

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Національний університет кораблебудування
імені адмірала Макарова

**О. М. ДУБОВИЙ, А. А. КАРПЕЧЕНКО,
М. М. БОБРОВ, Т. О. МАКРУХА**

**ПІДВИЩЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ
ВЛАСТИВОСТЕЙ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ
ТА НАПИЛЕНИХ ПОКРИТТІВ
ФОРМУВАННЯМ ПОЛІГОНІЗАЦІЙНОЇ
НАНОМАСШТАБНОЇ СУБСТРУКТУРИ**

Монографія

Рекомендовано Вченою радою НУК



ВИДАВНИЦТВО
НАЦІОНАЛЬНОГО УНІВЕРСИТЕТУ
КОРАБЛЕБУДУВАННЯ
ІМ. АДМІРАЛА МАКАРОВА

2023

УДК 531.8(075.8)

П58

Автори:

О. М. Дубовий, доктор технічних наук, професор, заслужений працівник народної освіти України;

А. А. Карпеченко, кандидат технічних наук, доцент;

М. М. Бобров, кандидат технічних наук, докторант НУК;

Т. О. Макруха, кандидат технічних наук, асистент

Рецензенти:

В. Ф. Квасницький, доктор технічних наук, професор;

О. М. Сизоненко, доктор технічних наук, професор

*Рекомендовано Вченою радою НУК ім. адм. Макарова
(протокол № 1 від 28.01.2022 р.)*

Підвищення фізико-механічних властивостей металів і сплавів та напилених покриттів формуванням полігонізаційної наномасштабної субструктури : монографія / О. М. Дубовий, А. А. Карпеченко, М. М. Бобров, Т. О. Макруха. – Миколаїв : НУК, 2023. – 192 с.

ISBN 978-966-321-452-8

Проаналізовано стан і обґрунтовано можливість підвищення фізико-механічних властивостей металів, сплавів і напилених покриттів передрекристалізаційною термічною обробкою.

Призначено для інженерно-технічних працівників машинобудування, студентів-магістрів, аспірантів і докторантів спеціальності «Матеріалознавство».

УДК 531.8(075.8)

© Дубовий О. М., Карпеченко А. А.,
Бобров М. М., Макруха Т. О., 2023

© Національний університет кораблебудування
імені адмірала Макарова, 2023

ISBN 978-966-321-452-8

ЗМІСТ

Анотація.....	9
Annotation.....	11
Вступ.....	13
1. ПОЛІГОНІЗАЦІЯ ЯК ПРОЦЕС ЗДРІБНЕННЯ СУБСТРУКТУРИ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ.....	17
1.1. Структура та її вплив на фізико-механічні власти- вості матеріалів.....	17
1.2. Процеси, що протікають при нагріванні холодно- деформованих матеріалів.....	20
1.3. Особливості формування полігонізаційної суб- структури.....	24
1.4. Можливості формування полігонізаційної нано- масштабної субструктури у деформованих матеріалах.....	26
2. ВПЛИВ ПЕРЕДРЕКРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДЕФОРМОВАНИХ МЕТАЛІВ.....	31
2.1. Вплив ступеня деформації, температури і часу витримки при передрекристиалізаційній термічній обробці на твердість металів.....	32
2.2. Вплив передрекристиалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості технічно чистого заліза.....	43
2.3. Дослідження мікроструктури пластично деформо- ваного технічно чистого заліза до і після передрекристиалі- заційної термічної обробки.....	48
2.4. Вплив передрекристиалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості кольорових сплавів.....	53

2.5. Можливості стабілізації полігонізаційної суб- структури сплаву Д16.....	57
3. ПІДВИЩЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СТАЛЕЙ ФОРМУВАННЯМ ПОЛІГОНІЗАЦІЙНОЇ НАНОМАСШТАБНОЇ СУБСТРУКТУРИ.....	63
3.1. Вплив тривісної деформації на ефект підвищення твердості технічно чистого заліза при передрекристаліза- ційній термічній обробці.....	63
3.2. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на показники міцності технічно чистого заліза, вуглецевих і легованих сталей.....	69
3.3. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на демпфірувальні характеристики сталей.....	71
3.4. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізичні властивості сталей.....	74
4. ВПЛИВ КОМБІНОВАНОГО ДЕФОРМУВАННЯ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА СТРУКТУРУ СТАЛЕЙ.....	91
4.1. Вплив комбінованої деформації.....	91
4.2. Вплив вуглецю на твердість комбіновано- деформованих сталей.....	103
4.3. Вплив легувальних елементів на твердість комбі- новано-деформованих сталей.....	106
4.4. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості сталей.....	109
4.5. Вплив комбінованого деформування на твердість технічно чистого нікелю.....	113
4.6. Вплив технологічних факторів передрекристалі- заційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза та вуглецевих сталей.....	116
4.7. Вплив комбінованого деформування на розмір областей когерентного розсіювання.....	121
4.8. Вплив комбінованого деформування на відносну кількість нанорозмірних субзерен технічно чистого заліза та сталей.....	134

4.9. Вплив комбінованого деформування на середній кут розорієнтування субзерен технічно чистого заліза та вуглецевих сталей.....	135
4.10. Вплив комбінованого деформування на щільність дислокацій технічно чистого заліза та вуглецевих сталей.....	136
4.11. Порівняльний аналіз можливості підвищення твердості за допомогою передрекристалізаційної термічної обробки з відомими аналогами.....	137
4.12. Аналіз можливості підвищення твердості сталей гартуванням з високим відпуском та деформуванням наступною передрекристалізаційною термічною обробкою.....	139
4.13. Порівняльний аналіз традиційної технології виготовлення пружин із запропонованою обробкою.....	142
5 ПІДВИЩЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ НАПИЛЕНИХ ПОКРИТТІВ ФОРМУВАННЯМ ПОЛІГОНІЗАЦІЙНОЇ НАНОМАСШТАБНОЇ СУБСТРУКТУРИ.....	144
5.1. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості електродугових покриттів.....	146
5.2. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості плазмових покриттів.....	150
5.3. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості газополумєневих покриттів.....	162
5.4. Дослідження можливості стабілізації полігонізаційної субструктури у напилених покриттях та її вплив на їх властивості.....	167
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	182

CONTENTS

Annotation.....	11
Abstract.....	13
1 POLYGONIZATION AS A PROCESS OF CRUSHING THE SUBSTRUCTURE OF METALS AND ALLOYS.....	17
1.1 Structure and its influence on physical and mechanical properties of materials.....	17
1.2 Processes that occur when heating cold-formed materials.....	20
1.3 Features of the formation of the landfill substructure.....	24
1.4 Possibilities of formation of polygonization nanoscale substructure in deformed materials.....	26
2 INFLUENCE OF PRE-CRYSTALLIZATION HEAT TREATMENT ON PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF DEFORMED METALS.....	31
2.1 Influence of the degree of deformation, temperature and holding time during pre-recrystallization heat treatment on the hardness of metals.....	32
2.2 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of technically pure iron.....	43
2.3 Investigation of the microstructure of plastically deformed technically pure iron before and after pre- recrystallization heat treatment.....	48
2.4 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of non-ferrous alloys.....	53
2.5 Possibilities of stabilization of polygonization substructure of D16 alloy.....	57

3 INCREASING THE PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF STEELS BY FORMING POLYGONIZATION NANOMASCULAR SUBSTRUCTURE.....	63
3.1 Influence of three-axis deformation on the effect of increasing the hardness of technically pure iron during pre-recrystallization heat treatment.....	63
3.2 Influence of pre-recrystallization heat treatment on the strength of technically pure iron, carbon and alloy steels.....	69
3.3 Influence of pre-recrystallization heat treatment on damping characteristics of steels.....	71
3.4 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical properties of steels.....	74
4 INFLUENCE OF COMBINED DEFORMATION ON PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES AND STRUCTURE OF STEEL.....	91
4.1 Influence of combined deformation.....	91
4.2 Influence of carbon on the hardness of combined deformed steels.....	103
4.3 Influence of alloying elements on the hardness of combined deformed steels.....	106
4.4 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of steels.....	109
4.5 Influence of combined deformation on the hardness of technically pure nickel.....	113
4.6 Influence of technological factors of pre-recrystallization heat treatment on the hardness of technically pure iron and carbon steels.....	116
4.7 Influence of combined deformation on the size of coherent scattering regions.....	121
4.8 Influence of combined deformation on the relative number of nanosized subgrains of technically pure iron and steels.....	134
4.9 Influence of combined deformation on the average misorientation angle of subgrains of technically pure iron and carbon steels.....	135

4.10 Influence of combined deformation on dislocation density of technically pure iron and carbon steels.....	136
4.11 Comparative analysis of the possibility of increasing the hardness by pre-recrystallization heat treatment with known analogues.....	137
4.12 Analysis of the possibility of increasing the hardness of steels by hardening with high tempering and deformation followed by pre-recrystallization heat treatment.....	139
4.13 Comparative analysis of traditional technology for the manufacture of springs with the proposed.....	142
5 IMPROVEMENT OF PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF SPRAYED COATINGS BY FORMATION OF POLYGONIZATION NANOMASTABLE SUBSTRUCTURE.....	144
5.1 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of electric arc coatings.....	146
5.2 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of plasma coatings.....	150
5.3 Influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of gas-flame coatings.....	162
5.4 Investigation of the possibility of stabilization of the landfill substructure in sprayed coatings and its impact on their properties	167
REFERENCES.....	182

АНОТАЦІЯ

У монографії проаналізовано стан і обґрунтовано можливість підвищення фізико-механічних властивостей металів, сплавів і напилених покриттів передрекристалізаційною термічною обробкою. Доведено, що короткочасна витримка при температурі первинної рекристалізації приводить до суттєвого підвищення фізико-механічних властивостей, зокрема твердості, металів, сплавів і напилених покриттів завдяки здрібненню субструктури до наномасштабного стану. При цьому як приклад у технічно чистого заліза зафіксована достатня пластичність при високій міцності. Визначено вплив деформаційно-термічних факторів на структуру, розмір і кути розорієнтування субзерен, відносну кількість наномасштабних елементів після передрекристалізаційної термічної обробки сталей і напилених покриттів. Визначено вплив комбінованої деформації сталей і додаткової деформації напилених покриттів на фізико-механічні властивості. Зазначено шляхи підвищення термічної стійкості полігонізаційної наномасштабної субструктури сталей і напилених покриттів. Наведено приклади практичного застосування передрекристалізаційної термічної обробки для формування наномасштабної субструктури. Даний матеріал складено завдяки роботі авторів на кафедрі «Матеріалознавство і технологія металів» Національного університету кораблебудування імені адмірала Макарова (м. Миколаїв), а також

завдяки викладанню лекцій у *Jiangsu University of Science and Technology* (КНР).

Монографія призначена для інженерно-технічних працівників у галузі машинобудування, які займаються технологією і застосуванням якісних металевих виробів, напиленних покриттів, а також для студентів-магістрів, аспірантів і докторантів спеціальності «Матеріалознавство».

ANNOTATION

The monograph analyzes the state and substantiates the possibility of improving the physical and mechanical properties of metals, alloys and sprayed coatings by pre-recrystallization heat treatment. It is proved that short-term exposure at the temperature of primary recrystallization leads to a significant increase in physical and mechanical properties, in particular hardness, metals, alloys and sprayed coatings due to the grinding of the substructure to nanoscale. In this case, as an example of technically pure iron recorded sufficient ductility at high strength. The influence of deformation-thermal factors on the structure, size and angles of disorientation of subgrains, the relative number of nanoscale elements after pre-recrystallization heat treatment of steels and sprayed coatings is determined. The influence of combined deformation of steels and additional deformation of sprayed coatings on physical and mechanical properties is determined. Ways to increase the thermal stability of the polygonization nanoscale substructure of steels and sprayed coatings are indicated. Examples of practical application of pre-recrystallization heat treatment for the formation of nanoscale substructure are given. The sequence and content of the presented material were formed thanks to the work of the authors at the Department of Materials Science and Technology of Metals of the National University of Shipbuilding (Mykolaiv), as well as

lectures at the University and Jiangsu University of Science and Technology (China).

For engineering and technical workers in the field of mechanical engineering, who are engaged in technology and application of high-quality metal products, sprayed coatings and for master students, graduate students, doctoral students majoring in “Materials Science”.

ВСТУП

Сучасне високотехнологічне виробництво потребує нових матеріалів з унікальними властивостями. Застосування їх у конструкціях визначається співвідношенням між міцністю і пластичністю. Металеві матеріали мають найпривабливіші з точки зору практичної доцільності співвідношення [1]. Приріст міцнісних властивостей в останні роки забезпечується в основному за рахунок цілеспрямованого формування здрібненої мікро- і нанокристалічної структури [2; 3].

Подрібнення зеренної (субзеренної) структури до нанокристалічного (НК) стану здійснюють переважно найпоширенішими методами інтенсивної пластичної деформації (ІПД). Результати досліджень властивостей міцності та пластичності металів і сплавів після ІПД свідчать про можливість їх збільшення і регулювання при переході в НК стан [3–6]. Систематичні дослідження [8] показують, що процес здрібнення зерен (фрагментація) при холодній пластичній деформації починається у металах при ступенях дійсної деформації $e \geq 0,2 \dots 0,3$, а при $e = 3 \dots 4$ вміст таких фрагментів стає більшим, ніж крупних областей. У дослідженні [6] встановлено, що для отримання НК стану в α -залізі при ІПД тертям необхідно одночасне виконання декількох умов і досягнення високого ступеня дійсної деформації $e \geq 10$.

До методів ППД належать інтенсивна пластична деформація крученням під високим тиском і рівноканальне кутове пресування (РККП) [3; 4], яке найбільш широко застосовується та має різновиди, деформування тертям [5; 6; 8; 9] та метод всебічного кування (пресування) [10; 11]. У роботі [12] всебічне ізотермічне кування подається як один із основних і ефективних методів наноструктурування масивних (до 50 кг) виробів. Цей метод полягає у міжкритичній деформації заготовки зі зміною осі навантаження, при цьому на кожному переході за одне осаджування здійснюється деформація на 40...60 %.

Об'ємне наноструктурування методами ППД застосовується у техніці для отримання виробів невеликого розміру (авіаційні кріплення, медичні імпланти, деталі приладів тощо) [3]. Наноструктурування деталей великого розміру методами ППД викликає значні технічні та технологічні труднощі і не є економічно доцільним. Основна частина цих методів не доведена до практичного застосування.

Автор [12] зауважує, що задача створення ефективного пристрою ППД, який забезпечить отримання з малою трудомісткістю масивних наноструктурованих заготовок і виробів з підвищеними властивостями, буде, без сумніву, актуальною ще довготривалий час.

Розроблені і використовуються способи механотермічної і термомеханічної обробки, що дозволяють підвищити якість прокатних і кованих виробів шляхом формування переважно полігонізаційної субструктури [13–16]. Для формування полігонізаційної субструктури використовується і фазовий наклеп (подвійне гартування) [17]. Ці способи забезпечують підвищення міцнісних характеристик хромонікелевих сталей на 20...60 % [18]. Отримання полігонізаційної субструктури у високовуглецевих сталях за допомогою високотемпературної термомеханічної обробки (ВТМО)

при 1050 °С забезпечує підвищення міцності на 17...30 %, ударної в'язкості в 1,8...2 рази [16]. Динамічна збиральна полігонізація, яка реалізується у процесі ВТМО, забезпечує формування субзерен розмірами 3...5 мкм [17; 18], подвійне гартування і відпуск при 600...650 °С – 0,8...1 мкм і підвищену корозійну стійкість [16]. Крім того, полігонізаційна субструктура ускладнює рух дислокацій у процесі повзучості [19].

В останні роки значного поширення набули процеси напилення багатофункціональних покриттів, які надають можливість суттєво скоротити витрати дефіцитних матеріалів, підвищити якість та надійність машин, обладнання тощо. Подальше підвищення функціональних властивостей напилених покриттів наноструктуруванням має вагоме народногосподарське значення.

Існує декілька способів отримання покриттів з наноструктурними елементами: напилення нанокристалічних і композиційних порошків з нанокристалічною фазою [21; 22], формування наноструктурних зміцнюючих елементів при розпаді аморфної фази [23–26], створення нанокристалічного стану в поверхневому шарі ультразвуковою і комбінованими обробками [27; 28]. Але ці способи мають суттєві недоліки, які пов'язані зі спеціальною трудомісткою підготовкою порошків, потребують модернізації обладнання чи створення нових пристроїв.

Ще у роботі І.А. Одінга [20] вказано, що крім можливостей підвищення міцності металів шляхом зниження щільності дислокацій (нижче $10^6 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$) та їх збільшення (вище 10^8 см^{-2}) на той час намічалась інша можливість – шляхом розподілу статистично розкиданих дислокацій у суворо визначеному порядку. Такий розподіл спостерігається при полігонізації. В наш час ця можливість реалізовується шляхом ПД і різних видів обробки, згаданих вище,

які формують полігонізаційну субструктуру. Але, на наш погляд, можливості такого формування субструктури використовуються далеко не повністю через процеси динамічної і збиральної полігонізації, що мають місце при порівняно тривалому часу витримки за високої температури.

Розроблено способи деформаційно-термічної обробки металів і сплавів [29; 30], які забезпечують підвищення твердості деформованих обтискуванням (>70 %) металів (Ni, Fe) і сплавів (бронзи, сталі) на 25...40 %; напилених покриттів на 30...70 % та зниження теплопровідності на 30 %. Зміст способів полягає у формуванні полігонізаційної субструктури шляхом нагрівання металів та сплавів до температури початку первинної рекристалізації з короткочасною (до 10 хвилин) витримкою та наступного охолодження до температури навколишнього середовища зі швидкістю, яка унеможливорює ріст субзерен. При цьому зафіксовано зменшення областей когерентного розсіювання рентгенівських променів (ОКР), які ототожнюють з розміром субзерна до наномасштабного розміру (після деформації обтискуванням та термообробки, яку назвали передрекристалізаційною).

Кристалічні матеріали і наноматеріали включно можуть бути високоміцними або пластичними, але дуже рідко проявляють ці властивості одночасно. Разом з цим, в останні роки розроблено ряд оригінальних підходів у досягненні високих значень міцності і пластичності наноматеріалів [31].

Встановленню закономірностей формування здрібненої та наномасштабної полігонізаційної субструктури у металах і сплавах та напилених покриттях з високими фізико-механічними властивостями передрекристалізаційним термічним обробленням присвячена ця робота.

1. ПОЛІГОНІЗАЦІЯ ЯК ПРОЦЕС ЗДРІБНЕННЯ СУБСТРУКТУРИ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ

1.1. Структура та її вплив на фізико-механічні властивості матеріалів

Структура (лат. *structura* – будова) – форма, розмір і взаємне розміщення атомів (іонів, молекул), зерен, фаз у матеріалі. Структуру поділяють на макроструктуру і мікроструктуру.

Макроструктура – будова твердого тіла, матеріалу, що виявляється неозброєним оком або при невеликих збільшеннях (до 30 разів). Мікроструктура – структура, яка досліджується за допомогою мікроскопів.

У техніці та побуті використовуються переважно метали і сплави (сталі). Хоча останнім часом частка композиційних матеріалів швидко збільшується. Метали і сплави, структура яких складається з великої кількості зерен (кристалітів), називаються полікристалічними (полікристалами). Кристали довільної форми утворюються після закінчення кристалізації (тверднення), називаються зернами або кристалітами і є елементами внутрішньої будови. Застосуванням спеціальних методів можна здійснити кристалізацію із одного зародка. Такі матеріали називають монокристалічними (монокристалами). В техніці, головним чином, застосовуються полікристалічні матеріали. Властивості цих матеріалів визначаються складом і внутрішньою будовою (мікро-

структурою). Конкретний тип мікроструктури залежить від складу сплаву, величини і виду деформування, термічної і механотермічної обробки та ін. При цьому мікроструктура визначається дефектами в реальній будові металу, в якому характерна наявність великої кількості дефектів, що суттєво впливає на властивості. Дефекти кристалічної будови поділяють за геометричними ознаками на точкові (нульвимірні), лінійні (одновимірні) і поверхневі (двовимірні). До поверхневих дефектів відносять границі зерен і структурних елементів, з яких вони складаються. Границею зерен, а також субзерен називають поверхню, обабіч якої кристалічні ґратки різняться просторовим орієнтуванням. Крім того, до цього типу дефектів відносять дефекти упаковки, що відображають відхилення від регулярного розміщення атомних шарів.

Полікристал складається з великої кількості зерен розміром близько $10^{-1} \dots 10^{-5}$ см. Границі між зернами називають великокутовими, так як кристалографічні напрямлення у суміжних (сусідніх) зернах утворюють кути, що досягають десятків градусів, більше $12 \dots 15^\circ$. Інколи застосовують менше порогове значення аж до 10° . Звично їх опис здійснюють з точки зору дислокаційної теорії. З іншого боку, властивості великокутових границь, розорієнтування яких вище 15° , зазвичай не залежить від розорієнтування.

Товщина границь між зернами складає $5 \dots 10$ атомних діаметрів. Це тонка у порівнянні з розмірами зерна поверхнева зона з максимальним порушенням порядку у розміщенні атомів.

Кожне зерно металу складається із окремих субзерен (блоків), що утворюють субструктуру. Субзерна розорієнтовані відносно один одного на кути менше $12 \dots 15^\circ$ – малокутові границі. Інколи, залежно від кута розорієнтації ґраток, границі поділяють на: малокутові – $\leq 3^\circ$, середньокуткові –

з розорієнтацією від 3 до 15°, великокутові (висококутові) – з орієнтацією більше 15°.

Субзерна мають приблизні розміри $10^{-5}...10^{-6}$ см і утворюють область зерна (кристаліта) довільної форми. Таку внутрішню будову називають ще блочною будовою. Субзерна утворюються при полігонізації завдяки перерозподілу дислокації при нагріванні пластично деформованих моно- і полікристалів. Установлено, що у визначених умовах, наприклад, при вирощуванні монокристала із розплаву, або в окремих зернах полікристала при твердінні часто спостерігають субструктуру декількох порядків. Зерна підрозділяються на фрагменти, що розорієнтовані на декілька градусів, які складаються із субзерен, а ті в свою чергу складаються із блоків мозаїки. Усі субзеренні границі (границі фрагментів і блоків) – малокутові.

Основними елементами мікроструктури, які впливають на властивості, є розмір зерна, особливості субзеренної будови (розмір субзерен, кут їх розорієнтування), характер дислокаційної структури, структура після термічної обробки, кількість, розміри і розміщення дрібних, більш міцніших частинок.

Будова зерен дуже впливає на механічні властивості. Зі здрібненням зерна збільшується поверхня границь зерен, тобто перепони на шляху тріщини, і для її розповсюдження необхідно прикласти більше зусиль. Як наслідок збільшується ударна в'язкість, робота розповсюдження тріщини, тріщиностійкість. Чим дрібніше зерно і чим більш складна субструктура, тим більші показники міцності при високій пластичності. Зменшення розміру субзерна супроводжується збільшенням щільності дислокацій, оскільки границі субзерен дислокаційні, а дислокації розміщені впорядковано і це призводить до суттєвого підвищення твердості і міцності при достатній пластичності. При цьому знижується

теплопровідність, підвищується електроопір тощо. В останні роки розроблено та запроваджено ряд оригінальних підходів у досягненні високих показників міцності і пластичності наноматеріалів. Цей ефект назвали «парадоксом міцності і пластичності» [31].

1.2. Процеси, що протікають при нагріванні холодно-деформованих матеріалів

Перебіг процесів, що протікають при нагріванні холоднодеформованих матеріалів, та результати дослідження їх особливостей детально викладено в монографії [17].

Стан деформованого (наклепаного) металу нерівноважний і при нагріванні приводить до зниження накопиченої енергії, яка створена при наклепі, за рахунок структурних дефектів, тобто до переходу у рівноважний стан. Енергія теплових коливань атомів викликає усунення структурних дефектів шляхом різних елементарних процесів, головним чином шляхом переміщення атомів.

При низьких температурах, коли понижена рухливість атомів, наклеп може зберігатися довгий час. Нагрівання активує рух атомів, створює енергетичні передумови для усунення зміцнення, обумовленого пластичною деформацією.

В залежності від температури у деформованому металі протікають різні процеси: дифузія точкових дефектів, переміщення дислокацій, формування малокутових і великокутових границь та їх міграція. Точкові дефекти дифундують до дислокацій і границь і зникають. Зменшення загальної кількості точкових дефектів відбувається внаслідок їх анігіляції при зустрічі вакансії з міжвузловим атомом.

Перерозподіл дислокацій, результатом якого є формування визначеної певної конфігурації, приводить до зменшення вільної енергії, також супроводжується анігіляцією при зустрічі дислокацій протилежного знаку. Зменшується

густина дислокацій завдяки утворенню нових зерен з великокутовими границями та їх міграції. При цьому істотно зміцнюються механічні властивості, що залежить від елементарних процесів, які протікають у деформованому металі за умов нагрівання: швидкості нагрівання, температури та часу витримку (швидкості охолодження).

Таким чином, при нагріванні деформованого металу протікають різні процеси, спільним для яких є те, що вони приводять до зниження накопиченої енергії, тобто до переходу із нерівноважного стану у рівноважний.

Ці процеси розділяють на дві стадії: повернення (при температурах нижче початку рекристалізації) і рекристалізації (при температурі, що перевищує температуру початку рекристалізації).

Повернення – це сукупність процесів, що підвищують структурну досконалість наклепаного металу без зміни форми і розмірів деформованих зерен. Мова йде про структуру, яку спостерігають під оптичним металографічним мікроскопом. Залежно від характеру процесів повернення виділяють відпочинок і полігонізацію.

Відпочинок характеризується зменшенням концентрації точкових дефектів і перерозподілом дислокацій без утворення нових границь. Щільність дислокацій не змінюється, то ці процеси не впливають на міцність і пластичність. При цьому електроопір помітно зменшується через зменшення щільності точкових дефектів, тому вимірювання електроопору – основний метод дослідження процесів на цій стадії.

Основними механізмами і наслідком процесів, які протікають при відпочинку, є:

- зустріч і анігіляція точкових дефектів (вакансії та міжвузлові атоми);
- утворення скупчень (кластерів) із точкових дефектів одного або різних типів. При наявності атомів домішок

склад цих кластерів ускладнюється за рахунок входжень у них домішкових атомів;

- перетворення точкових дефектів у дислокації та їх накопичення в малокутові і великокутові границі, границі фаз і зовнішні поверхні зразків, що приводить до суттєвого зменшення концентрації точкових дефектів.

Відпочинок – це низькотемпературна стадія підвищення досконалості кристалічної структури наклепаного металу. Точкові дефекти дуже активні, тому їх міграція активна при низьких температурах.

Другий процес, що здійснюється при відпочинку в зоні дещо вищих температур нагрівання ($\sim 0,25T_{пл}$) – локальний перерозподіл дислокацій та їх часткова анігіляція (при зустрічі дислокацій різного знаку). Протікання цих процесів можна зафіксувати і при вищих температурах за короткої витримки. У технічних металах, що містять значну кількість домішок, і в сплавах перерозподіл дислокацій на стадії відпочинку ускладнений закріпленням дислокацій домішковими атомами. Тому для таких матеріалів найбільш характерним при відпочинку є перерозподіл точкових дефектів.

Встановлена особливість кінетики відпочинку, яка проявляється в тому, що рух дислокацій не приводить до появи нових границь і процес не має інкубаційного періоду. Швидкість зміни властивостей відновленого на стадії відпочинку металу обернено пропорційна часу нагрівання і має найбільше значення на початку процесу.

Полігонізація – процес перерозподілу в зернах деформованого металу неупорядкованих дислокацій у більш стійкі конфігурації у вигляді дислокаційних стінок. Ці стінки стають малокутовими границями, які розмежовують субзерна у вигляді полігонів. Полігонізаційна структура

має низьку вільну енергію і тому є термодинамічно стабільною [17].

Для утворення полігонів у реальному металі необхідно не тільки ковзання, а й переповзання дислокацій. Цей процес вимагає більшої енергії активації, ніж локальне переміщення дислокації при відпочинку. Тому полігонізація є більш високотемпературною стадією повернення і спостерігається в зоні температур $(0,27...0,35) \cdot T_{пл}$. Цей діапазон температур дещо умовний, так як залежить від складу сплаву і часу витримки при заданій температурі.

Подальше підвищення температури нагрівання ($> 0,35 \cdot T_{пл}$) прискорює рухомість атомів, що викликає суттєві зміни структури і властивостей металу. При цих температурах розвивається рекристалізація.

Розділяють три стадії рекристалізації: первинну, збиральну і вторинну.

Первинна рекристалізація – утворення і ріст нових рівновісних зерен при нагріванні деформованого металу, які розрізняються великокутовими границями. При цьому майже повністю усуваються внутрішні напруження, а щільність дислокацій зменшується з $10^{11}...10^{12}$ до $10^8...10^9 \text{ см}^{-2}$. Температура початку рекристалізації (температурний поріг рекристалізації T_p) визначається за формулою $T_p = \alpha T_{пл}$, де $T_{пл}$ – температура плавлення металу, К; α – коефіцієнт, який залежить від хімічного складу ($\alpha = 0,2$ для дуже чистих металів; $0,4$ – для більшості технічних сплавів; $0,6...0,8$ – для складних сплавів). Температура і витримка вище T_p повинні бути достатніми для завершення рекристалізації.

Збиральна рекристалізація. Дрібнозерниста структура після первинної рекристалізації не є стабільною. При підвищенні температури відбувається збільшення розміру зерна. Ріст одних зерен за рахунок інших називається збиральною рекристалізацією.

Вторинна рекристалізація відрізняється від збиральної нерівномірністю росту зерен. У цьому випадку відбувається вибірковий ріст окремих зерен шляхом «поїдання» сусідів, що призводить до появи різнозернистої структури і негативного впливу на властивості металу. Цей вид рекристалізації зустрічається рідко.

1.3. Особливості формування полігонізаційної субструктури

Процеси полігонізації при нагріванні після деформації легким і множинним ковзанням позначають різними термінами. У випадку полігонізації після деформації ковзанням крайові дислокації одного знака розміщуються у нових границях одна над одною. Для того, крім ковзання у своїх площинах, частина дислокацій повинна дифузійним шляхом переходити у середню або паралельну площини. При цьому утворюються малокутові границі, перпендикулярні площинам, у яких здійснювалось легке ковзання. Цей процес називають дифузійним переповзанням.

У цьому випадку полігонізація пов'язана з ковзанням і дифузійним переповзанням крайових дислокацій з утворенням нових малокутових і термічно малорухливих дислокаційних границь, які розділяють кристал на дещо розорієнтовані блоки. Границі їх орієнтовані перпендикулярно площинам, в яких здійснювалась деформація [17]. Полігонізацію, яка здійснюється легким ковзанням, інколи називають стабілізуючою.

Більш складний характер і практичне значення має полігонізація у матеріалі, який деформований на велику ступінь множинним ковзанням. При деформації шляхом простого ковзання і дифузійного переповзання крайових дислокацій, а також гвинтових дислокацій, формуються «комірчаста

структура» та об'ємні дислокаційні сплетіння (стінки комірок) товщиною у частки мкм.

У цьому випадку відрізняється характер структурних змін при нагріванні. Під впливом пружних напружень при нагріванні тривимірні стінки сплющуються і перетворюються в плоскі малокутові субграниці, а комірки – в субзерна. Такі субзерна відрізняються за розмірами, кривизною субграниць і кутами в потрійних стиках субграниць. У процесі нагрівання або тривалій витримці при даній температурі здійснюється ріст великих субзерен за рахунок дрібних, але середнє значення кута розорієнтування між субзернами не збільшується, субграниці залишаються малокутовими. Цей процес називають збиральною полігонізацією. При злитті більше 5–8 субзерен субграниці перетворюються у великокутові, а субзерно, яке виросло, – в зародок рекристалізації [17].

Низькотемпературний відпал після холодної деформації застосовується для додаткового підвищення границі пружності пружин і мембран на 100...170 %, (Є.Н. Спектор, С.С. Горелик, А.Г. Рахштат). Зміцнення при передрекристалізаційному відпалі характерно для мідних і нікелевих сплавів. При цьому обиралась оптимальна температура відпалу, вона була дещо нижча за температуру початку рекристалізації (t_p^n , °C), витримка складала 0,5 години. Для сплаву Cu-32 % Zn оптимальна температура відпалу 200 °C ($t_p^n = 250$ °C).

Розвиток полігонізації обумовлений не тільки уповільненням, а в ряді випадків повним запобіганням рекристалізації. Цей ефект сильніше проявляється у металах з ОЦК-ґратками з високою енергією дефектів упаковки [17].

Термічна стабільність полігонізаційної структури обумовлена зниженням вільної енергії металу. Другим важливим фактором, який визначає стабільність полігонізаційної

структури, є взаємодія субграниць з домішками, що приводить до блокування субграниць, навіть при дуже низькому вмісту домішок. Це використовується у технологічних операціях одно- і багатократної механотермічної обробки, коли проводиться відпал після холодної або теплої деформації. В цьому випадку досягається температурна межа збереження субструктури і субструктурного зміцнення, яка звично перевищує температурний поріг рекристалізації.

Одною з причин існування високої температури збереження ефекту субструктурного зміцнення є суттєве уповільнення дифузійних процесів у металах з розвинутою і стабілізованою субструктурою полігонізації, так як гальмування росту субзерен контролюється швидкістю об'ємної дифузії [17].

1.4. Можливості формування полігонізаційної наномасштабної субструктури у деформованих матеріалах

Інформація, яка подана у вступі та підрозділі 1.3, свідчить про те, що в останні десятиріччя якість прокатних і кованих виробів підвищували переважно шляхом формування полігонізаційної субструктури. Але сам процес відпалу з витримкою при температурі, близькій до температури первинної рекристалізації 0,5 години і більше, унеможливорює отримання наномасштабної субструктури.

При нагріванні деформованого металу або сплаву до температури початку рекристалізації починають проходити процеси повернення та первинної рекристалізації. Завдяки великій кількості дислокацій утворюється велика кількість субзерен та зародків нових рекристалізаційних зерен, що приводить до здрібнення зерна у структурі металу. Створені центри нових зерен збільшують свої розміри, відбувається повне заміщення новими зернами всього об'єму деформо-

ваного матеріалу, після чого починає збільшуватися розмір утворених зерен при збільшенні температури або часу витримки.

Отримання дрібнозернистої структури з розмірами зерен (субзерен), які забезпечують проявлення наномасштабного ефекту, що дає змогу підвищити механічні властивості металів та сплавів, можливо за умови фіксування моменту появи найбільшої кількості центрів первинної рекристалізації, розмір яких буде найменшим. Досягти такого ефекту можна за умови, якщо швидкість формування нових центрів буде значно перевищувати швидкість їх росту. Реалізувати це можливо при припиненні процесу первинної рекристалізації в момент досягнення зародками розмірів, що забезпечують проявлення наномасштабного ефекту, шляхом достатньо швидкого охолодження деформованого металу до температури навколишнього середовища. Швидкість охолодження вибирається такою [29], що не викликає подальшого росту зерен. Дуже важливо, щоб час витримки був незначним і складав не більше 0,5...10 хвилин. Саме в цей період нагрівання і відбувається формування нових центрів первинної рекристалізації.

Запропонований спосіб забезпечує формування сприятливої субструктури та підвищення механічних властивостей металів.

Електролітичний компактний нікель деформували обтискуванням на 40, 50 та 75 %. Потім отримані зразки піддавали нагріванню до температури початку рекристалізації нікелю, що відповідає $0,44 T_{пл}$ і складає 480 °С, протягом 2...9 хв з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища.

Оцінювання твердості (*HRB*) нікелю після деформації та термічної обробки деформованого металу показало підвищення даного показника на 60...90 %.

Результати досліджень впливу термічної обробки на субструктуру деформованого нікелю зі ступенем обтискування 75 % оцінювали за зміною розміру областей когерентного розсіювання (ОКР). Встановлено, що після термічної обробки відбувається зменшення ОКР до розміру 154 нм (витримка 2 хв), збільшення витримки до 35 хв приводить до збільшення розміру ОКР (> 200 нм).

Технічно чисте залізо деформували обтискуванням на ступінь 72 %. Потім отримані зразки піддавали нагріванню до температури початку рекристалізації заліза, що відповідає $(0,37...0,4) T_{пл}$, протягом 0,5...4 хв з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища.

Оцінювання твердості заліза після деформації та після термічної обробки показало підвищення даного показника на 25...30 %.

Зразки сталі У8 деформували обтискуванням на ступінь 75 %. Одержані зразки піддавали нагріванню до температури початку рекристалізації сталі, що відповідає $0,4 \cdot T_{пл}$ і складає 500°C , протягом 0,5...10 хв з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища.

Оцінювання твердості сталі У8 після деформації та після термічної обробки деформованого металу показало підвищення даного показника (HV_0) на 20 %.

Зразки сталі 30ХГСА деформували обтискуванням на ступінь 73 %. Отримані зразки піддавали нагріванню до температури початку рекристалізації даної сталі, що відповідає $0,4 \cdot T_{пл}$ і складає 550°C , протягом 0,5...10 хв з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища.

Оцінювання твердості сталі 30ХГСА після деформації та після термічної обробки деформованого металу показало підвищення даного показника на 40 %.

Зразки бронзи БрАМц 9-2 деформували обтискуванням на ступінь 80 %. Одержані зразки піддавали нагріванню до

температури початку рекристалізації даної сталі, що відповідає $0,4 \cdot T_{пл}$ і складає $340\text{ }^{\circ}\text{C}$, протягом $0,5 \dots 10$ хв з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища.

Оцінювання твердості бронзи БрАМц 9–2 після деформації та після термічної обробки деформованого металу показало підвищення даного показника на 20 %.

При напиленні покриттів відбувається інтенсивна пластична деформація частинок внаслідок їх високої швидкості при співударі з підкладкою (в реальних процесах напилення до 300 м/с) [32]. При цьому величина деформації може складати $90 \dots 95\%$, а швидкість охолодження деформованої частинки досягає $10^8\text{ }^{\circ}\text{C/с}$ [33], що запобігає протіканню динамічної рекристалізації у матеріалі покриття. Короткочасна витримка зразків з напиленими покриттями при температурі рекристалізації і наступне прискорене охолодження на повітрі забезпечує підвищення твердості покриттів завдяки фіксуванню передрекристалізаційного стану. Запропонований спосіб забезпечує підвищення фізико-механічних властивостей напилених покриттів [30].

На сталеву основу після дробоструменевої обробки та знежирення наносили покриття із порошку нікелю плазовим напиленням на установці «Київ-7» при силі струму 100 А і напрузі 250 В . Потім отриманий зразок з покриттям піддавали нагріванню до температури початку рекристалізації нікелю, що відповідає $0,4T_{пл}$ і складає $420 \dots 480\text{ }^{\circ}\text{C}$, протягом $2 \dots 9$ хв з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища.

Оцінювання твердості HV_5 напиленого покриття до та після нагрівання показало підвищення цього показника на $30 \dots 70\%$ для різного часу витримки.

Оцінювання коефіцієнту теплопровідності напилених покриттів до та після термічної обробки, яка привела до

значного підвищення твердості (480 °С, 5 хв витримки, приріст твердості склав 73 %) показало зменшення коефіцієнту теплопровідності на 33 %, що значно покращує теплозахисні властивості даного покриття.

На сталеву основу після дробоструменевої обробки та знежирення плазмовим напиленням на установці «Київ-7» наносили порошок нержавіючої сталі Х18Н15 при силі струму 150 А і напрузі 220 В. Потім отримані зразки з покриттям піддавали нагріванню до температури початку рекристалізації Х18Н15, що відповідає $0,7 T_{пл}$ і складає 880 °С, протягом 0,5...3 хв.

Оцінювання твердості (HV_5) напиленого покриття до та після нагрівання показало підвищення цього показника на 40 %.

В роботі [31] вказано, що наномасштабна субструктура забезпечує високі міцнісні властивості при достатній пластичності. В цій же роботі наведені дані про одночасне підвищення міцності і пластичності при рівноканальному кутовому пресуванні. Відмічено, що походження цього явища пов'язано зі збільшенням частки великокутових граней зерен при збільшенні ступеня деформації і наступною зміною переважаючих механізмів деформації через зростаючі тенденції до активації зернограничного проковзування й обертання зерен. Все це вселяє надію щодо можливості проявлення такого ефекту для полігонізаційної наномасштабної субструктури. Підвищити пластичність металів і сплавів з наномасштабною субструктурою можливо керуванням наноструктурою.

