробки металів тиском з унікальними можливостями керування структурою матеріалу в приповерхневих шарах за рахунок реалізації умов інтенсивної зсувної деформації. У схемах протягування та накочування умова зсуву реалізується в приповерхневих шарах, причому інтенсивність зсувних деформацій змінюється при варіюванні технологічними параметрами обробки й умовами тертя в контакті.

**Метою роботи** було дослідження закономірностей диспергування структури та механічних властивостей приповерхніх шарів трубних зразків сталі при поверхневому накочуванні.

**Основна частина.** Структурні дослідження показали, що в деформованому шарі виникає деформаційна коміркова структура, розмір структурних елементів якої можна співставити з аналогічною деформаційною структурою компактних зразків матеріалів на основі заліза. На рис. 1 наведено характерну деформаційну субструктуру, яка існує приблизно на глибині 200 мкм від поверхні сталі 65 Г.

Прицизійне вивчення структури та механічних властивостей показало, що у приповерхневому шарі (товщиною приблизно 2 мкм) існує надмілка коміркова структура, що має надзвичайно високу твердість.



*а)*

*б)*

*Рис. 1. Електронна мікроскопія деформаційної субструктури приповерхнього шару зразка сталі 65Г після накочування:*

*а) світле поле, б) темне поле*

Дослідження твердості виконувалось методом безперервного занурювання індентора безпосередньо в деформовану поверхню. На рисунку 2 представлені характерні криві мікроіндентування: деформованої поверхні зразка – крива 1, полірованої поверхні до глибини 50 мкм – крива 2, і поверхні зразка після механічного різання – крива 3. Характер кривих указує на те, що зразки після накочування мають високу твердість. Звертає увагу на себе те, що перша крива демонструє яскраво виражений сплеск значення мікротвердості при малих глибинах проникнення на 1 мкм (рис. 3). Виявлений ефект можна пояснити наявністю тонкого деформованого шару з наддисперсною наноструктурою.

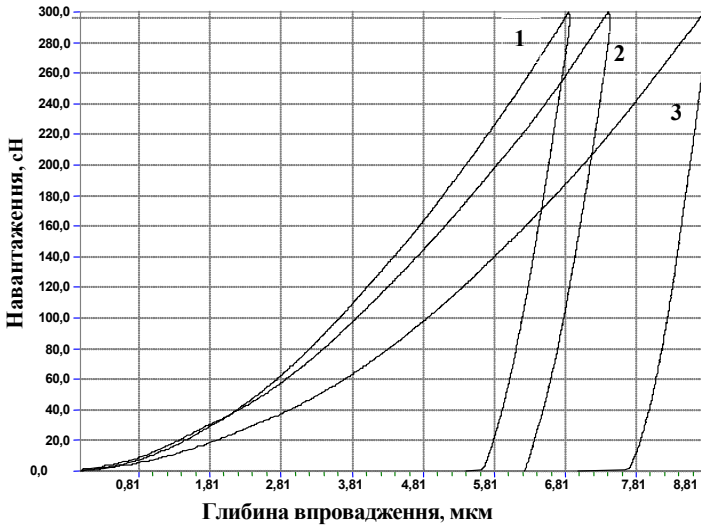


Рис. 2. Діаграми „навантаження – глибина впровадження”:  
1 – після вигладжування; 2 – після обробки різцем;  
3 – після електрополірування

Для встановлення причин такої механічної поведінки були проведені структурні дослідження на трансмісійному електронному мікроскопі великої розподільної здатності. Для виготовлення зразка для трансмісійної електронної мікроскопії використовувалась спеціальна техніка. Циліндричний зразок формувался з двох половинок, що контактували деформованими поверхнями. Цей складений циліндр фіксувався у закріплювальному кільці діаметром 3 мм. Початкова висота циліндру складала 1,5 мм. Циліндр шліфувався разом із закріплювальним кільцем до товщини 0,1 мм. Після цього у центрі зразка за допомогою „димплера” формувалась центральна лунка, мінімальна товщина якої складала 0,03 мм. Після цього зразок оброблявся іонним бомбардуванням до створення центрального отвору. Як наслідок, найтонша ділянка зразка формувалась безпосередньо в приповерхневому шарі.

