

Даниленко Н.И.<sup>1</sup>, Подрезов Ю.Н.<sup>1</sup>, Фирстов С.А.<sup>1</sup>, Шейкин С.Е.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем материаловедения им. И.Н.Францевича НАН Украины, Украина, г. Киев

<sup>2</sup> Институт сверхтвердых материалов им. В.М.Бакуля НАН Украины, Украина, г. Киев

## СОЗДАНИЕ ГРАДИЕНТНОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ПОВЕРХНОСТНОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

*Представлены результаты исследования изменения механических характеристик в приповерхностных слоях сплавов на основе титана и железа, упрочненных методами интенсивной поверхностной деформации. Поверхностное упрочнение осуществлялось методами протягивания, прокатывания с вращением и асимметричной накаткой при разных температурах. Показано, что одновременное наложение нескольких схем деформирования существенно повышает твердость поверхностных слоев. Снижение температуры повышает прочностные характеристики. Обнаруженные эффекты поверхностного упрочнения при сложных схемах нагружения объясняются особенностями структурообразования нанозерен деформационного происхождения.*

*Ключевые слова:* интенсивная поверхностная деформация, протягивание, накатка, упрочнение, структура.

### 1 Введение

Развитие новой техники в авиационной, автомобильной, космической отраслях и медицине требует новых методов упрочнения материалов, которые позволят существенно повысить эксплуатационные свойства деталей. Одним из наиболее перспективных направлений создания предельно-упрочненных материалов является создание наноструктур деформационного происхождения. В последнее время широкое применение получили методы интенсивной пластической деформации, такие как равноканальное угловое прессование (РКУП) [1], винтовая экструзия (ВЭ) [2] и другие. Эти методы позволяют получить объемные наноструктурированные материалы с высоким комплексом свойств. Формирование нанокристаллических структур позволяет получить конструкционные материалы с уникально высокими свойствами. Например, их микротвердость в 2-5 раз, прочность при растяжении в 1,5-2 раза выше, чем в крупнозернистых аналогах. Кроме того, наблюдается повышение вязкости разрушения, улучшения ковкости, существенное повышение износостойкости и работоспособности при циклических нагрузках. Поэтому наноразмерные структуры конструкционных материалов открывают уникальные возможности для получения высокого уровня свойств.

Деформационные методы диспергирования структуры имеют значительные преимущества перед другими технологиями получения наноматериалов, поскольку только методами интенсивной

деформации удается получить трехмерные наноструктурные объекты больших размеров. В работах В.М. Сегала [1] показано, что при условии реализации простого сдвига материал может накапливать большую деформацию без заметного формоизменения. Однако эти методы могут использоваться только для упрочнения мягких однокомпонентных материалов. В то же время методы поверхностной деформационной обработки могут быть широко использованы для упрочнения сложнолегированных сплавов и композитов [3].

Целью работы является продемонстрировать преимущества методов поверхностной интенсивной деформации для создания упрочненных градиентных слоев и показать как изменение технологических параметров влияет на процессы структурообразования и комплекс механических характеристик.

### 2 Методы и материалы

В качестве объектов исследования были выбраны титановые сплавы ВТ1-0, ВТ6, сплавы на основе железа: стали 35ХГСА, У8, 65Г и чугун ЧШГ(ГСТУ 3925-99). Поверхностное деформирование проводилось методами протягивания и накатки при разных температурах. Структура деформированных слоев изучалась методом трансмиссионной электронной микроскопии (ТЭМ). Для исследования структуры приповерхностных слоев использован метод односторонней электрополировки и подготовка образцов «cross-section».

Механические характеристики были определены методом индентирования с регистрацией кривой нагружения.

### 3 Результаты и обсуждения

Классическую схему простого сдвига (рис. 1) трудно реализовать из-за невозможности жесткого закрепления образца торцевыми захватами. На практике этот недостаток преодолевается с использованием специальных и достаточно сложных

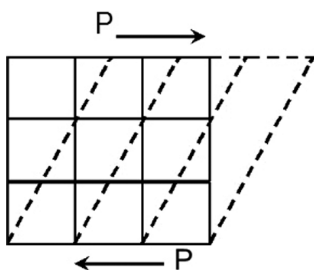


Рис. 1. Схема простого сдвига

для практической реализации схем деформирования (наковальня Бриджмена, равноканальное винтовое пресование и винтовая экструзия и т.п.). При использовании схем поверхностного деформирования реализация схемы простого сдвига существенно упрощается. В случае осесимметричного протягивания или накатки роль захватов выполняет сам образец и деформирующий инструмент. В результате в приповерхностном слое реализуется сдвиговая деформация. На оптических микрофотографиях это явление проявляется в характерном наклоне зеренной структуры. На рис. 2 представлена металлография железа, подвергнутого осесимметричному протяги-

ванию и схема расположения деформированных слоев.