2. ВПЛИВ ПЕРЕДРЕКРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДЕФОРМОВАНИХ МЕТАЛІВ

Сучасне машинобудування характеризується підвищеною інтенсивністю режимів експлуатації деталей машин і механізмів. Це вимагає постійного вдосконалення вузлів і агрегатів щодо забезпечення достатньої їх надійності та довговічності. Експлуатаційні характеристики деталей машин у цілому, їх ресурс роботи визначаються переважно фізико-механічними властивостями здебільшого металів і сплавів, з яких вони виготовляються. Високі фізико-механічні властивості сплавів досягаються наноструктуруванням. Тому актуальним завданням сучасного матеріалознавства є розробка методів отримання об'ємних наномасштабних металевих матеріалів з унікальними фізико-механічними властивостями. Досягається це переважно подрібненням структури (субструктури). В даний час найбільш поширеними металевими конструкційними і функціональними матеріалами залишаються сплави на основі заліза – сталі, а також на основі нікелю, міді, алюмінію та інших металів.

Оскільки залізо є головним компонентом будь-якої сталі, тому дослідження й аналіз результатів проводили на прикладі заліза. Такий же підхід реалізовано і для інших сплавів.

2.1. Вплив ступеня деформації, температури і часу витримки при передрекристалізаційній термічній обробці на твердість металів

Випробування на твердість відносяться до методів, що відображають зміцнений стан матеріалу. Часто за час початку рекристалізації приймають час половинного зміцнення, тобто такий час витримки при даній температурі, після якого приріст твердості, викликаний деформацією, зменшується в два рази [34]. В інших випадках за час початку рекристалізації приймається час, після якого починається крутий спад твердості. З огляду на той факт, що для технічно чистих металів на процес рекристалізації не накладаються процеси фазових перетворень, наприклад, розпад пересиченого твердого розчину [35], по зміні твердості можна судити про початок процесу рекристалізації. Таким чином, результати вимірювань твердості можуть бути критерієм для вибору оптимальної температури і часу витримки передрекристалізаційної термічної обробки пластично деформованих технічно чистих металів.

Авторами [29; 36–39] розроблено спосіб деформаційно-термічної обробки, що дозволяє підвищити фізико-механічні властивості металів і сплавів, який полягає в попередній деформації металу і сплаву при температурі навколишнього середовища з наступним нагріванням до температури початку рекристалізації; короткочасній витримці й охолодженні до температури навколишнього середовища зі швидкістю, яка не викликає зростання рекристалізаційних зерен.

З метою визначення оптимальної температури і часу витримки при передрекристалізаційній термічній обробці (що забезпечує найбільш високі показники властивостей), зразки технічно чистого заліза у відпаленому стані (твердість після відпалу становила $HV_5 = 1,25$ ГПа) деформували на

20, 40, 60 і 80 %. Деформовані зразки піддавали передрекристалізаційній термічній обробці (ПТО) при температурах 400, 500, 600 °С, з витримкою при кожній з температур від 0,5 до 5 хвилин (рис. 2.1).

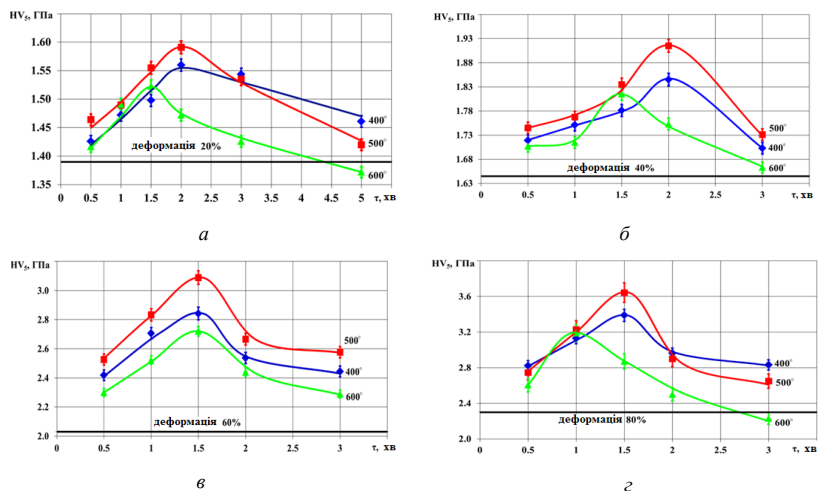


Рис. 2.1. Залежність твердості від часу витримки і температури передрекристалізаційної термічної обробки деформованого технічно чистого заліза, %:
а – 20; б – 40; в – 60; г – 80

Як видно з графіків, представлених на рис. 2.1, для пластично деформованого технічно чистого заліза в результаті передрекристалізаційної термічної обробки спостерігається підвищення твердості, яке носить екстремальний характер. При цьому максимальне значення твердості, отримане в результаті передрекристалізаційної термічної обробки, завжди вище значення твердості після пластичної деформації. Тому доцільно режим передрекристалізаційної термічної обробки, що забезпечує найбільший приріст твердості, називати оптимальним. Для всіх ступенів деформації найбільші показники твердості спостерігаються при

температурі передрекристалізаційної термічної обробки 500 °С (що відповідає, згідно з літературними даними, температурному порогу рекристалізації технічно чистого заліза).

Зі збільшенням ступеня деформації час витримки, при якому фіксується максимальна твердість, знижується. Пояснюється це тим, що зі збільшенням ступеня деформації зростають щільність дислокацій і енергія, яка накопичується при деформації, отже, зростає термодинамічний стимул полігонізації. Відповідно до робіт [40–43], внесені при деформації до зародків субзерен дефекти впливають на температуру початку рекристалізації. Внесені дефекти збільшують вільний обсяг границь зерен і, як наслідок, зменшують енергію активації дифузії. Оскільки температура початку рекристалізації пропорційна активації, то при збільшенні щільності внесених дефектів час процесу повинен знижуватися. Крім того, зі збільшенням ступеня деформації зростає концентрація вакансій, що також сприяє прискоренню процесу зародження і зростанню центрів рекристалізації. Так як щільність дислокацій і, відповідно, накопичена при деформації енергія зі збільшенням ступеня деформації зростають із загасанням, то і час початку рекристалізації знижується при збільшенні ступеня деформації з загасанням, досягаючи певних значень при заданій температурі.

Зі збільшенням ступеня деформації приріст твердості після передрекристалізаційної термічної обробки зростає (рис. 2.2).

Це пояснюється тим, що збільшення ступеня деформації приводить до збільшення кількості дислокаційних сплетінь, які формують осередкову субструктуру. При нагріванні (полігонізації) тривимірні дислокаційні стінки перетворюються в плоскі малокутові субграниці, а осередки – в субзерна. Чим вища щільність дислокаційних сплетінь, дрібніша

комірчаста структура, тим дрібніші субзерна. Подрібнення субструктури призводить до підвищення показників твердості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки.

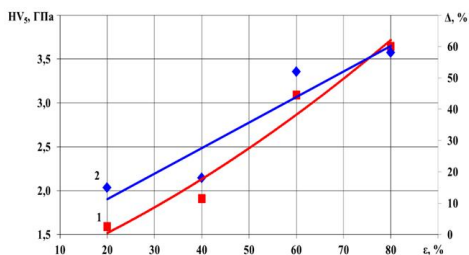
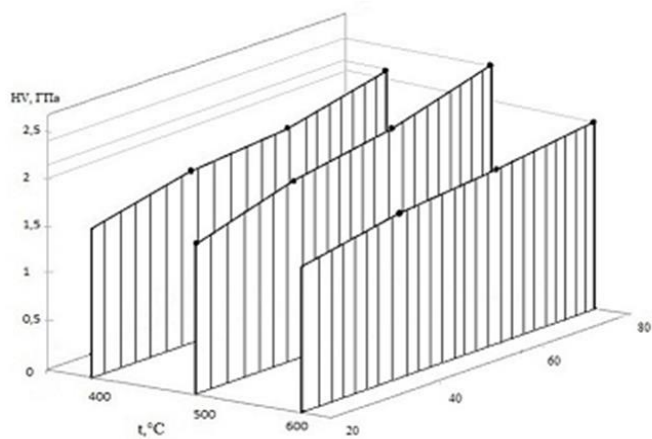


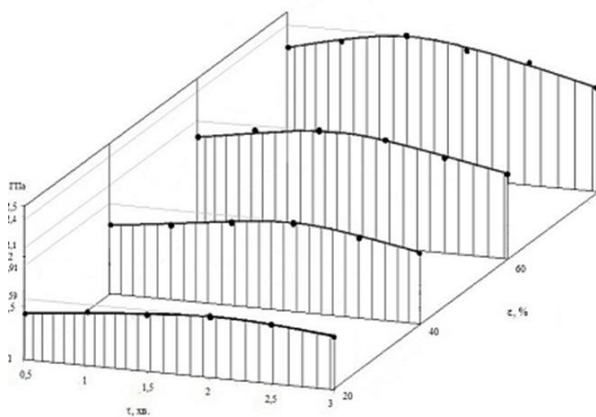
Рис. 2.2. Залежність приросту твердості після передрекристалізаційної термічної обробки при 500 °С від ступеня деформації (ϵ) технічно чистого заліза:
1 – HV_0 , ГПа; 2 – приріст твердості Δ , %

Більш інформативні, стосовно впливу деформаційно-термічних факторів на твердість (HV_0) технічно чистого заліза, є діаграми, які побудовані на основі уточнених даних рис. 2.1 та додаткових досліджень (рис. 2.3). Ці діаграми можна назвати умовними діаграмами полігонізації, оскільки фактором впливу використано не розмір зерна (субзерна), а твердість (HV_0).

Дані рис. 2.3 також свідчать про те, що оптимальна температура передрекристалізаційної обробки складає 500 °С, при цьому залежність носить екстремальний характер, а максимальна твердість досягається при витримці протягом 1,5...2 хв (рис. 2.3,б). Зі збільшенням величини статичної деформації підвищується твердість, яка досягає максимального значення при деформації 80 %. Вплив більш високої статичної деформації не досліджувався через те, що при деформуванні близько 90 % деінде спостерігалися тріщини, і на практиці статичне деформування вище 80 % майже не застосовується.



a



б

Рис. 2.3. Вплив деформаційно-термічних факторів на твердість технічно чистого заліза:

a – залежність твердості від ступеня деформації (ϵ , %) і температури ($^{\circ}\text{C}$); *б* – залежність твердості від ступеня деформації (ϵ , %) і часу витримки при температурі 500°C

Подібні залежності підвищення твердості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки після попередньої пластичної деформації отримано і для технічно чистих нікелю, міді, алюмінію і срібла (рис. 2.4–2.10). Вихідна твердість після відпалу для нікелю Н1У складала $HV_5 = 0,83$ ГПа. Деформовані на 20; 40; 60; 80 % зразки обробляли в печі при температурах 420; 480; 640 °С з витримкою протягом від 1 до 13 хвилин при кожній з температур.

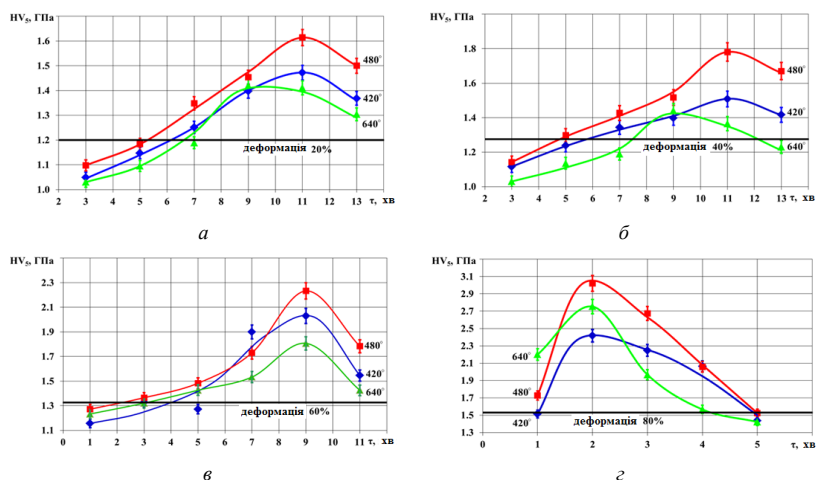


Рис. 2.4. Залежність твердості від часу витримки і температури передрекристалізаційної термічної обробки деформованого нікелю Н1У, %:
а – 20; б – 40; в – 60; г – 80

Для нікелю Н1У найбільші показники твердості досягаються при температурі передрекристалізаційної термічної обробки 480 °С для кожного зі ступенів деформації (див. рис. 2.5).

Так само як і для технічно чистого заліза, для нікелю Н1У збільшення ступеня деформації приводить до

підвищення показника твердості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки (див. рис. 2.5). Абсолютні значення приросту твердості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки для нікелю Н1У значно вищі, ніж для технічно чистого заліза, для всіх ступенів деформації (див. рис. 2.1). Це явище пов'язане з тим, що метали з ГЦК-гратками (нікель) у процесі пластичної деформації зміцнюються в кілька разів інтенсивніше, ніж метали з ОЦК-гратками (залізо). Збільшення кількості дефектів кристалічної ґратки для нікелю, при однаковому ступені деформації, призводить до збільшення числа зародків рекристалізації і, як наслідок, підвищення показників твердості. Отримані результати збігаються з літературними даними роботи [17].

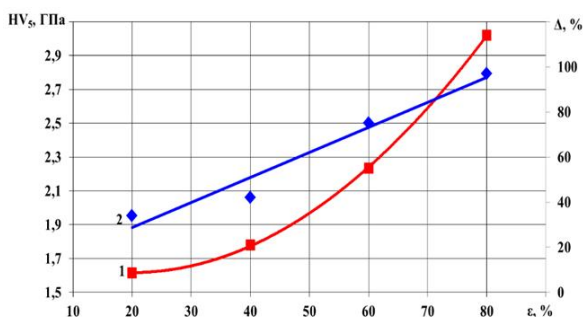


Рис. 2.5. Залежність приросту твердості після передрекристалізаційної термічної обробки при 480 °С від ступеня деформації (ϵ) нікелю Н1У:

1 – HV_5 , ГПа; 2 – приріст твердості Δ , %

Попередньо відпалену (твердість після відпау $HV_5 = 0,7$ ГПа) електротехнічну мідь М1 після пластичної деформації на 20; 40; 60 і 80 % піддавали передрекристалізаційній термічній обробці при температурі 100; 200; 300 °С з витримкою до 3 хвилин (див. рис. 2.6, 2.7).

Для електротехнічної міді М1 оптимальна температура передрекристалізаційної термічної обробки складає 200 °С

(див. рис. 2.6). Саме при цій температурі отримано максимальне значення твердості для всіх ступенів попередньої пластичної деформації.

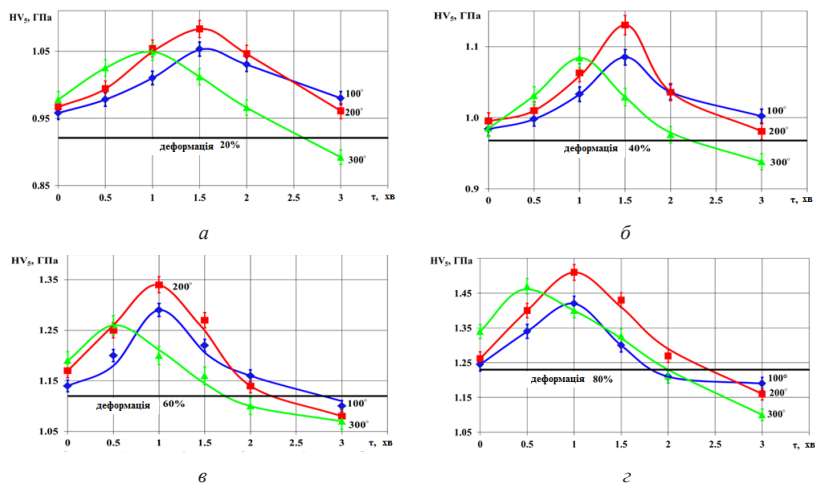


Рис. 2.6. Залежність твердості від часу витримки і температури передрекристалізаційної термічної обробки деформованої міді M1, %:
а – 20; б – 40; в – 60; з – 80

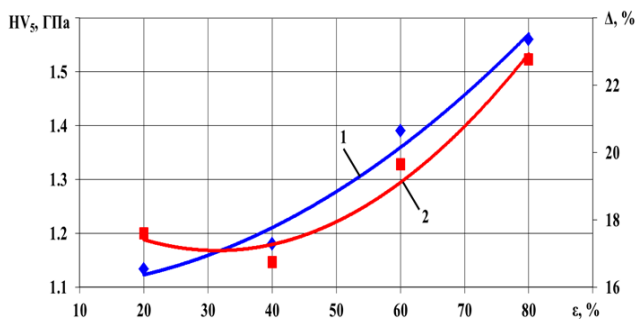


Рис. 2.7. Залежність приросту твердості після передрекристалізаційної термічної обробки при 200 °С від ступеня деформації (ϵ) міді M1:
1 – $HV_{0.1}$, ГПа; 2 – приріст твердості Δ , %

Твердість алюмінію А5 після відпалу становила $HV_5 = 0,316$ ГПа. Передрекристалізаційну термічну обробку деформованих на 20; 40; 60 і 80 % зразків здійснювали при температурах 100 і 150 °С за часом витримки від 1 до 7 хвилин (рис. 2.8, 2.9).

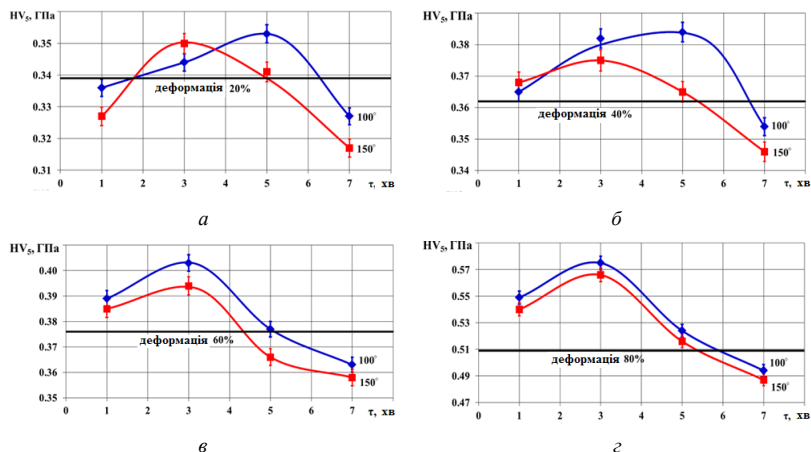


Рис. 2.8. Залежність твердості від часу витримки і температури передрекристалізаційної термічної обробки деформованого алюмінію А5, %:
а – 20; б – 40; в – 60; г – 80

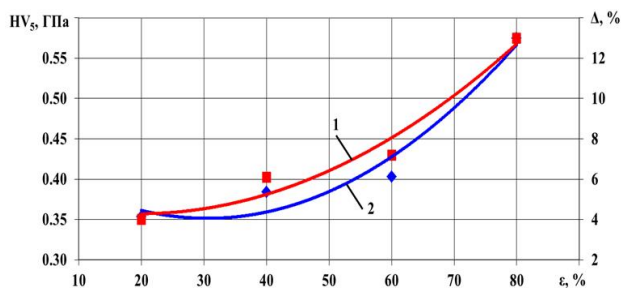


Рис. 2.9. Залежність приросту твердості після передрекристалізаційної термічної обробки при 100 °С від ступеня деформації (ϵ) алюмінію А5:
1 – HV_5 , ГПа; 2 – приріст твердості Δ , %

Згідно з графіком рис. 2.8, найбільш високі показники твердості пластично деформованого алюмінію А5 досягаються після передрекристалізаційної термічної обробки при 100 °С.

Максимальне підвищення твердості спостерігається при 100 °С та витримці протягом 3 хвилин і становить 13 %. Це пояснюється тим, що в алюмінію висока енергія дефектів упаковки ($\gamma_{д.у.} > 200$ ерг/см²), що ускладнює розщеплення дислокацій і полегшує поперечне ковзання гвинтових дислокацій (дислокації легше переходять в нову площину, не утворюючи скупчень на границях площин). Чим ця енергія більша, тим раніше починається інтенсивне поперечне ковзання, а дислокації переміщаються легше. В результаті скорочуються стадії легкого і множинного ковзання, а пластична деформація, в основному, здійснюється в умовах інтенсивно розвиненого поперечного ковзання. Тим легше здійснюється локальне сплюснення розщепленої гвинтової дислокації, що робить можливим її поперечне ковзання і перетворення розмитих стінок осередків у субграниці, а самих осередків – у субзерна [17].

Отримані експериментальні дані процесу зміцнення передрекристалізаційною термічною обробкою алюмінію і міді корелюються з літературними даними про вплив енергії дефектів упаковки на процес рекристалізації [17]. Алюміній і мідь суттєво розрізняються енергією дефектів (у міді вона дорівнює 40 ерг/см², у алюмінію > 200 ерг/см²), тому ці метали мають різну схильність до поперечного ковзання при деформації і нагріванні. Відповідно, множинне ковзання при деформації в алюмінію настає при меншому ступені деформації і йде більш круто, ніж у міді [17]. Зниження твердості на ділянках міді, що не зазнали рекристалізації, практично не виявляється, тоді як в алюмінію знеміцнення виявляється на ділянках, що зазнали полігонізації.

У зразках міді інтервал між початком полігонізації і рекристалізації дуже малий (кілька десятків градусів), тоді як в зразках алюмінію збиральна полігонізація розтягується на великий інтервал температур ($>100^\circ$). Це пояснюється тим, що в алюмінію поперечне ковзання гвинтових дислокацій іде в більшій кількості площин ковзання, менше надлишок дислокацій одного знака, і тому легше відбуваються динамічна полігонізація та зниження твердості [17].

Твердість срібла 999,9 після відпалу становила $HV_5 = 0,41$ ГПа. Ступінь пластичної деформації становив 60 %. Температура передрекристалізаційної термічної обробки вибиралася рівною температурному порогу рекристалізації срібла і становила 200°C з часом витримки до 5 хвилин (рис. 2.10).

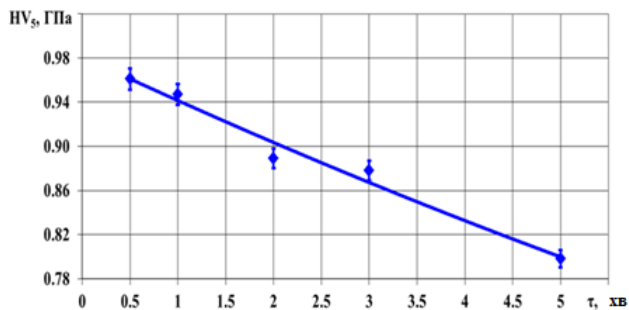


Рис. 2.10. Залежність твердості від часу витримки при передрекристалізаційній термічній обробці срібла

Як видно з рис. 2.10, максимальне значення твердості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки срібла 999,9 відповідає витримці 0,5 хв і становить $HV_5 = 0,96$ ГПа. При цьому приріст твердості щодо деформованого стану становить 18 %. Малий час витримки, при якому спостерігається максимальний ефект підвищення твердості в результаті передрекристалізаційної термічної

обробки, пов'язаний з високим показником теплопровідності срібла (429 Вт/(м·К)).

Для всіх досліджуваних технічно чистих металів температура передрекристалізаційної термічної обробки, при якій спостерігалися найвищі показники твердості, відповідала температурному порогу рекристалізації чистих металів, зазначених у літературі.

2.2. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості технічно чистого заліза

Передрекристалізаційна термічна обробка приводить до підвищення границі міцності, при достатній пластичності, про що свідчать результати випробувань на розтяг стандартних зразків, результати яких наведені в табл. 2.1.

Таблиця 2.1

Значення межі міцності і показників пластичності для технічно чистого заліза і сталей у залежності від виду обробки

Вид обробки	Межа міцності σ_B , МПа	Відносне подовження δ , %	Відносне звуження Ψ , %
Відпал 800 °С, 60 хв	120	30	60
Деформація 60 %	698	10	14
Деформація 60 %, ПТО 500 °С, 1,5 хв	921	14	34

Підвищення межі міцності після передрекристалізаційної термічної обробки пластично деформованого технічно чистого заліза з одночасним підвищенням значень відносного подовження та звуження у порівнянні з деформованим станом можна пояснити з точки зору механізму руйнування, який відбувається під час навантаження дослідного зразка.

Пластична деформація в першу чергу відбудеться в зерні, найбільш сприятливо орієнтованому до зовнішнього навантаження (тобто з найбільшими дотичними напруженнями). З ростом зовнішнього напруження спостерігається поступове залучення інших зерен у процес пластичної деформації при збереженні цілісності зерна. Під дією зовнішнього напруження зсуву дислокації, які генеруються активним джерелом, приходять до границі зерна і затримуються біля неї. В міру накопичення дислокацій зростає напруження. Однак цього недостатньо, щоб перейти з одного субзерна в інше через границю. Тому поширення ковзання від одного субзерна до іншого здійснюється за рахунок того, що досягнувши певного значення напруження в точці одного субзерна, порушується джерело дислокації в сусідньому субзерні. Опір деформації зростає зі зменшенням розміру субзерна не через наявності границі самої по собі, а через взаємодію між субзернами, розділеними цією границею.

Якщо дислокація надійно затримується границею і можливості естафетної передачі деформації обмежені, то деформація локалізується в мікрооб'ємах, а напруження плинності зростає. Істотна локалізація деформацій підвищує концентрацію напружень, що призводить до передчасного руйнування, тобто зниження пластичності.

Дослідження впливу передрекристалізаційної термічної обробки на демпфірувальні характеристики технічно чистого заліза визначали за допомогою методу вільних згасаючих коливань, який є найбільш простим і надійним. Віброграма згасаючих коливань дозволяє визначити відносне розсіювання енергії ψ , яке в свою чергу пов'язано з логарифмічним декрементом загасання δ [44; 45].

Отримане значення величини максимальних напружень у зоні закріплення зразків менше границі міцності при стис-

ненні досліджуваних сталей, що свідчить про те, що зразки навантажували в області пружних коливань (табл. 2.2).

Таблиця 2.2

**Значення величини максимальних напружень
у зоні закріплення**

Матеріал	Модуль пружності E , ГПа	Межа пружності σ_y , МПа	Напруження в зоні закріплення зразка σ , МПа
Технічно чисте залізо	200	100	70,8

За отриманими віброграмами розраховано середній логарифмічний декремент згасання коливань (δ_{cp}) і середній коефіцієнт розсіювання енергії (ψ_{cp}) перших двадцяти коливань зразків. Результати розрахунків наведені у табл. 2.3.

Таблиця 2.3

**Середнє значення логарифмічного декременту
згасання коливань і коефіцієнта розсіювання енергії
для технічно чистого заліза**

Вид обробки	Логарифмічний декремент згасання коливань δ_{cp} , %	Коефіцієнт розсіювання ψ_{cp} , %
Відпал 800 °С, 60 хв	1,95	3,9
Деформація 60 %	2,8	5,6
Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	4,6	9,2

Передрекристалізаційна термічна обробка пластично деформованого технічно чистого заліза призводить до підвищення демпфівувальних властивостей, а саме логарифмічного декременту загасання коливань і коефіцієнта розсіювання енергії (див. табл. 2.3). Це пояснюється тим, що

в результаті передрекристалізаційної термічної обробки відбувається зародження нових субзерен у структурі деформованого металу, які за розміром значно менше вихідної субструктури і, як наслідок, їх кількість значно більша на одиницю об'єму.

Визначення впливу передрекристалізаційної термічної обробки на зміну питомого електроопору пластично деформованого технічно чистого заліза проводили із застосуванням мостової схеми при постійному струмі. Принцип вимірювання заснований на взаємній компенсації опорів двох ланок, одна з яких включає опір, що вимірюється. Завдяки застосуванню гальванометра як індикатора, точність вимірювань склала $\pm 0,002\%$ (табл. 2.4).

Виходячи з даних, наведених у табл. 2.4, передрекристалізаційна термічна обробка призводить до підвищення значень електроопору пластично деформованого технічно чистого заліза.

Таблиця 2.4

Значення питомого електроопору для технічно чистого заліза в залежності від виду обробки

Вид обробки	$\rho \times 10^{-7}$, Ом·м
Відпал 800 °С, 60 хв	1,27
Деформація 60 %	1,52
Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С та витримкою при 1,5 хв	1,70

Електроопір металевих твердих тіл визначається в основному розсіюванням електронів на фонах, дефектах структури і домішках. Значне підвищення питомого електроопору відбувається зі зменшенням розміру структурних елементів. Причиною є підвищення ролі дефектів, а також особливості фононного спектра. Виходячи з цього твердження, можна говорити про те, що передрекристалізаційна

термічна обробка пластично деформованого технічно чистого заліза призводить до подрібнення субструктури.

Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на теплопровідність технічно чистого заліза вивчали шляхом розрахунку коефіцієнта теплопровідності за експериментальними даними, які отримали на приладі ИТ-λ-400 (рис. 2.11).

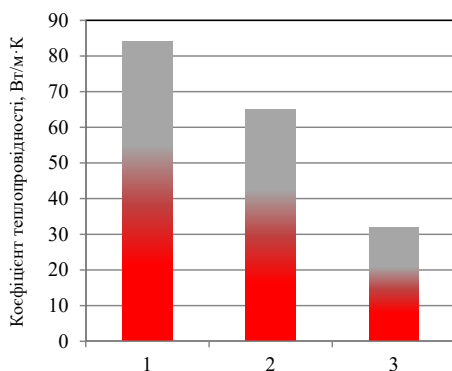


Рис. 2.11. Результати вимірювання теплопровідності заліза:
1 – у відпаленому стані; 2 – після деформації; 3 – після передрекристалізаційної термічної обробки

З наведених на рис. 2.11 даних видно, що теплопровідність зразків після деформації значно нижча, ніж теплопровідність зразків у відпаленому стані. Наступна передрекристалізаційна термічна обробка на оптимальних режимах призводить до зниження теплопровідності.

Теплопровідність залежить від типу міжатомного зв'язку, температури, хімічного складу і структури матеріалу. Теплота в твердих тілах переноситься електронами і фононами. Механізм передачі теплоти, в першу чергу, визначається типом зв'язку: в металах теплоту переносять електрони. Зменшення коефіцієнта теплопровідності після деформації пояснюється збільшенням щільності дефектів на границях

зерен, оскільки границі зерен та інші дефекти кристалічної структури розсіюють електрони і тим самим знижують теплопровідність. Наступне зниження теплопровідності в результаті передрекristалізаційної термічної обробки пов'язано з подрібненням субструктури – чим дрібніші субзерна і більші спотворення кристалічної ґратки, тим менша теплопровідність.

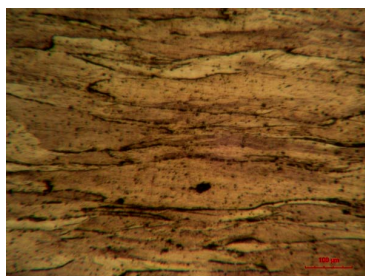
2.3. Дослідження мікроструктури пластично деформованого технічно чистого заліза до і після передрекristалізаційної термічної обробки

Методом оптичної металографії не виявлено відмінності в структурі до і після передрекristалізаційної термічної обробки. Це може свідчити про те, що зміцнюючий ефект викликаний структурними елементами розміром менше 0,5 мкм [39], що пов'язано з роздільною здатністю оптичного мікроскопа. На всіх зразках добре протравлені границі зерен, що мають певну спрямованість і нагадують смуги ковзання, текстуру деформації (рис. 2.12).

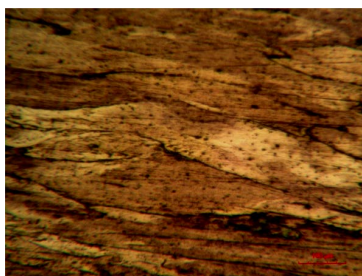
Як видно з рис. 2.12, структура деформованого технічно чистого заліза складається зі світлих смуг – осередків, позбавлених дефектів і темних областей, що представляють собою скупчення лінійних дефектів на кордонах субзерен. У результаті стиснення на поверхні кристалів з'являються смуги з неправильними, хвилястими границями, які не схожі на сліди ковзання і протравлені інакше, ніж навколишній матеріал, які називаються смугами деформації.

Утворення переорієнтованих областей є результатом взаємодії дислокаційних груп. Поява смуг деформації є результатом взаємодії різнойменних крайових дислокацій у паралельних площинах ковзання. Дві різнойменні дислокації, які рухаються назустріч одна одній в паралельних площинах ковзання, зупиняться на певній відстані,

утримуючи дислокації, які рухаються за ними. Ці скупчення перешкоджають ковзанню дислокації в суміжних площинах і сприяють виникненню нових скупчень. У результаті поступово утворюється смуга деформації, по одну сторону якої розташовуються позитивні, а по іншу – негативні дислокації. Згідно з [46], в деформованих металах комірки (субзерна) розорієнтовані одна відносно іншої закономірно з поступовим збільшенням розорієнтування від даного субзерна до все більш віддалених. У процесі росту розорієнтування зростаючого субзерна щодо оточуючих субзерен безперервно зростає і, в кінцевому підсумку, субграниця перетворюється у висококутову границю, а субзерно – в зародок рекристалізації.



a



б

Рис. 2.12. Мікроструктура технічно чистого заліза ($\times 370$):
a – деформація 60 %; *б* – деформація 60 % з подальшою передрекристалізаційною термічною обробкою при 500 °С, 1,5 хв

Результати дослідження тонкої структури деформованого технічно чистого заліза, отримані методом електронної мікроскопії, представлені на рис. 2.13. У численних дослідженнях, наприклад [47; 48], присвячених аналізу причин зміцнення металів і сплавів при холодній пластичній деформації, показано, що відповідальним фактором зміцнення вважається поведінка лінійних дефектів будови

кристалічних ґраток речовин. Зростання щільності дислокацій, гальмування і перерозподіл цих дефектів приводить до зростання напружень зсуву і, відповідно, до зміцнення металу. Під параметрами тонкої структури металу [47] зазвичай вважають розмір блоків (областей когерентного розсіювання рентгенівських променів), рівень внутрішніх викривлень у кристалах і щільність лінійних дефектів у ньому. Відомо, наприклад [48], що вже при малому ступені пластичної деформації (більше 5 %) відбувається подрібнення блоків, збільшуються внутрішні напруження, зростає щільність дислокацій, причому останні розташовані досить нерівномірно. Як видно з електронної фотографії (рис. 2.13), структура деформованого на 60 % технічно чистого заліза складається зі світлих полів – осередків, позбавлених дефектів, і темних областей, що представляють собою скупчення лінійних дислокацій, хаотично розташованих в об’ємі зразка.

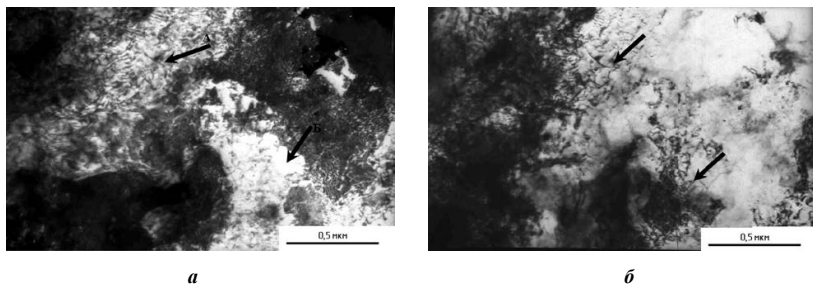


Рис. 2.13. Мікроструктура технічно чистого заліза:

а – після пластичної деформації на 60 % (А – зерно без дефектів; Б – лінії виходу дислокацій); *б* – після наступної передрекристалізаційної термічної обробки при 500 °С, 1,5 хв (стрілками вказані дислокаційні сітки)

Щільність дислокацій у технічно чистому залізі після пластичної деформації на 60 % (рис. 2.13,*а*) склала $\rho \sim 1,2 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Подальша передрекристалізаційна термічна обробка при 500 °С з витримкою 1,5 хвилини при-

зводить до впорядкування дислокаційної структури, утворення сіток з малокутовими межами (рис. 2.13,б), рівномірно розподілених по площі зерна. Щільність дислокацій після передрекристалізаційної термічної обробки знижується до $\rho \sim 3,5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$, що викликано упорядкуванням структури та частковим нівелюванням дислокацій за рахунок протікання релаксаційних процесів при нагріванні деформованого металу.

Кількісну оцінку зміни розмірів структурних елементів у результаті передрекристалізаційної термічної обробки виконували шляхом підрахунку кількості наноструктурних елементів у структурі технічно чистого заліза до і після передрекристалізаційної термічної обробки методом сіток, використовуючи мікроструктури, представлені на рис. 2.14.

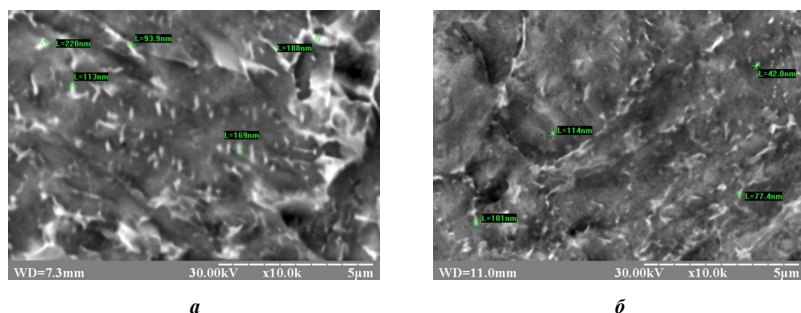


Рис. 2.14. Мікроструктура технічно чистого заліза:
а – деформація 60 %; *б* – деформація 60 % з подальшою передрекристалізаційною термічною обробкою при 500 °С, 1,5 хв

Кількісна оцінка розмірів субструктурних елементів технічно чистого заліза після деформування та після деформування з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою свідчать про здрібнення субструктурних елементів до наномасштабного розміру і про збільшення їх кількості після передрекристалізаційної термічної обробки (табл. 2.5).

Таблиця 2.5

**Вміст наноструктурних елементів
у технічно чистому залізі**

Вид обробки	Кількість наномасштабних структурних елементів, %	Абсолютна похибка вимірювань
Деформація 60 %	17,8	0,0048
Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	24,8	0,0055

Подрібнення субструктури в результаті передрекристалізаційної термічної обробки деформованих металів і сталей підтверджується даними, отриманими в результаті рентгеноструктурних досліджень (табл. 2.6), про що свідчить розширення і зниження рівня інтенсивності максимумів на дифрактограмах для всіх досліджуваних зразків (рис. 2.15).

Таблиця 2.6

**Параметри структури технічно чистого заліза до і після
передрекристалізаційної термічної обробки**

Вид обробки	Фізичне розширення, рад.		Розмір ОКР D, нм
	Fe _[110]	Fe _[211]	
Відпал 800 °С, 60 хв	0,00171	0,001955	>200
Деформація 60 %	0,01833	0,02007	131
Деформація 60 % з подальшою передрекристалізаційною термічною обробкою при 500 °С, витримка 1,5 хв	0,01536	0,02182	78

Таким чином, незалежно від методу дослідження мікроструктури, встановлено зменшення субструктурних складових до наномасштабного розміру і збільшення їх кількості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки.

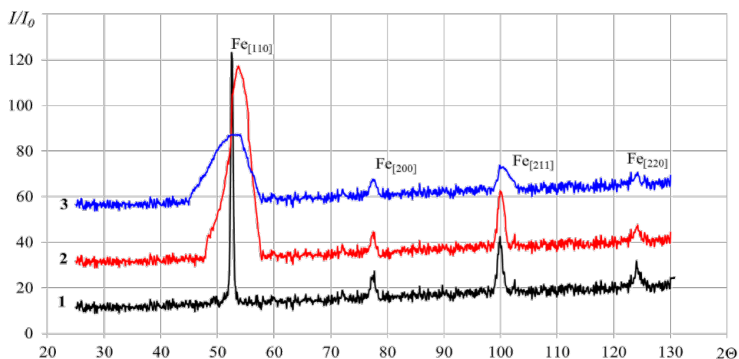


Рис. 2.15. Дифрактограми технічно чистого заліза:
1 – відпалений стан; 2 – деформація 60 %; 3 – деформація 60 % з подальшою передрекristалізаційною термічною обробкою при 500 °С, 1,5 хв

2.4. Вплив передрекristалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості кольорових сплавів

Зразки з ніхрому Ni80Cr20 та бронзи БрАМц 9-2 циліндричної форми діаметром відповідно 5 і 6 мм та висотою 6 і 8 мм, електротехнічної міді МІ у вигляді паралелепіпедів розмірами 8×8×12 мм та алюмінію А5 циліндричної форми діаметром 5,5 мм і висотою 7 мм у відпаленому стані піддавали холодній пластичній деформації на пресі з максимальним навантаженням 350 кН. Ступінь деформації визначали як відношення різниці вихідної та отриманої висоти до вихідної, при цьому змінювали значення величини деформації шляхом використання обмежувальних пластин різної товщини.