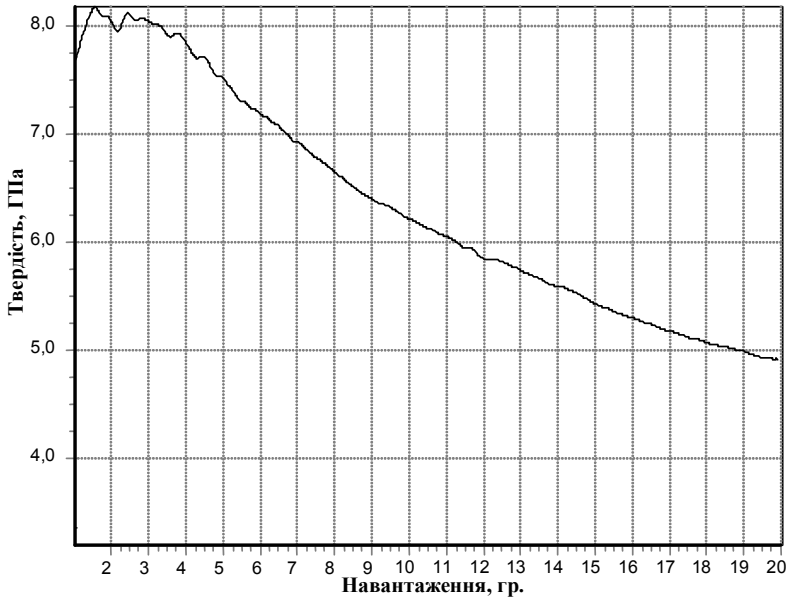


Рис. 3. Залежність мікротвердості від навантаження в зміцненому поверхневому шарі сталі 65 Г

Результати дослідження мікроструктури за допомогою трансмісійного електронного мікроскопу наведені на рисунку 4. На мікрофотографії чітко видно дві зони деформаційної структури: внутрішня з розміром структурних елементів  $\sim 200$  нм та приповерхнева зона з розміром структурних елементів 20–40 нм. Приповерхнева зона має глибину  $\sim 1$  мкм, що добре збігається з розміром зони підвищеної твердості.

Наявність надмілкої наноструктури в приповерхневому шарі можна пояснити впливом елементів проникнення на механізм структуроутворення в приповерхневому шарі матеріалу. В цьому випадку доцільно констатувати позитивну роль домішок в структуроутворенні нанодисперсної деформаційної субструктури. Позитивний вплив домішок на структуроутворення в наноматеріалі та на формування механічних властивостей розглянутий в роботі [9].

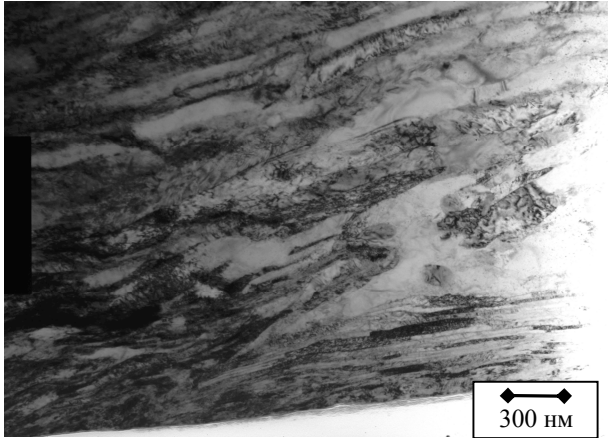


Рис. 4. Градієнтна структура приповерхневого шару сталі 65 Г

Оскільки отримані значення твердості можуть бути співставлені з розмірами структурних елементів, визначених з рисунку 9, можна скориставшись рівнянням Хольта  $\sigma_s = \sigma_0 + kd^{-1}$  і співвідношенням між твердістю і границею текучості для деформованих матеріалів  $H_v = 3\sigma_s$  побудувати графік структурної чутливості границі текучості дослідженого класу матеріалу. Співставляючи експериментальні значення з відомою залежністю Томпсона для структурної чутливості деформованих сплавів на основі заліза можна стверджувати, що запропонований варіант аналізу механічних властивостей сильно деформованого приповерхнього шару дозволяє добре узгодити структурні параметри з механічними властивостями визначеними методом безперервного втілення.

Різкий перехід між деформованими шарами, на нашу думку є прямим доказом концепції корисних домішок. З огляду на низьку температуру деформації і відносно нетривалий час процесу накатки, можна поставити у відповідність глибині поверхневого шару область дифузійної зони в яку проникають елементи занурення, рухаючись уздовж деформаційних границь. У цьому випадку при аналізі процесу структуроутворення варто додатково враховувати взаємодію дислокацій із домішковими елементами, що обмежують їхню рухливість.