Из представленных данных видно, что во всех образцах наблюдается зона деформационного смещения с характерным поворотом зерен. Глубина деформированного слоя составляет примерно 1,5 мм. Угол поворота зерен составляет  $\varphi = 70^\circ$ . Предполагая выполнение условия простого сдвига, деформация в приповерхностном слое может быть оценена величиной  $\gamma = \operatorname{tg}\varphi \cdot 100\% = 270\%$ , а эквивалентная истинная деформация  $e = 1,1$ . Согласно результатам исследований структурных состояний деформированного железа при такой деформации в материале формируется разориентированная ячеистая деформационная структура. Данные ТЭМ деформированного участка образца подтверждают наличие такой структуры (рис. 3).

Структура вытянута в направлении деформации, размер структурных элементов составляет 300 нм. Данные измерения твердости подтвердили градиентный характер изменения структуры от поверхности вглубь образца. Выделенные на рис. 2б структурные области хорошо совпадают с характерными интервалами изменения твердости (рис. 4)

Полученное максимальное значение твердости 2850 МПа соответствует истинной деформации 1,1, с учетом соотношения  $H_{\mu}/3,3 = \sigma_{0,2}$ , хорошо согласуется с обобщающей зависимостью предела текучести от деформации в железе [5]. Это свидетельствует о возможности использования эксперимен-

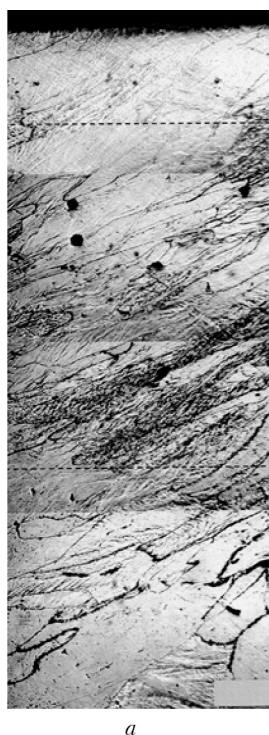
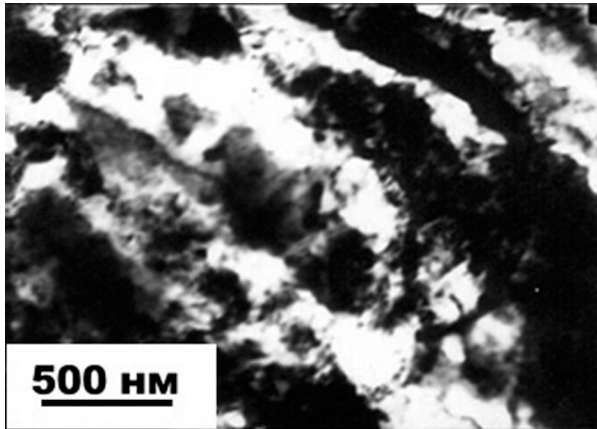
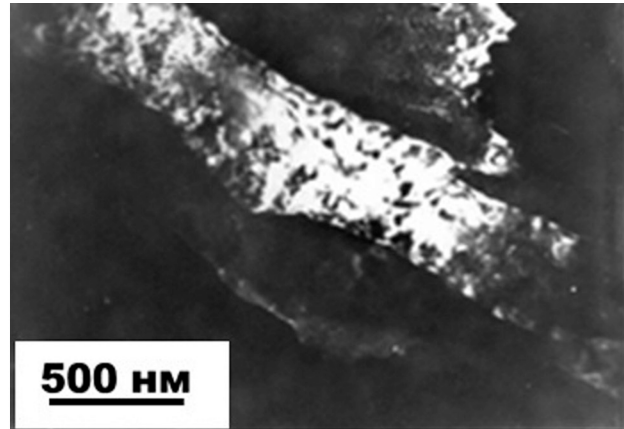


Рис. 2. Структура (а) и схема (б) расположения деформированных слоев



а



б

Рис. 3. ТЭМ образца железа после накатки: а — светлое поле, б — темное поле

тов по измерению твердости для оценки распределения деформации и прогнозирования структурного состояния поверхностно деформируемых образцов.