Дослідження впливу часу витримки на твердість ніхромових зразків (Ni80Cr20), які деформовані на 81 %, спочатку проводили нагріванням до температури 550 °С без витримки, у результаті чого твердість підвищилася на 21 %

порівняно з твердістю холоднодеформованого сплаву без термообробки (рис. 2.16,*а*).

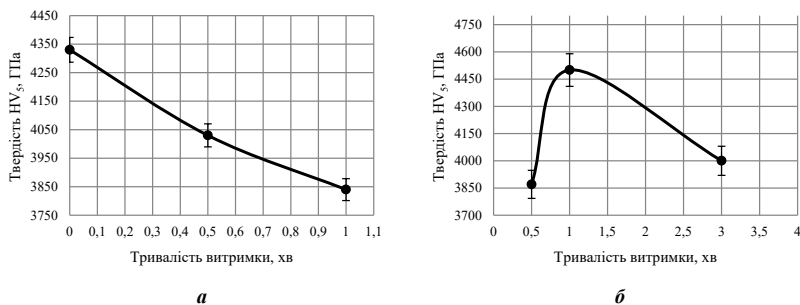


Рис. 2.16. Вплив часу витримки при передрекристалізаційній термічній обробці на твердість деформованих на 81 % зразків ніхрому: *а* – 500 °C; *б* – 450 °C

З отриманих даних можна зробити висновок, що задана температура є зависокою, оскільки процес збиральної полігонізації здійснюється порівняно швидко і не повністю вдається зафіксувати процес здрібнення зерен у структурі матеріалу, тому в подальшому температуру знижено до 450 °C (див. рис. 2.16,*а, б*). При такій температурі спостерігали стрімке підвищення твердості, максимальне значення якої складає 25 %, і подальше її зниження. Тобто можна стверджувати, що на етапі зниження твердості відбулася збиральна полігонізація.

Вивчення впливу часу витримки на твердість холоднодеформованих зразків із БрАМц 9-2 при температурах 350, 400 і 500 °C, які вибирали зважаючи на температурний рівень рекристалізації бронзи, показало, що твердість змінюється екстремально (рис. 2.17). Таким чином, після холодної деформації твердість зразків бронзи зросла у порівнянні з вихідною після відпалу (920 МПа): при деформації 56 % – на 131 % (2160 МПа); при 36 % – на 107 % (1910 МПа); при

24 % – на 90 % (1760 МПа). У результаті проведення термічної обробки деформованих на 56 % зразків максимальне підвищення твердості 19 % можна спостерігати при температурі 350 °С з витримкою 1,5 хв у порівнянні з твердістю після деформації без термічної обробки. Термообробка деформованих на 36 % зразків при 400 °С і витримці 0,5 хв приводить до підвищення твердості на 11 %; деформованих на 24 % при 350 °С та витримці 4 хв – на 4 %.

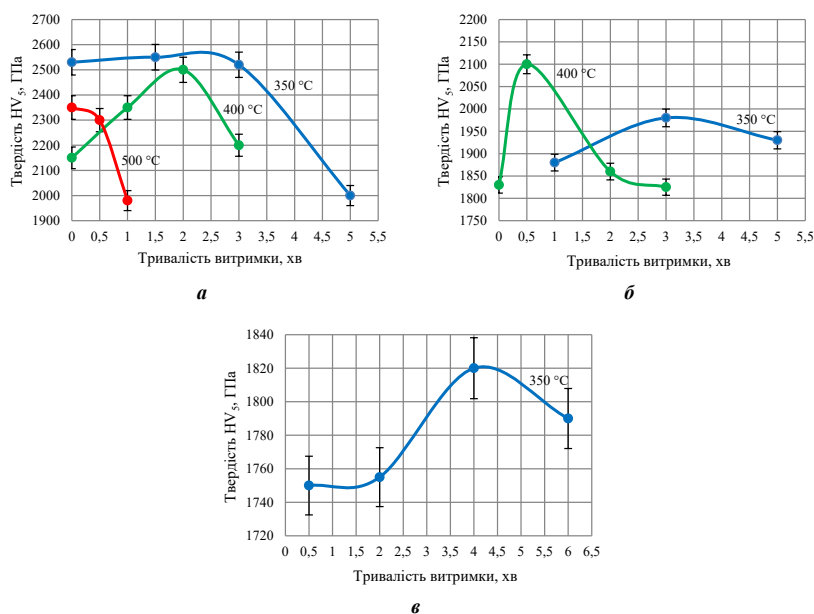


Рис. 2.17. Вплив часу витримки і температури на твердість HV₅ деформованої бронзи БрАМц9-2 при термічній обробці, %:
а – 56; б – 36; в – 24

Як видно з рис. 2.17, найпомітніший ефект підвищення твердості проявляється при більших величинах холодної пластичної деформації та меншій витримці за однакової (350 °С) температури передрекристалізаційної термічної

обробки, що обумовлено більшою щільністю дислокаційних сплетінь, дрібнішою комірчастою структурою та, як наслідок, отриманням субзерен менших розмірів після нагрівання навіть без витримки або з невеликою витримкою.

Вплив часу витримки при температурі передрекристалізаційної термічної обробки на субструктуру оцінювали за розміром областей когерентного розсіювання (ОКР) рентгенівських променів методом апроксимації. Даний метод дозволяє розділити вплив внутрішніх напружень і змін розміру субзерна. При зміні розмірів відбувається розширення або звуження піків на дифрактограмах. Результати досліджень наведені в табл. 2.7.

Таблиця 2.7

**Результати дослідження розміру ОКР
і твердості після деформації та
передрекристалізаційної термічної обробки**

Матеріал	Величина деформації та режим термо- обробки	Розмір ОКР, нм	Твердість HV ₃ , МПа	Приріст твердості відносно деформо- ваного стану, %
Ni80Cr20	81 %	67	3573	
Ni80Cr20	81 %, 450 °C, 1 хв	52	4457	25
БрАМц 9-2	56 %	329	2137	
БрАМц 9-2	56 %, 350 °C, 1,5 хв	163	2528	19
БрАМц 9-2	80 %	287	2604	
БрАМц 9-2	80 %, 350 °C, 5 хв	123	3280	26
М-1	81 %	1040	1172	
М-1	81 %, 100 °C, 3 хв	582	1318	13
А5	85 %	294	560	
А5	85 %, 100 °C, 3 хв	236	588	5

Для всіх досліджуваних кольорових матеріалів розмір ОКР після передрекристалізаційної термічної обробки, що забезпечує максимальний приріст твердості, зменшується порівняно з деформованими зразками. Згідно з даними

табл. 2.7 у зразках, в яких підвищується твердість при відповідній передрекристалізаційній обробці, можна відзначити зменшення ОКР. Це свідчить про те, що передрекристалізаційна термічна обробка забезпечує здрібнення субструктури до субмікроскопічних (нанокристалічних) розмірів, наприклад у № 80020, і підвищення показників твердості.

2.5. Можливості стабілізації полігонізаційної субструктури сплаву Д16

Вище показано, що передрекристалізаційна термічна обробка надає можливість підвищити твердість, міцність на 20...90 %, знизити теплопровідність деформованих металів і сплавів і напилених покриттів за рахунок фіксації полігонізаційної субструктури. Але подальше нагрівання або витримка при температурі, близькій до температури рекристалізації, призводить до нівелювання згаданих показників через розвиток процесів збиральної полігонізації та рекристалізації. Рухливі дислокації [17] при підвищенні температури легко переміщуються на границях субзерен. При цьому збільшується розмір субзерен і, як наслідок, зменшується міцність. Проте підвищення міцності деталей машин, вузлів при підвищеній температурі має велике значення.

Ці дослідження присвячені пошуку можливостей збереження полігонізаційної субструктури з малим розміром субзерен, що забезпечує підвищену твердість сплаву на основі алюмінію Д16 (3,8...4,9 % Cu, 1,2...1,8 Mg, 3...0,9 Mn) при температурах до 200 °C.

Сплав Д16 застосовується для виготовлення листів, дрітів, штамповок, профілів, а також для виготовлення сепараторів, арматури, трубопроводів тощо. Він відноситься до деформівних сплавів, які зміцнюються термічною обробкою. Вироби зі сплаву Д16 піддають гартуванню і старінню, частіше штучному при 100 °C. Деталі, які використовуються при підвищених температурах (до 200 °C), піддають

гартуванню (нагрівають до 495...505 °С) у воду і штучному старінню при 185...195 °С з витримкою протягом 6 годин, що забезпечує твердість HV_5 сплаву – 1050 МПа. Зміцнення сплаву відбувається за рахунок виділення з розчину твердих дисперсних фаз: крім Θ -фази ($CuAl_2$), яка містить ~54,1 % Cu і має об'ємноцентровану тетрагональну ґратку, ще виділяється S-фаза (Al_2CuMg) з ромбічною кристалічною ґраткою [49].

Для того, щоб тверді дисперсні фази певного розміру (такого, який забезпечує максимальні значення твердості) гальмували рух дислокацій при підвищенні температури, потрібно обирати близькі або такі ж значення часу витримки при старінні і передрекристалізаційній термічній обробці, а також температури нагрівання.

Для цього проведено відпал та гартування зразків із сплаву Д16 розміром 6×4×4 мм, їх деформацію на 70 % та передрекристалізаційну термічну обробку при 100 °С і 200 °С з різним часом витримки.

Визначення областей когерентного розсіювання ОКР, параметр кристалічних ґраток, а також ідентифікацію фаз здійснювали за стандартними методиками на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3,0 з використанням CuK_α -випромінювання. Твердість визначали на приладі типу Віккерс згідно з ДСТУ 150 6507-4:2008.

Твердість HV_5 зразків Д16 після відпалу та гартування складала 450 МПа. Далі проведено штучне старіння при 100 °С з різним часом витримки. На основі отриманих даних побудовано графік залежності твердості HV_5 гартованого сплаву Д16 від часу витримки при 100 °С (рис. 2.18).

Максимальне підвищення твердості спостерігається при витримці 8,5 хвилин та складає 740 МПа, що значно вище, ніж після гартування (450 МПа). Відомо, наприклад [50], що таке зміцнення пояснюється виділенням згаданих вище дисперсних фаз.

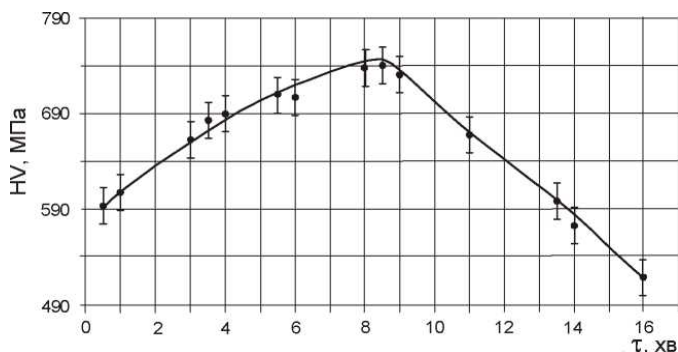


Рис. 2.18. Залежність твердості відпаленого та гартованого сплаву Д16 від часу витримки при 100 °С

На зразках після відпалу, гартування та деформації на 70 % твердість зросла в 2,2 рази у порівнянні із твердістю після гартування і склала 1030 МПа. Далі проводили старіння при 100 °С із різним часом витримки (рис. 2.19).

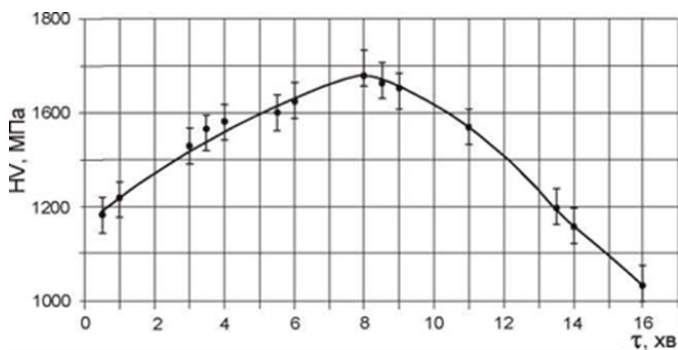


Рис. 2.19. Залежність твердості деформованого на 70 % після відпалу та гартування сплаву Д16 від часу витримки при 100 °С

Максимальне підвищення твердості спостерігається при витримці 8,0 хв та складає 1475 МПа. Це в 1,4 раза вище, ніж твердість після деформації (1030 МПа). Подальша витримка до 16 хвилин знижує твердість до значення 1030 МПа,

що відповідає твердості після деформації. Це свідчить про збільшення розміру субзерен і перебіг процесу збиральної полігонізації. Далі в експерименті підвищили температуру передрекристалізаційної термічної обробки до 200 °С, що відповідає максимальній температурі експлуатації виробів зі сплаву Д16.

Проведено відпал, гартування та старіння при 200 °С. Максимальне підвищення твердості (рис. 2.20) після відпалу і старіння при 200 °С спостерігається при витримці 3 хвилини і становить 640 МПа. Після 6 хв витримки твердість знизилась до 370 МПа. При цьому параметр кристалічних ґраток α -твердого розчину теж знизився. Це можливо тільки у випадку розпаду твердого розчину (перестарювання). Рентгеноструктурний аналіз після 6 хвилин витримки при 200 °С зафіксував наявність фази CuAl_2 .

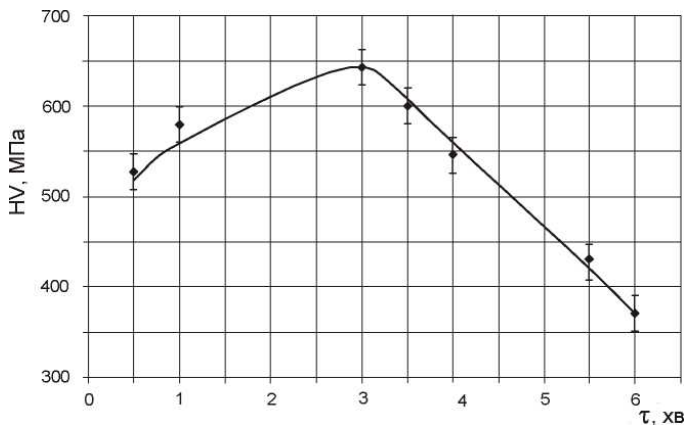


Рис. 2.20. Залежність твердості гатованого сплаву Д16 від часу витримки при 200 °С

Інші зразки після гартування деформували на 70 % і піддавали передрекристалізаційній термічній обробці при 200 °С із різним часом витримки (рис. 2.21).

Одержані результати свідчать про те, що передрекристалізаційна термічна обробка при 200 °С деформованих на 70 % зразків забезпечує максимальне підвищення твердості до 1480 МПа після витримки протягом 3 хвилин. Подальша витримка до 6 годин призводить до зниження твердості тільки до 1180 МПа. Це означає, що спостерігається гальмування процесу збиральної полігонізації ймовірно завдяки виділенням на дислокаціях (субграницях) дисперсних частинок CuAl_2 . Підтвердженням цього є вірогідне зменшення параметра кристалічної ґратки α -твердого розчину. Зменшення параметра кристалічної ґратки α -твердого розчину означає, що розчин розпадається і ймовірно утворюється фаза CuAl_2 , але рентгеноструктурним аналізом вона достовірно не ідентифікується.

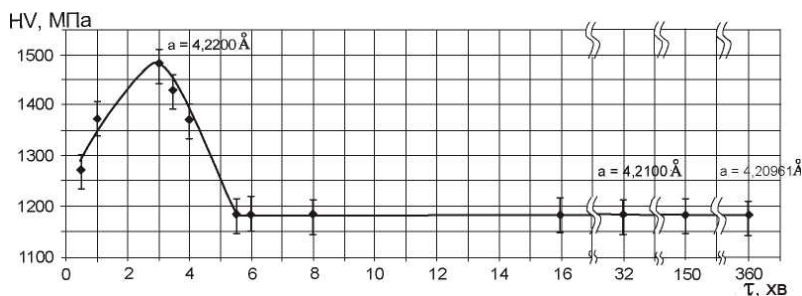


Рис. 2.21. Залежність твердості гартованого і деформованого на 70 % сплаву Д16 від часу витримки при 200 °С

Визначення розмірів областей когерентного розсіювання (ОКР) для оцінювання розмірів субструктури методом рентгеноструктурного аналізу показали, що розмір ОКР зразка після гартування та старіння при 100 °С (8,5 хв) склав 416 нм, відпалу, гартування та деформації на 70 % – 427 нм, а у зразках після відпалу, гартування деформації на 70 % та витримці протягом 3 хв при 200 °С склав 371 нм,

360 хв – 403 нм. Підвищення твердості забезпечується меншим розміром субзерен.

Таким чином, передрекристалізаційна термічна обробка, яка приводить до подрібнення субзерен та підвищення твердості сплаву Д16 до 1180 МПа, заважає протіканню процесу збиральної полігонізації і стабілізує полігонізаційну субструктуру при 200 °С.

Встановлена можливість стабілізації полігонізаційної субструктури сплаву Д16 при температурах до 200 °С забезпечує підвищення твердості на 12 % у порівнянні з традиційною термічною обробкою.

Наведені дані можуть бути використані у виробництві деталей зі сплаву Д16, що експлуатуються при підвищених температурах.



3. ПІДВИЩЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ СТАЛЕЙ ФОРМУВАННЯМ ПОЛІГОНІЗАЦІЙНОЇ НАНОМАСШТАБНОЇ СУБСТРУКТУРИ

3.1. Вплив тривісної деформації на ефект підвищення твердості технічно чистого заліза при передрекристалізаційній термічній обробці

Залізо є основним компонентом будь-якої сталі і тому доцільно дослідити вплив тривісної деформації на ефект підвищення твердості при ПТО на прикладі технічно чистого заліза.

Відомо [51; 52], що в останні роки досягнуто значних успіхів у дослідженні процесів наноструктурування матеріалів, отриманих методами ІПД: РККП, всестороннім куванням і тертям, зокрема методом тривісного кування. З метою дослідження впливу тривісної деформації та наступної передрекристалізаційної термічної обробки проведено моделювання ІПД: зразки технічно чистого заліза деформували на величину деформації (дослід 1), що відповідає одновісній відносній деформації стискуванням на 60 %.

Таким чином, дійсна величина «abc» деформації стискуванням зразка при навантаженні 20 т складала (дослід 1):

$$e_a = \ln \frac{12,25}{5} \approx 0,9; \quad (3.1)$$

$$e_b = \ln \frac{15}{4,9} \approx 1,12; \quad (3.2)$$

$$e_c = \ln \frac{15}{6} \approx 0,92. \quad (3.3)$$

Сумарна дійсна величина деформації стискуванням зразка складала [53]:

$$e_1 = e_a + e_b + e_c = 2,94. \quad (3.4)$$

Далі проводили передрекristалізаційну термічну обробку. Результати впливу деформації та термічної обробки зображено на рис. 3.1.

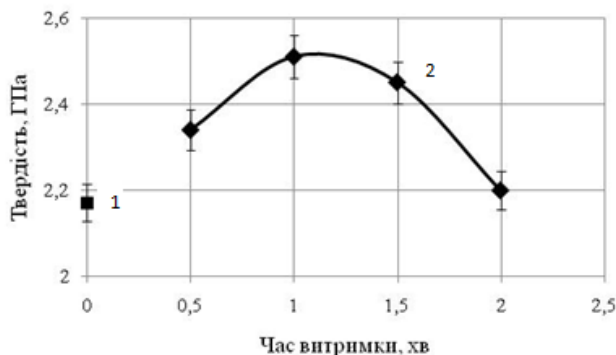


Рис. 3.1. Вплив «abc» деформації при $e = 2,94$ та наступної передрекristалізаційної термічної обробки при температурі 500°C на твердість:
1 – твердість після деформації; 2 – твердість після деформації та термообробки

З наведених на рис. 3.1 даних видно, що залежність твердості від тривалості витримки передрекristалізаційної термічної обробки носить екстремальний характер і стабілізації субструктури не відбувається. Приріст твердості

термообробленого зразка відносно деформованого стану складає 16 %.

Оскільки відомо [54], що зі збільшенням величини пластичної деформації збільшується ефект підвищення твердості при застосуванні передрекристалізаційної термічної обробки, то проведено аналогічний дослід 2 з навантаженням при деформації 33 т, яке надає можливість отримати максимальну ступінь сумарної дійсної деформації для цього методу:

$$e = e_a + e_b + e_c = 3,4. \quad (3.5)$$

Максимальна дійсна величина деформації $e_2 = 3,4$ приблизно відповідає одновісній деформації стиснення на 82 %. Результати впливу «abc» деформації $e_2 = 3,4$ та наступної передрекристалізаційної термічної обробки при температурі 500 °С зображено на рис. 3.2.

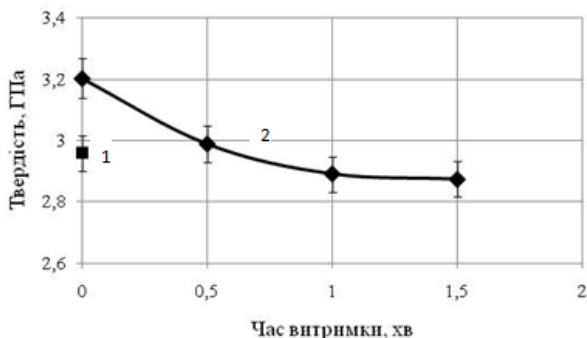


Рис. 3.2. Вплив «abc» деформації $e = 3,4$ та наступної передрекристалізаційної термічної обробки при температурі 500 °С на твердість:

1 – після деформації; 2 – після деформації та термообробки

З рис. 3.2 видно, що залежність твердості від тривалості витримки при передрекристалізаційній термічній обробці

не носить екстремального характеру: твердість починає різко знижуватися одразу після прогріву зразків. Як відомо, що зі збільшенням ступеню деформації температура початку рекристалізації знижується, тому обрано температуру передрекристалізаційної термічної обробки – 400 °С. Результати впливу «abc» деформації $e_2 = 3,4$ та наступної передрекристалізаційної термічної обробки при температурі 400 °С зображено на рис. 3.3.

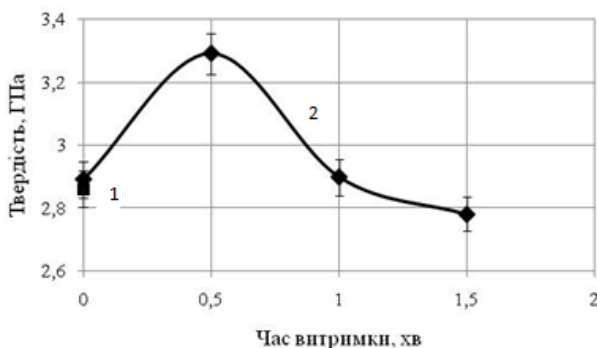


Рис. 3.3. Вплив «abc» деформації $e = 3,4$ та наступної передрекристалізаційної термічної обробки при температурі 400 °С на твердість:
1 – після деформації; 2 – після деформації та термообробки

Аналіз наведених на рис. 3.2 і 3.3 експериментальних результатів дозволив обрати режим передрекристалізаційної термічної обробки, який забезпечує максимальні значення твердості. Для дослідів 2 режим обрано з метою отримання максимальної твердості: температура 400 °С; тривалість витримки – 0,5 хв. Приріст твердості відносно деформації складає 11 %.

Із даних, наведених на рис. 3.1–3.3, випливає, що після «abc» деформації твердість вища у порівнянні з одновісною деформацією, але після передрекристалізаційної термічної

обробки більша твердість спостерігається в одновісно статично деформованих зразках.

На рис. 3.4 зображено мікроструктури технічно чистого заліза, деформованого тривісною деформацією на величину деформації $\epsilon = 3,4$ після деформації та після деформації з наступною термічною обробкою.

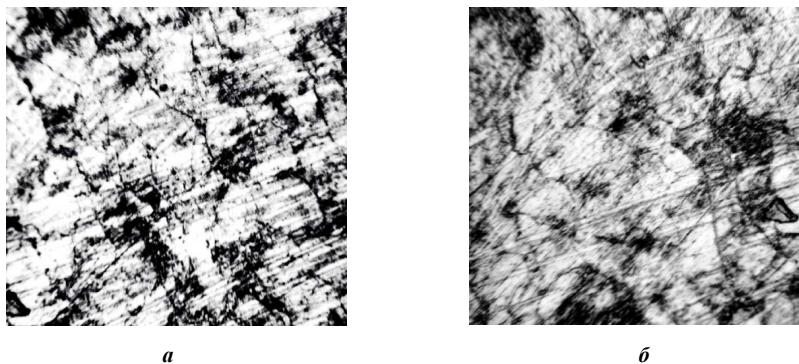


Рис. 3.4. Фотографії мікроструктури технічно чистого заліза після тривісної деформації на величину $\epsilon = 3,4$, $\times 370$:
a – після деформації; *б* – після деформації та наступної термічної обробки

Як видно з рис. 3.4, різниці у структурі після деформування «abc» методом та у структурі після деформування з наступною термічною обробкою немає. Це свідчить про те, що на зміну твердості впливає зміна розмірів субструктури. Розміри ОКР, які ототожнюють з розміром субзерна, наведено в табл. 3.1.

З наведених даних табл. 3.1 випливає, що розмір ОКР має суттєво нижчі значення як після одновісної деформації, так і після деформації «abc» методом і передрекристалізаційної термічної обробки, але одновісна пластична деформація і наступна передрекристалізаційна термічна обробка забезпечують значно менший (наномасштабний) розмір субзерен.

Таблиця 3.1

Розмір ОКР залежно від величини та виду деформації

Розмір ОКР, нм, після	Величина та метод деформації			
	«abc» на $e = 2,94$	одновісна деформація на 60 %	«abc» на $e = 3,4$	одновісна деформація на 80 %
деформації	154	131	149	83
деформації та термічної обробки, яка забезпечує максимальні показники твердості	114	78	72	66

Так як «abc» деформація тривісна і цим зумовлює появу більшої кількості дислокацій різних знаків, що призводить до їх анігіляції, то це сприяє збільшенню швидкості росту субзерен. Тому розмір ОКР після одновісної статичної деформації та термічної обробки менший, ніж після деформації «abc» методом з наступною термічною обробкою. Нижчі значення твердості технічно чистого заліза після «abc» деформації і передрекристалізаційної термічної обробки у порівнянні з одновісною деформацією можна пояснити ще й додатковим впливом зернограничного проковзування. Автори роботи [51] вказують, що у шарах з розміром субзерен від 50 до 200 нм деформація здійснюється за участю змішаного механізму, тому до звичайного дислокаційного механізму приєднується механізм зернограничного проковзування. При цьому деформація може реалізовуватися поворотом субзерен, який виникає внаслідок високого рівня напружень у потрійних стиках, що характерно для «abc» деформації.

Таким чином, встановлено, що розмір ОКР технічно чистого заліза після тривісної деформації «abc» методом до величини дійсної деформації $e = 3,4$ – та передрекристалі-

заційної термічної обробки наномасштабний, але більший, ніж після одновісного статичного деформування та передрекристалізаційної термічної обробки, що пояснюється більшою швидкістю росту субзерен після «abc» деформації. Твердість технічно чистого заліза значно більша після одновісного деформування та передрекристалізаційної термічної обробки, ніж після деформації «abc» методом та передрекристалізаційної термічної обробки, і складає для деформацій 80 % і $\epsilon = 3,4$ відповідно 3,60 і 3,29 ГПа, що пов'язано з меншими розмірами ОКР.

3.2. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на показники міцності технічно чистого заліза, вуглецевих і легованих сталей

Передрекристалізаційна термічна обробка пластично деформованих сталей призводить до підвищення межі міцності, про що свідчать результати випробувань на розрив (табл. 3.2).

Підвищення межі міцності після передрекристалізаційної термічної обробки пластично деформованих технічно чистого заліза і сталей, з одночасним підвищенням значень відносного подовження та звуження, можна пояснити з точки зору механізму руйнування, який відбувається під час навантаження дослідного зразка. Пластична деформація в першу чергу відбудеться в зерні (субзерні), найбільш сприятливо орієнтованому до зовнішнього навантаження (тобто з найбільшими дотичними напруженнями). З ростом зовнішнього напруження спостерігається поступове залучення інших зерен (субзерен) у процес пластичної деформації при збереженні їх цілісності. Під дією зовнішнього напруження зміщення дислокації, які генеруються активним джерелом, приходять до границі зерна і затримуються біля неї. У міру накопичення дислокацій зростає напруження. Однак

цього недостатньо, щоб перейти з одного зерна (субзерна) в інше через границю. Тому поширення ковзання від одного субзерна до іншого здійснюється за рахунок того, що досягнувши певного значення напруження в точці одного субзерна, порушується джерело дислокації в сусідньому субзерні. Опір деформації зростає зі зменшенням розміру субзерна не через наявності межі самої по собі, а через взаємодію між субзернами, розділеними цією межею.

Таблиця 3.2

**Значення межі міцності і показників пластичності
для технічно чистого заліза і сталей залежно
від виду обробки**

Матеріал	Вид обробки	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %	Ψ , %
Технічно чисте залізо	Відпал 800 °С, 60 хв	120	30	60
	Деформація 60 %	698	10	14
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	921 (-/+32)	14 (-/+40)	34 (-/+143)
Сталь 20	Відпал 850 °С, 60 хв	360	16	57
	Деформація 60 %	624 (+73)	3 (-83)	9 (-85)
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	784 (+117/+26)	4 (-73/+52)	15 (-74/+73)
Сталь 40	Відпал 820 °С, 60 хв	457	16	40
	Деформація 60 %	669 (+46)	4 (-75)	12 (-70)
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	813 (+78/+22)	5,5 (-66/+38)	17 (-59/+38)
Сталь 20Х13	Відпал 720 °С, 60 хв	833	6	43
	Деформація 60 %	1162 (+39)	1 (-83)	18 (-58)
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 600 °С, 2 хв	1300 (+56/+12)	2 (-67/+100)	26 (-39/+44)

*У дужках вказано приріст у відсотках щодо відпаленого/деформованого стану.

Якщо дислокація надійно затримується границею і можливості естафетної передачі деформації обмежені, то деформація локалізується в мікрооб'ємах, а напруження плинності зростає. Істотна локалізація деформацій підвищує концентрацію напружень, що призводить до передчасного руйнування, тобто зниження пластичності.

3.3. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на демпфірувальні характеристики сталей

Для визначення демпфірувальних характеристик сталей обраний метод вільних згасаючих коливань, який є найбільш простим і надійним. Віброграма згасаючих коливань дозволяє визначити відносне розсіювання енергії ψ , яке в свою чергу пов'язано з логарифмічним декрементом загасання δ рівнянням (2.5) [44; 45].

Отримане значення величини максимальних напружень у зоні кріплення зразків менше межі міцності при стисненні досліджуваних сталей, що свідчить про те, що зразки навантажували в області пружних коливань (табл. 3.3).

Таблиця 3.3

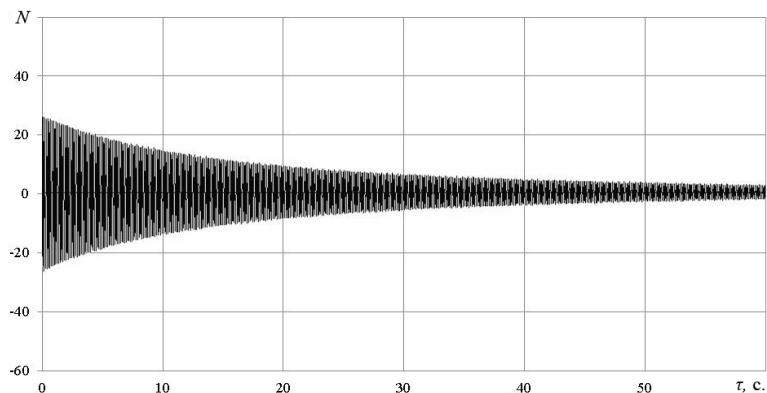
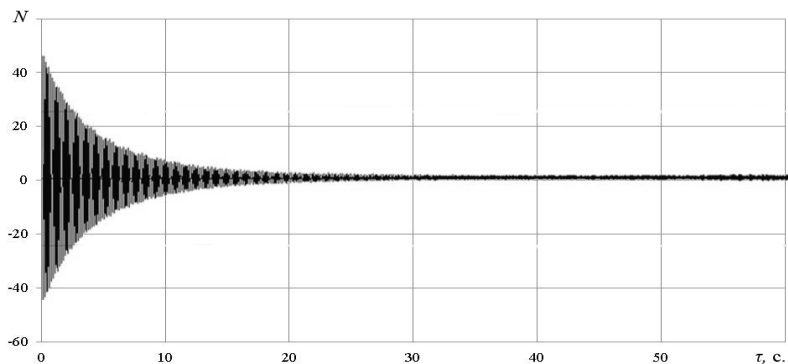
Значення величини максимальних напружень у зоні закріплення

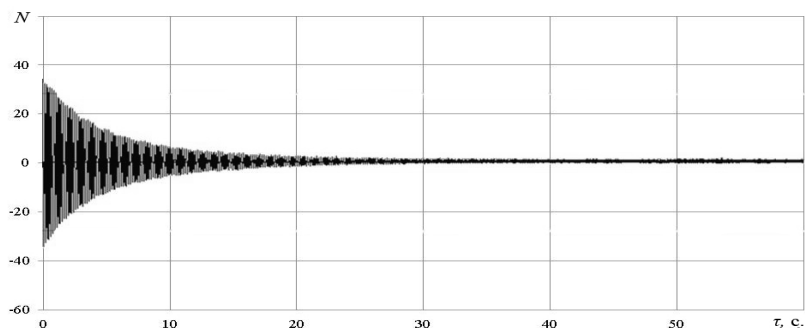
Матеріал	Модуль пружності E , ГПа	Межа пружності σ_y , МПа	Напруження в зоні закріплення зразка σ , МПа
Сталь 20	212	225	79,0
Сталь 40	212	335	79,4
Сталь 20X13	218	440	82,0

За віброграмами, наведеними на рис. 3.5, розраховано логарифмічний декремент згасання коливань і коефіцієнт розсіювання енергії перших двадцяти коливань зразків зі сталі 20X13 після відпалу (*а*), деформації на 60 % (*б*)

і подальшої передрекристалізаційної термічної обробки при 600 °С з витримкою при цій температурі 2 хвилини (в).

Аналогічні віброграми (див. рис. 3.5) згасаючих коливань були отримані для сталей 20, 40. Результати розрахунків демпфірувальних властивостей сталей наведені в табл. 3.4.

*a**б*



б

Рис. 3.5. Віброграми згасаючих коливань зразків зі сталі 20X13:
а – у відпаленому стані; **б** – після деформації на 60 %; **в** – після
 передерекристалізаційної термічної обробки

Таблиця 3.4

**Середнє значення логарифмічного декременту згасання
 коливань і коефіцієнта розсіювання енергії для сталей**

Матеріал	Вид обробки	Логарифмічний декремент загасання коливань $\delta_{\text{ср}}$, %	Коефіцієнт розсіювання $\psi_{\text{ср}}$, %
Сталь 20	Відпал 850 °С, 60 хв	2,5	5,0
	Деформація 60 %	4,1 (+64)	8,2
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	5,7 (+128/+39)	11,4
Сталь 40	Відпал 820 °С, 60 хв	2,35	4,7
	Деформація 60 %	3,7 (+57)	7,4
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	5,15 (+119/+39)	10,3
Сталь 20X13	Відпал 720 °С, 60 хв	2,2	4,4
	Деформація 60 %	3,2 (+45)	6,4
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 600 °С, 2 хв	4,9 (+123/+53)	9,8

*У дужках вказано приріст у відсотках відносно відпаленого/деформованого стану.

Передрекристалізаційна термічна обробка пластично деформованих сталей призводить до підвищення демпфувальних властивостей, а саме логарифмічного декременту згасання коливань і коефіцієнта розсіювання енергії (див. табл. 3.4). Це пояснюється тим, що в результаті передрекристалізаційної термічної обробки виникають нові субзерна в структурі деформованого металу, які за розміром значно менші від вихідної субструктури і, як наслідок, їх кількість значно більша на одиницю об'єму. Подрібнення структури сталі в результаті передрекристалізаційної термічної обробки призводить до того, що хвиля пружних коливань, проходячи через зразок, зустрічає на своєму шляху більшу кількість перешкод у вигляді границь субзерен і витрачає більше енергії на їх подолання, в результаті чого час загасання хвилі пружних коливань у термічно оброблених зразках зменшується, про що і свідчить збільшення показників демпфувальних властивостей.

3.4. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізичні властивості сталей

3.4.1. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на питомий електроопір сталей

Визначення впливу передрекристалізаційної термічної обробки на зміну питомого електроопору пластично деформованих сталей проводили із застосуванням мостової схеми при постійному струмі. Принцип вимірювання заснований на взаємній компенсації опорів двох ланок, одна з яких включає опір, що вимірюється. Завдяки застосуванню індикатора як гальванометра, точність вимірювань складала $\pm 0,002\%$. Результати вимірювань подані на рис. 3.6.

Виходячи з даних, наведених на рис. 3.6, передрекристалізаційна термічна обробка призводить до підвищен-

ня значень електроопору пластично деформованих термооброблених технічно чистого заліза і сталей. Електроопір металевих твердих тіл визначається в основному розсіюванням електронів на фонах, дефектах структури і домішках. Значне підвищення питомого електроопору відбувається зі зменшенням розміру структурних елементів. Причиною є підвищення ролі дефектів, а також особливості фононного спектра. Виходячи з цього твердження, можна говорити про те, що передрекристалізаційна термічна обробка пластично деформованих сталей призводить до подрібнення субструктури.

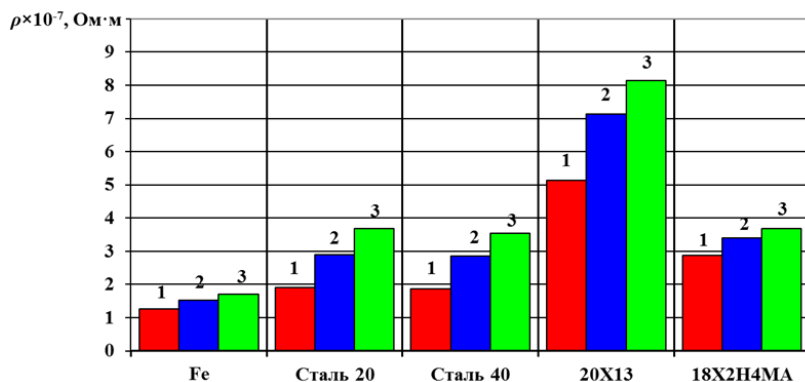


Рис. 3.6. Результати вимірювання електроопору:

1 – у відпаленому стані; 2 – після деформації;

3 – після передрекристалізаційної термічної обробки

3.4.2. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на теплопровідність нікелю та сталей

Для оцінювання теплопровідності (рис. 3.7) визначали коефіцієнт теплопровідності досліджуваних матеріалів на приладі ИТ-λ-400. Значення коефіцієнта температуропровідності отримано на підставі формули:

$$\lambda = \alpha \cdot c \cdot \rho,$$

де λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); α – коефіцієнт температуропровідності зразків, м²/с; c – питома теплоємність зразка, Дж/(кг·К); ρ – щільність матеріалу, кг/м³.

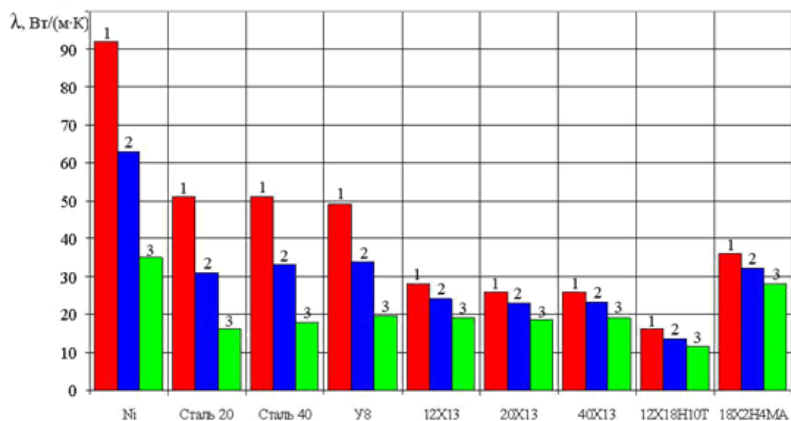


Рис. 3.7. Результати вимірювання теплопровідності:

1 – у відпаленому стані; 2 – після деформації; 3 – після передрекristалізаційної термічної обробки

З наведених на рис. 3.7 даних видно, що теплопровідність зразків після деформації значно нижча, ніж у відпаленому стані. Наступна передрекristалізаційна термічна обробка на оптимальних режимах призводить до подальшого зниження теплопровідності.