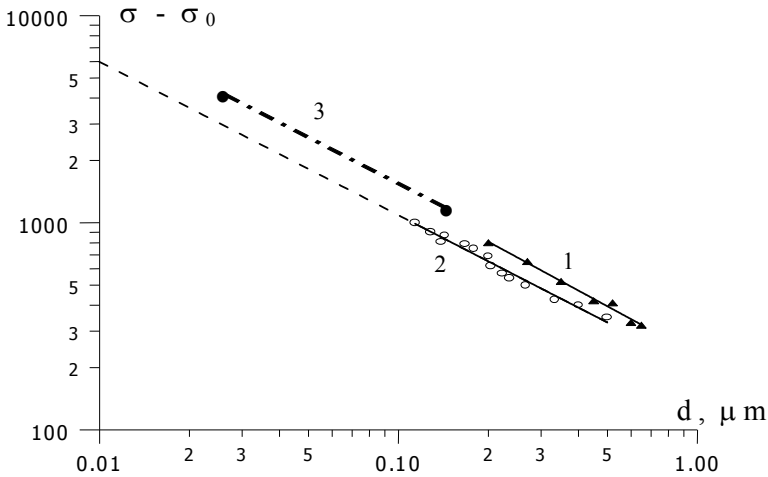


Рис. 5. Залежність границі текучості від розміру зерна для заліза:  
1 – екструзія, 2 – РКК пресування; 3 – після протягування

Ця задача вирішувалась нами в роботі [10] де за допомогою дислокаційної моделі розраховувалась мінімальна відстань, на якій не відбувається взаємодія між дислокаційними стінками.

Наявність надмілкої наноструктури в приповерхневому шарі можна пояснити впливом елементів проникнення на механізм структуроутворення в приповерхневому шарі матеріалу. В цьому випадку доцільно констатувати позитивну роль домішок в структуроутворенні нанодисперсної деформаційної субструктури. Позитивний вплив домішок на структуроутворення в наноматеріалі та на формування механічних властивостей розглянутий нами в роботі [9].

В цій роботі було показано, що при взаємодії двох дислокаційних стінок (рис. 6) на дислокацію  $a$  діє напруга, що притягує її до середини між дислокаційними стінками (рис. 7).

Таке ж напруження діє на дислокацію із стінки 2. Таким чином, якщо напруга при  $\pm L_0/2$  більша за силу тертя ґратки, дислокації на кінцях стінок будуть рухатися до середини і зшиватися як «блискавка».

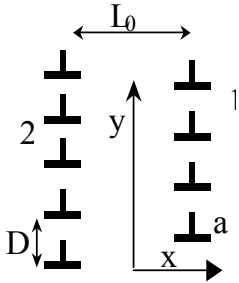
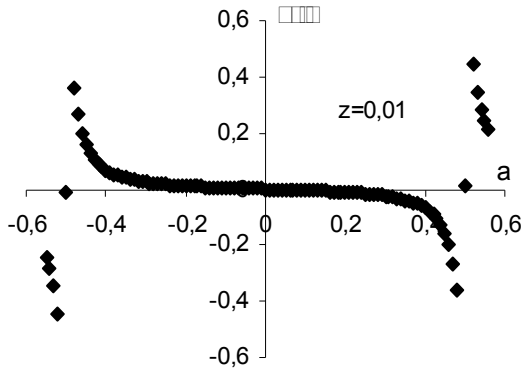
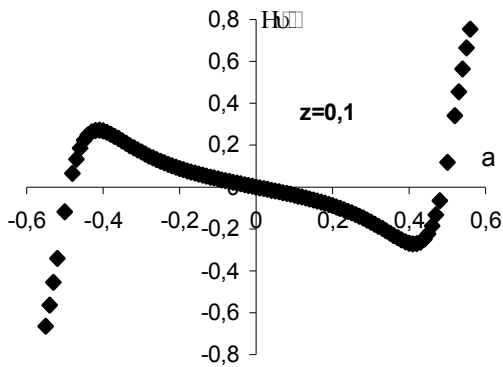


Рис. 6. Взаємодія між двома напівнескінченними стінками нахилу



а)



б)

Рис. 7. Сумарне напруження на пробній дислокації *a* в одиницях

$$\mu = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)D} : \text{а) } z = 0,01, \text{ б) } z = 0,1$$



Випадок, коли стінки вже почали зшиватися представлений на рисунку 8, а сумарна напруга діюче на пробну дислокацію в такому випадку на рисунку 9. Зазначимо, що стінка 3 вважається нескінченною.