Наличие приповерхностной зоны релаксации напряжения связана с особенностями передачи деформации от деформирующего инструмента образцу. Совершенный контакт между образцом и инструментом способствует перемещению поверхностных слоев вместе с инструментом. Это приводит к меньшей деформации приповерхностных слоев по сравнению со слоями, которые находятся на большей глубине. Как следствие, в приповерхностном слое наблюдается снижение твердости (рис. 4). Величина этого эффекта, как и параметров упрочнения приповерхностных слоев, зависит от условий деформирования и механических свойств материалов. Аналогичный характер зависимости был обнаружен на трубных образцах сталей 35ХГСА и У8 с различной толщиной стенки 7, 13 и 21 мм, после деформации протягиванием за 10 проходов с увеличением диаметра инструмента на

0,1 мм на каждом шаге деформации. Значение максимальной твердости деформируемых образцов увеличиваются пропорционально твердости исходному материалу: для стали 35ХГСА до значений 3400 МПа, для стали У8 до 3800 МПа. С уменьшением толщины стенки максимальные значения твердости несколько снижаются, но твердость вне зоны интенсивной деформации в тонкостенных образцах оказывается несколько выше, что соответствует особенностям перераспределения деформации между приповерхневым слоем и объемом во время протягивания.

Нами предложена методика комплексного деформирования образца при протягивании, когда одновременно с поступательным перемещением инструмента происходит его прокручивание. Такая схема ближе к схемам объемной интенсивной деформации, где одновременно со сдвигом реализуются дополнительные каналы деформирования. На рис. 5 показано распределение твердости в приповерхностном слое стали 35ХГСА после протягивания с прокручиванием и без него.

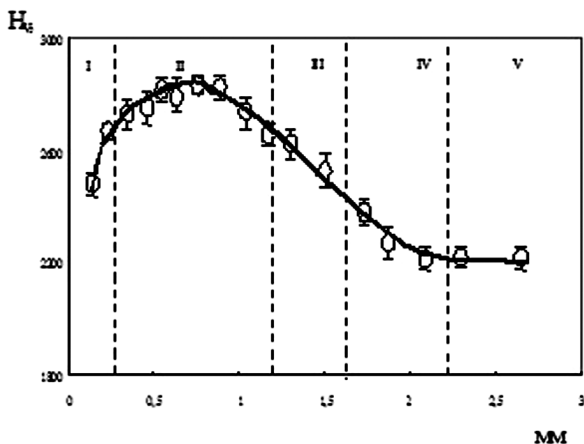


Рис. 4. Зависимость твердости от расстояния до свободной поверхности в протянутых образцах железа

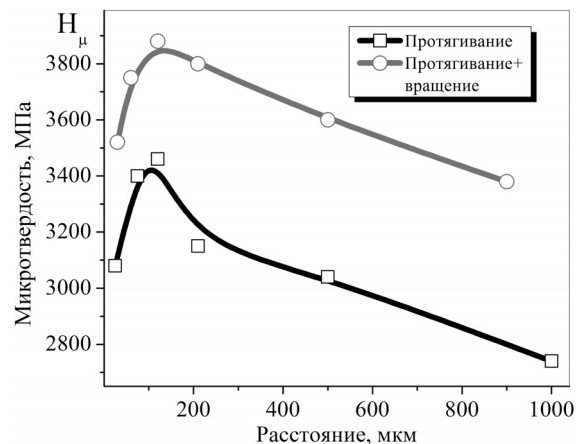
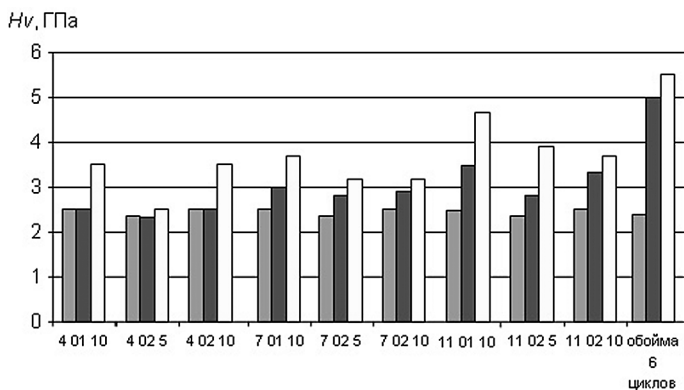
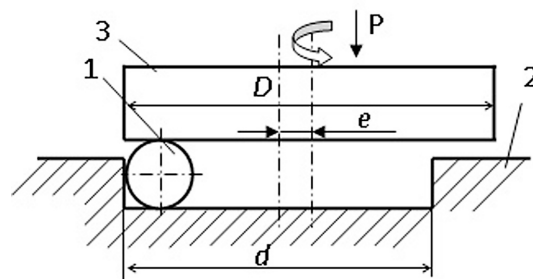