Теплопровідність залежить від типу міжатомного зв'язку, температури, хімічного складу і структури матеріалу. Теплота в твердих тілах переноситься електронами і фононами. Механізм передачі теплоти, в першу чергу, визначається типом зв'язку: в металах теплоту переносять електрони. Зменшення коефіцієнта теплопровідності після деформації пояснюється збільшенням щільності дефектів по границях зерен, так як границі зерен та інші дефекти кристалічної структури розсіюють електрони і тим самим знижують

теплопровідність. Подальше зниження теплопровідності в результаті передрекристалізаційної термічної обробки пов'язано з подрібненням субструктури – чим дрібніші зерна і більше спотворення кристалічної ґратки, тим менша теплопровідність.

3.4.3. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на лінійний коефіцієнт ослаблення рентгенівського вимірювання технічно чистого заліза і сталей

Визначення лінійного коефіцієнта поглинання виконували методом реєстрації імпульсів по осі ходу рентгенівського променя. Найбільш інформативними характеристиками матеріалу в умовах іонізуючого випромінювання є: лінійний коефіцієнт ослаблення, що визначає зменшення інтенсивності випромінювання при проходженні через 1 см товщини зразка речовини; масовий коефіцієнт поглинання, істинний коефіцієнт поглинання, віднесений до щільності речовини, а також товщина шару половинного поглинання – товщина, при проходженні через яку інтенсивність випромінювання зменшується в два рази. Ці показники визначали за формулами [55], значення товщини половинного шару поглинання отримували за умови, що $I = I_0/2$.

Збільшення значень лінійного і масового коефіцієнтів ослаблення рентгенівських променів зі зменшенням товщини шару половинного поглинання після передрекристалізаційної термічної обробки пластично деформованих сталей і технічно чистого заліза (табл. 3.5) можна пояснити подрібненням субструктури. При проходженні рентгенівських променів через речовину їх інтенсивність зменшується. Це зменшення пояснюється наступними причинами: томсонівським, або когерентним розсіюванням, і комптонівським, або некогерентним розсіюванням, а також поглинанням рентгенівських променів у речовині.

Таблиця 3.5

**Вплив рентгенівського випромінювання на технічно
чисте залізо і сталі в залежності від виду обробки**

Матеріал	Вид обробки	Лінійний коефіцієнт поглинання μ , см ⁻¹	Масовий коефіцієнт поглинання $\mu_{\text{мас}}^*$, см ² /г	Товщина шару половинного поглинання $d_{\text{кр}}^*$, см
Технічно чисте залізо	Відпал 800 °С, 60 хв	19,8	2,54	0,0345
	Деформація 60 %	21,35	2,72	0,032
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	21,8	2,77	0,031
Сталь 20	Відпал 850 °С, 60 хв	19,4	2,47	0,036
	Деформація 60 %	20,4	2,59	0,034
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	21,2	2,69	0,033
Сталь 40	Відпал 820 °С, 60 хв	19,45	2,49	0,0355
	Деформація 60 %	20,4	2,6	0,035
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв.	21,2	2,71	0,0345
Сталь 20Х13	Відпал 720 °С, 60 хв	19,6	2,56	0,035
	Деформація 60 %	21,2	2,76	0,033
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 600 °С, 2 хв	21,6	2,81	0,032
Сталь 18Х2Н4МА	Відпал 890...910 °С, 60 хв	19,8	2,4	0,033
	Дробоструменева об- робка протягом 60 хв під тиском 0,2 МПа	21,3	2,65	0,032
	Дробоструменева об- робка протягом 120 хв під тиском 0,2 МПа з наступною ПТО при 500 °С, 3 хв	21,55	2,7	0,030

Томсонівське розсіювання здійснюється без зміни енергії розсіяних квантів. Після розсіювання вони тільки змінюють напрямок свого руху, виходячи, із первинного рентгенівського пучка. При комптонівському розсіюванні із атомів вибиваються так звані електрони віддачі, на це витрачається частина енергії кванта і при цьому збільшується довжина хвилі. Нарешті, при поглинанні рентгенівських променів квант зникає повністю. Його енергія витрачається на іонізацію атома і на кінетичну енергію вибитого із атома електрона. Здрібнення структури матеріалу обумовлює ефективне когерентне розсіювання рентгенівського випромінювання ультрадисперсними частинками. Когерентне розсіювання рентгенівського випромінювання на ультрадисперсних частинках призводить до збільшення оптичної довжини шляху фотонів в ультрадисперсних середовищах і до їх додаткового поглинання в порівнянні зі звичайним полікристалічним зразком.

3.4.4. Мікроструктура пластично деформованих сталей до і після передрекристалізаційної термічної обробки

Дослідження структури деформованого технічно чистого заліза і сталей методами оптичної металографії не виявили різниці у структурі до і після передрекристалізаційної термічної обробки.

Дослідження впливу передрекристалізаційної термічної обробки на мікроструктуру сталей проводили на прикладі сталі 20. На рис. 3.8 наведена вихідна мікроструктура сталі 20, яка представлена зернами фериту розміром 20...30 мкм (світлі ділянки) і колоніями перліту (темні ділянки). Після відпалу мікроструктура однорідна.

Після пластичної деформації на 60 % у сталі 20 спостерігаються орієнтована ферито-перлітна структура (рис. 3.9), обумовлена смугами зсуву.

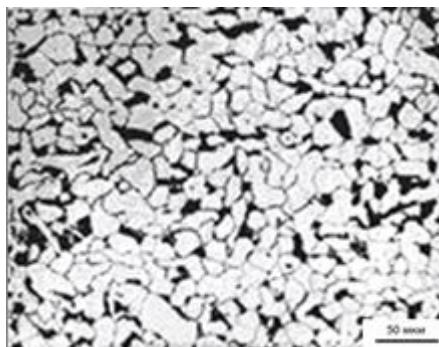


Рис. 3.8. Мікроструктура сталі 20 після відпалу при 820 °С

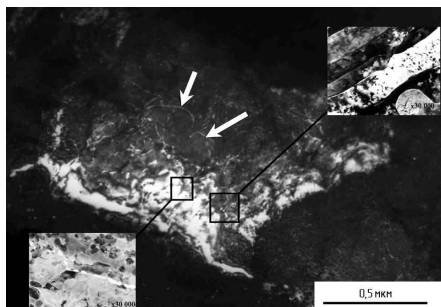


Рис. 3.9. Мікроструктура сталі 20 після деформації на 60 %
(стрілками вказані смуги зсуву)

Поряд з орієнтованими фрагментами спостерігається рівновісна комірчаста структура дещо більшого розміру. Середній розмір елементів зеренно-субзеренної структури складає 270 нм. Спостерігаються окремі великі зерна фериту розміром 400 нм. Щільність дислокацій складає $\rho \sim 4,2 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$. Це узгоджується з даними [57; 58], згідно з якими для деформації простим зсувом характерно формування смуг зсуву, а підвищення ступеню деформації може приводити до локальної неоднорідності субмікроструктурної структури, яка формується. Структура сталі 20 після

пластичної деформації в більшості випадків має характерну смугасту будову. Це вказує на визначну роль у протіканні процесу здрібнення структури після передрекристалізаційної термічної обробки вихідної морфологічної складової матеріалу – фериту. При цьому кожний кристал розбивається на 58 смуг. Чорно-білий контраст від сусідніх смуг свідчить про великокутову розорієнтацію між ними, наявність чітких рефлексів на мікродифракційній картині також говорить про значну частку великокутових границь у структурі.

Передрекристалізаційна термічна обробка попередньо підданої пластичній деформації сталі 20 при температурі 500 °С протягом 1,5 хв привела до формування субзеренної структури на основі α -фази (рис. 3.10).

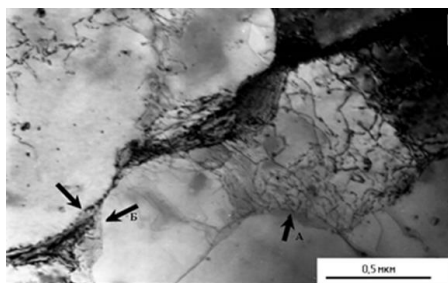


Рис. 3.10. Мікроструктура сталі 20 після передрекристалізаційної термічної обробки при 500 °С, 1,5 хв:

А – формування дислокаційних комірок; Б – утворення малокутових границь

Кожний кристал у середньому розбивається повздовжніми границями, які в свою чергу поперечними границями діляться на нанорозмірні кристаліти. Здійснюється формування малокутових границь з кутом розорієнтування $\sim 10^\circ$. Середній розмір субзерен, що виявлено при аналізі зображень структури сталі 20, складає 184 нм. У межах зерен і субзерен спостерігаються формування дислокаційних сіток, щільність дислокацій складає $\rho \sim 2,1 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$.

Передрекристалізаційна термічна обробка сталі 20 не приводить до повного зниження дальнодіючих напружень, які формуються у структурі при пластичній деформації. Про це свідчать вигнуті контури, які спостерігаються у великій кількості. Джерелами дальнодіючих напружень є границі і стики субзерен.

Таким чином, холодна пластична деформація сталі 20 дозволяє сформувати в ній орієнтовану структуру з високою щільністю дислокацій, хаотично розташованих по всьому об'єму зразка. Наступна передрекристалізаційна термічна обробка при температурі 500 °С з витримкою 1,5 хв дозволяє трансформувати отриману субструктуру в субмікроструктурну за рахунок упорядкування дефектів формування дислокаційних сіток і появи ділянок з малокутовими границями.

Кількісну оцінку зміни розмірів структурних елементів у результаті передрекристалізаційної термічної обробки технічно чистого заліза і сталей виконували шляхом підрахунку кількості наноструктурних елементів у структурі до і після передрекристалізаційної термічної обробки точковим методом [59] з використанням мікроструктур, які представлені на рис. 3.11–3.14.

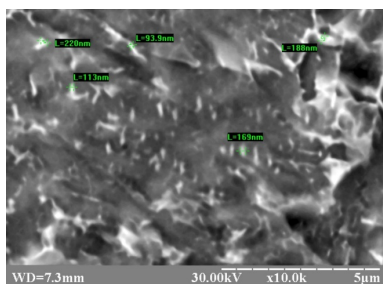
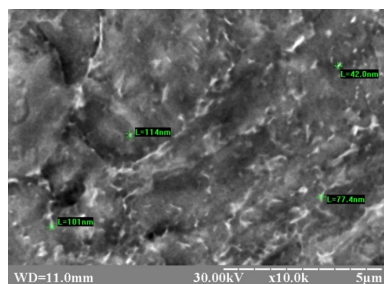
*a**б*

Рис. 3.11. Мікроструктура технічно чистого заліза:

a – деформація 60 %; *б* – деформація 60 % з подальшою передрекристалізаційною термічною обробкою при 500 °С, 1,5 хв

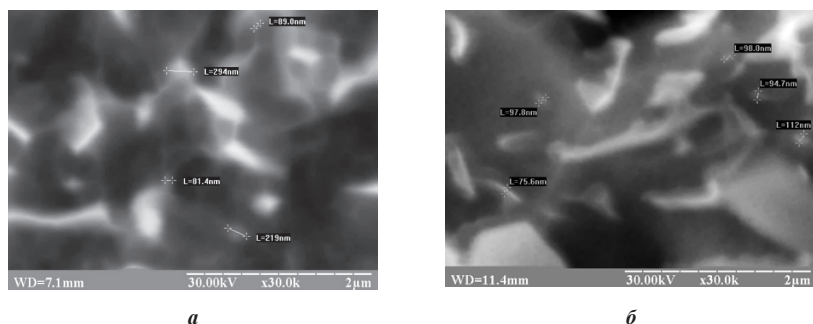


Рис. 3.12. Мікроструктура сталі 20:
a – деформація 60 %; *б* – деформація 48 % з подальшою передрекristалізаційною термічною обробкою при 500 °С, 1,5 хв

Відносна кількість наномасштабних елементів у технічно чистому залізі і сталях у залежності від виду обробки наведена в табл. 3.6.

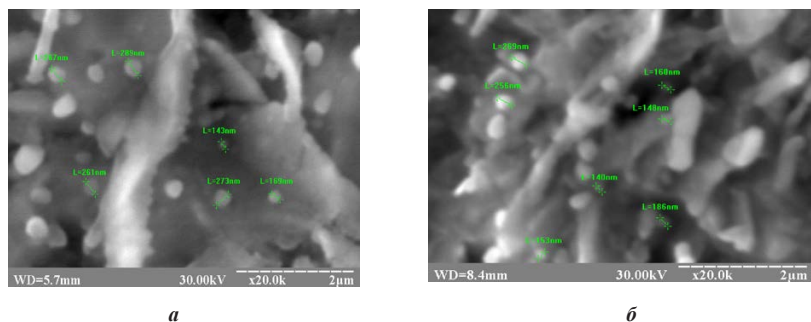


Рис. 3.13. Мікроструктура сталі 40:
a – деформація 60 %; *б* – деформація 60 % з подальшою передрекristалізаційною термічною обробкою при 500 °С, 1,5 хв

Як показали дослідження мікроструктури, передрекristалізаційна термічна обробка пластично деформованих технічно чистого заліза і сталей призводить до подрібнення субструктури, про що свідчить зменшення розмірів субструктурних складових, а також спостерігається

збільшення їх кількості в структурі досліджуваних матеріалів (табл. 3.6).

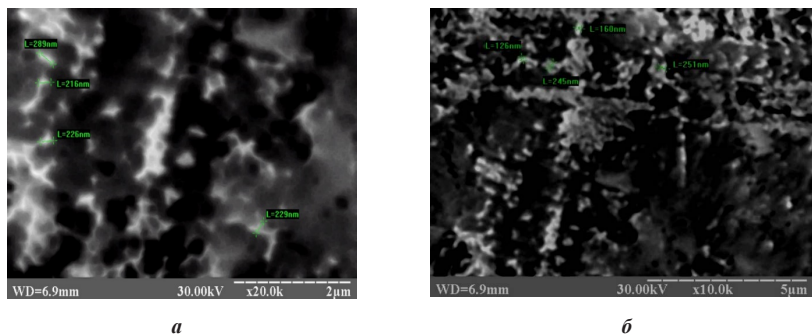


Рис. 3.14. Мікроструктура сталі 18Х2Н4МА:
а – після дробоструменевої обробки 120 хв, тиск 0,2 МПа;
б – після дробоструменевої обробки з подальшою
 передрекристалізаційною термічною обробкою 500 °С, 3 хв

Таблиця 3.6

Вміст наномасштабних елементів у технічно чистому залізі і сталях у залежності від виду обробки

Матеріал	Вид обробки	Кількість наномасштабних структурних елементів, %	Абсолютна похибка вимірювання
Технічно чисте залізо	Деформація 60 %	17,8	0,0048
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	24,8	0,0055
Сталь 20	Деформація 60 %	11,2	0,0057
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	15,6	0,0064
Сталь 40	Деформація 60 %	10	0,0049
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	13,6	0,0052
Сталь У8	Деформація 60 %	12,8	0,0050
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	18,4	0,0058

Продовж. табл. 3.6

Матеріал	Вид обробки	Кількість наномасштабних структурних елементів, %	Абсолютна похибка вимірювання
Сталь 20X13	Деформація 60 %	18	0,0052
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 600 °С, 2 хв	20,8	0,0070
Сталь 18X2Н4МА	Дробоструменева обробка протягом 60 хв під тиском 0,2 МПа	10,8	0,0047
	Дробоструменева обробка протягом 120 хв під тиском 0,2 МПа з наступною ПТО при 500 °С, 3 хв	18,8	0,0059

3.4.5. Розмір областей когерентного розсіювання пластично деформованих технічно чистого заліза і сталей до і після передрекристалізаційної термічної обробки

Подрібнення субструктури в результаті передрекристалізаційної термічної обробки деформованих металів і сталей підтверджується даними, отриманими в результаті рентгеноструктурних досліджень (табл. 3.7), про що свідчить розширення і зниження рівня інтенсивності максимумів на дифрактограмах для всіх досліджуваних зразків (як приклад див. рис. 2.15).

З наведених у табл. 3.7 даних видно, що для всіх матеріалів, які досліджувались, розмір ОКР після передрекристалізаційної термічної обробки при відповідній температурі і часі витримки, що забезпечують максимальне значення фізико-механічних властивостей, зменшується щодо пластично деформованого стану. Це свідчить про те, що підвищення фізико-механічних властивостей у результаті передрекристалізаційної термічної обробки відбувається за рахунок подрібнення субструктури попередньо деформованих металів і сталей.

Таблиця 3.7

**Параметри структури досліджуваних матеріалів
до і після передкристалізаційної термічної обробки**

Матеріал	Вид обробки	Фізичне розширення, рад.		Розмір ОКР D, нм
		Fe _[110]	Fe _[211]	
Технічно чисте залізо	Відпал 800 °С, 60 хв	0,00171	0,001955	629
	Деформація 60 %	0,01833	0,02007	131
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	0,01536	0,02182	78
	Відпал 850 °С, 60 хв	0,00611	0,01047	588
Сталь 20	Деформація 60 %	0,00873	0,01484	149
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500°С, 1,5 хв	0,00698	0,01745	87
	Відпал 820 °С, 60 хв	0,001712	0,001838	530
Сталь 40	Деформація 60 %	0,00612	0,00699	198
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 500 °С, 1,5 хв	0,00875	0,01484	137
	Відпал 750 °С, 60 хв	0,001134	0,00365	329
	Деформація 60 %	0,010471	0,03490	159
Сталь У8	Деформація 60% з наступною ПТО при 500 °С, 2 хв	0,011344	0,04363	79
	Відпал 720 °С, 60 хв	0,00611	0,00698	197
	Деформація 60 %	0,00611	0,00960	63
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 600 °С, витримкою 2 хв	0,00873	0,01047	44

Сталь 12X18N10T	Відпал 860 °С, 60 хв	0,00349	0,00524	242
	Деформація 60 %	0,00436	0,00611	144
	Деформація 60 % з наступною ПТО при 880 °С, 2 хв	0,00611	0,00785	76
Сталь 18X2Н4МА	Відпал 890...910 °С, 60 хв	0,00968	0,01047	421
	Дробоструменева обробка протягом 120 хв під тиском 0,2 МПа	0,00698	0,01047	265
	Дробоструменева обробка протягом 120 хв під тиском 0,2 МПа з наступною ПТО при 500 °С, 3 хв	0,008291	0,01396	142

Оскільки ОКР відповідає внутрішній впорядкованій області зерна і не включає значно викривлених границь, то розмір ОКР ототожнюють із середнім розміром кристалітів, зерен (субзерен) [46].

Різниця в абсолютних значеннях розмірів субструктурних елементів, отриманих методами електронної мікроскопії та рентгеноструктурного аналізу, пов'язана з тим, що рентгеноструктурний аналіз показує середній розмір структурних елементів по всьому об'єму зразка, а електронна мікроскопія дозволяє визначити розмір субструктурних елементів в одній конкретній точці. Таким чином, незалежно від методу дослідження мікроструктури, встановлено зменшення субструктурних складових і збільшення їх кількості в результаті передрекристалізаційної термічної обробки деформованих металів і сталей.

3.4.6. Вплив довготривалої витримки в умовах лабораторії на твердість полігонізаційної субструктури

В окремих роботах, наприклад [90], вказується на нестабільність, деградацію наноструктури, істотне обмеження властивостей і характеристик нановиробів під дією зовнішніх факторів (космічне випромінювання, радіаційний фон, тепловий шум, вібрації тощо). З огляду на це виконане повторне визначення твердості HV_5 зразків із технічно чистого заліза, Ni, сталей У8, 12Х18Н10Т та електродугового покриття 12Х18Н10Т після деформування та передрекристалізаційної термічної обробки, яка забезпечує максимальну твердість, і довготривалого перебування в умовах університетської лабораторії протягом 1,5–3-х років. Результати наведено у табл. 3.8.

Наведені у табл. 3.8 дані свідчать про деяке, здебільшого несуттєве, зниження твердості при збільшенні величини деформації технічно чистого заліза і нікелю, хоча зафіксоване і невелике підвищення твердості у сталі У8, та зниження твердості електродугового покриття.

Таблиця 3.8

Значення твердості деформованих та термооброблених зразків після довготривалої витримки в умовах лабораторії

Матеріал	Величина деформації, %	Температура (°C) і час (хв) при передкристалізаційній термічній обробці	Твердість після деформації та передкристалізаційної термічної обробки HV ₅ , ГПа	Час довготривалої витримки зразків, роки	Зміна твердості після довготривалої витримки, %
Технічно чисте залізо	60	500 °C, 3 хв	2,22	3	-0,45
	65	500 °C, 1,5 хв	2,22	3	-4,67
	80	500 °C, 0,5 хв	2,84	3	-8,57
Нікель Н1У	60	480 °C, 3 хв	1,17	1,5	-4,27
	75	480 °C, 1 хв	1,07	1,5	-6,57
Сталь У8	60	500 °C, 3 хв	3,3	3	+1,8
Сталь 12Х18Н10Т	60	600 °C, 7 хв	4,56	2	-0,66
Електродугове покриття із 12Х18Н10Т	–	600 °C, 3 хв	2,8	3	+1,4

Передрекристалізаційна термічна обробка забезпечує підвищення фізико-механічних властивостей, зокрема твердості, за рахунок фіксації полігонізаційної субструктури. Однак подальше нагрівання або витримка при температурі, яка близька до порогу первинної рекристалізації, веде до нівелювання отриманих результатів через розвиток процесів збиральної полігонізації. Границі субзерен, які утворюються на початку полігонізації, дислокаційні. Ці дислокації рухомі і при підвищенні температури легко рухаються (переповзають), при цьому збільшується розмір субзерен і, як наслідок, зменшуються твердість і міцність. Усе це унеможлиблює передрекристалізаційну термічну обробку деталей великого (більше 10 мм) перерізу.

4. ВПЛИВ КОМБІНОВАНОГО ДЕФОРМУВАННЯ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТА СТРУКТУРУ СТАЛЕЙ

4.1. Вплив комбінованого деформування

Процес рекристалізації є структурно чутливим, тому спосіб деформації, діючи на дислокаційну структуру металів та сплавів, буде визначати і схильність до рекристалізації. Різниця в структурі, отриманій при різних швидкостях деформації, приводить до того, що при одній і тій же величині деформації початок рекристалізації зі збільшенням швидкості деформування розвивається при більш низьких температурах та протікає інтенсивніше [17; 46; 60]. Енергія активації утворення 50-відсоткового рекристалізаційного об'єму має менше значення при статичному навантаженні і найбільше – при динамічному. Визначення щільності дислокацій у сталях після статичної та динамічної деформації показали, що щільність дислокацій після динамічної дії приблизно в 1,3 раза більша, ніж після статичної [17].

В роботі [61] порівнювали вплив статичного і динамічного деформування з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою на твердість сталей. Показано, що динамічна деформація викликає нерівномірне розподілення зерен за розміром по об'єму зразка, це ускладнює можливість фіксації полігонізаційної субструктури, яка призводить до зниження приросту твердості після передрекристалізаційної термічної обробки у порівнянні зі статичним

деформуванням. Тому з метою пошуку можливості фіксації стабілізації полігонізаційної субструктури досліджували комбіноване деформування різними способами.

4.1.1. Комбінування холодного прокатування та статичного деформування

Відпалені зразки технічно чистого заліза піддавали холодному прокатуванню на прокатному стані на 40 %, після чого зразок піддавали статичній деформації на 40 % на гідравлічному пресі. Далі проводили передрекристалізаційну термічну обробку при температурі 500 °С з витримкою до 60 хв. Результати впливу передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза зображено на рис. 4.1.

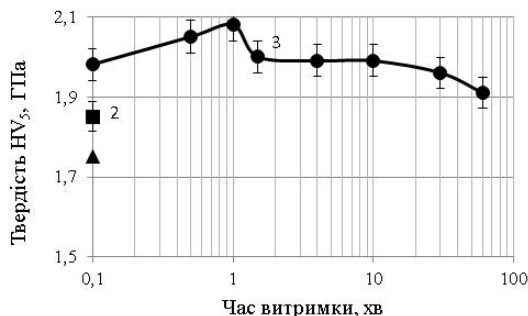


Рис. 4.1. Вплив комбінованого деформування (прокатування на 40 % з наступною статичною деформацією на 40 %) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза:

1 – твердість після прокатування; 2 – твердість після прокатування та наступного статичного деформування; 3 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

З наведених на рис. 4.1 результатів досліджень видно, що залежність твердості від тривалості витримки при передрекристалізаційній термічній обробці носить екстремальний характер. Час витримки, який забезпечує максимальні по-

казники твердості, складає 1 хв і забезпечує найбільше значення твердості – 2,08 ГПа, що на 19 % більше, ніж після прокатування; та на 12 % більше, ніж після комбінування прокатування і статичного деформування.

Стабілізація субструктури відбувається на проміжку часу між 1,5 та 10 хв, далі твердість починає плавно знижуватися. Твердість стабілізованої структури складає 1,99 ГПа, що лише на ~4 % нижче від максимального значення.

Твердість після 60 хв витримки складає 1,91 ГПа, що лише на 3 % більше, ніж після комбінованого деформування, тому таку обробку можна застосовувати для деталей з малими розмірами, але для габаритних деталей обробка комбінуванням прокатування та статичної деформації сумарно на 80 % немає сенсу.

Для перевірки можливості комбінування прокатування та статичного деформування проведено експеримент з сумарною величиною деформації на 60 %, а саме зразки технічно чистого заліза zdeформували на 30 % на прокатному стані, а потім ще на 30 % на гідравлічному пресі. Для деформованих зразків провели передрекристалізаційну термічну обробку при температурі 500 °С, результати дослідження твердості наведено на рис. 4.2.

З наведених на рис. 4.2 даних видно, що залежність твердості від тривалості витримки при передрекристалізаційній термічній обробці також носить екстремальний характер. Оптимальним часом витримки є 1 хв, яка забезпечує найвищу твердість – 1,85 ГПа, що на 48 % більше, ніж після прокатування; та на 12 % більше, ніж після комбінації прокатування і статичного деформування.

Стабілізація структури відбувається у проміжку часу між 7 та 20 хв, твердість при цьому складає 1,71 ГПа, що лише на 4 % більше, аніж після комбінованого деформування сумарно на 60 %, тому така обробка також не має

сенсу для застосування до масивних деталей через незначну ефективність.

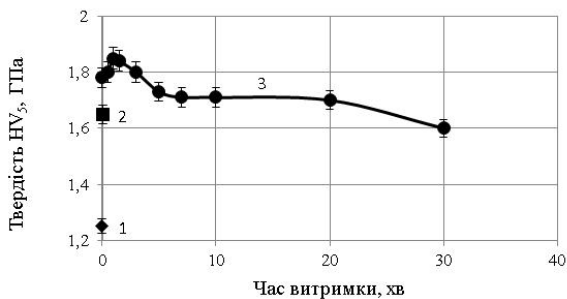


Рис. 4.2. Вплив комбінованого деформування (прокатування на 30 % з наступною статичною деформацією на 30 %) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза:

1 – твердість після прокатування; 2 – твердість після прокатування та наступного статичного деформування; 3 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

Отримані результати щодо застосування комбінованої деформації для отримання стабілізованої полігонізаційної субструктури відкрили перспективу для наступного дослідження різних видів комбінування.

4.1.2. Комбінування динамічного деформування та наступного статичного деформування під кутом 90°

Для відпалених зразків технічно чистого заліза проводили динамічне деформування на 40 %, після чого зразок повертали на 90° та піддавали статичному деформуванню на 40 %. Таким чином сумарна величина деформації склала 80 %. Далі проводили передрекристалізаційну термічну обробку при температурі 500 °С з витримкою до 60 хв. Результати впливу часу витримки передрекристалізаційної термічної обробки наведено на рис. 4.3.

З наведеної на рис. 4.3 кривої видно, що залежність твердості від тривалості витримки при передрекристалі-

заційній термічній обробці носить екстремальний характер. Час витримки, який забезпечує найвищу твердість – 2,33 ГПа, складає 5 хв, що на 25 % більше, ніж після прокатування; та на 15 % більше, ніж після комбінації прокатування і статичного деформування.

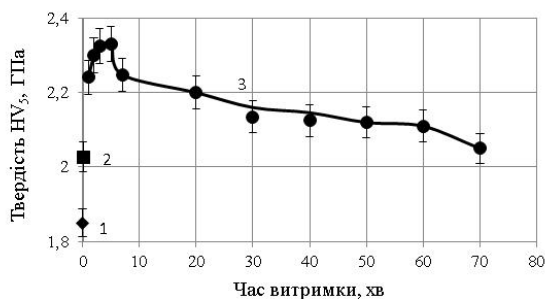


Рис. 4.3. Вплив комбінованого деформування (динамічне деформування 40 % з наступним статичним деформуванням на 40 % під кутом 90 °) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічного чистого заліза:

1 – твердість після динамічного деформування; 2 – твердість після динамічного та наступного статичного деформування; 3 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

Витримка від 20 до 60 хв не має сенсу, адже приріст твердості складає лише 6 %. Загалом, така комбінована деформація забезпечує більший приріст твердості, ніж комбінування прокатування та статичного деформування після передрекристалізаційної термічної обробки, яка забезпечує максимальне значення твердості (рис. 4.4).

Як видно з гістограм приросту твердості (див. рис. 4.4) та залежностей твердості від часу витримки (див. рис. 4.2 та 4.3), комбінування динамічної деформації на 40 % та статичної деформації на 40 % під кутом 90° є більш перспективним за рахунок отримання більшої твердості, але такий спосіб є більш складним для реалізації у промислових умовах.

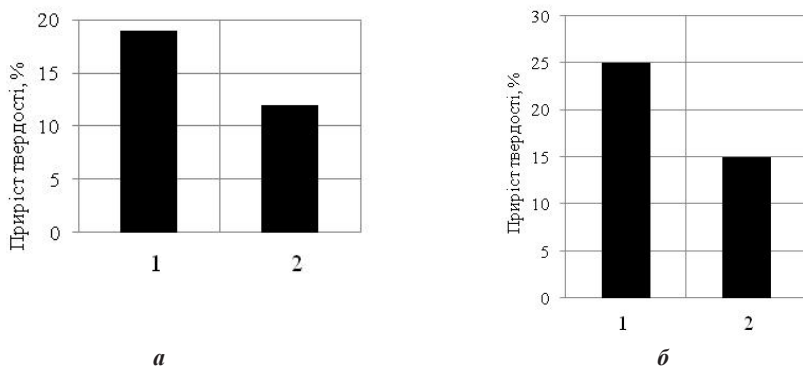


Рис. 4.4. Гістограми приросту твердості між різними видами комбінування після термообробки:

1 – приріст відносно першого деформування; 2 – приріст відносно сумарного деформування; а – комбінування прокатування на 40 % та статичного деформування на 40 %; б – комбінування динамічного деформування на 40 % та статичного деформування під кутом 90° на 40 %

4.1.3. Комбінування статичних деформацій під кутом 90° одна відносно одної

З метою спрощення процесу комбінованого деформування досліджували комбінування двох статичних деформацій під кутом 90° одна відносно одної. Після комбінування проводили передрекристаляційну термічну обробку при температурі 500 °С з витримкою до 60 хв. Результати дослідження наведено на рис. 4.5.

З наведеної на рис. 4.5 залежності видно, що при тривалості витримки від 5 до 60 хв відбувається стабілізація полігонізаційної субструктури, про що свідчить постійна твердість – 2,0 ГПа. Також залежність твердості від тривалості витримки носить екстремальний характер, максимальне значення твердості 2,1 ГПа забезпечує термообробка з витримкою впродовж 2 хв, але різниця між найбільшим значенням та стабілізацією складає лише 5 %.

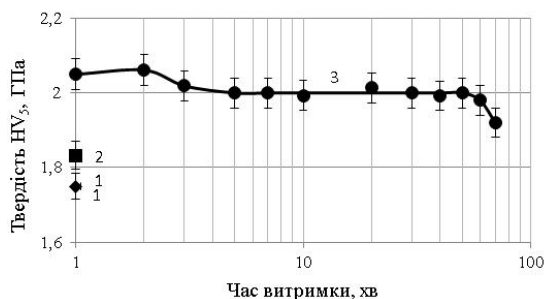


Рис. 4.5. Вплив комбінованого деформування (статичне деформування 40 % з наступною статичною деформацією на 40 % під кутом 90°) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза:

1 – твердість після 1-ої статичної деформації; 2 – твердість після двох статичних деформацій під кутом 90°; 3 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

Загалом комбінування двох статичних деформацій під кутом 90° забезпечує практично такий же приріст твердості, як і комбінування прокатування і статичного деформування. Твердість після двох статичних деформацій під кутом 90° одна до одної більше на 18 % відносно першого етапу деформування та на 12 % більше, ніж після комбінованої деформації. З цього можна зробити висновок, що найбільший у дослідженому діапазоні деформацій приріст твердості та можливість стабілізації субструктури дає лише комбінування динамічної та статичної деформацій.

4.1.4. Комбінування холодної динамічної та статичної деформації

Для визначення впливу комбінування холодної динамічної та статичної деформації проведено холодну динамічну деформацію технічно чистого заліза на 40 % та наступну статичну деформацію на 40 %. Твердість деформованого зразка склала 2,1 ГПа. Після комбінованої деформації здійснювали передрекристалізаційну термічну обробку при

температурі 500 °С. На рис. 4.6 наведено залежність твердості від часу витримки при передрекристалізаційній термічній обробці.

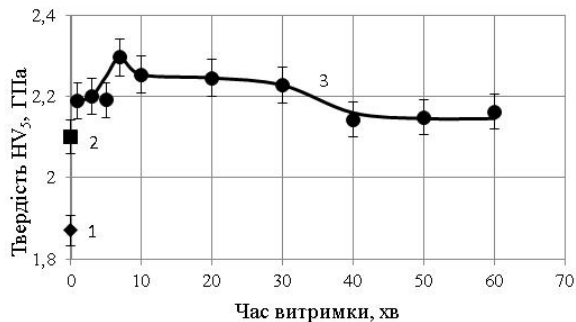


Рис. 4.6. Вплив комбінованого деформування (холодне динамічне на 40 % з наступним статичним деформуванням на 40 %) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза:

1 – твердість після динамічної деформації; 2 – твердість після динамічного та наступного статичного деформування; 3 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

З наведених на рис. 4.6 експериментальних результатів випливає, що стабілізація субструктури технічно чистого заліза спостерігається у діапазоні тривалості витримки від 10 до 30 хв.

Максимальне значення твердості досягається при витримці 2 хв та складає 2,06 ГПа, що на 18 % більше відносно динамічного деформування та на 12 % більше відносно комбінованої деформації.

Далі встановлювали можливість комбінування величин деформації: для цього відпалені зразки піддавали комбінованій деформації – холодній динамічній деформації на 30 %, після чого проводили статичну деформацію на 50 % (дослід 1), і навпаки, холодній динамічній деформації на 50 %, після чого проводили статичну деформацію на 30 %

(дослід 2). Твердість після дослідів 1 складає 1,72 ГПа, а після дослідів 2 – 1,68 ГПа.

Передрекристалізаційну термічну обробку комбіновано деформованих зразків проводили при температурі 500 °С. Результати досліджень наведені на рис. 4.7.

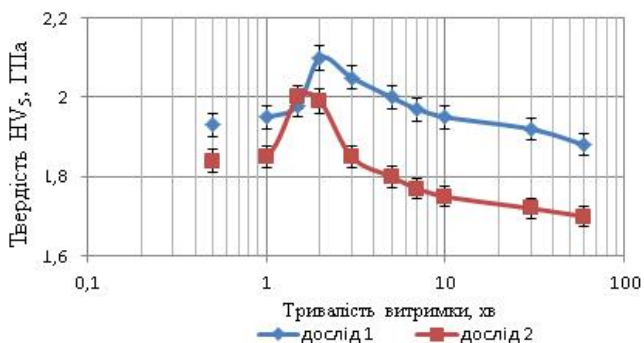


Рис. 4.7. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза після комбінованого деформування

З наведених на рис. 4.7 даних видно, що для обох дослідів спостерігається екстремальний характер підвищення твердості, але зі збільшенням часу витримки твердість поступово зменшується, а після витримки 5...7 хв набуває значень, які відповідають деформованому стану.

Для перевірки впливу величини деформації проведено наступний дослід: спочатку здійснювали холодну динамічну деформацію на 30 %, потім – статичну деформацію на 30 %. Таким чином сумарна величина деформації склала 60 %.

При таких ступенях деформації виникає переважна орієнтація кристалографічних площин та напрямів у зернах. Як приклад на рис. 4.8 наведена мікроструктура технічно чистого заліза після холодної динамічної та наступної статичної деформації.



Рис. 4.8. Мікроструктура технічно чистого заліза після холодної динамічної та наступної статичної деформації, $\times 250$

З наведеної на рис. 4.8 мікроструктури видно, що у деформованому технічно чистому залізі спостерігається текстура деформації, що пов'язано зі збільшенням дефектів кристалічної будови і пояснює підвищення твердості після деформації відносно відпаленого стану.

Отримані зразки після комбінованого деформування нагрівали у печі до температури початку первинної рекристалізації – $500\text{ }^{\circ}\text{C}$. Результати дослідження впливу тривалості витримки на твердість наведено на рис. 4.9. Наведена залежність свідчить про термічну стабілізацію полігонізаційної субструктури технічно чистого заліза, так як твердість залишається на одному рівні при витримці від 20 до 60 хв. Стабілізація субструктури відбувається за рахунок додаткової деформації матеріалу, яку проводили до передрекристалізаційної термічної обробки. Вона сприяє гальмуванню дислокацій за рахунок утворення дислокаційних перехресть (потрійних вузлів) [62].

Максимальне значення твердості, а саме $2,22\text{ ГПа}$, досягається при витримці 10 хв, що на 10 % більше, ніж після комбінованого деформування. Твердість при стабілізації

субструктури відносно комбіновано деформованого стану більше на 5 %. Таким чином, комбінування холодної динамічної деформації на 30 % та статичної деформації на 30 % технічно чистого заліза показало, що після передрекристалізаційної термічної обробки відбувається стабілізація полігонізаційної субструктури, оскільки твердість залишається на одному рівні при витримці від 20 до 60 хв.

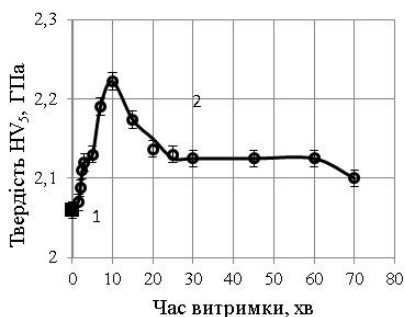


Рис. 4.9. Вплив комбінованого деформування (30 % холодне динамічне та 30 % статичне деформування) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза:

1 – твердість після динамічного та наступного статичного деформування сумарно на 60 %; 2 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

4.1.5. Комбінування гарячої динамічної та холодної статичної деформації

Далі провели дослід, аналогічний попередньому, різниця лише в тому, що динамічне деформування проводили при температурі 880 °С. Результати дослідження впливу комбінованого деформування та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза наведено на рис. 4.10.

З експериментальних даних, наведених на рис. 4.10, видно, що стабілізація полігонізаційної субструктури технічно

чистого заліза комбінуванням гарячої динамічної та статичної деформацій не відбувається. Максимальна твердість досягається при витримці 10 хв та складає 2,22 ГПа, як і в попередньому досліді (комбінування холодної динамічної деформації на 30 % та статичної деформації на 30 %), твердість при 60 хв витримки знижується до початкових значень твердості після комбінованої деформації через швидке проходження динамічної полігонізації, тому застосовувати цей спосіб не є економічно доцільним.

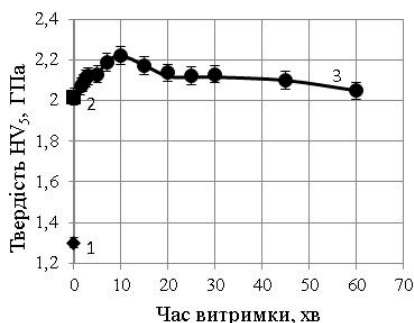


Рис. 4.10. Вплив комбінованого деформування (гаряча динамічна деформація на 30 % та статична деформація на 30 %) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза:

- 1 – твердість після динамічної деформації на 30 %; 2 – твердість після динамічного та наступного статичного деформування сумарно на 60 %; 3 – твердість після комбінованого деформування та наступної термообробки

4.1.6. Комбінування теплої динамічної деформації та статичної деформації

На основі попередніх результатів доцільно дослідити можливість комбінування теплої динамічної деформації (300 °С) з наступною статичною деформацією.