Легко показати, що, якщо стінка не буде нескінченною, характер залежностей буде аналогічним, лише незначно змінюватися абсолютні значення напруги. Якщо стінки почнуть «зшиватися» (тобто дислокації вийдуть з положення рівноваги) цей процес не можна зупинити.

Таким чином, якщо стінки розташовані ближче деякої критичної відстані вони зшиються перетворившись в одну. При цьому буде виконуватися співвідношення:

$$\sigma_{xy} \Big|_{x=\pm L_0/2} > \sigma_{tr} \quad (1)$$

де  $\sigma_{tr}$  – сила тертя.

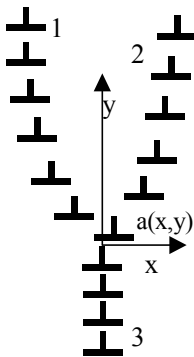
$$\sigma_{x'y'} \Big|_{x'=\pm L_0/2} \cong \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)D} \left[ \frac{z^3}{z^4 + z^2} \right] \cong \frac{\mu bz}{2\pi(1-\nu)D} > \sigma_{tr} \quad (2)$$

З огляду на те, що  $z = y/L_0$  і  $y = D$ , звідки  $z = D/L_0$ , одержуємо:

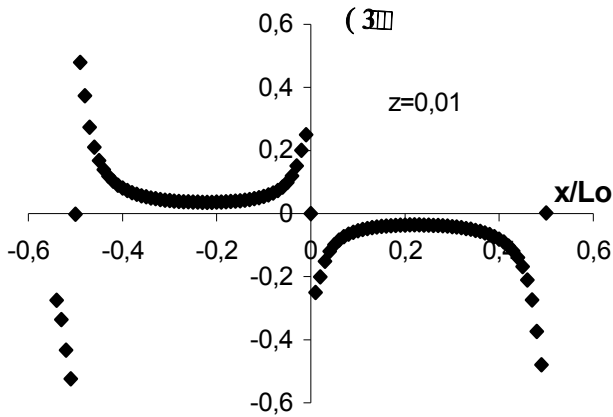
$$\frac{Gb}{2\pi(1-\nu)L_0} > \sigma_{tr} \quad (3)$$

З цієї нерівності одержуємо співвідношення між напругою тертя гратки і мінімальною відстанню між стінками:

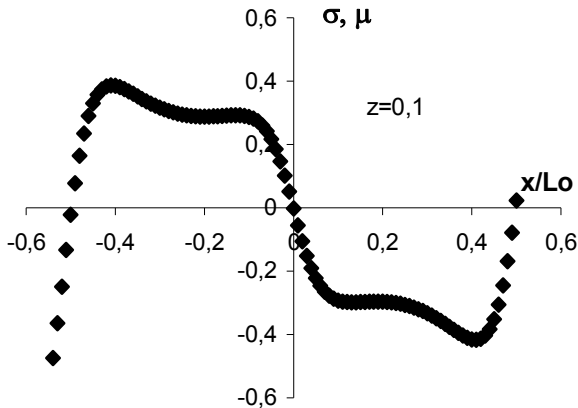
$$L_0 = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)\sigma_{tr}} \quad (4)$$



*Рис. 8. Дислокаційні стінки в процесі «зшивання»*



a)



б)

Рис. 9. Загальна напруга від стінок в одиницях  $\mu = \frac{Gb}{2\pi(1-\nu)D}$  :

a)  $z = 0,01$ ; б)  $z = 0,1$

Різка зміна напруги поблизу положення рівноваги ( $x/L_0 = \pm 0,5$ ) вказує на особливу роль моменту старту дислокації, оскільки саме початковий зсув дислокації визначає наступний процес «зшивання». Тому, основним фактором, що визначає значення  $\sigma_{tr}$

повинна бути напруга Пайерлса, що характеризує вихід дислокацій з потенційної ями чи інші фактори які стримують початковий зсув дислокації з положення рівноваги. Серед них чинників особливо відзначимо роль елементів упровадження, здатних істотно змінити форму потенційного бар'єра.

Наприклад, підставляючи в рівняння 4 значення:  $G=90$  ГПа,  $b=0,28$  нм,  $\nu=0,28$ , при  $\sigma_{tr}=10$  МПа для заліза технічної чистоти одержуємо значення  $L_0 = 0,5$  мк, що добре згоджується з розмірами комірок, які спостерігаються у цьому матеріалі експериментально [10].