Рис. 5. Распределение твердости в приповерхностном слое стали 35ХГСА после протягивания (□) и протягивания с прокручиванием (○)



**Рис. 6.** Диаграмма значений микротвердости слоя после протягивания по различным технологическим режимам. Цифры означают: первая – толщину стенки, вторая – натяг на диаметр, третья – число циклов деформирования. Первый столбец – расчет, второй – экспериментальное значение без вращения инструмента, третий с вращением



**Рис. 7.** Схема накатки сферического изделия плоскими поверхностями: 1 – сферическое изделие; 2 – цилиндрическая камера; 3 – вращающийся инструмент

Сравнительный анализ параметров твердости показывает, что дополнительное прокручивание позволяет значительно повысить твердость приповерхностных слоев. Сравнение полученных данных с результатами, полученными на образцах без прокручивания, свидетельствуют о том, что прокручивание повышает эффективную деформацию с 0,6 до 1,1, а предел текучести в приповерхностной зоне с 900 до 1200 МПа.

Наиболее обобщенные исследования влияния схемы протягивания на упрочнение трубных образцов выполнены на титане технической чистоты (сплав ВТ1-0). Исследовались образцы из труб с внутренним диаметром 35 мм и толщиной стенки 4, 7 и 11 мм с натягом 0,1 мм или 0,2 мм с разным количеством проходов (5 или 10) и с протягиванием через отверстие в обойме со стенкой «бесконечного» размера. Эксперименты проводились или с прокруткой образца или без него.

Результаты исследований представлены на рис.6. Из представленных данных видно, что упрочнение растет с увеличением толщины стенки и количества проходов, увеличение натяжения от 0,1 до 0,2 оказывает положительное влияние. Наиболее существенное влияние на твердость дает использование дополнительной схемы – прокручивания

Согласно данным Р. З. Валиева значение твердости титана после РКУП не превышают 3400 МПа [3]. Параметры упрочнения титана при использовании схемы прокручивания на уровне 4000–4500 МПа существенно превосходят результаты полученные объемным упрочнением, что подтверждает целесообразность использования комплексной схемы поверхностной деформации.

Сравнение механического поведения материалов на основе железа (сталей) и титана показывает, что в поверхностно деформированном титане пара-

метры упрочнения значительно более чувствительны к изменению условий экспериментов. В то же время, градиентная структура в титановых трубах значительно более локализована (глубина слоя не превышает 1000 мкм). Такую чувствительность можно объяснить различием в характере кривых деформационного упрочнения титана и железа связанным с различным характером взаимодействия между деформационной субструктурой и подвижными дефектами, обеспечивающими внешнее формоизменение в образцах.

Другая схема поверхностного деформирования – накатка. Эта схема позволяет получать градиентные упрочненные слои как на плоских, так и на фасонных поверхностях в изделиях в форме труб или шаров. На рис. 7 представлена схема накатки с использованием комбинированного нагружения, применяемого для получения сферических изделий с упрочненной поверхностью [6]. Для ее реализации сферический образец (шар) 1 помещается в цилиндрической камере (2). Обработку осуществляют инструментом 3, который перемещается. Сила прижатия составляет 2000 Н. Для исследования структуры и механических свойств деформированные шары разрезались по диаметру на две равные части. Микротвердость градиентного приповерхностного слоя измерялась на приборе ПМТ – 3 при нагрузке 0,20 Н. Измерения проводились вдоль диаметра шара с шагом 20 мкм.

Результаты исследования изменения твердости по сечению представлены для сплавов титана на рис. 8, а и сплавов на основе железа на рис. 8, б.