Твердість після теплої динамічної деформації склала 1,95 ГПа, твердість після комбінованої деформації склала 2,04 ГПа. Після чого провели передрекристалізаційну тер-

мічну обробку при тривалості витримки 10 хв, яку обрали з огляду на попередні дослід. Твердість після термообробки склала 2,08 ГПа, що лише на 2 % більше, ніж твердість після комбінованого деформування. Це свідчить про те, що застосовувати таку обробку не доцільно.

Тому в наступних дослідженнях оптимальним видом деформації обрано комбінування холодної динамічної на 30 % та статичної на 30 % деформацій (сумарно на 60 %), оскільки таке комбінування забезпечує порівняно високі показники твердості, дозволяє стабілізувати полігонізаційну субструктуру технічно чистого заліза, метод є простим у своєму виконанні. Таким чином, під комбінованою деформацією далі маємо на увазі саме цей спосіб – комбінування динамічної деформації на 30 % та статичної деформації на 30 %.

4.2. Вплив вуглецю на твердість комбіновано деформованих сталей

Зі збільшенням кількості вуглецю у вуглецевих сталях змінюється їх структура, що обумовлено співвідношенням двох фаз – фериту та цементиту. Відношення кількості цих фаз, їх розмір, а також характер взаємного розташування і визначають властивості сталі. Чим більше вуглецю, тим більше в сталі твердого та крихкого цементиту, що обумовлюється ростом твердості і зниженням пластичності та в'язкості.

Для визначення залежності впливу кількості вуглецю на твердість комбіновано деформованих сталей після передрекристалізаційної термічної обробки досліджено зразки з вуглецевих сталей Ст3; 20; 45; 70 та інструментальної сталі У8 з однаковою величиною сумарної деформації – 60 %.

Твердість (HV_5) сталі Ст3 після відпалу при температурі 800 °С протягом 60 хв становить 1,4 ГПа, сталі 20 (800 °С) – 1,45 ГПа, сталі 45 (810 °С) – 1,7 ГПа, сталі 70 (780 °С) – 1,8 ГПа, сталі У8 (750 °С) – 1,87 ГПа.

Після комбінованого деформування твердість зразків складала: у сталі Ст3 – 1,92 ГПа, у сталі 20 – 1,97 ГПа, у сталі 45 – 2,24 ГПа, у сталі 70 – 2,67 ГПа, у сталі У8 – 2,57 ГПа.

Після комбінованої деформації проводили передрекристалізаційну термічну обробку при температурі 500 °С з витримкою до 60...80 хв для перевірки можливості стабілізації полігонізаційної субструктури. Результати дослідження впливу тривалості витримки при передрекристалізаційній термічній обробці на твердість досліджених зразків сталей наведено на рис. 4.11.

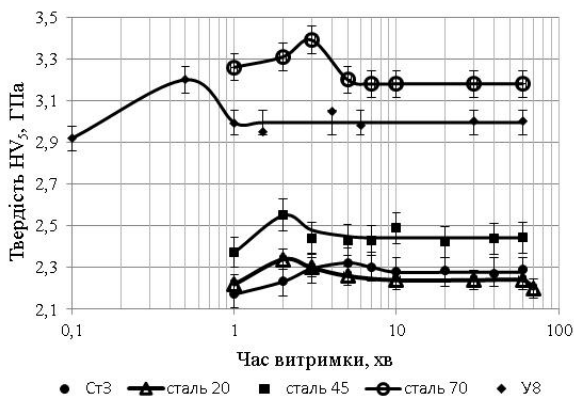


Рис. 4.11. Вплив комбінованого деформування (холодна динамічна деформація на 30 % та статична деформація на 30 %) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки на твердість сталей

З наведених на рис. 4.11 результатів видно, що збільшення концентрації вуглецю сприяє підвищенню твердості. Чим більше вуглецю, тим більше в сталі твердого цементу.

титу, що й обумовлює ріст твердості. Тривалість витримки для отримання максимальних показників твердості скорочується. Також видно, що підвищення термічної стабільності полігонізаційної субструктури сталей Ст3; 20; 45; 70 і У8 можливе комбінуванням динамічної і статичної деформації сумарно на 60 % та наступної передрекристалізаційної термічної обробки відповідно в діапазоні 2...60 хв, 10...60 хв, 5...60 хв, 5...60 хв та 0,5...60 хв. Також з наведених даних на рис. 4.11 видно, що зі збільшенням кількості вуглецю зменшується тривалість витримки, яка забезпечує максимальне значення твердості.

Далі досліджено залежність приросту твердості від кількості вуглецю після термообробки, яка забезпечує максимальне значення твердості, та після термообробки протягом 60 хв, яка забезпечує стабілізацію субструктури (рис. 4.12).

Наведені на рис. 4.12 результати досліджень свідчать, що приріст твердості технічно чистого заліза, сталі 20 та 45 зменшується зі збільшенням кількості вуглецю. Таку залежність можна пояснити тим, що зі збільшенням кількості вуглецю в сталі збільшується кількість цементиту, який має високу твердість, сповільнює утворення дислокаційних сплетінь у процесі пластичної деформації і, як наслідок, призводить до зменшення числа зародків субзерен, які формують полігонізаційну субструктуру. Але у високовуглецевій сталі У8 приріст твердості значно вищий, ніж в інших вуглецевих сталей, що, ймовірно, пов'язано зі зміною структури з ферито-перлітної на перлітну.

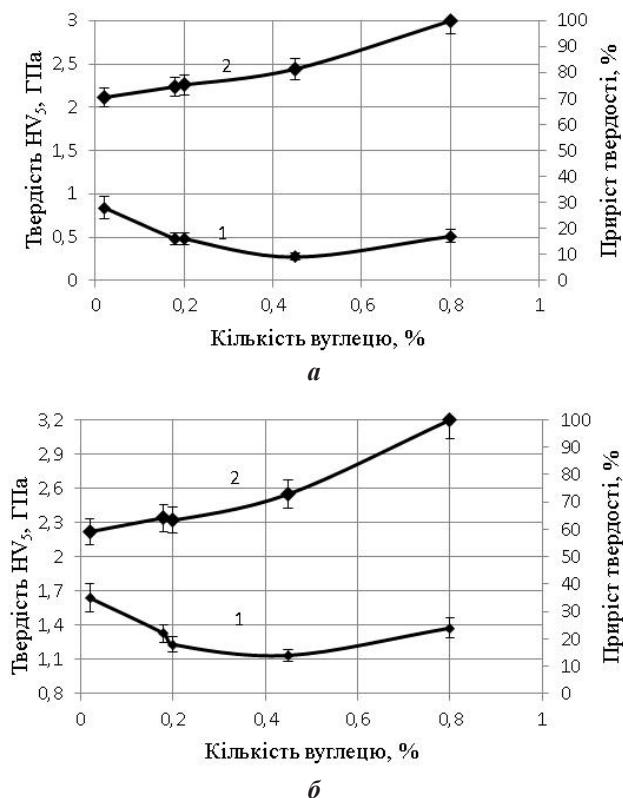


Рис. 4.12. Залежність приросту твердості після передрекристалізаційної термічної обробки від кількості вуглецю: 1 – твердість, ГПа; 2 – приріст твердості відносно деформованого стану, %; а – зразки після деформації та ПТО, що забезпечує максимальні значення твердості; б – зразки після деформації та ПТО протягом 60 хв

4.3. Вплив легувальних елементів на твердість комбіновано деформованих сталей

Для визначення залежності впливу легувальних елементів на твердість комбіновано деформованих сплавів після передрекристалізаційної термічної обробки досліджено сталь 40Х, 12Х13, 12Х18Н9Т та Х12.

Леговані сталі піддавали попередньому відпалу, твердість після якого склала: сталі 40Х – 1,86 ГПа, 12Х13 – 2,02 ГПа, 12Х18Н9Т – 2,28 ГПа, Х12 – 2,15 ГПа.

Твердість після комбінованої деформації сумарно на 60 % склала: сталі 40Х – 2,38 ГПа, 12Х13 – 2,47 ГПа, 12Х18Н9Т – 3,5 ГПа, Х12 – 3,6 ГПа.

Після комбінованої деформації проводили передрекристалізаційну термічну обробку при температурі 500 °С з витримкою до 60 хв для дослідження можливості стабілізації полігонізаційної субструктури. Результати впливу тривалості витримки передрекристалізаційної термічної обробки наведено на рис. 4.13.

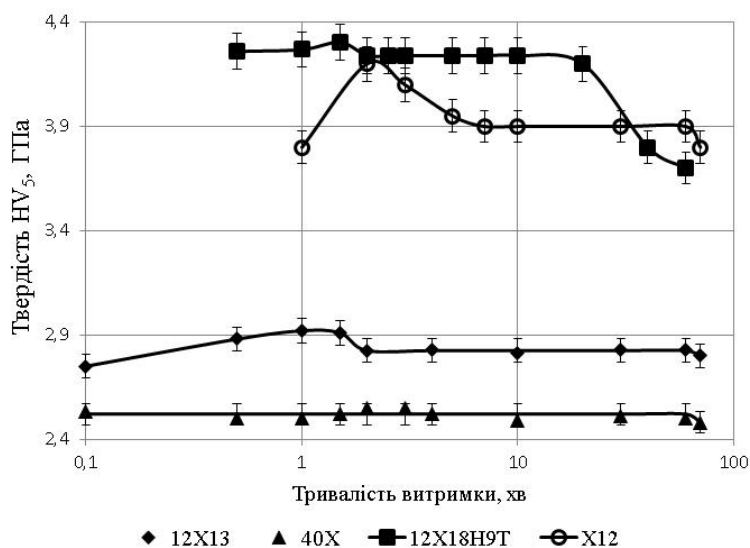


Рис. 4.13. Вплив комбінованого деформування (холодна динамічна деформація на 30 % та статична деформація на 30 %) та наступної передрекристалізаційної термічної обробки

Отримані результати свідчать, що зі збільшенням кількості легувальних елементів, зокрема хрому і вуглецю,

в сталях збільшується твердість комбіновано деформованих зразків після передрекристалізаційної термічної обробки. Також видно, що для сталі 12Х18Н9Т стабілізація полігонізаційної субструктури відбувається при витримці менше 1 хв. Суттєво це не впливає на ефект підвищення твердості, а в сталі 40Х ефект не проявляється, її твердість після передрекристалізаційної термічної обробки складає 2,5 ГПа, а після деформації – 2,38 ГПа, це пояснюється високою інтенсивністю формування полігонізаційних субзерен.

Далі досліджували залежність приросту твердості від кількості хрому після термообробки, яка забезпечує максимальне значення твердості, та після термообробки протягом 60 хв, яка забезпечує стабілізацію субструктури. Результати дослідження наведено на рис. 4.14.

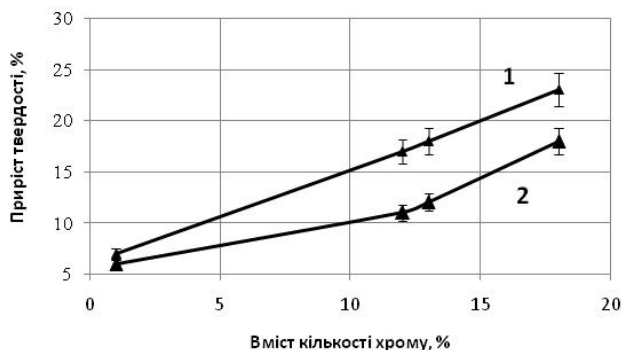


Рис. 4.14. Залежність приросту твердості від концентрації хрому в досліджуваних сталях:

1 – приріст твердості після термічної обробки, яка забезпечує максимальні значення твердості відносно деформованого стану, %; 2 – приріст твердості після термічної обробки протягом 60 хв відносно деформованого стану, %

З наведених на рис. 4.14 залежностей видно, що приріст твердості легованих сталей хромом збільшується зі збільшенням кількості хрому. Це явище можна пояснити тим,

що при нагріванні зразків хромистих сталей відбувається міжкристалічна внутрішня адсорбція вуглецю по границях зерен, що призводить до виділення карбідів хрому («по поверхні зразку»), тим самим зменшуючи концентрацію хрому на границях зерен, що в свою чергу збільшує щільність дислокацій, яка призводить до збільшення кількості центрів зародження нових полігонізаційних субзерен [62].

4.4. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості сталей

Відпалені зразки сталей Ст3 та Х12 розміром 5×5×8 мм піддавали комбінованій деформації: спочатку здійснювали холодну динамічну деформацію на 30 %, потім – статичну деформацію на 30 %. Таким чином, сумарна величина деформації склала 60 %.

Отримані зразки після комбінованого деформування нагрівали в печі до температури первинної рекристалізації 500 °С. Результати дослідження впливу тривалості витримки передрекристалізаційної термічної обробки на твердість представлено на рис. 4.15 та в табл. 4.1.

Отримані результати свідчать, що залежність твердості від тривалості часу витримки при передрекристалізаційній термічній обробці носить екстремальний характер. При цьому твердість при витримці 60 хв дещо падає, але залишається вищою, ніж після деформації. Залишаються вищими і всі міцнісні показники (див. табл. 4.1) при достатній пластичності. Це свідчить про можливість використовувати цей спосіб деформування та передрекристалізаційної термічної обробки в промислових умовах.

На рис. 4.16 наведено приріст твердості та тимчасового опору руйнування для сталей Ст3 та Х12 відносно комбіновано деформованого стану.

Таблиця 4.1

Вплив комбінованого деформування з наступною передрекristалізаційною термічною обробкою на механічні властивості сталей Ст3 та X12

Матеріал	Вид обробки	Твердість $HV_0,1$, ГПа	Межа міцності σ_b , ГПа	Межа пружності σ_y , ГПа	Відносне подов- ження δ , %	Відносне звуження ψ , %	Модуль Юнга Е, ГПа
Ст3	Комбінована деформація	1,8	0,3	0,29	1,0	74	198
	Комбінована деформація, ПТО протягом 2 хв	2,3	0,6	0,34	5,3	75	200
	Комбінована деформація, ПТО протягом 60 хв	2,0	0,4	0,28	7,5	59	157
X12	Комбінована деформація	3,6	1,0	1,01	3,3	37	132
	Комбінована деформація, ПТО протягом 2 хв	4,2	1,6	1,78	2,3	41	244
	Комбінована деформація, ПТО протягом 60 хв	3,9	1,4	1,1	2,6	33	237

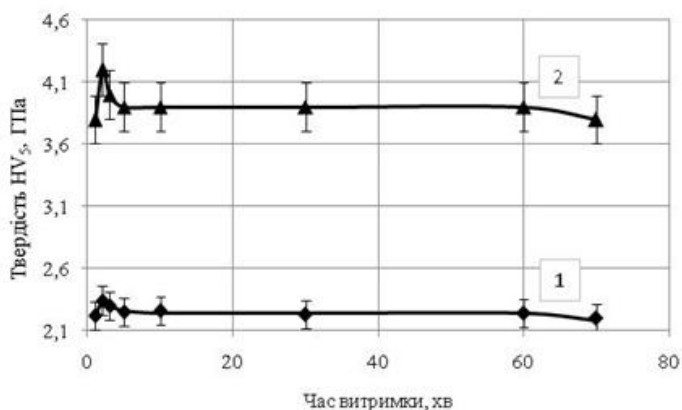


Рис. 4.15. Залежність впливу часу витримки передрекристалізаційної термічної обробки на твердість:
1 – сталь Ст3; 2 – сталь Х12

Аналіз отриманих результатів показав, що приріст твердості, границь міцності та пружності сталей Ст3 та Х12 після комбінованого деформування та передрекристалізаційної термічної обробки протягом 60 хв дещо зменшується відносно приросту після комбінованого деформування та ПТО протягом 2 хв, але залишається значно вищим, ніж після деформування.

Порівняльний аналіз показників пластичності, а саме відносного подовження δ , свідчить про те, що в результаті комбінованої деформації з наступною ПТО сталі Ст3 відбувається зростання цього параметру з плином часу витримки передрекристалізаційної термічної обробки.

Таким чином, при витримці ПТО протягом 2 хв значення відносного подовження складає 5,3 %, що $\sim$ в 5 разів більше, ніж для деформованого зразка, який не зазнавав термічної обробки. Збільшення часу витримки до 60 хв призводить до подальшого зростання показника до 7,5 %, що $\sim$ в 7 разів більше відносно комбіновано деформованого стану.

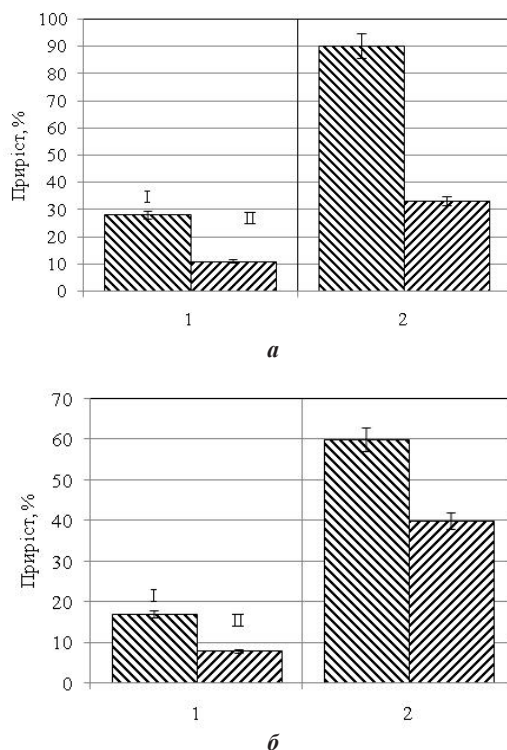


Рис. 4.16. Приріст показників механічних властивостей сталей Ст3 та X12:

а – сталь Ст3; **б** – сталь X12; **1** – твердість; **2** – тимчасовий опір руйнуванню; **I** – показники властивостей комбіновано деформованого зразка з наступною ПТО протягом 2 хв; **II** – показники властивостей комбіновано деформованого зразка з наступною ПТО протягом 60 хв

Результати досліджень свідчать, що для сталі Ст3 запропонований спосіб обробки (комбінована деформація сумарно на 60 % з наступною ПТО) дозволяє досягнути одночасного підвищення показників переважної більшості досліджуваних механічних властивостей, а саме твердості, опору тимчасового руйнування на розрив та відносного подовження.

Дещо інші зміни показників пластичності спостерігаються при дослідженні впливу комбіновано деформованих зразків з наступною ПТО зі сталі Х12 (див. табл. 4.1). Значення відносного подовження після ПТО зменшується ~ у 1,5 рази для обох досліджених часів витримки у порівнянні з комбіновано деформованим станом. Ймовірно, така відмінність у зміні пластичності в результаті передрекристалізаційної термічної обробки для сталей різного складу пов'язана з утворенням карбідів хрому Cr_7C_3 , Cr_{23}C_6 [63], які негативно впливають на показники пластичності, але сприяють зростанню твердості та тимчасовому опору руйнування, що підтверджується результатами фазового аналізу. При цьому отримані показники пластичності досліджених зразків не нижчі, ніж у роботі [64], що свідчить про можливість практичного застосування запропонованого способу.

Порівняння отриманих результатів із даними, наведеними в роботі [65], свідчить про те, що запропонований спосіб комбінованої деформації та термічної обробки дозволяє досягнути більшого зростання твердості при аналогічних показниках пластичності порівняно з властивостями зразків, отриманих методом високотемпературної механічної обробки і традиційного гартування та низького відпуску (58 HRC).

4.5. Вплив комбінованого деформування на твердість технічно чистого нікелю

Для порівняння впливу типу кристалічних ґраток (ОЦК і ГЦК) на ефект підвищення твердості після передрекристалізаційної термічної обробки обрано нікель марки Н1У (ГОСТ 849-97). Відпалені зразки при температурі 800 °С протягом 1 години з нікелю розміром 4×10×10 мм піддавали холодній та гарячій динамічній деформації. Динамічну деформацію проводили шляхом ударної циклічної дії до

заданої величини деформації. Після охолодження зразків до кімнатної температури проводили статичну деформацію.

Спочатку здійснювали холодну динамічну деформацію на 30 %, потім – статичну деформацію на 30 %, далі навпаки: спочатку гарячу динамічну деформацію зразків на 30 % при температурі 880 °С, після чого – статичну деформацію на 30 %. Гарячу динамічну деформацію проводили при температурі зразків 880 °С. Сумарна величина деформації в обох випадках складала 60 %.

Твердість (HV_5) після відпалу складала 0,79 ГПа, після динамічної деформації – 1,54 ГПа, а після гарячої динамічної деформації – 1,0 ГПа. Твердість після комбінування холодної динамічної та наступної статичної деформації складала 1,86 ГПа, а після комбінування гарячої динамічної та статичної деформацій – 1,92 ГПа.

Отримані зразки після комбінованого деформування нагрівали у печі до температури початку первинної рекристалізації – 480 °С. Результати дослідження впливу тривалості витримки на твердість наведено на рис. 4.17.

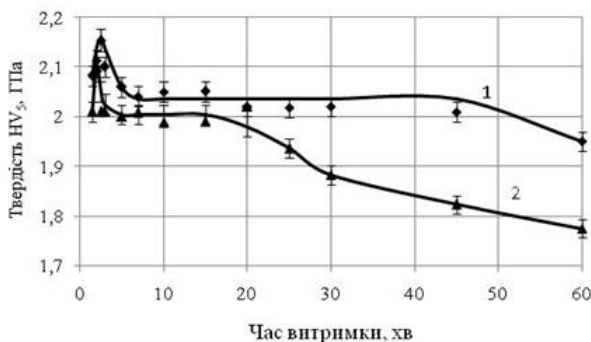


Рис. 4.17. Вплив комбінованого деформування та наступної передрекристалізаційної термічної обробки:

- 1 – холодна динамічна деформація з наступною статичною деформацією;
2 – гаряча динамічна деформація з наступною статичною деформацією

Дані рис. 4.17 свідчать про можливість стабілізації полігонізаційної субструктури нікелю в обох випадках комбінування, але при застосуванні холодної динамічної деформації стабілізація відбувається в межах від 7 до 60 хв, а при гарячій динамічній деформації – від 5 до 15 хв. Таким чином, максимальне значення твердості 2,16 ГПа забезпечує передрекристалізаційна термічна обробка протягом 2,5 хв, яка підвищує твердість нікелю відносно деформованого стану на 16 %.

Твердість для обох дослідів знижується у порівнянні з максимальною, але залишається суттєво вищою, ніж після деформації. Стабілізація субструктури відбувається за рахунок додаткової деформації матеріалу, яку проводили до передрекристалізаційної термічної обробки. Вона сприяє гальмуванню дислокацій за рахунок утворення дислокаційних перехрещень (потрійних вузлів). Очевидно, що за рахунок додаткової статичної деформації збільшує кількість структурних недосконалостей у вигляді дислокаційних перехрещень.

Відомо з [64], наприклад, що руху дислокацій перешкоджають границі субзерен, частинки іншої фази, концентраційні неоднорідності, структурні недосконалості (дислокації), флуктуації в ґратці, пов'язані з нерівномірним розподілом енергії та домішок.

Також дислокації, які були введені при деформації, блокуються домішковими атомами, тому при наступному навантаженні ці дислокації не беруть участі в ковзанні, вони гальмують новоутворені дислокації або частини дислокацій, які розблоковуються після деформаційного навантаження. Атоми проникнення у металах з ОЦК-ґратками викликають більшу тетрагональність та приводять до різкого підвищення міцності.

Отже, стабілізація субструктури технічно чистих заліза, нікелю та вуглецевих сталей полягає у зменшенні рухомості границь субзерен за рахунок утворення потрійних вузлів (перехрещень) дислокацій та гальмування дислокацій домішковими атомами переважно тими, що розчинені шляхом проникнення (у нікелі – 0,01 % С).

Падіння твердості при використанні гарячої динамічної деформації і наступної передрекристалізаційної термічної обробки більш значне, ніж при застосуванні холодної динамічної деформації, що, очевидно, пов'язано з протіканням процесів збиральної полігонізації.

Порівнюючи отримані експериментальні результати із результатами дослідження приросту твердості технічно чистого заліза після аналогічних деформації та термічної обробки, варто відзначити, що приріст твердості для нікелю (16 %) є більшим, ніж у заліза (10 %).

Таким чином, існує перспектива отримання позитивних результатів дослідження можливості стабілізації полігонізаційної субструктури кольорових металів і сплавів шляхом комбінування холодної динамічної та статичної деформації з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою.

4.6. Вплив технологічних факторів передрекристалізаційної термічної обробки на твердість технічно чистого заліза та вуглецевих сталей

Для збільшення ефективності експериментальних досліджень доцільно застосовувати математичні методи планування експерименту. Планування експерименту – це процедура складання плану експерименту, який максимально підходить заданим вимогам, що направлена на формування стратегії дослідження. Метою планування експерименту є визначення сукупності правил та вимог виконання до-

слідів, які дозволяють отримати достовірну та надійну інформацію про об'єкт дослідження з мінімальними трудовитратами [66; 67].

На рівень твердості комбіновано деформованих технічно чистого заліза та вуглецевих сталей після передрекристалізаційної термічної обробки впливають хімічний склад, величина деформації, температура нагріву, швидкість охолодження, тривалість витримки. У зв'язку з цим для кожної досліджуваної сталі режим ПТО підбирається експериментально. Однак основними параметрами, від яких залежать значення твердості, є тривалість витримки (τ) та кількість вуглецю (C), тому для побудови моделі загального впливу на приріст твердості після ПТО як незалежні фактори обрано тривалість витримки – X_1 та концентрацію вуглецю – X_2 . Такі параметри, як величина деформації, температура нагріву, швидкість охолодження, є сталими. Оскільки незалежних факторів лише два, то далі розглядається повнофакторний експеримент типу 2^k , де $k = 2$ [66; 67]. Кожен з факторів варіювали на двох рівнях, вибираючи граничні значення з експериментальних даних (табл. 4.2).

Таблиця 4.2

Значення рівнів та інтервалів варіювання

Фактор Код	Рівень	Тривалість витримки, хв	Концентрація вуглецю, %
	–	X_1	X_2
Нижній рівень	+1	0,5	0,02
Верхній рівень	–1	60	0,8
Основний рівень	0	30,25	0,41
Інтервал варіювання	ΔX_i	29,75	0,39

Матрицю планування експерименту наведено в табл. 4.3, при цьому число можливих комбінацій $N = n^k 2^2 = 4$. Як

параметр оптимізації обрано твердість за Віккерсом HV_5 (Y) комбіновано деформованих сталей після ПТО.

Далі на основі даних табл. 4.2 і 4.3 склали матрицю планування 2^2 , результати якої наведені в табл. 4.4.

Таблиця 4.3

**Матриця повного факторного експерименту
для двох факторів**

Номер досліджу	Фактори в натуральному масштабі		Фактори в безрозмірній системі координат				Вихідний параметр
	Z_1	Z_2	X_0	X_1	X_2	$X_1 X_2$	
1	$Z_1^{\max}$	$Z_2^{\max}$	+1	+1	+1	+1	Y_1
2	$Z_1^{\min}$	$Z_2^{\max}$	+1	-1	+1	-1	Y_2
3	$Z_1^{\max}$	$Z_2^{\min}$	+1	+1	-1	-1	Y_3
4	$Z_1^{\min}$	$Z_2^{\min}$	+1	-1	-1	+1	Y_4

Таблиця 4.4

**Повний факторний експеримент
для двох факторів з фіктивною змінною**

Номер досліджу	Фактори в натуральному масштабі		Фактори в безрозмірній системі координат				Вихідний параметр	
	Z_1	Z_2	X_0	X_1	X_2	$X_1 X_2$	Результати паралельних дослідів Y	Середнє значення $\bar{Y}$
1	60	0,8	+1	+1	+1	+1	3,17 3,25 3,17 3,13 3,13 3,25 3,17 3,17 3,13 3,17	3,17

Продовж. табл. 4.4

Номер досліду	Фактори в натурально-му масштабі		Фактори в безрозмірній системі координат				Вихідний параметр	
	Z_1	Z_2	X_0	X_1	X_2	$X_1 X_2$	Результати паралельних дослідів Y	Середнє значення $\bar{Y}$
3	60	0,02	+1	+1	-1	-1	2,10 2,04 2,19 1,97 1,97 2,12 2,16 2,21 2,06 2,10	2,1
4	0,5	0,02	+1	-1	-1	+1	2,04 1,97 2,12 1,97 2,08 2,06 2,21 2,03 2,10 2,21	2,08

Далі розраховували лінійні коефіцієнти регресії за формулою (4.1):

$$b_i = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i . \quad (4.1)$$

Таким чином,

$$b_0 = 2,64; \quad b_1 = -0,0075;$$

$$b_2 = 0,55; \quad b_{12} = -0,0175.$$

Рівняння регресії має такий вигляд (4.2):

$$Y = 2,64 - 0,0075X_1 + 0,55 X_2 - 0,0175 X_1 X_2. \quad (4.2)$$

Для полегшення використання отриманого рівняння регресії привели його до розмірного вигляду зворотним перетворенням (4.3):

$$Y = 2,64 - 0,0075\tau + 0,55C - 0,0175\tau C. \quad (4.3)$$

Далі виконуємо перевірку відтворюваності дослідів. Для цього перевіряємо гіпотезу про однорідність дисперсій, визначаємо дисперсії кожного дослідів за формулою (4.4):

$$S_N^2 = \frac{1}{m-1} \sum_{j=1}^m (Y_{kj} - \bar{Y}_k)^2. \quad (4.4)$$

де S_N^2 – оцінка дисперсії N -ого дослідів; m – число паралельних вимірів.

Отримані дані значень дисперсії кожного дослідів наведено в табл. 4.5.

Таблиця 4.5

Розрахункові дані дисперсій

Номер дослідів	1	2	3	4
S_N^2	0,029	0,006	0,0076	0,0079
S_N	0,170	0,077	0,087	0,089

З наведених у табл. 3.8 даних видно, що $S_{\max}^2 = S_1^2 = 0,29$. На основі цього розраховуємо значення критерію Кохрена за формулою (4.5):

$$G_p = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{k=1}^N S_k^2} \quad (4.5)$$

Таким чином, розрахункове значення коефіцієнта Кохрена $G_p = 0,57$. Для визначення табличного значення коефіцієнта Кохрена задали рівень довірчої ймовірності $P_G = 0,975$. З урахуванням того, що числа ступенів свободи чисельника $f_1 = 2$, а знаменника $f_2 = 9$, то за таблицею критичних значень критерію Кохрена визначаємо, що $G_m = 0,67$. Таким чином $G_p = 0,57 < G = 0,67$, з чого випливає, що дисперсії дослідів однорідні, і самі досліді – відтворювані.

Отримане рівняння регресії (4.3) дозволяє визначити тривалість витримки ПТО деформованих технічно чистого заліза та сталей, а також оцінити вміст вуглецю в сталях для отримання найбільшого приросту твердості відносно деформованого стану.

Аналізуючи отриману математичну залежність, можна зробити висновок, що приріст твердості після ПТО відносно комбінованого деформованого стану набуватиме найбільших значень при зменшенні кількості вуглецю і тривалості витримки ПТО.

4.7. Вплив комбінованого деформування на розмір областей когерентного розсіювання

У процесі дослідження встановлена суттєва зміна значень твердості та інших механічних властивостей сталей, а саме твердості, тому науковий і практичний інтерес становить зміна субструктури, яка призвела до змін властивостей: розмір областей когерентного розсіювання, кількість наноструктурних елементів, кут розорієнтування субзерен та щільність дислокацій.

4.7.1. Вплив комбінованого деформування на розмір областей когерентного розсіювання технічно чистого заліза

Визначення розміру областей когерентного розсіювання деформованого технічно чистого заліза проводили трьома

способами: за формулою Шеррера, за допомогою методу гармонічного аналізу форми дифракційного профілю та методом кількісної металографії.

Визначення розміру ОКР за формулою Шеррера. Для цього проводили зйомку дифрактограм, які зображено на рис. 4.18. Зйомку проводили при молібденовому випромінюванні ($\lambda = 0,071069$ нм) по відображенню [110] в інтервалі кутів 2θ від 18 до 22° . Як еталон використовували технічно чисте залізо, відпалене протягом 1 год при температурі 1000°C , що забезпечує повне зняття напружень II роду. Для дослідження обрали зразки, які забезпечують максимальні значення твердості, та зразки зі стабілізованою полігонізаційною субструктурою.

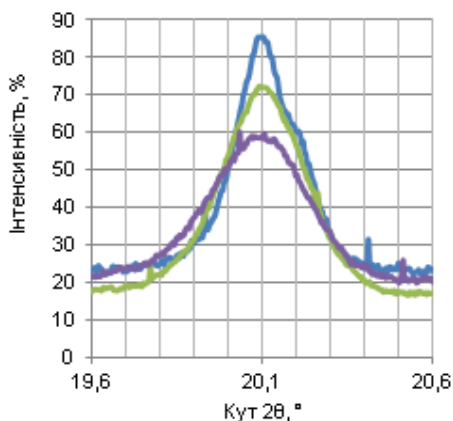


Рис. 4.18. Дифрактограми технічно чистого заліза:

1 – еталон (після відпалу); 2 – після комбінованого деформування сумарно на 60 %; 3 – після комбінованого деформування сумарно на 60 % та наступної передрекристалізаційної термічної обробки, яка забезпечує максимум твердості

Дифрактограми технічно чистого заліза (рис. 4.18) опосередковано свідчать про здрібнення субструктури в результаті комбінованого деформування та наступної

передрекристалізаційної термічної обробки, про що свідчать поширення та зниження рівня інтенсивності дифракційних максимумів на досліджуваних зразках.

У табл. 4.6 наведено розміри ОКР досліджуваних зразків технічно чистого заліза.

З наведених у табл. 4.6 даних видно, що розмір ОКР після передрекристалізаційної термічної обробки при відповідному часі витримки зменшується у порівнянні з деформованим станом металу.

Таблиця 4.6

Середній розмір ОКР комбіновано деформованих зразків технічно чистого заліза до і після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм
Після комбінованої деформації	186
Після комбінованої деформації та ПТО 500 °С, 10 хв	125
Після комбінованої деформації та ПТО 500 °С, 60 хв	175

Визначення розміру ОКР за допомогою методу кількісної металографії. Для дослідження тонкої структури деформованих та термооброблених зразків технічно чистого заліза отримано фотографії скануючим електронним мікроскопом при збільшенні у 20000 крат. Мікроструктури технічно чистого заліза наведено на рис. 4.19.

З наведених мікроструктур видно, що в субструктурах після недовготривалої витримки (див. рис. 4.19,*б*) та впродовж витримки протягом 60 хв (див. рис. 4.19,*в*) суттєвої різниці не виявлено, на відміну від структури після комбінованого деформування (див. рис. 4.19,*а*), в якій розмір субзерна більший, що підтверджують дані визначення розмірів ОКР методами рентгеноструктурного аналізу

(див. табл. 4.6), згідно з якими після передрекристалізаційної термічної обробки відбувається зменшення ОКР відносно деформованого стану. Це є прямим доказом здрібнення субструктури пластично деформованого технічно чистого заліза в процесі передрекристалізаційної термічної обробки.

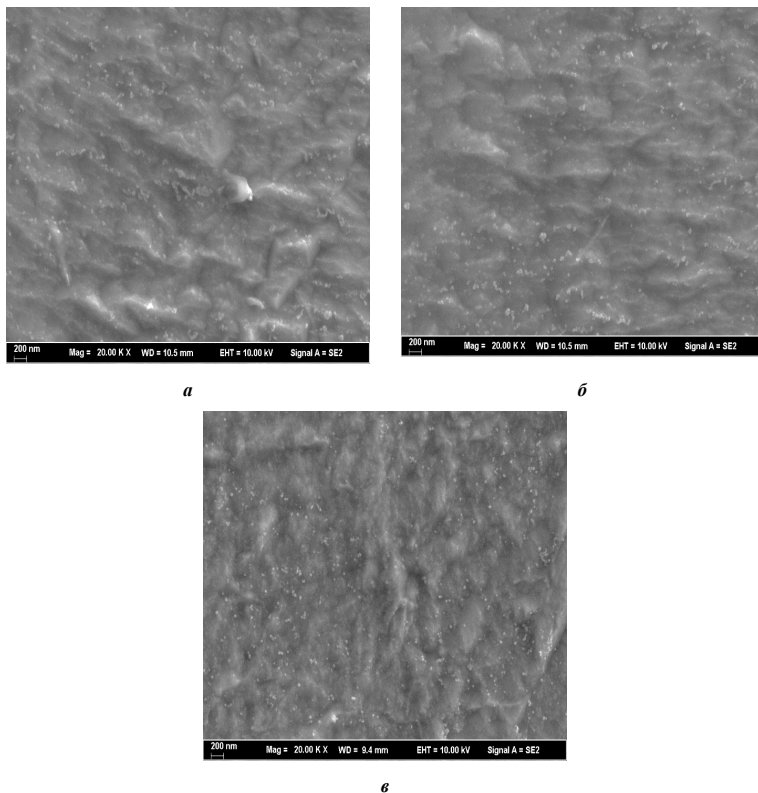


Рис. 4.19. Мікроструктура технічно чистого заліза:
a – після комбінованого деформування; *б* – після комбінованого деформування та термічної обробки протягом 10 хв; *в* – після комбінованого деформування та термічної обробки протягом 60 хв

Різниця в абсолютних значеннях розмірів субструктурних елементів, отриманих методами електронної мікроско-

пії (табл. 4.7) та рентгеноструктурного аналізу (формула Шеррера; табл. 4.6), пов'язана з тим, що рентгеноструктурний аналіз показує середній розмір субструктурних елементів по всьому об'єму зразка, а електронна мікроскопія дозволяє визначити розмір субструктурних елементів конкретних субзерен.

Таблиця 4.7

Середній розмір ОКР комбіновано деформованих зразків технічно чистого заліза до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм
Після комбінованої деформації	172
Після комбінованої деформації ПТО 500 °С, 10 хв	110
Після комбінованої деформації та ПТО 500 °С, 60 хв	148

Таким чином, незалежно від методу дослідження мікроструктури, встановлено зменшення розміру субзерен у результаті передрекристалізаційної термічної обробки здеформованого технічно чистого заліза.

Визначення розміру ОКР за допомогою методу гармонічного аналізу форми дифракційного профілю. Для визначення розміру ОКР методом гармонічного аналізу форми дифракційного профілю проводили зйомку дифрактограм технічно чистого заліза для двох відображень – [110] та [220], а значення коефіцієнтів Фур'є розраховували за допомогою програмного забезпечення *New Profile* (навчальна версія).

У табл. 4.8 наведено результати визначення розмірів ОКР для зразків технічно чистого заліза.

Таблиця 4.8

**Середній розмір ОКР комбіновано деформованих
зразків технічно чистого заліза до та після
передрекристалізаційної термічної обробки**

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм
Після комбінованої деформації	149
Після комбінованої деформації та ПТО 500 °С, 10 хв	100
Після комбінованої деформації та ПТО 500 °С, 60 хв	140

Різниця у показниках розміру ОКР у приблизно 20 % між даними, визначеними за формулою Шеррера та методом гармонічного аналізу дифракційного профілю, пояснюється тим, що методи, які ґрунтуються на аналізі даних рентгеновської дифракції, мають досить широкий спектр параметрів, що визначаються. Це фазовий склад, будова, середній розмір і морфологічні характеристики наночастинок, точніше областей когерентного розсіювання (ОКР), розподіл ОКР за розміром. Однак використання даного методу для визначення середнього розміру ОКР по ширині дифракційного максимуму з використанням формули Шеррера може призводити до похибки внаслідок впливу різноманітних факторів на ефект уширення дифракційних максимумів, зокрема, через суперпозицію дифракційних ліній від декількох фаз, присутність кристалів різного складу, а отже, з різними параметрами ґраток, наявність ґратки, мікродеформацій, мікронапружень тощо [20]. Але похибка є систематичною та суттєво не впливає на порівняльний аналіз. У наступних дослідженнях використано саме цей спосіб, оскільки він є значно простішим.

4.7.2. Вплив комбінованого деформування на розмір областей когерентного розсіювання вуглецевих сталей

За допомогою аналітичного автоемісійного растрового електронного мікроскопа *SUPRA55VP* з електронно-оптичною колонкою *Gemini* для підвищення контрастності зображення на зразки зі Ст3 нанесено тонкий шар золота товщиною 10 нм. Отримані фотографії зразків наведено на рис. 4.20.