Якщо границі комірок збагачені сегрегацією домішок, то напруження гальмування  $\sigma_{tr}$ , виникаюча за рахунок атомів упровадження поблизу дислокації, згідно [10], лінійно залежить від концентрації домішок  $c_0$ .

Якщо сегрегація домішок мала, ця напруга  $\sigma_{tr} \approx 10^{-5}Gb$  приблизно дорівнює напруженню Пайерлса, але у випадку збільшення концентрації домішок ця напруга може збільшуватися в десятки разів. При наявності в границях комірок домішкових сегрегацій описаний ефект повинен сприяти різкому зменшенню розміру структурного елемента в деформованих матеріалах. Таке зменшення ми дійсно спостерігали експериментально в приповерхніх шарах малолегованою сталі, деформованої протягуванням.

Таким чином, розрахунок взаємодії між стінками показав, що при виході з положення рівноваги, сили гальмуючі рух дислокацій різко знижуються. Тому силові фактори, що визначають початковий зсув дислокацій з положення рівноваги найбільше істотно впливають на розміри структурних елементів у деформованих матеріалах.

#### **Висновки:**

1. Технологія накочування дозволяє отримати градієнтний наноструктурований шар загальний розмір якого складає  $\sim 500$  мкм. Розмір комірок в межах цього шару змінюється в діапазоні 100–300 нм. В приповерхневій зоні ( $\sim 1$  мкм), де істотним є вплив домішок, розмір нанозерен складає 20–40 нм.

2. Процесом структуроутворення та властивостями наноструктурованих матеріалів деформаційного походження можна керувати методами раціонального легування. Позитивна роль домішок проявляється в зміцненні міжкристалітних границь за рахунок заміщення елементів з меншою енергією зв'язку на елементи з більшої енергії зв'язку. Насичення розпушених ділянок границь елементами домішок підвищує їхню локальну щільність і як наслідок сприяє збільшенню твердості.

**ЛІТЕРАТУРА:**

1. *Lu K., Lu J.* Nanostructure surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition // Mater. Sci. & Eng. A. – 2003. – P. 118-131.
2. *Belocky A. V., Yurcova A. I.* Strengthening of steel by friction in nitrogen atmosphere // Technology and Product Organization – 1988. – N2. – P. 40-43.
3. *Dzubenko A.I., Lapunov A.P., Radomiselsky I.D.* High strength carbon steels with hereditary fine crystalline structure // Powder metallurgy. – 1986. – N9. P. 43-48.
4. *Lojkowski W., Djahanbakhsh M., Burkle G., Gierlotka S., Zielinski W., Fecht H.-J.* Formation of nanocrystalline iron – carbon alloy on the surface of railway rails // Mater. Sci. Eng. – 2001. – A303. – P. 197-213.
5. *Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И., Павлик Д.А., Мальшев В.Ф.* // Минск: Наука и техника. – 1994. – 314с.)
6. *Kopilov V.I.* Investigation and Application of Severe Plastic Deformation // Proc. of NATO ARW. –Moscow, Russia. – 1999. – P. 312-327.
7. *Beygelzimer Y., Varyukhin V., Orlov D., Efros B., Salimgareyev A., Stolyarov V.* // Processing and structure Washington. – 2002. – P. 137-142.
8. *Розенберг О. А., Цеханов Ю. А., Шейкин С. Е.* Технологическая механика деформирующего протягивания // Гос. технол. акад. – Воронеж. – 2001. - 203 с.
9. *Фирстов С. А., Подрезов Ю. Н., Даниленко Н. И.* Концепция «вредных» и «полезных» примесей в структурной инженерии границ раздела наноматериалов// НАНАСИС. – 2004. – С. 67-68.
10. *Борисовская Е.М., Подрезов Ю.Н.* Анализ условий аннигиляции дислокационных скоплений // Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении: сб. статей. – Киев: ИПМ НАНУ, 2005. – вып. 7. – С. 99-108.

ПОДРЕЗОВ Юрій Миколайович – доктор фізико-математичних наук, завідувач відділу фазових перетворень Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України.

Наукові інтереси:

– фізика міцності та пластичності матеріалів.

ДАНИЛЕНКО Микола Іванович – кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України.

Наукові інтереси:

– структурні дослідження методом трансмісійної електронної мікроскопії.

Подано 09.09.2011