Результаты исследования структуры методом ТЭМ приповерхностного слоя шара из сплава ВТ-1.0 приведены на рис. 9. Из микрофотографии видно, что структура представляет собой разориентированные ячейки размером 150–200 нм. Изменение



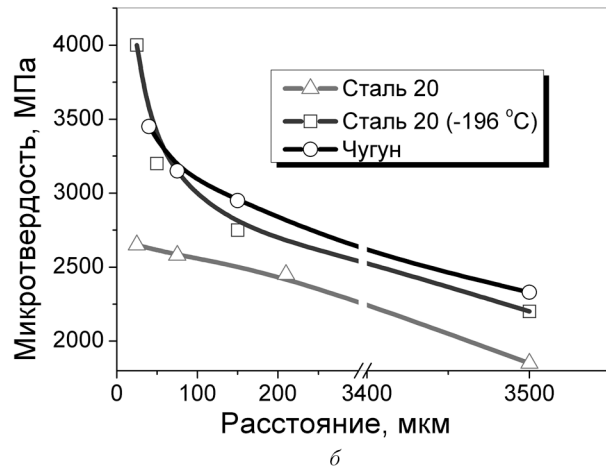
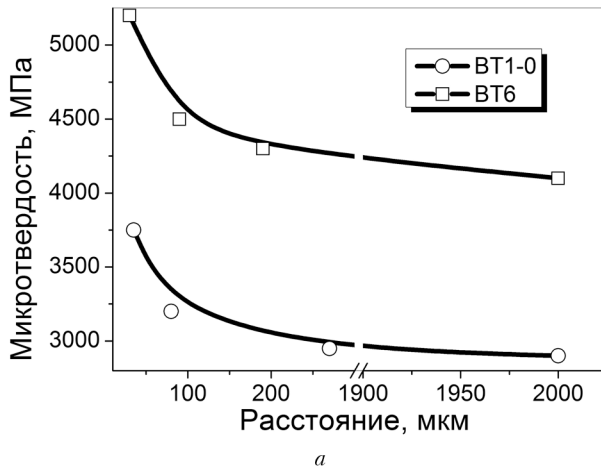


Рис. 8. Изменения твердости в глубину от поверхности шаров из титановых сплавов (а) и сплавов железа (б) после асимметричной накатки

твердости в титановых сплавах свидетельствует о том, что градиентная деформационная структура сохраняется до глубины 2 мм, хотя наиболее деформированный слой имеет глубину 250 нм.

Особая форма деформирующей камеры (рис. 7) позволила исследовать влияние температуры накатки на упрочнение поверхностных слоев сплавов на основе железа. Нами были проведены сравнительные эксперименты на шарах из стали 20, продеформированных при комнатной температуре и при температуре 77К. Результаты экспериментов представлены на рис. 8, б. Образец, продеформированный при комнатной температуре, демонстрирует заметное упрочнение и, как и в случае титана технической чистоты, приповерхностный слой упрочняется до твердости, соответствующей сильно деформированному состоянию. Упрочнение постепенно снижается вглубь образца на протяжении 1–1,5 мм. Образец, продеформированный в среде жидкого азота демонстрирует аномально высокое упрочнение. Отмеченная в приповерхностных слоях твердость 4500 МПа примерно в полтора раза выше, чем твердость сильнодеформированной стали 20. Характерно, что даже высокопрочные чугуны, обработанные накаткой при комнатной температуре, несколько уступают по упрочнению изделиям, полученным при обработке малоуглеродистой стали в хладагенте.

Отличительной особенностью образцов, полученных накаткой (по сравнению с осесимметричным протягиванием) является отсутствие релаксированного слоя вблизи поверхности. В противоположность к этому, тонкий приповерхностный слой демонстрирует заметное упрочнение. Этот эффект наиболее ярко проявляется в экспериментах по измерению твердости при непрерывном нагружении. Характерные кривые микроиндентирования деформированной поверхности образцов титана представлены на рис. 10, а и стали 65Г на рис. 10, б. Из представленных данных видно, что в припо-

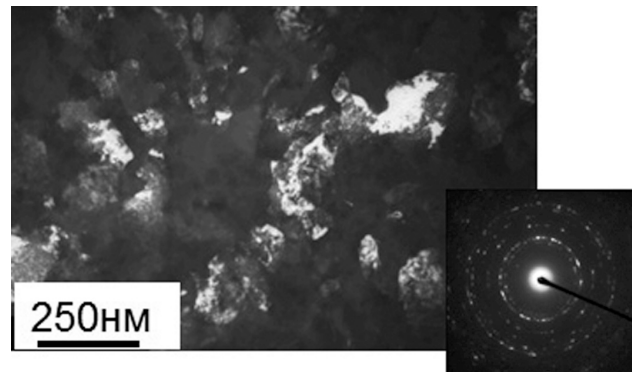


Рис. 9. Структура приповерхностного слоя шара из сплава ВТ-1.0, обработанного накаткой

верхностном слое наблюдается аномально высокое упрочнение.