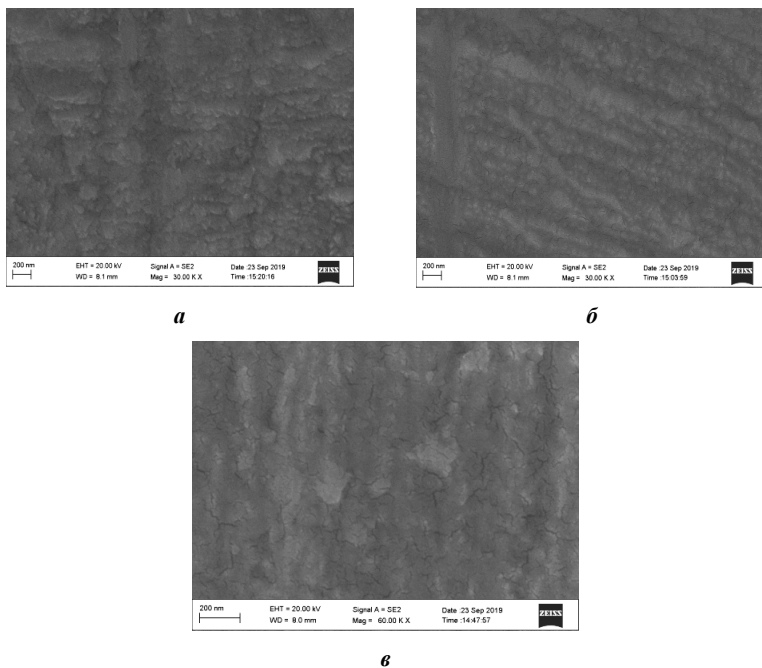


Рис. 4.20. Мікроструктури сталі Ст3:

- a* – після комбінованої деформації; *б* – після комбінованої деформації та термічної обробки, яка забезпечує максимальні значення твердості; *в* – після комбінованої деформації та термічної обробки, яка забезпечує термічну стабілізацію полігонізаційної субструктури

З рис. 4.20 видно, що відбувається здрібнення субструктурних елементів після ПТО відносно деформованого стану,

що підтверджують дані визначення середнього розміру ОКР з фактором форми $\sim 0,42$ та відносної кількості нанорозмірних субзерен (табл. 4.9), які отримали методом комп'ютерної металографії за допомогою програмного забезпечення *Image Pro Plus* (навчальна версія). Середні діаметри субзерен виміряли з інтервалом 2 градуси, які проходять через центроїд об'єкта.

Таблиця 4.9

Середній розмір і відносна кількість наноструктурних субзерен комбіновано деформованої сталі Ст3 до та після ПТО

Режим обробки	Середній розмір субзерна, нм	Кількість нанорозмірних субзерен, %
Комбінована деформація	94	55
Комбінована деформація, ПТО 500 °С, 2 хв	89	66
Комбінована деформація, ПТО 500 °С, 60 хв	92	62

Із наведених даних табл. 4.9 випливає, що відбувається зменшення величини субзерен після ПТО відносно деформованого стану.

Встановлено, що найбільшій кількості субзерен (66 %) з діаметром ≤ 100 нм у Ст3 можна досягти, застосовуючи комбінування динамічної на 30 % та статичної на 30 % деформацій з наступною ПТО при температурі 500 °С з витримкою 2 хв. Витримка у 60 хв дещо знижує кількість нанорозмірних субзерен (на 4 %), але цього достатньо для забезпечення високої твердості.

Визначення розміру областей когерентного розсіювання вуглецевих сталей 20; 45 та інструментальної сталі У8 проводили за допомогою формули Шеррера. В табл. 4.10 наведено розміри ОКР досліджуваних зразків сталі 20.

З наведених даних табл. 4.10 видно, що при термообробці, яка забезпечує максимум твердості, розмір ОКР зменшується до 119 нм, при цьому збільшується твердість. Збільшення розміру ОКР після стабілізації субструктури відносно деформованого стану може пояснюватися тим, що кути розорієнтування починають збільшуватись через початок процесу динамічної полігонізації.

Таблиця 4.10

Середній розмір ОКР і твердість комбіновано деформованих зразків сталі 20 до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм	Твердість HV ₅ , ГПа
Після комбінованої деформації	143	1,97
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 10 хв	119	2,32
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 60 хв	187	2,278

Далі визначали розміри субзерен у сталі 45. Результати наведено у табл. 4.11.

Таблиця 4.11

Середній розмір ОКР і твердість комбіновано деформованих зразків сталі 45 до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм	Твердість HV ₅ , ГПа
Після комбінованої деформації	110	2,24
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 10 хв	80	2,55
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 60 хв	179	2,44

Дані табл. 4.11 свідчать про те, що застосування комбінованої деформації, яка складається з динамічної на 30 % та статичної на 30 %, з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою при температурі 500 °С протягом 2 хв забезпечує розмір субзерна 80 нм і найбільшу твердість.

Далі проводили дослідження для сталі У8. На рис. 4.21 наведено дифрактограми досліджуваних зразків сталі У8.

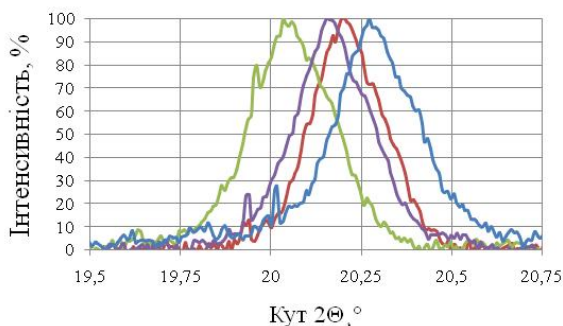
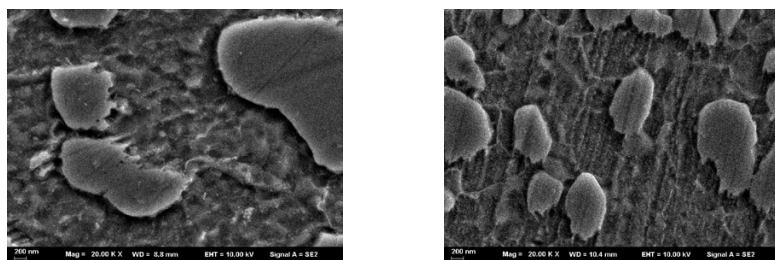


Рис. 4.21. Дифрактограми сталі У8:

1 – після відпалу; 2 – після комбінованого деформування; 3 – після комбінованого деформування та термообробки, яка забезпечує максимум твердості; 4 – після комбінування та стабілізації

На рис. 4.21 видно, як з деформацією та термообробкою дифракційні максимуми зміщуються вліво, що пов'язано з накопиченням напружень II роду.

Наведені на рис. 4.22 мікроструктури сталі У8 свідчать, що відбувається здрібнення субструктурних елементів після передрекристалізаційної термічної обробки щодо деформованого стану, що підтверджують визначені розміри ОКР методами рентгеноструктурного аналізу (табл. 4.12), згідно з якими відбувається їхнє зменшення після передрекристалізаційної термічної обробки відносно деформованого стану та збільшення твердості. Це є прямим доказом здрібнення субструктури пластично деформованої сталі У8 у процесі передрекристалізаційної термічної обробки.



a

б

Рис. 4.22. Мікроструктури сталі У8:

a – після комбінованої деформації; *б* – після комбінованої деформації та термічної обробки, яка забезпечує стабілізацію полігонізаційної субструктури

Таблиця 4.12

Середній розмір ОКР і твердість комбіновано деформованих зразків сталі У8 до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм	Твердість HV ₅ , ГПа
Після комбінованої деформації	127/190	2,6
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 1 хв	116/150	3,2
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 60 хв	128/160	3,0

* Через «/» вказано розміри ОКР, які визначено за допомогою формули Шеррера та методом кількісної металографії.

Наведені у табл. 4.12 результати свідчать, що комбінована деформація та наступна передрекристалізаційна термічна обробка сталі У8 при температурі 500 °С протягом 1 хв забезпечує зменшення розміру ОКР до 116 нм, що близько до наномасштабної.

Таким чином, встановлено, що комбінована деформація та передрекристалізаційна термічна обробка забезпечує

максимальні значення твердості завдяки здрібненню субструктурних елементів, у деяких випадках до наномасштабної.

4.7.3. Вплив комбінованого деформування на розмір областей когерентного розсіювання легованих сталей

Для визначення розміру ОКР легованих сталей 40Х та 12Х13 використовували формулу Шеррера.

На рис. 4.23 зображено дифрактограми досліджуваної сталі 40Х.

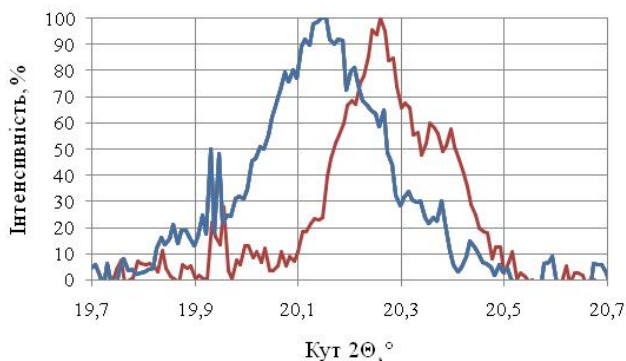


Рис. 4.23. Дифрактограми сталі 40Х:

1 – після відпау; 2 – після комбінованого деформування та термообробки

З рис. 4.23 видно, що відбувається переміщення дифракційного профілю після деформації та термообробки в ліву сторону, що можна пояснити виділенням карбідів хрому при термообробці. В табл. 4.13 наведено зміну розміру ОКР після деформації та деформації і наступної термообробки.

Наведені у табл. 4.13 дані вказують на те, що комбінована деформація з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою забезпечують здрібнення субструктури після передрекристалізаційної термічної обробки відносно деформованого стану.

Таблиця 4.13

Середній розмір ОКР і твердість комбіновано деформованих зразків сталі 40Х до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм	Твердість HV ₅ , ГПа
Після комбінованої деформації	131	1,86
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 1 хв	117	2,53
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 60 хв	118	2,52

В табл. 4.14 наведено зміну розміру ОКР сталі 12Х13 після деформації та деформації і наступної термообробки.

Таблиця 4.14

Середній розмір ОКР і твердість комбіновано деформованих зразків сталі 12Х13 до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Середній розмір ОКР, нм	Твердість HV ₅ , ГПа
Після комбінованої деформації	117	2,02
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 1 хв	101	3,00
Після комбінованої деформації та термообробки: 500 °С, 60 хв	110	2,83

Отримані результати вказують на те, що комбінована деформація з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою забезпечують розмір ОКР у 101 нм.

4.8. Вплив комбінованого деформування на відносну кількість нанорозмірних субзерен технічно чистого заліза та сталей

Деформовані комбінованим методом метали та сплави характеризуються певними особливостями структури, яка значно відрізняється від структури цих самих матеріалів, які були статично деформовані, що обумовлюється вкрай не рівноважними умовами їх формування (висока швидкість деформації). Структура таких металів та сплавів обумовлює їх експлуатаційні властивості, для них характерна підвищена концентрація різноманітних дефектів, що призводить до утворення нанорозмірних елементів субструктури (блоки мозаїки, малокутові границі, скупчення дислокацій, кластери). Властивості матеріалів у значній мірі залежать від відносної кількості наноструктурних елементів (субзерен), тому визначенню частки наноструктурної складової приділяється особлива увага, що в певній мірі дозволяє прогнозувати властивості матеріалів [68].

У табл. 4.15 наведено розраховану відносну кількість наноструктурних елементів для деформованих технічно чистого заліза та сталей до та після передрекристалізаційної термічної обробки.

Таблиця 4.15

Відносна кількість наномасштабних субзерен, %, у деформованих технічно чистому залізі та сталях до та після передрекристалізаційної термічної обробки

Обробка	Залізо	Сталь 20	Сталь 45	У8	40Х	12Х13
Комбіноване деформування	54	17	15	28	37	18
Комбіноване деформування та ПТО, що забезпечує максимальні значення твердості	75	20	22	42	65	34
Комбіноване деформування ПТО протягом 60 хв	58	16	18	19	16	12

Наведені дані табл. 4.15 свідчать про те, що комбінована деформація та наступна передрекристалізаційна термічна обробка, яка забезпечує максимальні значення твердості, забезпечують збільшення кількості нанорозмірних субзерен щонайменше на 18 % (сталь 20), а максимум на ~90 % (сталь 12X13) у порівнянні з деформованим станом.

4.9. Вплив комбінованого деформування на середній кут розорієнтування субзерен технічно чистого заліза та вуглецевих сталей

Кути розорієнтування субзерен та їх розміри можуть інтерпретуватися на основі представлень про накопичення лінійних дефектів у комірці у вигляді дислокацій. Властивості матеріалів у значній мірі залежать від розміру наноструктурних елементів, таких як розмір та кількість елементів, з якими ототожнюють області когерентного розсіювання (ОКР) рентгеноструктурних променів, кута розорієнтування субзерен. Кут розорієнтування субзерен визначає їх термічну стабільність: чим більший кут, тим вища термічна стабільність. У табл. 4.16 наведено розраховані середні кути розорієнтування субзерен у деформованих технічно чистому залізі та сталях до і після передрекристалізаційної термічної обробки.

Таблиця 4.16

Середні кути розорієнтування субзерен, °, у деформованих технічно чистому залізі та сталях до і після передрекристалізаційної термічної обробки

Обробка	Залізо	Сталь 20	Сталь 45	У8	40Х	12Х13
Комбіноване деформування	1,4	0,04	0,04	0,14	0,05	0,08
Комбіноване деформування та ПТО, що забезпечує максимальні значення твердості	2,16	0,1	0,88	0,21	0,08	0,16
Комбіноване деформування ПТО протягом 60 хв	1,8	0,08	0,24	0,19	0,06	0,14

4.10. Вплив комбінованого деформування на щільність дислокацій технічно чистого заліза та вуглецевих сталей

Дослідження субструктури деформованих технічно чистого заліза та сталей рентгенографічними і металографічними методами показали, що зміцнюючий ефект викликано зменшенням розміру субзерен (ОКР). Однак у роботах [34; 69] показано, що одним з основних факторів зміцнення сталей є не тільки розмір субзерна, а і поява лінійних дефектів будови кристалічної ґратки. Оскільки збільшення щільності дислокацій та їх перерозподіл призводить до збільшення зсувних напруг, і, як наслідок, до зміцнення металів та сплавів, то далі досліджували зміну величини щільності дислокацій по границях зерен (субзерен) до і після передрекристалізаційної термічної обробки. Результати дослідження зміни щільності дислокацій у деформованих технічно чистому залізі та сталях до і після передрекристалізаційної термічної обробки наведено у табл. 4.17.

Таблиця 4.17

Щільність дислокацій, см^{-2} , у деформованих технічно чистому залізі та сталях до і після передрекристалізаційної термічної обробки

Обробка	Залізо	Сталь 20	Сталь 45	У8	40Х	12Х13
Комбіноване деформування	$5,97 \cdot 10^{10}$	$2,2 \cdot 10^9$	$2,8 \cdot 10^9$	$8,54 \cdot 10^9$	$3,03 \cdot 10^9$	$5,43 \cdot 10^9$
Комбіноване деформування та ПТО, що забезпечує максимальні значення твердості	$1,7 \cdot 10^{11}$	$6,6 \cdot 10^9$	$8,7 \cdot 10^{10}$	$1,45 \cdot 10^{10}$	$5,4 \cdot 10^9$	$1,2 \cdot 10^{10}$
Комбіноване деформування ПТО протягом 60 хв	$9,7 \cdot 10^{10}$	$3,3 \cdot 10^9$	$1,06 \cdot 10^{10}$	$1,15 \cdot 10^{10}$	$4,03 \cdot 10^9$	$1,01 \cdot 10^{10}$

Наведені дані свідчать про те, що у всіх досліджених матеріалах комбіноване деформування та ПТО, яке забезпечує максимальні значення твердості, приводить до значного зростання щільності дислокацій порівняно зі станом після комбінованої деформації, оскільки короткотривала витримка передрекристалізаційної термічної обробки призводить до кінетично неспокійного стану металу, внаслідок чого з'являються нові дислокації різного знаку, тоді як вже наявні дислокації ще не зазнали анігіляції.

Збільшення тривалості витримки ПТО призводить до суттєвого зниження щільності дислокацій, що, ймовірно, пов'язано з початком протікання процесів збиральної полігонізації та рекристалізації, які супроводжуються анігіляцією дислокацій різного знаку.

4.11. Порівняльний аналіз можливості підвищення твердості за допомогою передрекристалізаційної термічної обробки з відомими аналогами

Однією з найбільш застосовуваних інструментальних сталей на сьогодні є сталь марки У8, яку широко використовують для виготовлення інструменту, що працює в умовах, які не викликають нагрів ріжучої кромки, наприклад, фрези, сокори, zenківки, стамески, долота, викрутки, комбіновані плоскогобці, кусачки тощо. Як правило, для підвищення твердості та міцності проводять термообробку цієї інструментальної сталі у 2 етапи: гартування з нагрівом сталі до температури 780 °С та середній відпуск як завершальна операція термообробки. Основною вимогою до охолоджуючого середовища є велика швидкість охолодження, тому обирають воду або мастило.

Для порівняння впливу гартування з відпуском та комбінованого деформування (сумарно на 60 %) з наступною

передрекристалізаційною термічною обробкою проведено наступні досліді для відпаленої сталі У8:

1) гартування при температурі 780 °С з охолодженням у воді;

2) гартування при температурі 780 °С з охолодженням у мастилi.

Зазвичай для сталі У8 застосовують середній відпуск, а для фрез, які використовують для обробки деревини, пластмаси тощо – низький відпуск. Далі проводили середній відпуск при температурі 400 °С. Твердість після гартування та відпуску складає $HV_5 = 2,78$ ГПа (50 HRC).

Таким чином, твердість після гартування з охолодженням у воді склала $HV_5 = 3,32$ ГПа (66 HRC), а після гартування з охолодженням у мастилi – $HV_5 = 3,17$ ГПа (64 HRC), що на 15 % нижче, ніж після охолодження у воді, тому наступні дослідження впливу відпуску на твердість сталі У8 проводили після гартування з охолодженням у воді.

Значення твердості сталі У8 після комбінованого деформування (30 % динамічної та 30 % статичної деформації) склала $HV_5 = 2,58$ ГПа, а після передрекристалізаційної термічної обробки при температурі 500 °С протягом 1 хв, яка забезпечує максимальні значення твердості, твердість склала $HV_5 = 3,2$ ГПа (65 HRC). Наступна витримка передрекристалізаційної термічної обробки до 60 хв приводить до зниження твердості до $HV_5 = 3$ ГПа (63 HRC). Але навіть з урахуванням зменшення твердості зі збільшенням тривалості витримки до 60 хв передрекристалізаційної термічної обробки, твердість після ПТО на 8 % більше, ніж після гартування та середнього відпуску, що дозволяє рекомендувати використовувати комбіноване деформування та передрекристалізаційну термічну обробку у промислових умовах для виготовлення матриць штампів та інструменту для обробки деревини і пластмас, наприклад, сокири, долота тощо.

4.12. Аналіз можливості підвищення твердості сталей гартуванням з високим відпуском та деформуванням наступною передрекристалізаційною термічною обробкою

У роботі [70] розглянуто вплив холодного радіального кування та термопокращення на механічні властивості сталей для виготовлення трубних заготовок. Автор інформує, що холодна радіальна ковка є ефективним способом реалізації пластичної деформації, за допомогою якого можливо підвищити механічні властивості сталей, зокрема міцність та надійність, яка зазвичай визначається твердістю матеріалу.

Для дослідження використовували відпалені зразки сталей 20; 45 при температурі 800 °С протягом 1 години розміром 6×6×8 мм. Для зразків проводили термічну обробку, як у роботі [70]: гартування при температурі 880 °С протягом 40 хв, далі – відпуск при температурі 570 °С протягом 1 год. Охолодження сталевих зразків проводили поштучно в холодній воді. Результати проведення термічного покращення наведені в табл. 4.18.

Таблиця 4.18

Значення твердості сталей після гартування та відпуску

Матеріал	Термічна обробка	Температура термічної обробки, °С	Середовище охолодження	Твердість HV ₅ , ГПа
Сталь 20	Відпал	800	разом з піччю	1,45
	Гартування	880	вода	2,59
	Відпуск	570	вода	1,68
Сталь 45	Відпал	800	разом з піччю	1,7
	Гартування	880	вода	7,32
	Відпуск	570	вода	2,74

З наведених у табл. 4.18 даних видно, що для всіх зразків спостерігається різке зростання значень твердості після

гартування відносно стану після відпалу на 79 і 330 % для сталі 20; 45 відповідно; і зниження твердості після відпуску сталей відносно стану після гартування на 35 і 63 % для сталі 20 та 45 відповідно. Далі зразки пластично деформували на 55 %. Твердість після деформації сталі 20; 45 склала відповідно $HV_5 = 2,07$ та $HV_5 = 3,08$ ГПа.

Після гартування та відпуску і деформації для зразків сталей 20; 45 здійснювали передрекристалізаційну термічну обробку при температурі початку первинної рекристалізації 400 та 500 °С [71]. Результати дослідження наведено на рис. 4.24.

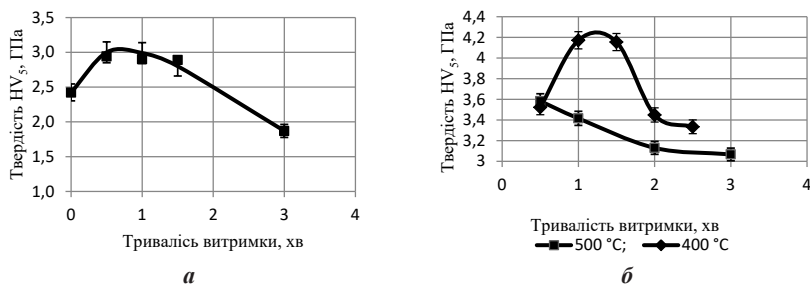


Рис. 4.24. Вплив тривалості витримки при передрекристалізаційній термічній обробці на твердість сталей після гартування, відпуску та деформації на 55 %:
а – сталь 20; б – сталь 45

Наведені на рис. 4.24 дані свідчать про те, що передрекристалізаційна термічна обробка дозволяє підвищити твердість загартованих, відпущених та zdeформованих сталей 20; 45.

Оскільки виявлено значні зміни у значеннях твердості, доцільно перевірити зміну субструктурних елементів, зокрема розмір областей когерентного розсіювання.

Автор роботи [70] досліджував вплив після деформаційного відпалу протягом 60 хв на зміну субструктури

сталі 20. Середній розмір субзерен після термічного покращення, пластичної деформації та після деформаційного відпалу при температурі 500 °С склав 555 нм. Автор роботи [70] пояснює це тим, що при нагріві до температури 500 °С відбуваються не тільки процеси первинної рекристалізації, але й коагуляція карбідної фази, яка після такого режиму відпалу розташовується переважно по границях передрекристалізаційних зерен. Також у структурі сталі 20 зберігаються перекристалізовані високодефектні мікрооб'єми, в яких процеси формування субзеренної структури не відбуваються.

Далі аналізували вплив величини субструктурних елементів у вуглецевих сталях на твердість після термічного покращення, пластичної комбінованої деформації та передрекристалізаційної термічної обробки, яка забезпечує максимальні значення, за оцінкою розмірів областей когерентного розсіювання. Результати досліджень наведені у табл. 4.19.

Таблиця 4.19

Розмір ОКР, нм, вуглецевих сталей після термічного покращення, пластичної деформації та передрекристалізаційної термічної обробки

Режим обробки	Сталь 20	Сталь 45
Після гартування, відпуску та деформації	149	149
Після гартування, відпуску, деформації та передрекристалізаційної термічної обробки, яка забезпечує максимальні значення твердості	131	124

Отримані результати підтверджують можливість здрібнення субструктури сталей практично до наномасштабного розміру за допомогою передрекристалізаційної термічної обробки.

Таким чином, передрекристалізаційна термічна обробка сталей приводить до підвищення значень твердості, гальмує процеси збиральної полігонізації та стабілізує полігонізаційну субструктуру. Отже, передрекристалізаційна термічна обробка забезпечує підвищення твердості на 33 % для сталі 20 і на 24 % для сталі 45 у порівнянні з після-деформаційним відпалом.

4.13. Порівняльний аналіз традиційної технології виготовлення пружин із запропонованою обробкою

Для порівняльного аналізу обрано вуглецеву сталь 70. Відпалену сталь 70 комбіновано zdeформовано сумарно на 60 % (30 % динамічної та 30 % статичної деформації). Твердість після деформації складала $HV_5 = 2,67$ ГПа (56 HRC).

Далі проводили термічну обробку за традиційною технологією: гартування при температурі 920 °С з охолодженням у масилі та високий відпуск при температурі 470 °С з охолодженням у масилі (згідно з ГОСТ 14959-69). Твердість після гартування складала $HV_5 = 3,31$ ГПа (62 HRC), після відпуску – $HV_5 = 3,01$ ГПа (46 HRC), що задовольняє вимоги до твердості пружин. В окремих випадках технологія виготовлення пружин може виключати процес гартування, тобто для виготовлення пружин проводять пластичну деформацію і середній відпуск. Але така обробка не задовольняє вимоги до виготовлення пружин зі сталі 70, адже після комбінованого деформування сумарно на 60 % та відпуску при температурі 470 °С твердість складає лише 39 HRC.

Для відпаленої сталі 70 проводили комбіноване деформування, твердість після деформації складала $HV_5 = 2,67$ ГПа (56 HRC). ПТО проводили при температурах 450, 500 та 550 °С. Залежність твердості від тривалості витримки ПТО наведено на рис. 4.25.

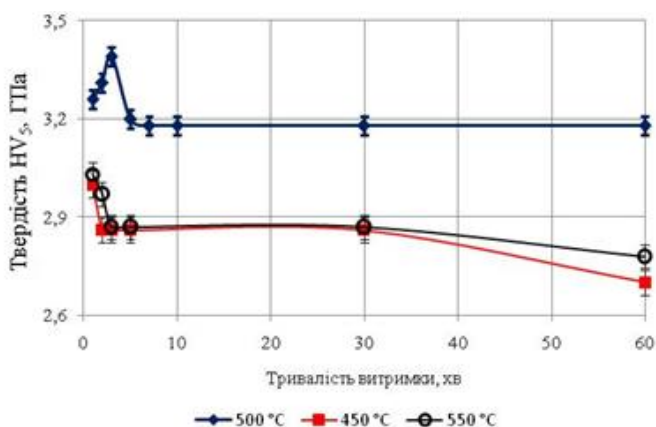


Рис. 4.25. Залежність твердості сталі 70 від тривалості часу витримки передрекристалізаційної термічної обробки

Наведені на рис. 4.25 дані свідчать про те, що залежність твердості сталі 70 від тривалості витримки при ПТО носить екстремальний характер. При цьому максимальне значення твердості $HV_5 = 3,39$ ГПа (64 HRC) досягається при витримці 3 хв (температура 500 °C), що більше від zdeформованого, загартованого та відпущеного стану (за традиційною технологією) на 13 % за шкалою Віккерса та вище на 39 % за шкалою Роквелла. Пружність твердих тіл характеризується лінійним співвідношенням між напруженням і деформацією, що, в свою чергу, прямо пропорційне твердості, тобто пружність зростає зі зростанням твердості.

При цьому твердість зі збільшенням тривалості витримки при ПТО до 60 хв знижується всього на 6 % ($HV_5 = 3,19$ ГПа або 60 HRC), але залишається вищою на 19 %, ніж після комбінованого деформування. При цьому твердість після ПТО протягом 60 хв залишається вищою, ніж твердість після традиційної обробки на 30 %, що дозволяє використовувати запропоновану обробку як альтернативу традиційній технології виготовлення пружин.

5. ПІДВИЩЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ВЛАСТИВОСТЕЙ НАПИЛЕНИХ ПОКРИТТІВ ФОРМУВАННЯМ ПОЛІГОНІЗАЦІЙНОЇ НАНОМАСШТАБНОЇ СУБСТРУКТУРИ

Консолідовані наноматеріали на даний час не набули широкого застосування для виготовлення деталей і конструкцій через високу вартість, складність технології отримання тощо. Більш доступними є матеріали і напилені покриття з наномасштабними елементами. Формування напиленого покриття з наномасштабними структурними елементами можливе при використанні нанорозмірних порошків при стандартних методах напилення, таких, як плазмове. При цьому існують великі труднощі при транспортуванні до пальника порошку з розміром фракції менше 10 мкм. Такі порошки важко вирівнюються за розміром, оскільки не піддаються ситовому аналізу. Для них застосовують інші методи класифікації (наприклад, аеродинамічну класифікацію), що, в свою чергу, ускладнює технологічний процес отримання порошків з заданим розміром. Дрібні порошки (розміром менше 10 мкм) через сили молекулярного зчеплення створюють конгломерати з декількох частинок при подачі їх потоком транспортуючого газу, тому на їх основі готують суспензії або агломерати [60; 61], що значно ускладнює технологічний процес отримання покриттів. Від розміру частинок при нанесенні покриттів залежить і їхня швидкість руху

у високотемпературному струмені. Дрібні частинки порошку, порівняно з великими, скоріше набирають швидкість та скоріше її втрачають [62]. Для отримання наномасштабних елементів у структурі покриття не обов'язково застосовувати ультрадисперсні порошки. Так застосовується формування наноструктурних зміцнюючих елементів при розпаді аморфної фази [63; 65], створення нанокристалічного стану в поверхневому шарі ультразвуковою і комбінованими обробками [65–67].

Відомо [67], що при формуванні покриття процеси удару і деформації частинок супроводжуються їх кристалізацією, причому більш інтенсивно фронт кристалізації рухається від поверхні основи у глиб частинки. Таким чином, затверділий матеріал піддається дії тиску з боку ще не закристалізованого розплаву, що призводить до виникнення пластичної деформації. До того ж слід відмітити, що при реальних умовах напилення за період кристалізації частинки на підкладці ймовірність попадання в неї напилюваної частинки практично виключена навіть на осі струменя при максимальному значенні коефіцієнта зосередженості [69]. Також гаряча деформація з високими швидкостями та ступенями з наступним швидким охолодженням матеріалу нижче температури рекристалізації зберігає наклеп, а при плазмовому й електродуговому напиленні покриттів швидкість охолодження деформованої частинки може досягати 10^8 К/с [70]. Така висока швидкість охолодження виключає протікання процесів динамічної рекристалізації у матеріалі покриття і зберігає деформований стан, тому актуальним є дослідження можливості проведення передрекристалізаційної термічної обробки (ПТО) для забезпечення підвищення властивостей напилених покриттів.

5.1. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості електродугових покриттів

Електродугове напилювання виконували на установці КДМ-2 електродуговим розпилювачем ЕМ-14М, для цього використовували дроти ($d = 2$ мм) марок Св08Г2С і 12Х18Н9Т. Покриття наносили на пластини із Ст3 розміром $25 \times 60 \times 5$ мм після знежирювання і струменево-абразивної обробки на установці 026-7 «Ремдеталь». Товщина покриттів складала 0,4...0,6 мм. Твердість електродугових покриттів із Св08Г2С після напилення складала 1,64 ГПа. Після термічної обробки при температурі 500°C , яка відповідає температурі первинної рекристалізації цього матеріалу, максимальне значення твердості (2,32 ГПа) спостерігається після витримки 1,5 хв, що на 40 % більше від твердості в стані після напилення (рис. 5.1).

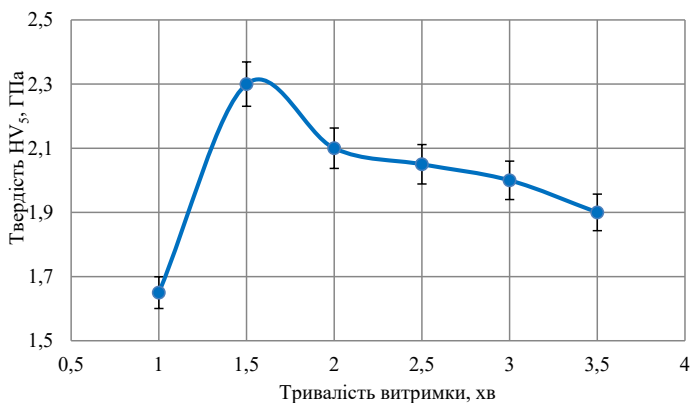


Рис. 5.1. Залежність твердості електродугового покриття Св08Г2С від часу витримки при термічній обробці

Аналогічні дослідження проводили і для покриттів з нержавіючої сталі 12Х18Н9Т. Максимальні значення твердості отримали при температурі 880°C та часі витримки 2 хв.

Аналіз мікроструктур напилених покриттів з дроту Св-08Г2С (рис. 5.2) показав, що змін у структурі покриття не відбувається. Це свідчить про те, що зміцнювальний ефект забезпечується за рахунок субструктурних елементів, розмір яких менший за 0,5 мкм.

Вплив тривалості термічної обробки при температурі первинної рекристалізації на субструктуру напилених покриттів оцінювали за розміром областей когерентного розсіювання (ОКР) рентгенівських променів (показано в табл. 5.1).

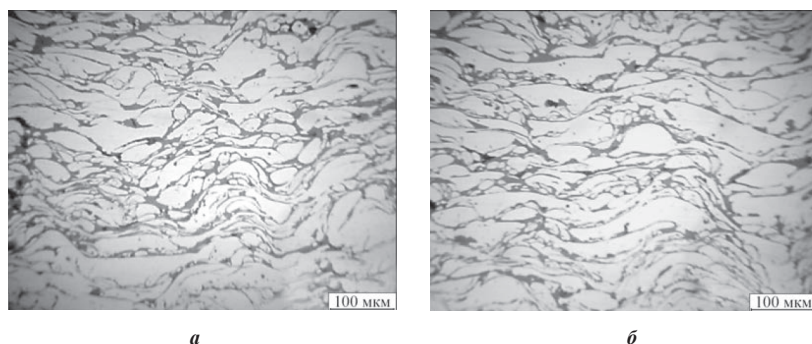


Рис. 5.2. Мікроструктури електродугових покриттів з дроту Св-08Г2С:
а – після наплення; *б* – після ПТО на оптимальному режимі

Таблиця 5.1

Розмір ОКР електродугових покриттів

Матеріал покриття	Термообробка	Фізичне розширення відображень, град		Розмір ОКР, нм
		(110)	(310)	
Св-08Г2С	Без термообробки	1,15	0,98	106
	500 °С, 1,5 хв	1,25	1,05	61,9
	500 °С, 20 хв	1,12	0,88	118
12Х18Н9Т	Без термообробки	—	—	144
	880 °С, 2 хв	—	—	76
	880 °С, 20 хв	—	—	>200

З наведених у табл. 5.1 даних випливає, що розмір ОКР після ПТО, який забезпечує максимальну твердість, у 1,5...2,3 рази менший у порівнянні зі станом після напилання. При збільшенні тривалості ПТО до 20 хв розмір ОКР збільшується, що пов'язано з активізацією рекристалізаційних процесів, а саме коагуляцією субзерен та збільшенням їх розмірів.

При дослідженні впливу ПТО, яка забезпечує максимальні значення твердості в електродугових покриттів із 12Х18Н9Т, на теплопровідність виявлено середнє зменшення коефіцієнта теплопровідності на 40 %. При цьому збільшення величини деформації викликає більший ефект зниження теплопровідності.

Аналогічні дослідження проводили і для електродугових покриттів з дроту 65Г, оскільки даний матеріал характеризується високою твердістю, тому викликає зацікавленість з точки зору практичного застосування як зносостійке відновлювальне покриття.

Спочатку визначали оптимальні температурно-часові параметри ПТО напилених покриттів. З практики попередніх досліджень обрали температурний інтервал 300...500 °С з кроком у 100 °С. Оптимізацію проводили за показниками твердості HV_5 (рис. 5.3). Твердість покриттів після напилання складала 2,7 ГПа.

Згідно з наведеними даними встановлено, що залежність носить екстремальний характер з виразним максимумом, висота якого залежить від температури нагрівання, при цьому відповідну витримку можна вважати оптимальною. Так, для температури 300 °С максимальне значення твердості зафіксовано при витримці 4 хв і складає 3,0 ГПа; для температури 400 °С оптимальною є витримка 3 хв, при цьому твердість – 3,4 ГПа; для температури 500 °С – витримка 1,5 хв і твердість 3,1 ГПа. Отже, при підвищенні температури точка максимального зміцнення зміщується у діапа-

зон менших витримок, що пов'язано, можливо, зі збільшенням швидкості полігонізаційних процесів за рахунок термічної активації. Максимальний приріст твердості спостерігається при температурі 400 °С. Таким чином, для електродугового покриття з дроту 65Г оптимальними температуро-часовими параметрами ПТО є температура 400 °С і витримка протягом 3 хв.

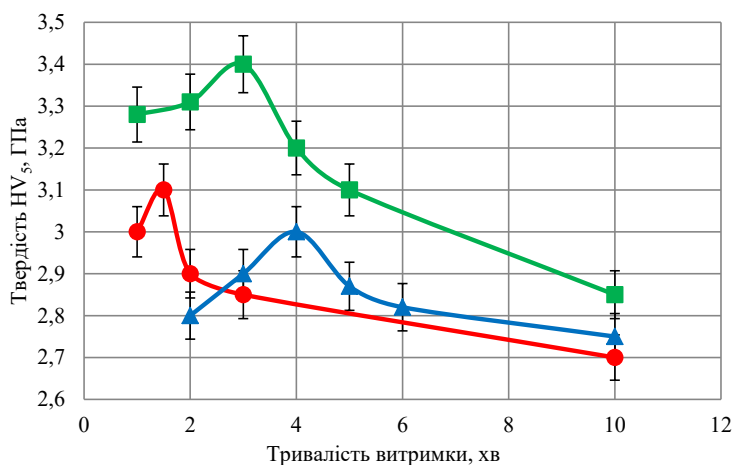


Рис. 5.3. Залежність твердості електродугових покриттів, отриманих з дроту 65Г, від температурно-часових параметрів ПТО:
▲ – 300 °С; ■ – 400 °С; ● – 500 °С

Розмір ОКР, кількість наноструктурних елементів (<100 нм) і кут розорієнтування субзерен [72] визначали за формулою Шеррера та методом гармонійного аналізу [71] для напилених і термооброблених зразків (табл. 5.2).

Наведені дані свідчать, що істотне зменшення розміру ОКР і отримання максимальної кількості наноструктурних елементів забезпечує ПТО при температурі 400 °С протягом 3 хв, що обумовлено отриманням наномасштабних елементів субструктури (близько 100 нм).

Таблиця 5.2

Розміри ОКР, кількість наноструктурних елементів та кут розорієнтування субзерен напиленних і термооброблених покриттів зі сталі 65Г, визначені за формулою Шеррера та гармонійним аналізом

Вид обробки покриття	Розмір ОКР, нм		Відхилення, %	Кількість наноструктурних елементів, %	Кут розорієнтування субзерен, град
	за формулою Шеррера	гармонійний аналіз			
Після напилення	149	121	18,8	21	0,10
300С, 4 хв	148	118	20,3	26	0,12
400 С, 3 хв	106	86	19,8	33	0,15
500 С, 1,5 хв	124	99	20,2	27	0,13

5.2. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості плазмових покриттів

Для плазмового напилювання покриттів на установках «Київ-7» (плазмотвірний газ – повітря) та УПУ-3Д (плазмотвірний газ – аргон) використовували порошки фракції 40...80 мкм нержавіючої сталі ПХ18Н15, нікелю ПНК-2К10. Дослідження впливу часу витримки зразків з плазмовими покриттями з ПНК-2К10 при температурі початку первинної рекристалізації 480 і 420 °С (рис. 5.4) показало, що твердість HV_5 спочатку підвищується, досягає максимальних значень і далі знижується.

Після напилення покриттів на установці «Київ-7» твердість зразків складала 2,05 ГПа (дослід 1), а на установці УПУ-3Д (аргон) – 1,4 ГПа (дослід 2). Режимми напилювання в досліді 1 забезпечували більш високу швидкість частинок порошку, ніж у досліді 2, що відповідає більшій деформації при формуванні покриття.