Для объяснения этого эффекта было проведено исследование структуры тонкого приповерхностного слоя методом ТЭМ на образцах «cross-section». В качестве объекта исследования была выбрана сталь 65Г [7]. Накатка происходила по боковой поверхности цилиндра с усилием 100 и 200 Н. Всплеск твердости наблюдался при малых значениях нагрузки, которые соответствуют глубине проникновения индентора ~1 мкм. Результаты исследования микроструктуры с помощью ТЕМ приведены на рис. 11.

На микрофотографии четко видно две зоны деформационной структуры: внутренняя с размером структурных элементов около 200 нм и приповерхностная зона с размером структурных элементов 20–40 нм. Приповерхностная зона имеет глубину около 1 мкм, что хорошо совпадает с размером зоны повышенной твердости. Наличие сверхмелкой наноструктуры в приповерхностном слое можно объяснить влиянием элементов внедрения на механизм структурообразования в приповерхностном слое материала. В этом случае целесообразно констатировать положительную роль приме-

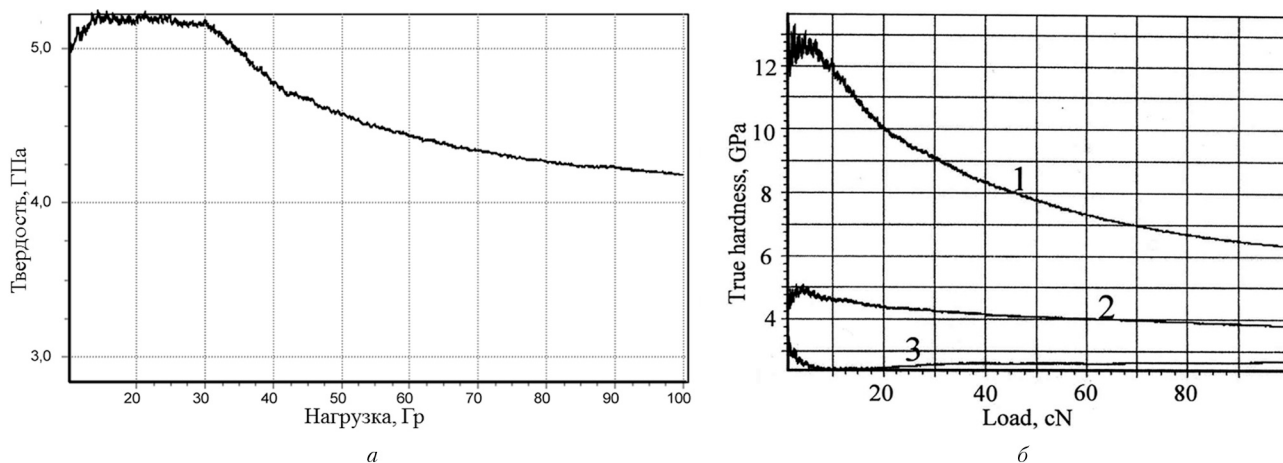


Рис. 10. Изменение микротвердости при непрерывном нагружении в приповерхностном слое титанового сплава BT1-0 (а) и стали 65Г (б): 1 – приповерхностный слой; 2 – твердость на глубине 200 мкм.; 3 – твердость в центре образца

сей в структурообразовании нанодисперсной деформационной субструктуры.

Сопоставление значений твердости с размером структурных элементов, с учетом соотношения  $Hv = 3,3\sigma_s$  и уравнения  $\sigma_s = \sigma_0 + kd^{-1}$  позволяет построить график структурной чувствительности предела текучести для деформированных материалов. Обобщенная зависимость чувствительности от размера зерна для деформированного железа представлена на рис. 12. Из приведенных данных видно, что уменьшение размера структурного элемента от 200 нм до 20 нм, позволило бы повысить значение предела текучести приблизительно с 800 до 4000 МПа, а значение твердости, соответственно, с 3200 до 12000 МПа. Такое уменьшение размера нанозерна деформационного происхождения в объемных схемах деформирования реализовать достаточно сложно из-за жестких условий достижения

равновесного состояния в деформационной структуре. При расчете равновесного расстояния между дислокационными стенками следует учитывать упругое взаимодействие между дислокационными скоплениями с одной стороны и силами трения кристаллической решетки, (которые не только сдерживают дислокации от разбегания) с другой. Если в объеме кристалла сила трения решетки сопоставима с силой Пайерлса-Набарро, то минимальный физически обоснованный размер деформированных нанозерен составляет ~200 нм. В приповерхностных слоях эта сила значительно выше из-за взаимодействия дислокаций с примесными атомами диффундирующими в деформируемый материал из окружающей среды. Дополнительное торможение дислокаций примесными атомами приводит к измельчению деформационной субструктуры до размеров 20 нм.