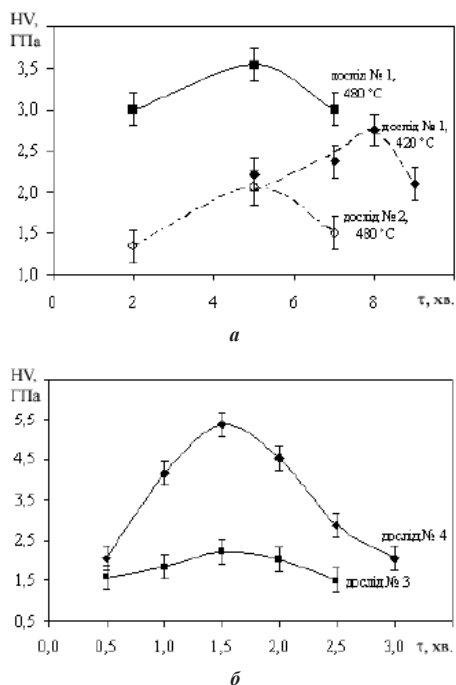


Рис. 5.4. Залежність твердості покриття ПНК-2К10 (а) та ПХ18Н15 (б) від температури і часу витримки при термічній обробці

Максимальна твердість досягається після термічної обробки при 480 °C з витримкою 5 хв (охолодження на повітрі) і складає 3,45 ГПа (дослід 1) та 2,05 ГПа (дослід 2). При 420 °C максимальне значення твердості 2,75 ГПа (дослід 1) досягається після витримки 5 хв. Отримані показники на 30...70 % вищі від твердості цих покриттів у стані після напилення. Термічна обробка покриття з ПНК-2К10 (дослід 1) при температурі 640 °C, яка вища від температури первинної рекристалізації, не привела до значного підвищення твердості – 2,24 ГПа.

Аналогічна залежність твердості від часу витримки при температурі первинної рекристалізації спостерігається

при термічній обробці зразків з плазовими покриттями з ПХ18Н15, напиленими на установці «Київ-7» на режимах, що забезпечують різну величину деформації частинок порошку при формуванні покриття (див. рис. 5.4,б).

Режим напилування плазового покриття в досліді 3 забезпечував меншу деформацію частинок порошку, ніж у досліді 4. Максимальне значення твердості для обох дослідів досягається після витримки 1,5 хв (при 880 °С) і складає відповідно 1,58 та 3,63 ГПа. Дослідження мікроструктури плазових покриттів із ПНК-2К10 на оптичному металографічному мікроскопі МИМ-7 при збільшенні $\times 500$ (рис. 5.5) і на електронному мікроскопі РЭММА-102-02 при збільшенні $\times 3000$ показали, що зміни в мікроструктурі покриттів до і після термічної обробки не спостерігаються. Це свідчить про те, що зміцнюючий ефект забезпечують структурні елементи розміром менше 0,5 мкм.

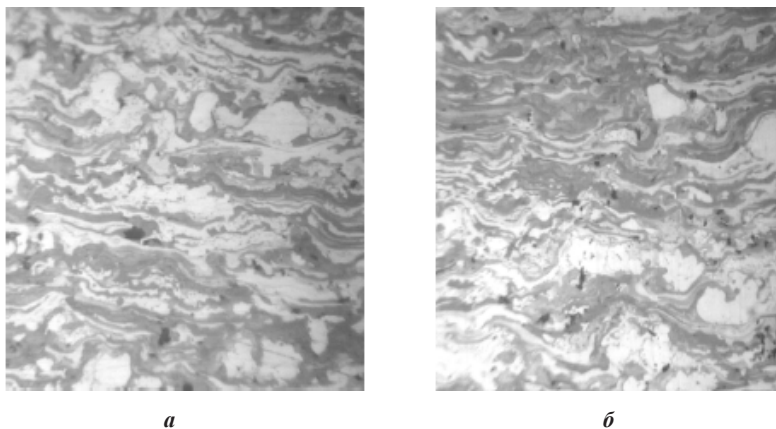
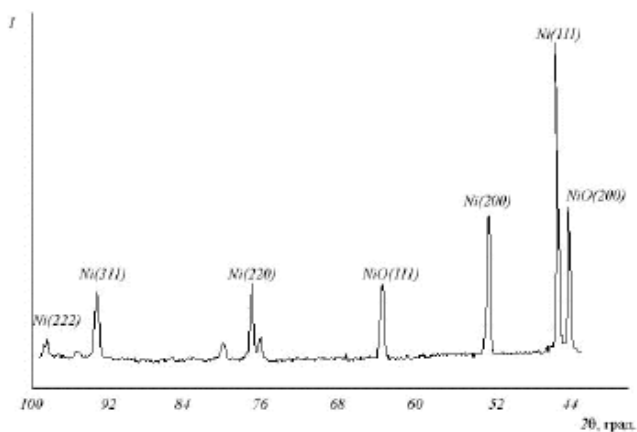


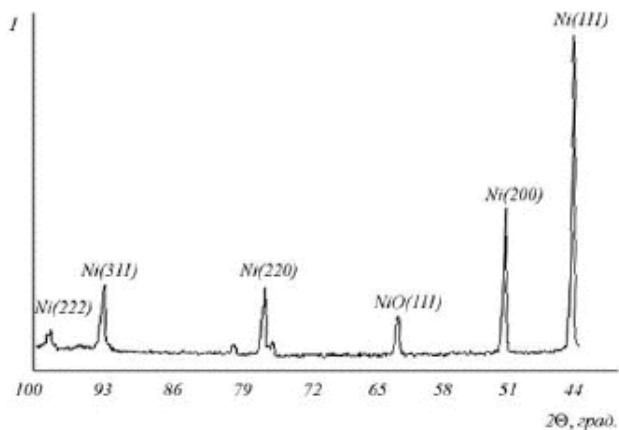
Рис. 5.5. Мікроструктура плазових покриттів із ПНК-2К10 ($\times 500$):
 а – покриття без термічної обробки; б – покриття після
 термічної обробки (480 °С, витримка 5 хв)

Рентгенофазовим аналізом плазових покриттів із ПНК-2К10 (рис. 5.6) встановлено, що кількість кристаліч-

них фаз у них складає не менше 99 %. На підставі цього можна виключити процес кристалізації з аморфної фази в наведених вище дослідях.



a



б

Рис. 5.6. Дифрактограми плазмових покриттів ПНК-2К10:
a – до термічної обробки; *б* – після термічної обробки
(480 °С, витримка 5 хв)

Дослідження впливу ПТО, який забезпечує максимальні значення твердості плазмового покриття з ПНК-2К10 (рис. 5.7), на теплопровідність показали, що коефіцієнт теплопровідності зменшується в середньому на 30 %.

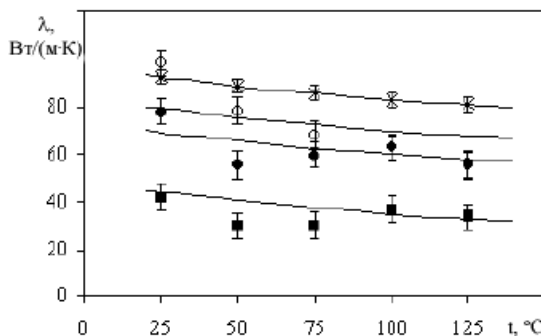


Рис. 5.7. Залежність коефіцієнта теплопровідності плазмового покриття з ПНК-2К10 від температури випробувань:

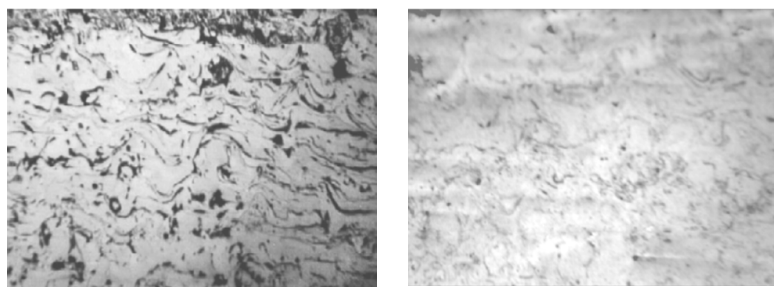
○ – покриття без термічної обробки; ■ – покриття після термічної обробки (480 °C, 5 хв); ● – покриття після витримки 35 хв при 480 °C

Далі досліджували вплив способу плазмового напilenня на мікроструктуру і твердість покриттів після ПТО. Для формування плазмових покриттів використовували порошки Ni і NiCr фракцією 40...80 мкм, а як плазмотвірний газ – аргон. Напilenня проводили на повітрі на установці УПУ-3Д і в динамічному вакуумі на установці УПНКА при тиску близько 10 кПа.

Напilenня покриттів із NiCr та Ni плазмовим методом на повітрі здійснювалося при потужності електричного струму 15...18 кВт, дистанція напilenня 200 мм. Мікроструктури покриттів, які отримані напilenням на повітрі, наведені на рис. 5.8.

Зображення мікроструктури плазмових покриттів на рис. 5.8 свідчать, що покриття мають типову лускату мікроструктуру з пористістю не вище 12 %. Отримані покрит-

тя піддавали ПТО при температурі, яка відповідала температурі первинної рекристалізації матеріалу зразка (для NiCr – 500 °C, для Ni – 480 °C). На рис. 5.9 наведені залежності твердості плазмових покриттів від часу витримки при ПТО. Залежність твердості покриттів від часу витримки екстремальна з вираженим максимумом. У порівнянні з вихідною твердістю покриттів після напилення на повітрі (NiCr – 1500 МПа, Ni – 580 МПа), максимальна твердість після ПТО підвищилась на 11 та 9 % відповідно, при цьому аналіз мікроструктури на оптичному мікроскопі не виявив змін після ПТО.



a

б

Рис. 5.8. Плазмові покриття, напилені на повітрі ($\times 370$):

a – NiCr; *б* – Ni

Напилення покриттів у динамічному вакуумі здійснювалося за такими параметрами: дистанція напилення 730 мм, сила струму 275 А, напруга 65 В. Мікроструктури отриманих покриттів наведені на рис. 5.10.

Зображення мікроструктури плазмових покриттів, напилених у динамічному вакуумі, свідчать про майже відсутню лускатість та пористість близько 6 %. Отримані в динамічному вакуумі покриття піддавали ПТО при тих же температурах, що і покриття, напилені на повітрі (рис. 5.11).

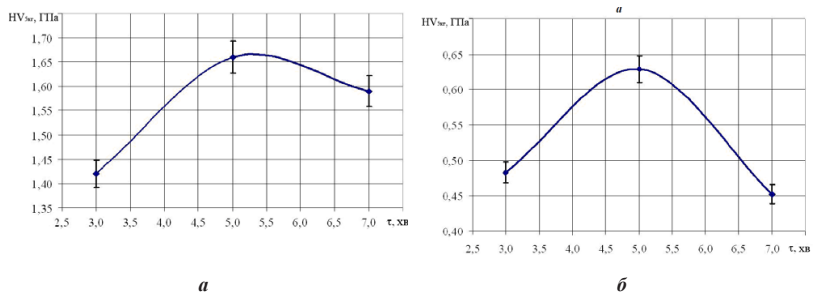


Рис. 5.9. Залежність твердості плазмових покриттів, напилених на повітрі, від часу витримки при ПТО:
 a – NiCr; b – Ni

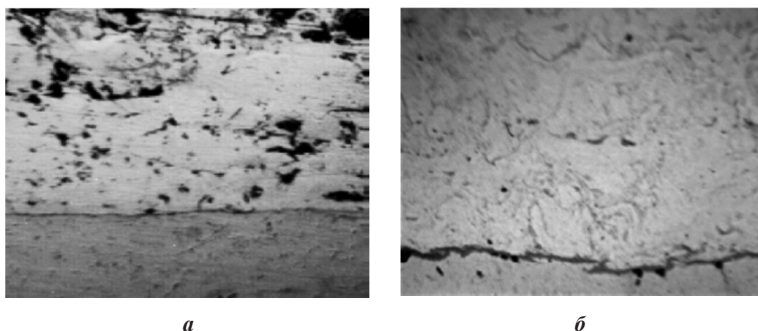


Рис. 5.10. Плазмові покриття, напилени в динамічному вакуумі ($\times 370$):
 a – NiCr; b – Ni

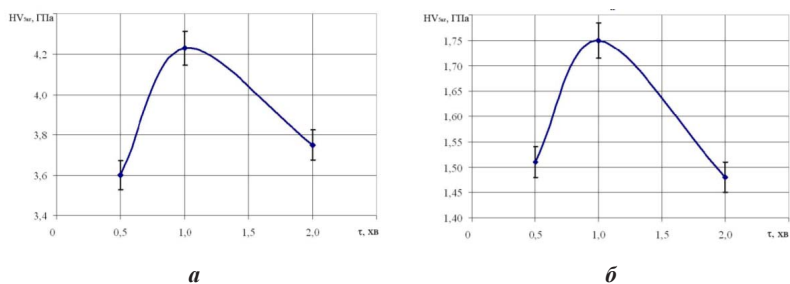


Рис. 5.11. Залежність твердості плазмових покриттів, напилених у динамічному вакуумі, від часу витримки при ПТО:
 a – NiCr; b – Ni

У порівнянні з вихідною твердістю після напилення в динамічному вакуумі (NiCr – 3200 МПа, Ni – 1370 МПа), твердість покриттів після ПТО підвищилась на 22 та 17 % відповідно, при цьому мікроструктура не змінилася.

Визначення розмірів ОКР проводилося на дифрактометрі ДРОН-3,0 у випромінюванні Cu з довжиною хвилі $\lambda_{\text{ср}} = 0,154178$ нм методом апроксимації. Результати визначення і розрахунків середнього розміру ОКР свідчать про те, що він зменшився при напиленні у динамічному вакуумі NiCr і подальшій ПТО у порівнянні з розміром після напилення на 36 %, для Ni – на 45 %.

Дослідження можливості підвищення фізико-механічних властивостей плазових порошкових теплозахисних покриттів зі стабілізованого діоксиду цирконію ($\text{ZrO}_2\text{--}7\%\text{Y}_2\text{O}_3$) за рахунок ПТО викликає великий практичний інтерес, оскільки вказані покриття набули широкого застосування у зв'язку зі зростанням потужності, ККД і робочої температури газотурбінних двигунів (ГТД), необхідністю захисту їх деталей від агресивного впливу високотемпературного газового потоку. Традиційне теплозахисне покриття, напилене на поверхню підкладки з жароміцного сплаву, є багатошаровою композицією: внутрішній металевий жаростійкий шар на основі сплавів типу MeCrAlY і зовнішній керамічний шар з низьким рівнем теплопровідності на основі діоксиду цирконію, частково стабілізованого оксидом ітрію $\text{ZrO}_2\text{--}7\%\text{Y}_2\text{O}_3$ (YSZ). Використання даних покриттів на лопатках забезпечує можливість підвищення температури газового потоку і підвищує їх працездатність за рахунок зниження температури поверхні жароміцного сплаву. Удосконалення теплозахисних покриттів необхідно для поліпшення їх службових характеристик, у першу чергу, зниження теплопровідності зовнішнього керамічного шару, що дозволить зменшити термічне навантаження на

жаростійкий металевий шар та напилену деталь і підвищення терміну їх служби на деталях з жароміцних сплавів в умовах теплових змін.

Напилення на підкладку теплозахисного градієнтного покриття здійснювали в три етапи:

1. Напилення підшару з порошку Co-Cr-Al-Y-Si.
2. Нанесення проміжного шару з порошкової механічної суміші Co-Cr-Al-Y-Si + 10% (мас.) ZrO_2 -7% Y_2O_3 .
3. Напилення керамічного шару з порошку ZrO_2 -7% Y_2O_3 (близько 0,3 мм).

Напилення підшару Co-Cr-Al-Y-Si і проміжного шару Co-Cr-Al-Y-Si + 10% (мас.) ZrO_2 -7% Y_2O_3 та керамічного шару здійснювалося на режимі, близькому до зазначеного в роботі [73].

Для поліпшення властивостей, спікання кераміки і зниження внутрішніх напружень, що виникли у процесі формування теплозахисних градієнтних плазових покриттів, проводили додатково термічну обробку. Термічну обробку за прийнятою технологією здійснювали у вакуумній печі радіаційного нагрівання СНО-1-3-1/16Н1 на наступних режимах: вакуум $2 \cdot 10^{-2}$ Па; температура витримки 1050 ± 5 °С; час витримки 2 години; охолодження разом з піччю у вакуумі до температури навколишнього середовища зі швидкістю $\approx 0,02$ °С/с.

Фазовий аналіз керамічного шару після термічної обробки, здійснений на ДРОН-3,0, показав наступний вміст фаз: моноклінної – 5 %; тетрагональної – 25 %; кубічної – 70 %. Відомо, наприклад [74], що довговічність покриття визначається перед усім вмістом тетрагональної фази і підвищується зі збільшенням останньої. Нами встановлено, що при збільшенні швидкості охолодження при термічній обробці з 0,02 °С/с до 34 °С/с вміст тетрагональної фази підвищуються до 40 %, а вміст моноклінної – не фіксується.

Для визначення режиму ПТО треба, хоча б приблизно, знати величину температурного порогу рекристалізації. Температурний поріг рекристалізації $\text{ZrO}_2\text{--}7\%\text{Y}_2\text{O}_3$ за різними джерелами лежить у діапазоні від 1000 до 1400 °C [75]. Як джерело нагрівання застосовували карбідкремнісвий нагрівач типу КЕНА–ВТ з робочою температурою на поверхні нагрівача до 1450 °C. Для контролю температури використовували ППТ термопару типу S (платина – 10 % родій/платина).

Вибір оптимальних температуро-часових параметрів, які забезпечують максимальну твердість після ПТО покриттів, здійснювали за показниками мікротвердості. Попередні дослідження проводили при нагріванні до 1100 °C з витримкою 10, 20, 30 хв і швидкістю охолодження 34 °C/с. Ефекту зміцнення при цьому не зафіксовано, тому в подальшому застосовували вищі показники температури.

Результати впливу тривалості витримки на мікротвердість покриттів при температурі 1200 та 1300 °C з охолодженням до кімнатної температури зі швидкістю 34 °C/с представлені на рис. 5.12. Нагрівання до більш високих температур не застосовують через імовірність підплавлення границь зерен металевих сплавів. У відповідності до діаграми стану системи $\text{ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ [76] фазові перетворення у кераміці складу $\text{ZrO}_2\text{--}(6\text{--}8)\%\text{Y}_2\text{O}_3$ відбуваються в інтервалі температур 600...800 °C за евтектоїдним механізмом – тетрагональна модифікація при охолодженні розпадається на моноклінну і кубічну. Такі ж висновки можна зробити при аналізі діаграми, яка наведена в роботі [77]. Авторами робіт [78; 79] вказано, що швидкість евтектоїдного перетворення в системі $\text{ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ досить низька і прискорене охолодження дозволяє його уникнути. Крім цього, фазові перетворення в системі $\text{ZrO}_2\text{--Y}_2\text{O}_3$ здійснюються зі значним температурним гістерезисом. Мікротвердість керамічного шару після напилення складала 11,5 ГПа.

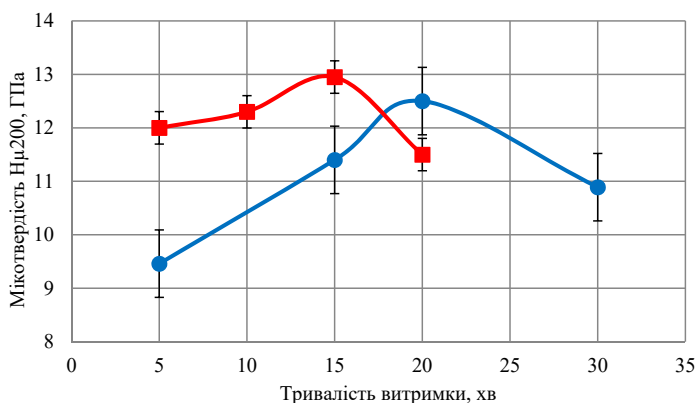


Рис. 5.12. Залежність мікротвердості плазових теплозахисних покриттів з $\text{ZrO}_2\text{-7\%Y}_2\text{O}_3$ від тривалості витримки при ПТО:

● – температура 1200 °C; ■ – температура 1300 °C

Згідно з представленими даними встановлено, що залежність носить екстремальний характер з виразним максимумом, при цьому відповідну температуру і витримку можна вважати оптимальними. Значення мікротвердості керамічного шару підвищується після ПТО при температурі 1200 °C і витримці 20 хв на 10 %, при температурі 1300 °C, витримці 15 хв – на 13 %. Отже, при підвищенні температури точка максимального зміцнення зміщується у діапазон менших витримок, що пов'язано, можливо, зі збільшенням швидкості полігонізаційних процесів за рахунок термічної активації.

Представлені мікроструктури теплозахисного плазового градієнтного покриття (рис. 5.13) складаються з трьох послідовно напилених шарів: перший підшар – Co-Cr-Al-Y-Si, товщина якого становить 110 мкм; другий (проміжний) шар – механічна суміш Co-Cr-Al-Y-Si + 10 % (мас.) $\text{ZrO}_2\text{-7\%Y}_2\text{O}_3$ товщиною 90 мкм; третій шар – $\text{ZrO}_2\text{-7\%Y}_2\text{O}_3$ товщиною 280 мкм. Підшар і проміжний

шари слабо диференціюються, мають лускату будову, що пов'язано з достатнім проплавленням металевої складової покриття. У проміжному шарі проглядається сіра фаза $ZrO_2-7\% Y_2O_3$. Пористість керамічного шару в обох випадках складає близько 10 %. Величина деформації керамічних частинок складає 76 %.

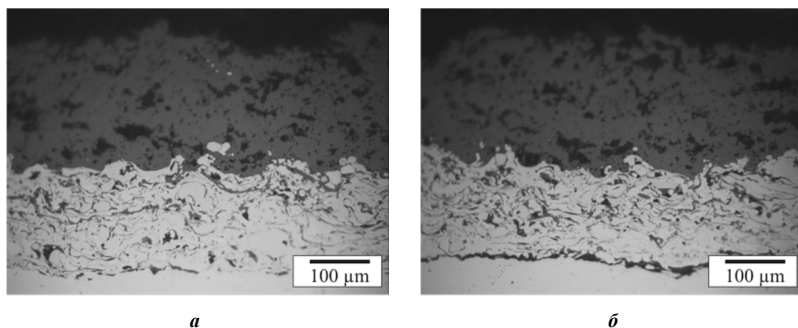


Рис. 5.13. Мікроструктури теплозахисного градієнтного покриття:
а – після напilenня; *б* – після оптимальної ПТО

Порівняльний аналіз мікроструктур, отриманих на оптичному металографічному мікроскопі, показав, що змін у структурі покриттів до і після термообробки не спостерігається.

Для визначення теплопровідності виготовляли зразки лише керамічного шару без підкладки та проміжних шарів товщиною 0,5...0,8 мм діаметром 15 мм. Температура випробувань – 25 °С. Результати досліджень наведені на рис. 5.14.

Аналіз наведених результатів показує, що передрекристалізаційна термічна обробка забезпечує зниження коефіцієнта теплопровідності на 15 %. Оскільки пористість покриття не змінилася при термічній обробці (див. рис. 5.14), то дане зниження теплопровідності забезпечується лише за рахунок субструктурних змін.

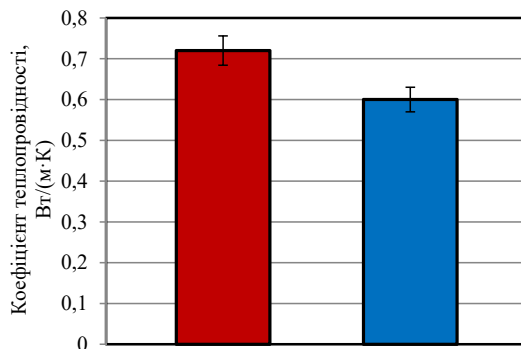
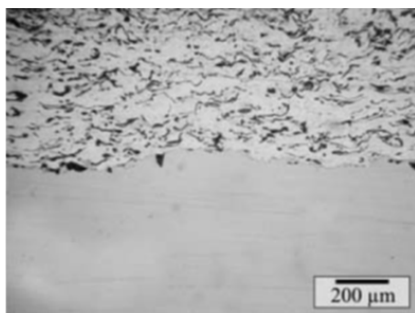


Рис. 5.14. Результати визначення коефіцієнта теплопровідності плазових теплозахисних покриттів з $\text{ZrO}_2\text{--}7\%\text{Y}_2\text{O}_3$:

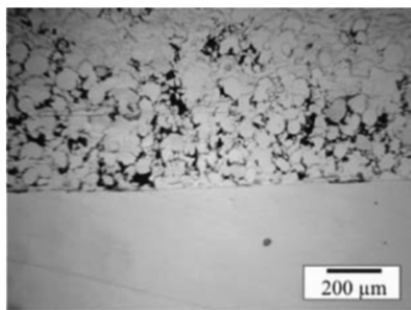
■ — після напilenня; ■ — після оптимальної ПТО

5.3. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості газополумених покриттів

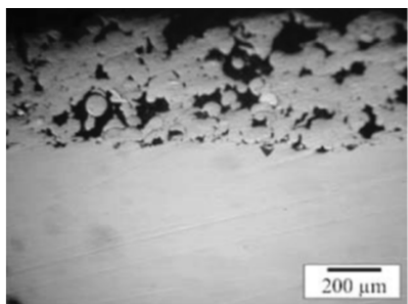
Газополуменеві покриття з порошків бронзи марки ПГ-19М-01, нержавіючої сталі ПРХ18Н9 і ніхрому ПГ-Х20Н80 наносили за допомогою пальника ГН-3 на такому режимі: тиск ацетилену – 0,01...0,02 МПа, тиск кисню – 0,4...0,5 МПа, дистанція напilenня – 100...120 мм. Ситову класифікацію застосовуваних порошків проводили на віброситі СО-130У2, використовуючи сітку номерів 004 і 008 за ГОСТ 6613-86. У результаті виділено порошки фракцією 40...80 мкм, які перед напilenням прогрівали в сушильній шафі HSPT-200 за температури 150 °С протягом 5 годин. Як підкладку використовували пластини розміром 50×30×4 з конструкційної вуглецевої сталі звичайної якості марки Ст3. Підготовку поверхні зразків здійснювали безпосередньо перед напilenням.



a



б



в

Рис. 5.15. Мікроструктури газополумених покриттів
з порошків марок:

a – ПГ-19М-01; *б* – ПРХ18Н9; *в* – ПГ-Х20Н80

Аналіз мікроструктури отриманих покриттів (рис. 5.15) показує, що для них характерна луската ламелеподібна будова. Для покриттів з порошку ПРХ18Н9 та ПГ-Х20Н80 характерна наявність великої кількості непропавлених недеформованих частинок, що пояснюється недостатньою температурою й швидкістю частинок. Ламелі відокремлені одна від одної тонкими оксидними плівками (1...2 мкм). Середня висота ламелей для покриття з порошку марки ПГ-19М-01 складає 13 мкм, для ПРХ18Н9 – 18 мкм, для ПГ-Х20Н80 – 25 мкм.

Покриття з порошку марки ПГ-19М-01 має пористість 9 %, з ПРХ18Н9 – 13 %, з ПГ-Х20Н80 – 18 %. Границя поділу покриття – підкладка – для всіх досліджуваних зразків має незначну кількість несущільностей в окремих місцях.

Для вивчення можливості проведення ПТО провели визначення величини деформації напилюваних частинок при формуванні газополумєневих покриттів за формулою:

$$\varepsilon = \frac{\bar{d} - h}{\bar{d}} 100\%,$$

де ε – величина деформації частинок; %, $\bar{d}$ – середній зважений діаметр частинок, мкм; h – середня висота ламелей, мкм.

Середній зважений діаметр частинок $\bar{d}$ встановили за гранулометричним складом напилюваних порошків металографічним методом. У результаті розрахунків встановлено, що середній зважений розмір частинок порошку марки ПГ-19М-01 складає 51 мкм, а величина їх деформації при формуванні газополумєневого покриття – 74 %. Для порошків марок ПРХ18Н9 і ПГ-Х20Н80 середній визначений розмір частинок і величина їх деформації відповідно становить: 60 мкм – 70 % і 66 мкм – 62 %. Менша деформація частинок порошків ПРХ18Н9 і ПГ-Х20Н80 порівняно з порошком марки ПГ-19М-01 пояснюється їх вищою темпе-

ратурою плавлення й окисненням у високотемпературному гетерофазному струмені з утворенням тугоплавких оксидів.

Отримані зразки з газополуменевим покриттям нагрівали в печі до температури початку первинної рекристалізації матеріалу покриття: з порошку ПГ-19М-01 – до температури 350 °С; з ПРХ18Н9 – до 880 °С; з ПГ-Х20Н80 – 500 °С. Результати впливу тривалості витримки на твердість покриттів представлені на рис. 5.16.

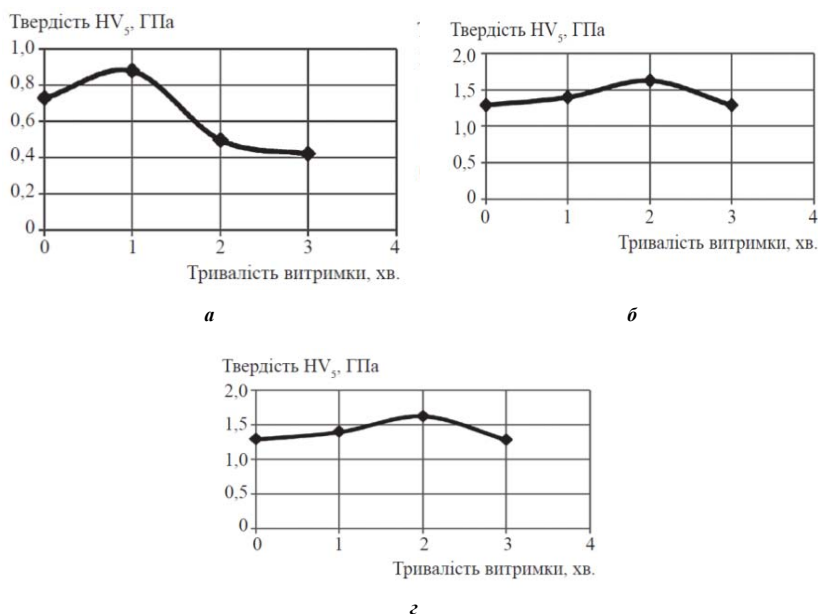


Рис. 5.16. Залежність твердості газополуменевих покриттів від тривалості витримки при передрекристалізаційній термічній обробці:

а – ПГ-19М-01; б – ПРХ18Н9; в – ПГ-Х20Н80

Оптимізацію режиму ПТО покриттів проводили за показниками максимальної твердості за Віккерсом, HV_{0.05}, які склали: для ПГ-19М-01 – 880 МПа; для ПРХ18Н9 – 1630 МПа; для ПГ-Х20Н80 – 2670 МПа. Таким чином,

оптимальний режим ПТО, що забезпечує максимальне підвищення твердості бронзового покриття на 14 %, полягає у витримці 1 хв за температури 350 °С. Оптимальний режим термічної обробки покриття з порошку ПРХ18Н9, який забезпечує підвищення твердості на 36 %, такий: витримка протягом 2 хв за температури 880 °С. Щодо покриття з ніхрому, то максимальне підвищення твердості на 20 % отримали за температури 500 °С і витримки 1 хв. Аналіз знімків мікроструктур покриттів після оптимальної термічної обробки (рис. 5.17) показав, що змін у структурі, крім пористості, покриттів до і після термообробки не виявлено.

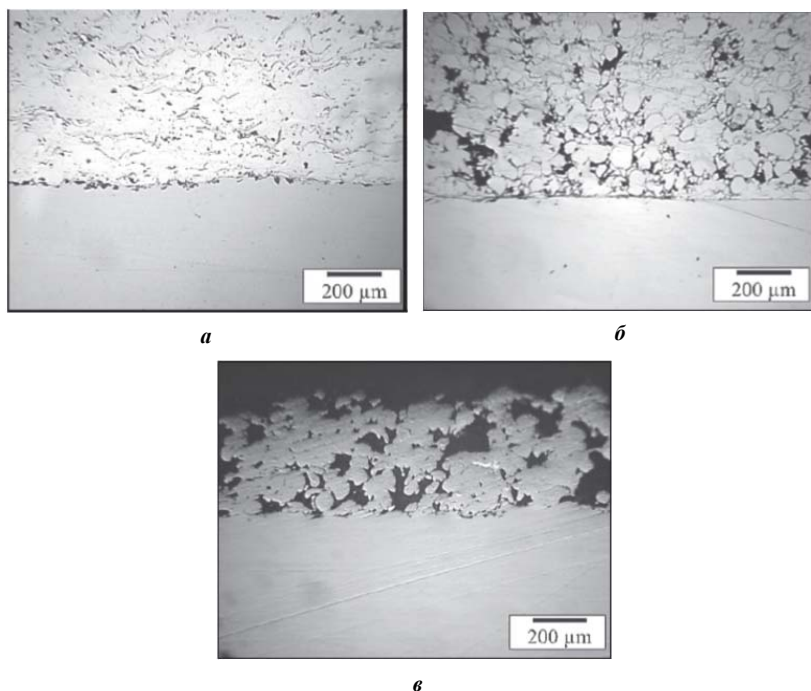


Рис. 5.17. Мікроструктури газополумених покриттів після передрекristалізаційної термічної обробки на оптимальному режимі з порошків:
а – ПГ-19М-01; б – ПРХ18Н9; в – ПГ-Х20Н80

Пористість покриттів зменшилась на 10 % відносно напиленого стану. Далі розглянули зміну величини субструктурних елементів покриттів за оцінкою розмірів областей когерентного розсіювання. Встановлено, що розмір ОКР газополумєневих покриттів після ПТО на оптимальному режимі зменшується порівняно зі станом після напилення. Звідси випливає, що дана термічна обробка призводить до здрібнення субструктури, що створює «розмірний ефект», зокрема підвищення твердості.

5.4. Дослідження можливості стабілізації полігонізаційної субструктури у напилених покриттях та її вплив на їх властивості

Проведені дослідження показують, що отримана у результаті ПТО субструктура має низьку термічну стійкість (декілька хвилин) внаслідок протікання процесів збиральної полігонізації під час тривалої витримки при підвищеній температурі у процесі її формування, що стримує застосування ПТО для масивних виробів. Тому актуальними є дослідження закономірностей формування термічно стабільної здрібненої і нанорозмірної субструктури з підвищеними фізико-механічними властивостями у напилених покриттях.

ПТО електродугових покриттів з дротів марок Св-08Г2С та 12Х18Н10Т проводили при температурі 450 і 600 °С. Оптимізацію режиму термічної обробки здійснювали за показниками твердості за Віккерсом. Додаткове деформування покриттів здійснювали пресуванням на гідравлічному пресі П50 на різні величини деформації. Результати вимірювання твердості деформованих і термооброблених зразків наведено на рис. 5.18.

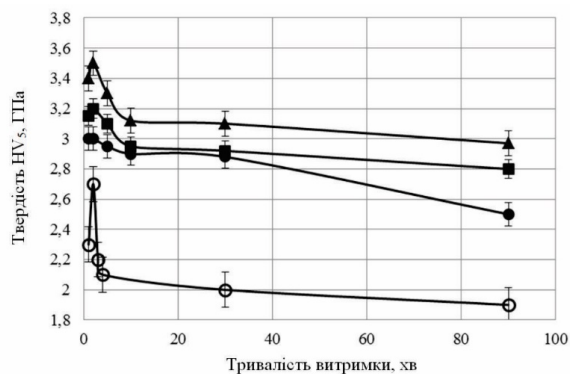
Згідно з наведеними на рис. 5.18,*а* даними, використання наступної деформації покриттів забезпечує менше зниження твердості при підвищенні тривалості витримки при

ПТО до 90...180 хв. Так, для покриття з дроту Св-08Г2С без деформації при підвищенні тривалості витримки більше 2 хв (максимум твердості) до 90 хв твердість знижується на 30 %. При використанні деформації покриття на 20, 30 і 40 % та підвищення тривалості витримки з 5 хв (максимум) до 90 хв твердість знижується на 17, 12 і 16 % відповідно. Достатню стійкість і високу твердість полігонізаційної субструктури забезпечує деформація на 40 %. При деформації на 50 % спостерігалися тріщини по границях ламелей та руйнування покриття.

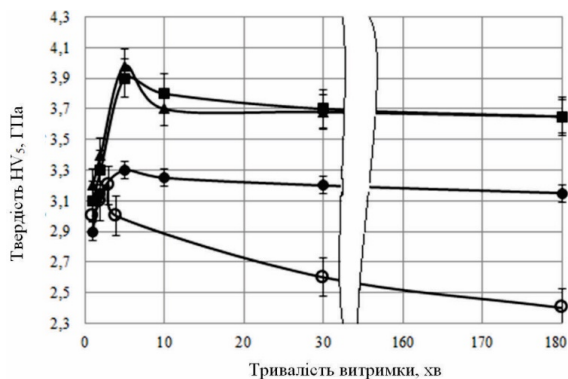
Схожа залежність спостерігається і для покриттів, отриманих з дроту 12Х18Н10Т (рис. 5.18,б). Для покриття без деформації при підвищенні тривалості витримки з 3 до 180 хв твердість знижується на 25 %. При використанні додаткової деформації на 10, 15, 20 % та підвищенні тривалості витримки з 5 до 180 хв твердість знижується на 7, 5 і 8 % відповідно. В цьому випадку найвищу стабільність полігонізаційної субструктури забезпечує деформація на 15 %.

Пояснюється це тим, що при здійсненні повторної деформації дислокаційна взаємодія закінчується виникненням від 50 до 75 % дислокаційних бар'єрів (Хірша, Ломер-Коттрелла), інша бере участь у формуванні дислокаційних сплетінь. Дані дислокаційні бар'єри, які виникають уздовж напрямку, перпендикулярного осі деформації, стримують рух дислокацій і, як наслідок, зменшують рухливість полігонізаційних дислокаційних субграниць.

Аналіз мікроструктур покриттів (розмір ламелей, пористість) не виявив змін після ПТО. Тому вплив деформації і ПТО на субструктуру напилених покриттів оцінювали за зміною розмірів областей когерентного розсіювання (ОКР) рентгенівського випромінювання. Результати досліджень наведені у табл. 5.3.



a



б

Рис. 5.18. Залежність твердості електродугових покриттів із дроту:

Св-08Г2С (*a*) та 12Х18Н10Т (*б*) від тривалості витримки при термічній обробці та ступеня додаткової деформації:

a – ○ – без деформації; ● – 20 %; ■ – 30 %; ▲ – 40 %;

б – ○ – без деформації; ● – 10 %; ■ – 15 %; ▲ – 20 %

Згідно з наведеними даними, розмір ОКР (субзерен) як деформованих, так і покриттів без додаткової деформації після проведення ПТО, яка забезпечує максимальну твердість, в 1,5...3 рази менше, ніж у стані після напилення. При збільшенні тривалості витримки до 90 і 150 хв

деформованих покриттів з Св-08Г2С та 12Х18Н10Т відповідно розмір ОКР збільшується несуттєво, що корелюється з незначним зменшенням твердості.

Таким чином, проведення додаткової деформації на 30 та 15 % і ПТО напилених електродугових покриттів з дротів Св-08Г2С та 12Х18Н10Т дозволяє формувати нанорозмірну полігонізаційну субструктуру підвищеної термічної стійкості, яка забезпечує підвищену твердість у порівнянні зі станом після напилання на 75 і 54 % відповідно.

Таблиця 5.3

Залежність розмірів ОКР рентгенівського випромінювання електродугових покриттів від виду обробки

Матеріал покриття	Вид обробки	ОКР, нм
Св-08Г2С	Після напилання	> 200
	Напилання + ПТО (2 хв, 450 °С)	62
	Напилання + деформація на 30 %	163
	Напилання + деформація на 30 % + ПТО (5 хв, 450 °С)	82
	Напилання + деформація на 30 % + ПТО (90 хв, 450 °С)	111
12Х18Н10Т	Після напилання	> 200
	Напилання + ПТО (3 хв, 600 °С)	153
	Напилання + деформація на 15%	164
	Напилання + деформація на 15 % + ПТО (5 хв, 600 °С)	87
	Напилання + деформація на 15 % + ПТО (150 хв, 600 °С)	138

Пластична деформація пресуванням покриттів на готовому виробі пов'язана з проблемою її технологічної та конструктивної реалізації, тому актуальним є дослідження можливості отримання стабілізованої здрібненої полігоні-

заційної субструктури за рахунок попередньої поверхневої пластичної деформації (ППД).

У багатьох випадках оптимальних властивостей поверхневого шару можна досягти саме шляхом ППД. У результаті зміцнюється поверхневий шар, підвищується зносостійкість, вдається підвищити запас міцності при змінних навантаженнях у 1,5...3 рази. Як метод ППД у роботі використовували дробоструменеву обробку, що пояснюється простотою реалізації, технологічністю та ефективністю даного способу. Для цього використовували установку 026-7 «Ремдеталь». Як робоче тіло використовували литий дріб із чавуну (ДЧЛ) номер 08 ГОСТ 11964-81.