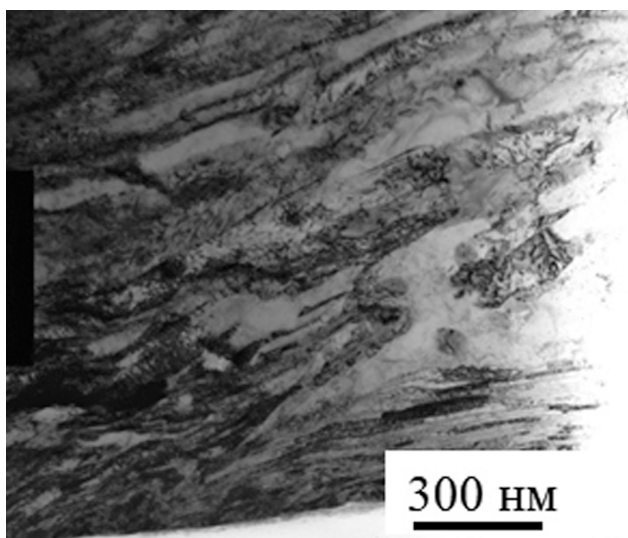


Рис. 11. Структура приповерхностного слоя после накатки образца из стали 65Г

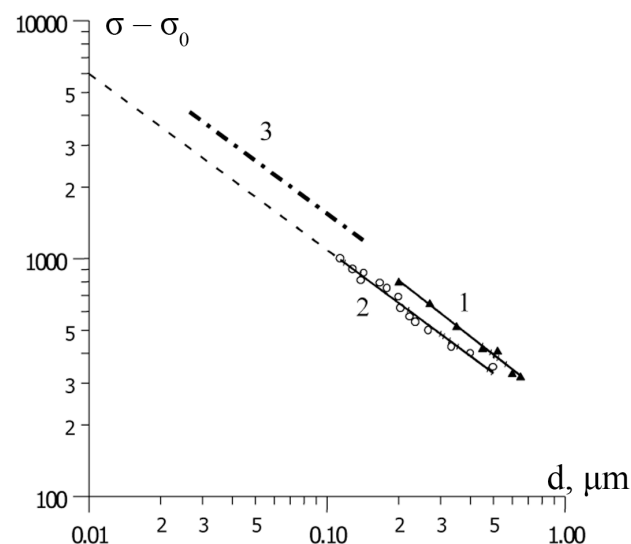


Рис. 12. Структурная чувствительность параметров упрочнения в материалах со сверхмелким зерном: 1 – экструзия; 2 – РКЦП; 3 – после протягивания

## Выводы

1. В результате интенсивной пластической деформации сдвигом значительно возрастает комплекс механических свойств: повышается вязкость разрушения, существенно повышается износостойкость и работоспособность при циклических нагрузках. Использование технологии поверхностного деформирования существенно упрощает реализацию схемы простого сдвига, что позволяет резко увеличить упрочнение приповерхностных слоев за счет диспергирования структуры.

2. Методика комплексного деформирования образца при протягивании, когда одновременно с поступательным перемещением инструмента происходит закручивание детали, позволяет повысить эффективную деформацию с 0,6 до 1,1, а предел текучести при поверхностном слое с 900 до 1200 МПа.

Использование схемы осесимметричной накатки позволяет создать деформированный слой на достаточно большую глубину больше 1 мм. При этом максимальная твердость шара из технического чистого титана повышается до величины 3800 МПа, что значительно выше твердости титана, продеформированного методом ИПД (3200 МПа).

3. Образец стали 20, продеформированный в среде жидкого азота демонстрирует аномально высокое упрочнение. Отмеченная в приповерхностных слоях твердость 4500 МПа примерно в полтора раза выше, чем твердость сильнодеформированной стали 20 и не уступает по твердости высокопрочному чугуна.

4. После накатки стали 65Г обнаружен тонкий приповерхностный слой со сверхмелкой наноструктурой деформационного происхождения. Методом ТЭМ установлено наличие двух зон деформационной структуры: внутренняя с размером структурных элементов около 200 нм и приповерхностная зона с размером структурных элементов 20-40 нм. Приповерхностная зона имеет глуби-

ну около 1 мкм, что хорошо совпадает с размером зоны повышенной твердости.