Тривалість дробоструменевої обробки розраховували за формулою [80]:

$$t = \frac{7.6ld\sqrt{H}}{k_i v m_{op} \sin^2 \alpha},$$

де l – відстань від сопла до оброблюваної поверхні, мм; d – діаметр дробу, мм; H – твердість оброблюваного матеріалу; k_i – коефіцієнт, що враховує кількість необхідних ударів для забезпечення необхідного зміцнення ($k_i = 0,8$); v – швидкість дробу, м/с; m_{op} – витрати дробу, кг/хв; α – кут між потоком дробу й оброблюваною поверхнею, град.

Тривалість дробоструменевої обробки зразків з покриттями складала 1 хв. Необхідність визначення часу пов'язана з тим, що більш тривалий наклеп знижує твердість поверхні за рахунок появи великої кількості дефектів, які сприяють передчасному руйнуванню [80].

Обробці піддавали електродугові покриття з дротів 12X18H10T, БрАМц 9-2 і 65Г та плазмові покриття з порошку ПР-Х18Н9 і ПГ-19М-01. Мікротвердість вимірювали на ПМТ-3 по глибині наклепаного шару від поверхні зразка при навантаженні на індентор 50 г (рис. 5.19).

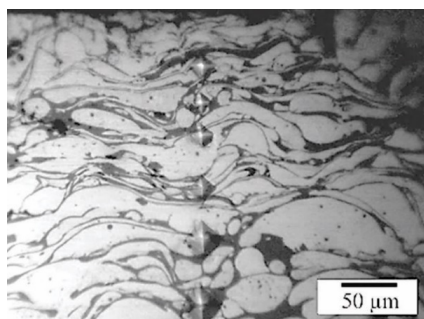


Рис. 5.19. Залежність розмірів відбитків алмазної піраміди ПМТ-3 від глибини наклепаного шару електродугового покриття з дроту 65Г

Результати визначення мікротвердості наведено на рис. 5.20–5.22.

Згідно з наведеними даними, максимальна мікротвердість покриттів спостерігається не на їх поверхні, а на глибині приблизно 60 мкм у всіх випадках. Пояснюється це тим, що у місці удару дробу виникає локальне нагрівання, яке й призводить до зниження наклепу тонких шарів і зміщення зони максимального значення мікротвердості до підповерхневого шару. Так, мікротвердість електродугового покриття з дроту 12Х18Н10Т у точці максимального зміщення підвищується з 2,7 до 4 ГПа (+48 %); БрАМц 9-2 – з 1,5 до 2,0 ГПа (+30 %); 65Г – з 2,2 до 3,25 ГПа (+47 %); плазмових покриттів з ПР-Х18Н9 – з 2,3 до 3,5 ГПа (+52 %); ПГ-19М-01 – з 1,35 до 1,8 ГПа (+33 %).

Більший ефект підвищення твердості покриттів з нержавіючих сталей пояснюється їх здатністю до деформаційного зміцнення за рахунок формування α' -фази мартенситного типу [81]. Глибина наклепаного шару складає 180...200 мкм, після чого мікротвердість набуває значень, що відповідають необробленому матеріалу покриття. Після дробоструменевої обробки покриттів проводили їх передре-

кристалізаційну термічну обробку при температурах: електродугові з 12Х18Н10 та плазмові з ПР-Х18Н9 – 880 °С; електродугові з БрАМц 9-2 та плазмові з ПГ-19М-01 – 350 °С; електродугові з 65Г – 400 °С.

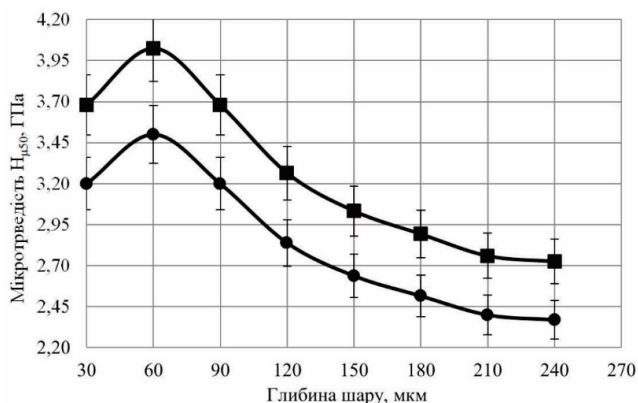


Рис. 5.20. Залежність мікротвердості від глибини наклепаного шару покриттів:

■ – електродугових з 12Х18Н10Т; ● – плазмових з ПР-Х18Н9

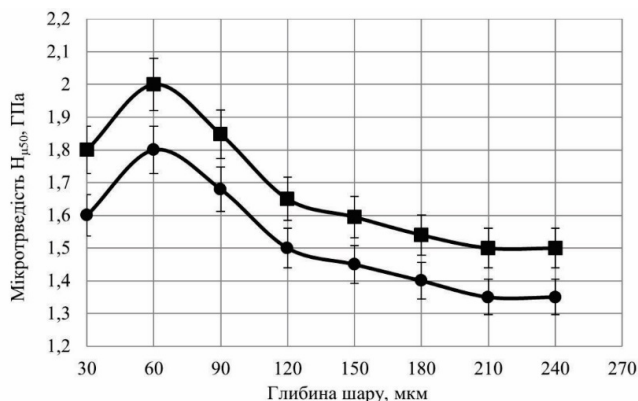


Рис. 5.21. Залежність мікротвердості від глибини наклепаного шару покриттів:

■ – електродугових з БрАМц 9-2; ● – плазмових з ПГ-19М-01

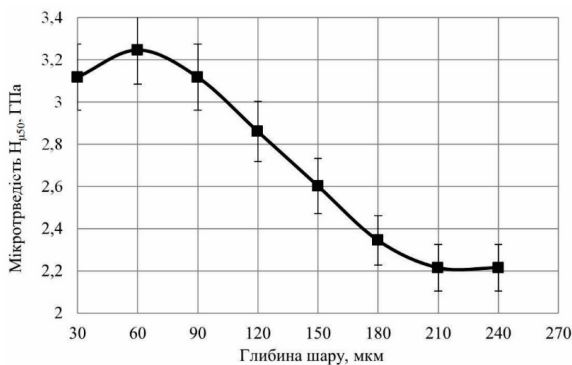


Рис. 5.22. Залежність мікротвердості від глибини наклепаного шару електродугувих покриттів з дроту марки 65Г

Результати визначення мікротвердості на глибині 60 мкм у залежності від тривалості витримки при термічній обробці представлені на рис. 5.23–5.25.

Згідно з представленими даними, мікротвердість електродугового покриття з дроту 12Х18Н10Т максимально підвищується при витримці 1,5 хв з 4 до 5 ГПа (+20 %); БрАмц 9-2 – при 2 хв з 2 до 2,35 ГПа (+17 %); 65Г – 2 хв з 3,25 до 4,1 ГПа (+26 %); плазмових покриттів з ПР-Х18Н9 при витримці 1,5 хв з 3,5 до 4,3 ГПа (+23 %); ПГ-19М-01 – 2 хв з 1,8 до 2,05 ГПа (+11 %). При підвищенні тривалості витримки покриттів, наприклад, до 30...40 хв, спостерігається зниження мікротвердості покриттів у середньому на 5...8 % у порівнянні з повним поверненням до вихідної твердості при відсутності додаткової деформації.

Для визначення впливу додаткової деформації на розмір субструктури визначали розмір ОКР зразків (рис. 5.26).

Згідно з наведеними даними, при підвищенні тривалості витримки спостерігається незначне збільшення розміру ОКР. Витримка, що відповідає максимуму твердості, характеризується найменшим значенням ОКР. Отже, чим дрібніша сформована в результаті дробоструменевої обробки

субструктура, тим вища твердість покриття. При витримках від 6 до 25 хв спостерігається стабілізація розміру ОКР покриттів, що корелюється з відносно постійними значеннями твердості у цьому ж часовому інтервалі.

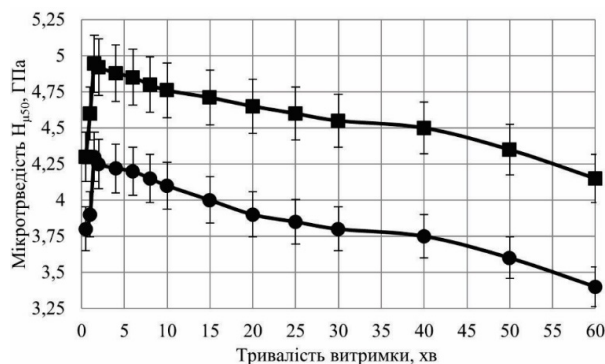


Рис. 5.23. Залежність мікротвердості на глибині 60 мкм від тривалості витримки при термічній обробці:

- — електродугових покриттів з дроту 12Х18Н9Т;
- — плазмових з порошку ПР-Х18Н9

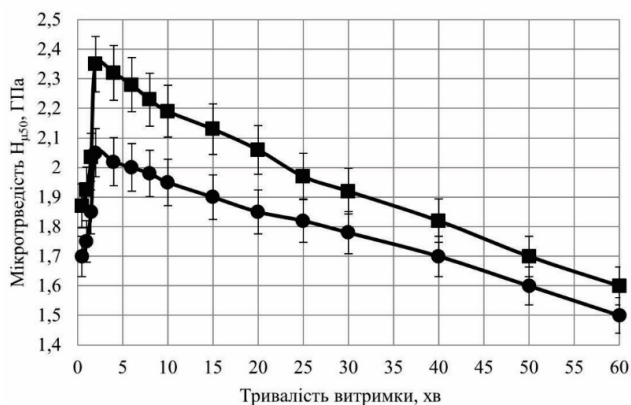


Рис. 5.24. Залежність мікротвердості на глибині 60 мкм від тривалості витримки при термічній обробці:

- — електродугових покриттів з дроту БрАМц 9-2;
- — плазмових з порошку ПГ-19М-01

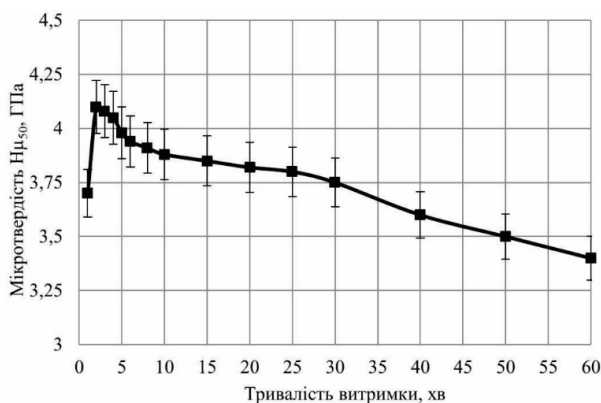


Рис. 5.25. Залежність мікротвердості на глибині 60 мкм від тривалості витримки при термічній обробці електродугових покриттів з дроту 65Г

Таким чином, дробоструменева обробка забезпечує стабілізацію полігонізаційної субструктури при термічній обробці до тривалості витримки 30...40 хв. У цьому діапазоні не відбувається значного зниження твердості матеріалу покриттів та підвищення значень середнього розміру субзерен у порівнянні зі станом після ППД.

Однією з найважливіших характеристик покриття є його міцність зчеплення з основою. Для отримання результатів міцності зчеплення покриттів напилення на одному режимі виконували на 5 зразках, які виготовляли з вуглецевої конструкційної якісної сталі 45. Перед нанесенням покриттів поверхню, яка підлягала напиленню, знежирювали технічним етанолом та піддавали струменево-абразивній обробці. Товщина нанесених покриттів складала 0,5...0,6 мм. Для кожного режиму проводили по 5 паралельних дослідів. Обробку результатів міцності зчеплення проводили методами математичної статистики [12]. Визначення середньої міцності зчеплення розраховували з довірчою ймовірністю 0,95. Результати визначення міцності зчеплення напилених

та оброблених покриттів із зазначених матеріалів наведено на рис. 5.27.

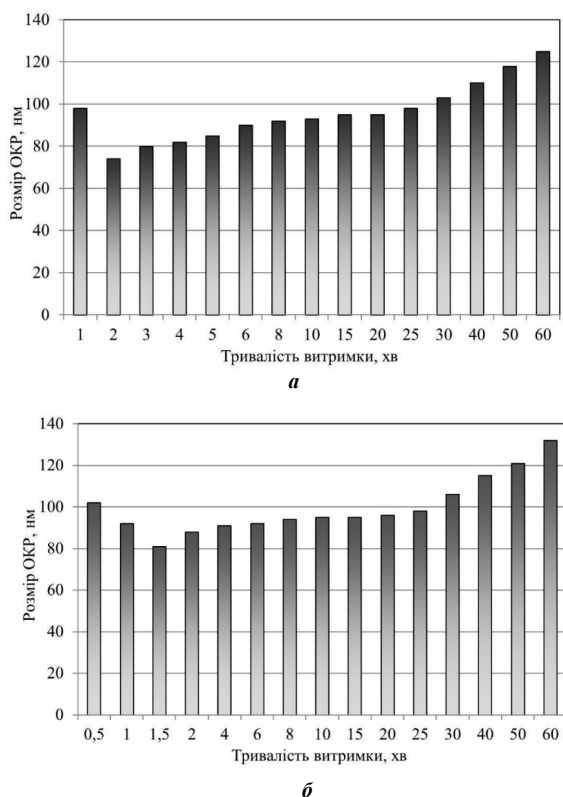


Рис. 5.26. Залежність розміру ОКР від тривалості витримки при деформаційно-термічній передрекристалізаційній обробці:
а – електродугових покриттів з дроту 65Г; **б** – плазмових з порошку ПР-Х18Н9

Згідно з представленими даними, проведення передрекристалізаційної термічної обробки покриттів забезпечує підвищення міцності зчеплення на 30...40 % у порівнянні з покриттями після напилення за рахунок зменшення внутрішніх напружень. Так, найбільш помітний приріст

міцності зчеплення спостерігається для покриттів із нержавіючих сталей, оскільки температура термічної обробки таких покриттів найвища. Наступна дробоструменева обробка знижує міцність зчеплення покриттів на 10...15 % у порівнянні з покриттями після напilenня за рахунок виникнення додаткових значних внутрішніх напружень у поверхневому шарі покриття.

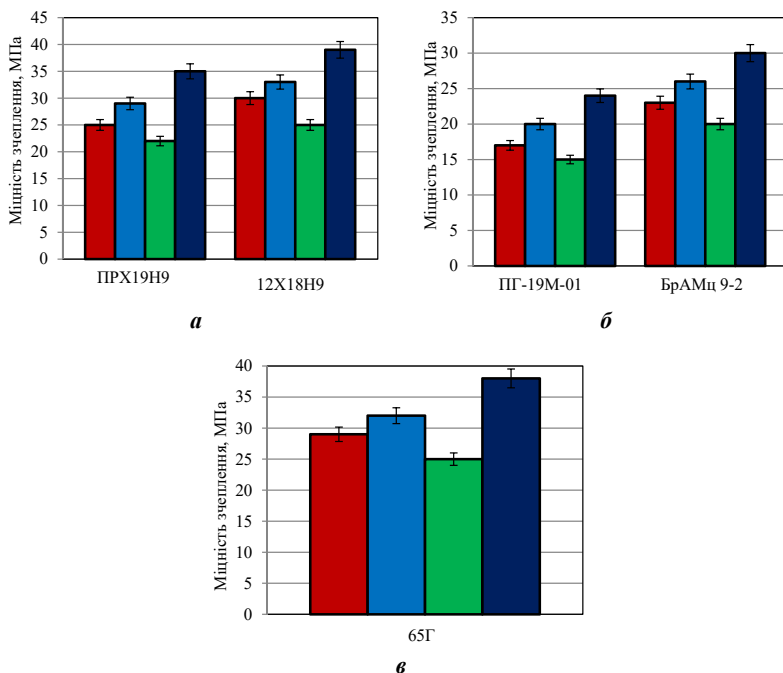


Рис. 5.27. Результати визначення міцності зчеплення плазмових покриттів з порошків ПРХ18Н9, ПГ-19М-01 (а) та електродугових з дрітків 12Х18Н9Т, БрАМЦ 9-2 (б) та 65Г (в):

■ – після напilenня; ■ – напilenня+термічна обробка;
■ – напilenня+ППД; ■ – напilenня+ППД+термічна обробка

Термічна обробка додатково деформованих покриттів забезпечує підвищення міцності зчеплення на 20 % у по-

рівнянні з термообробленими покриттями без деформації за рахунок зняття внутрішніх напружень, які виникли у процесі формуванні покриттів та їх ППД.

Визначення зносостійкості проводили на машині тертя СМЦ-2 за схемою «диск-колодка». Колодку і диск виготовляли з вуглецевої конструкційної якісної сталі 45. Покриття наносили на колодку. Перед нанесенням покриття колодку та диск знежирювали технічним спиртом і піддавали струменево-абразивній обробці.

Диски піддавалися термічному поліпшенню. Гартування сталевих дисків та колодок здійснювали при температурі 840 °С і витримці протягом 50 хв. Охолодження виконували у воді. Після гартування твердість складала 54...55 HRC. Потім проводили відпуск: зразки термооброблювали при температурі 550 °С, витримували протягом 1 години і охолоджували на повітрі. Твердість після відпуску складала 30...32 HRC.

Отримані зразки встановлювалися на вали машини тертя СМЦ-2 таким чином, щоб радіальне биття їх при провертанні валів вручну не перевищувало 0,1 мм. Далі проводили прироблювання колодки до диску при окружній швидкості обертання диска 1,3 м/с і тиску на колодку 1 МПа. Притирання проводили до тих пір, поки не притерлося 90 % площі покриття. Для змащування пари тертя використовували моторне мастило марки М10Г2К ГОСТ 8581-75. Швидкість подачі мастила складала 1 г/хв, окружна швидкість обертання диска – 0,8 м/с, тиск на колодку – 4 МПа.

Знос покриттів визначали за втратою маси зразка через кожні 10 км пройденого шляху. Результати визначення зносостійкості напилених та оброблених покриттів із зазначених матеріалів наведено на рис. 5.28.

Згідно з представленими даними, ПТО плазових та електродугових покриттів забезпечує підвищення зносостійкості від 30 % (бронзові покриття) до 45 % (покриття

з нержавіючої сталі та 65Г) у порівнянні зі станом після наплення.

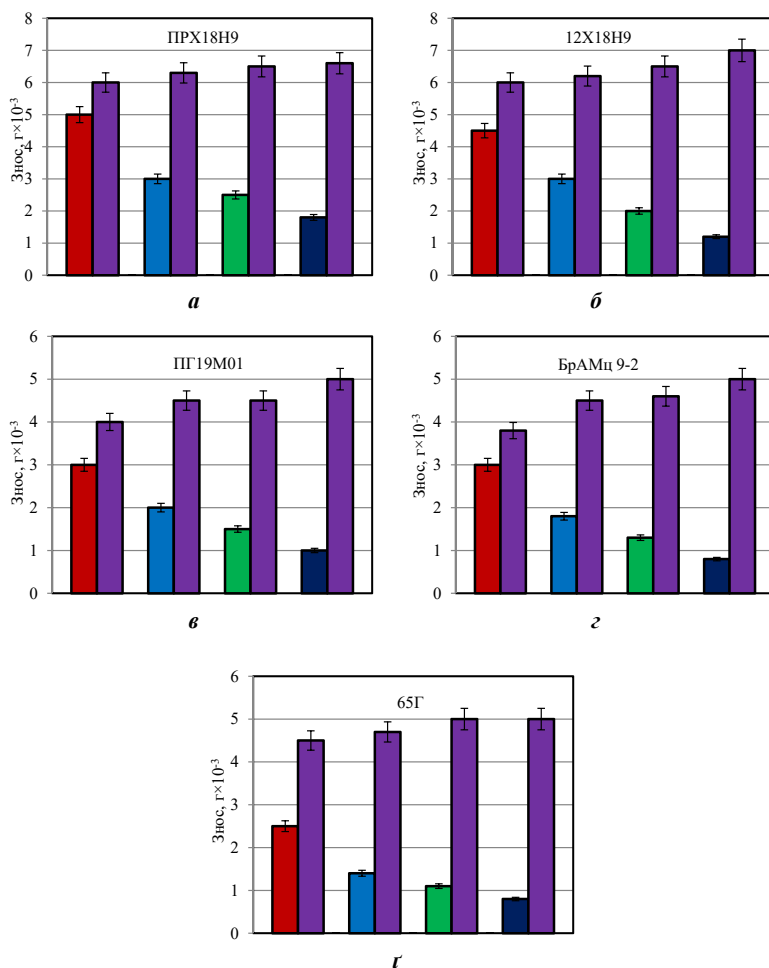


Рис. 5.28. Результати визначення зносостійкості плазових (а, в) та електродугових покриттів (б, г, г) із зазначених матеріалів:

■ – після наплення; ■ – наплення + термічна обробка;
 ■ – наплення + ППД; ■ – наплення + ППД + термічна обробка; ■ – контроліто

Ефект збільшення зносостійкості покриттів корелюється з ефектом підвищення їх твердості. Після дробоструменевої обробки зносостійкість покриттів також зростає від 40 % для бронзових покриттів до 50 % для нержавіючих унаслідок значного зміцнення поверхневого шару. Для останніх покриттів характерне деформаційне зміцнення за рахунок формування α' -фази мартенситного типу, що й пояснює високу зносостійкість після ППД.

Термічна обробка оброблених покриттів забезпечує подальше зменшення зносу внаслідок підвищення твердості шару за рахунок формування здрібненої полігонізаційної субструктури. Знос контртіла обернено пропорційний зносу покриття: чим більша твердість та зносостійкість покриття, тим більше зношується контртіло, але менш динамічно. Так, наприклад, при підвищенні зносостійкості покриття з дроту 65Г після ППД та термічної обробки на 68 % у порівнянні зі станом після напилення знос контртіла збільшився лише на 10 %.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Лякишев Н. П. Получение и физико-механические свойства объемных нанокристаллических материалов / Н. П. Лякишев, М. И. Алымов. – М.: ЭЛИЗ, 2007. – 148 с.
2. Лякишев Н. П. Нанокристаллические структуры – новое направление развития конструкционных материалов // Вестник Российской академии наук. – 2003. – № 5. – С. 422.
3. Валиев Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М.: Академкнига, 2007. – 398 с.
4. Столяров В. В. Получение метастабильных ультрамелкозернистых сплавов равноканальным угловым прессованием / В. В. Столяров, Р. З. Валиев // Металлы. – 2004. – № 2. – С. 110–115.
5. Zbigniew Pakiela. Structure and properties of nanomaterials produced by severe plastic deformation / Zbigniew Pakiela, Halina Garbacz, Małgorzata Lewandowska, Anna Drużycka-Wienczek, Małgorzata Suś-Ryszkowska, Witold Zieliński, Krzysztof J. Kurzydłowski // NUKLEONIKA – 2006. – Vol. 51 (1) – pp. 19–25.
6. Юркова О. І. Особливості формування нанокристалічної структури в α -залізі при деформації тертям / О. І. Юркова, Р. В. Карпов, Є. О. Клягін // Металознавство та обробка металів. – 2010. – № 1. – С. 12–16.
7. Юркова О. І. Структурний стан і механічні властивості пластично деформованого заліза / О. І. Юркова, А. В. Ко-

сянчук, М. Г. Гриценко // *Металознавство та обробка металів*. – 2011. – № 1. – С. 3–9.

8. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М.: Металлургия, 1986. – 224 с.

9. Valiev R. Z. On the origin of the extremely high strength of ultra-fine grained Al alloys / R. Z. Valiev, N. A. Enikeev, M. Y. Murashkin, V. U. Kazykhanov, X. Sauvage // *Scripta Mater.* – 2010. – Vol. 63. – Is. 9 – pp. 949–952.

10. Юркова А. И. Механические свойства наноструктурного железа, полученного интенсивной пластической деформацией трением / А. И. Юркова, А. В. Белоцкий, А. В. Бякова, Ю. В. Мильман // *Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии*. – 2009. – Т. 7. – № 2. – С. 619–632.

11. Салищев Г. А. Формирование субмикроструктурной структуры в титане при пластической деформации и ее влияние на механические свойства / Г. А. Салищев, О. Р. Валиахметов, Р. М. Галлеев // *Металлы*. – 1996. – № 4. – С. 86–91.

12. Салищев Г. А. Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микроструктурной и субмикроструктурной структурами / Г. А. Салищев, Р. М. Галеев, С. В. Жеребцов // *Металлы*. – 1999. – № 6. – С. 84–87.

13. Маркушев М. В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов // *Письма о материалах*. – 2011. – Т. 1. – № 1. – С. 36–42.

14. Баранов Д. А. Механотермические способы совершенствования многофазных железных сплавов. – Донецк: ДонНТУ, 2006. – 232 с.

15. Баранов А. А. Проблемы совмещения горячей деформации и термической обработки стали / А. А. Баранов, А. А. Минаев, А. Л. Геллер, В. П. Горбатенко. – Москва: Металлургия, 1985. – 128 с.

16. Бернштейн М. Л. Термомеханическая обработка стали / М. Л. Бернштейн, В. А. Займовский, Л. М. Капуткина. – Москва: Металлургия, 1983. – 480 с.
17. Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов [3-е изд.] / С. С. Горелик, С. В. Добаткина, Л. М. Капуткина. – М.: МИССИС, 2005. – 432 с.
18. Савченков Э. А. Коррозионные свойства стали с ячеисто-полигональной субструктурой / Э. А. Савченков, Р. Р. Айткулов. – Вестник ОГУ. – 2005. – № 9. – С. 179–183.
19. Добаткин С. В. Полигонизация и построение карт структурных состояний для оптимизации режимов горячей деформации сталей. – Москва: МИССИС, 1990. – 453 с.
20. Одинг И. А. Металловедение и термическая обработка стали. – Москва, 1961. – Т. 1. – 747 с.
21. Калита В. И. Плазменные покрытия с наноразмерным карбононитридом титана / В. И. Калита, А. В. Самохин, Н. В. Алексеев, В. М. Иванов, В. В. Яркин, Г. У. Лубман, А. В. Касимцев, Д. Л. Комлев // Физика и химия обработки материалов. – 2007. – № 2. – С. 37–45.
22. Калита В. И. Физика, химия и механика формирования покрытий наноразмерными фазами // Физика и химия обработки материалов. – 2005. – № 4. – С. 46–57.
23. Huang J. Al/Al₂O₃ Composite Coating Deposited by Flame Spraying for Marine Applications: Alumina Skeleton Enhances Anti-Corrosion and Wear Performances / Huang J., Liu Y., Yuan J., Li H. // Journal of Thermal Spray Technology. – 2014. – Vol. 23. – pp. 676–683.
24. Калита В. И. Формирование наноразмерных упрочняющих фаз в плазменных покрытиях из сталей, чугунов и сплавов на основе железа / В. И. Калита, В. В. Яркин, А. В. Касимцев, Г. У. Лубман // Физика и химия обработки материалов. – 2006. – № 5. – С. 29–40.

25. Ковнеристый Ю. К. Объемно-аморфизирующиеся металлические сплавы и наноструктурные материалы на их основе // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2005. – № 7. – С. 14–16.

26. Куракова Н. В. Формирование плазменных покрытий с нано- и аморфной структурой / Н. В. Куракова, В. В. Молоканов, В. И. Калита, Д. И. Комлев, П. П. Умнов // *Физика и химия обработки материалов*. – 2008. – № 4. – С. 18–25.

27. Алехин В. П. Технологические и структурные закономерности новой нанотехнологии поверхностной упрочняющей обработки конструкционных и инструментальных сталей // *Изв. акад. пром. экологии*. – 2006. – № 3. – С. 64–65.

28. Панин В. Е. Создание наноструктурных состояний в поверхностных слоях комбинированным методом ионной имплантации – магнетронного распыления – ультразвуковой обработки / В. Е. Панин, В. П. Сергеев, Ю. И. Почивалов, С. В. Панин, А. В. Воронов // *Физическая мезомеханика. Спец. выпуск*. – 2005. – № 8. – С. 113–116.

29. Дубовий О. М., Лебедева Н. Ю., Казимиренко Ю. О., Янковець Т. А., Бобров М. М., Жданов О. О. Спосіб деформаційно-термічної обробки металів та сплавів. Пат. 95378 Україна, МПК C21D 8/00 C22F 1/00.– № 95378 ; опубл. 25.07.2011, Бюл. № 14. – 5 с.

30. Дубовий О. М., Янковець Т. А., Карпеченко А. А. Спосіб нанесення покриття. Пат. 88755 Україна, МПК C23C4/18. – № 88755; опубл. 27.07.2009, Бюл. № 21. – 3 с.

31. Валиев Р. З. Новые исследования парадокса прочности и пластичности в наноматериалах // *Вестник СПбГУ. Математика. Механика. Астрономия*. – 2020. – Т. 7 (65). – № 1. – С. 112–123.

32. Петров С. В. Плазменное газозовдушное напыление / С. В. Петров, И. Н. Карп. – Киев: Наукова думка, 1993. – 494 с.

33. Тихонова М. С. Рекристаллизационные процессы в аустенитной коррозионностойкой стали после больших пластических деформаций : дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук : спец. 01.04.07. Белгород. – 2015. – 138 с.

34. Хесснер Ф. М. Рекристаллизация металлических материалов. – М.: Металлургия, 1982. – 352 с.

35. Коттлер А. Х. Теория дислокаций. – М.: Мир, 1969. – 96 с.

36. Дубовий О. М. Вплив деформації та легуючих елементів на твердість сталей і напилених покриттів після передрекристалізаційної термічної обробки / О. М. Дубовий, С. Г. Кулік, О. О. Жданов, М. М. Бобров, О. І. Мирко // 36. наук. пр. НУК. – Миколаїв: НУК. – 2011. – № 2. – С. 36–44.

37. Дубовий О. М. Можливості стабілізації полігонізаційної субструктури сплаву Д16 / О. М. Дубовий, О. О. Жданов, О. В. Горбань // Металознавство та обробка металів. – Київ: Фізико-технологічний інститут металів і сплавів НАН України. – 2014. – № 2 (70). – С. 34–39.

38. Дубовий О. М. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості напилених покриттів та деформованих металів та сплавів / О. М. Дубовий, Н. Ю. Лебедева, Т. А. Янковець // Металознавство та обробка металів. – 2010. – № 3. – С. 7–11.

39. Дубовий О. М. Вплив передрекристалізаційної термічної обробки на субструктуру і твердість деформованих кольорових металів і сплавів та напилених покриттів / О. М. Дубовий, А. В. Бондаренко, О. О. Жданов, О. В. Жижко, М. М. Бобров, Т. С. Галкіна // 36. наук. пр. НУК. – Миколаїв: НУК. – 2012. – № 2 (443). – С. 47–53.

40. Чувильдеев В. Н. Аномальный рост зерен в наномикроструктурных металлах, полученных методами РКУ-прессования / В. Н. Чувильдеев, А. В. Нохрин,

В. И. Копылов и др. // Материаловедение. – 2003. – № 4. – С. 9–18.

41. Чувильдеев В. Н. Рекристаллизация в микрокристаллических меди и никеле, полученных методами РКУ-прессования / В. Н. Чувильдеев, А. В. Нохрин, В. И. Копылов // ФММ. – 2003. – № 5. – С. 51–60.

42. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов [пер. с англ.]. – М.: Мир, 1972. – 406 с.

43. Kumar K. S. Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys / K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven, S. Suresh // Acta Materialia. – 2003. – Vol. 51, pp. 5743–5774.

44. Писаренко Г. С. Рассеяние энергии при механических колебаниях. – Киев: Академиздат, 1962. – 436 с.

45. Писаренко Г. С. Вибропоглощающие свойства конструкционных материалов [справочник] / Г. С. Писаренко, А. П. Яковлев, В. В. Матвеев. – К.: Наукова думка, 1971. – 375 с.

46. Горелик С. С. Возврат, полигонизация и рекристаллизация // Материаловедение и термическая обработка стали. – 1983. – С. 226–256.

47. Бернштейн М. Л. Структура деформованных металлов. – М.: Металлургия, 1977. – 431 с.

48. Mughrabi H. A two-parameter description of heterogeneous dislocation distributions in deformed metal crystals / Materials Science and Engineering. – 1987. – Vol. 85. – pp. 15–31.

49. Мальцев М. В. Металлография промышленных цветных металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1970. – 363 с.

50. Семененко В. Е. Влияние термообработки на кинетику старения естественного микрокомпозита Al-CuAl_2 // Journal of Kharkiv University Physical series «Nuclei, Particles Fields». – 2012. – № 991. – С. 90–94.

51. Юркова О. І. Особливості формування нанокристалічної структури в α -залізі при деформації тертям / О. І. Юркова, Р. В. Карпов, Є. О. Клягін // *Металознавство та обробка металів*. – 2010. – № 1. – С. 12–16.

52. Tikhonova, M. $\Sigma 3$ CSL Boundary Distributions in an Austenitic Stainless Steel Subjected to Multidirectional Forging Followed by Annealing / Marina Tikhonova, Yuliya Kuzminova, Xiaoying Fang, Weiguo Wang, Rustam Kaibyshev, Andrey Belyakov // *Philosophical Magazine*. – 2014. – Vol. 94 (no.36). – pp. 4181–4196.

53. Андриевский Р. А. Основа наноструктурного материаловедения: возможности и проблемы [4-е издание]. – Москва: Лаборатория знаний, 2020. – 255 с.

54. Syzonenko Olha. State and prospects of application of plastically deformed nanostructured metals, alloys, and sprayed coatings / Syzonenko Olha, Dubovy Oleksandr, Makrukha Tetiana, Karpechenko Anton, Bobrov Maksym, Torpakov Andrii // *Machines. Technologies. Materials*. Vol. 15 (2021), Issue 7, pp. (s) 279–282.

55. Письменецкий С. А. Спектральные характеристики отработанного ядерного топлива ВВЭР-1000, предназначенного для сухого хранения / С. А. Письменецкий, В. Б. Пышкин, В. Г. Рудычев, Е. В. Рудычев // *Вісник Харківського університету*. – 2007. – № 784. – С. 117–120.

56. Дубовий О. М. Вплив термічної обробки на твердість та теплопровідність газотермічних покриттів / О. М. Дубовий, С. І. Шкурат, Т. А. Янковець, О. О. Жданов // *36. наукових праць НУК*. – Миколаїв: НУК. – 2010. – № 2. – С. 47–57.

57. Валиев Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М.: Логос, 2000. – 272 с.

58. Валиев Р. З. Структура и свойства металлических материалов с субмикроструктурной структурой /

Р. З. Валиев, А. В. Корзников, Р. Р. Мулюков // Физика металлов и металловедение. – 1992. – № 4. – С. 70–86.

59. Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1976. – 269 с.

60. Siegmans S. Thermally sprayed wear resistant coatings with nanostructured hard phases / S. Siegmans, O. Brandt, M. Drovak // Journal of Thermal Spray Technology. – 2004. – Vol. 13 (1). – pp. 37–43.

61. Tingaud O. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ finely structured multilayer architectures from suspension plasma spraying / O. Tingaud, A. Denoirjean, J-F. Coudert, P. Fauchais // Journal of Thermal Spray Technology. – 2010. – Vol. 19 (1-2). – pp. 207–218.

62. Кудинов В. В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование / В. В. Кудинов, Г. В. Бобров. – М.: Металлургия, 1992. – 250 с.

63. Калита В. И. Формирование наноразмерных упрочняющих фаз в плазменных покрытиях из сталей, чугунов и сплавов на основе железа / В. И. Калита, В. В. Яркин, А. В. Касимцев, Г. У. Лубман // Физика и химия обработки материалов. – 2006. – № 5. – С. 29–40.

64. Калита В. И. Физика, химия и механика формирования покрытий, упрочненных наноразмерными фазами // Физика и химия обработки материалов. – 2005. – № 4. – С. 46–57.

65. Калита В. И. Упрочнение плазменных покрытий электромеханической обработкой / В. И. Калита, В. П. Багмутов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2008. – № 1. – С. 38–42.

66. Васильев М. О. Синтез деформаційних нанокompозитів на поверхні алюмінієвого сплаву Д16 за допомогою ультразвукового ударного оброблення / М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко та ін. // Металофізика та новітні технології. – 2016. – № 4. – С. 545–563.

67. Ivannikov A. Y. The Effect of Electromechanical Treatment on Structure and Properties of Plasma-Sprayed Fe-30Cr Coating / A. Y. Ivannikov, V. I. Kalita, D. I. Komlev et.al // Journal of Thermal Spray Technology. – 2019. – Vol. 28. – pp. 883–892.

68. Петров С. В. Плазменное газозавдушное напыление / С. В. Петров, И. Н. Карп. – К.: Наукова думка, 1993. – 493 с.

69. Кудинов В. В. Нанесение плазмой тугоплавких покрытий / В. В. Кудинов, В. М. Иванов. – М.: Машиностроение, 1981. – 192 с.

70. Анциферов В. Н. Газотермические покрытия / В. Н. Анциферов, А. М. Шмаков, С. С. Агеев и др. – Екатеринбург: УИФ «Наука», 1994. – 320 с.

71. Горелик С. С. Рентгенографический анализ и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Л. Н. Расторгуев, Ю. А. Скаков. – Москва: МИССИС, 1994. – 328 с.

72. Задоян Д. М. Определение плотности избыточных дислокаций по рентгенографическим оценкам размеров кристаллических блоков и разориентировки малоугольных границ / Д. М. Задоян, Л. А. Азизбеян, М. К. Валуженич // Вестник Самарского государственного технического университета. – 2003. – № 19. – С. 177.

73. Борисов Ю. С. Газотермические покрытия из порошковых материалов. Справочник / Ю. С. Борисов, Ю. А. Харламов, С. Л. Сидоренко и др. – К.: Наукова думка, 1987. – 544 с.

74. Ивашко В. С. Технологические возможности плазменного напыления теплозащитных покрытий / В. С. Ивашко, А. А. Верстак, А. Ф. Ильющенко // Газотермические и вакуумные покрытия в энергетике и двигателестроении : сб. науч. трудов Ин-та электросварки им. Е.О. Патона. – 1989. – С. 33–42.

75. Канаки А. В. Особенности структуры и фазового состава порошков системы ZrO_2 -MgO / А. В. Канаки, С. П. Буякова, С. Н. Кульков // Известия высших учебных заведений. – 2013. – № 7/2. – С. 251–255.

76. Tetsuo N. The liquidus curve of the ZrO_2 - Y_2O_3 system as measured by a solar furnace / N. Tetsuo, M. Massao, T. Yamrada // Bulletin of Chemical Society of Japan. – 1970. – Vol. 43. – pp. 2614–2616.

77. Горелов В. П. Фазовая диаграмма систем ZrO_2 - Y_2O_3 в области малых содержаний оксида иттрия // Тр. Ин-та электрохимии УНЦ АН СССР. – 1978. – № 28. – С. 69–75.

78. Глушкова В. Б. Исследование особенностей твердых растворов в системе ZrO_2 - Y_2O_3 в монокристаллическом состоянии / В. Б. Глушкова, В. В. Осико, Л. Г. Щербакова и др. // Изв. АН СССР. – Неорг. мат. – 1977. – Т. 13. – № 12. – С. 2197–2201.

79. Портной К. И. Синтез и исследование свойств сложных окислов редкоземельных элементов и циркония / К. И. Портной, Н. И. Тимофеева, С. Е. Салибеков и др. // Изв. АН СССР. – Неорг. мат. – 1972. – Т. 8. – № 2. – С. 406–408.

80. Одинцов Л. Г. Упрочнение и отделка деталей поверхностным пластическим деформированием : справочник. – М.: Машиностроение, 1987. – 328 с.

81. Бородулин Г. М. Нержавеющая сталь / Г. М. Бородулин, Е. И. Мошкевич. – М.: Металлургия, 1973. – 319 с.

Наукове видання

ДУБОВИЙ Олександр Миколайович
КАРПЕЧЕНКО Антон Анатолійович
БОБРОВ Максим Миколайович
МАКРУХА Тетяна Олександрівна

**ПІДВИЩЕННЯ ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ
ВЛАСТИВОСТЕЙ МЕТАЛІВ І СПЛАВІВ
ТА НАПИЛЕНИХ ПОКРИТТІВ
ФОРМУВАННЯМ ПОЛІГОНІЗАЦІЙНОЇ
НАНОМАСШТАБНОЇ СУБСТРУКТУРИ**

Монографія

Комп'ютерне верстання *В. В. Москаленко*
Коректор *О. Є. Вакула*

Формат 60×84/16. Ум. друк. арк. 11,2. Тираж 100 прим. Вид. № 17. Зам. № 0704-09.
Видавець і виготівник Національний університет кораблебудування
імені адмірала Макарова
просп. Героїв України, 9, м. Миколаїв, 54025
E-mail : publishing@nuos.edu.ua
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 6402 від 19.09.2018 р.