Работа выполнена в рамках программы ДФФТ-РФФД №53.7/30.

## Литература

- [1] Segal V.M. Processes of Plastic Structural Formation of Metals / Reznikov V.I., Kopilov V.I., Pavlik D.A., Malyshch V.F. // Nauka i tehnika publishers, Minsk, (1994), 221p. (in Russian).
- [2] Beygelzimer Y. Microstructural Evolution of Titanium under Twist Extrusion / Varyukhin V., Orlov D., Efros B., Salimgareyev A., Stolyarov V. // Ultrafine Grained Materials: Processing and structure Washington (2002), pp. 137–142.
- [3] Firstov S.A. Formation of gradient nanostructure on the surface of parts by the method of plastic deformation / Yu.Podrezov, M.I.Danylenko, O.A.Rosenberg, M.V.Novikov, S.E.Shejkin // Metallofizika i novejschie tehnologii – 2004 – v.26, №11, pp. 1493-1500/
- [4] Ruslan Z. Valiev Terence G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement: Progress in Materials Science 51 (2006) 881–981, pp. 871 – 980.
- [5] M. Danylenko Formation of gradient nanostructure in materials with a high content of carbon under severe surface deformation // FTVD– 2008, v.18, № 4, pp. 100-104.
- [6] Danylenko M. Surface strengthening of the ball alloy BT1-0 after knurling by flat surface // F.G.Moljar, Yu.A.Tsekhanov, S.E.Shejkin // FTVD. – 2011- v. 21, № 4, pp. 130-137.
- [7] M. Danylenko Gradient Structure Formation by Severe Plastic Deformation / V. Gorban, Yu. Podrezov, S. Firstov, O. Rosenberg, S. Shejkin, F. Morito, Y. Yamabe-Mitarai. // Nanomaterials by severe plastic deformation, Proceeding of the 3th International conference on nanomaterials by Severe Plastic Deformation held in Fukuoka, Japan on September 22-26, 2005, p. 787-792.

Danylenko M.I.<sup>1</sup>, Podrezov Yu.M.<sup>1</sup>, Firstov S.O.<sup>1</sup>, Shejkin S.E.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Frantsevich Institute for Problems of Materials Science NASU, Ukraine, Kyiv

<sup>2</sup> Bakul Institute of Superhard Materials Інститут NASU, Ukraine, Kyiv

## CREATION OF GRADIENT STRUCTURE BY SURFACE SEVERE PLASTIC DEFORMATION

*Results of research of the mechanical characteristics change in the surface layers of titanium-based and iron-based alloys, hardened by severe surface deformation were presented. Surface hardening were carried out by broaching, broaching with rotation and asymmetric knurling at different temperatures. It is shown that the*



*simultaneous superposition of several deformation schemes significantly increases the hardness of the surface layers. Lowering the temperature increases strength characteristics. Found effects of surface hardening with complex schemes of loading are explained by the features nano-grain structure formation by deformation.*

*Keywords:* surface severe deformation; broaching; knurling; strengthening; structure.

### References

- [1] Segal V.M. Processes of Plastic Structural Formation of Metals / Reznikov V.I., Kopilov V.I., Pavlik D.A., Malyshev V.F. // Nauka i tehnika publishers, Minsk, (1994), 221p. (in Russian).
- [2] Beygelzimer Y. Microstructural Evolution of Titanium under Twist Extrusion / Varyukhin V., Orlov D., Efros B., Salimgareyev A., Stolyarov V. // Ultrafine Grained Materials: Processing and structure Washington (2002), pp. 137 –142.
- [3] Firstov S.A. Formation of gradient nanostructure on the surface of parts by the method of plastic deformation / Yu.Podrezov, M.I.Danylenko, O.A.Rosenberg, M.V.Novikov, S.E.Shejkin // Metallofizika i novejshe tehnologii – 2004 – v.26, №11, pp. 1493-1500/
- [4] Ruslan Z. Valiev Terence G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement: Progress in Materials Science 51 (2006) 881–981, pp. 871 – 980.
- [5] M. Danylenko Formation of gradient nanostructure in materials with a high content of carbon under severe surface deformation // FTVD– 2008, v.18, № 4, pp. 100-104.
- [6] Danylenko M. Surface strengthening of the ball alloy BT1-0 after knurling by flat surface // F.G.Moljar, Yu.A.Tsekhanov, S.E.Shejkin // FTVD. – 2011- v. 21, № 4, pp. 130-137.
- [7] M. Danylenko Gradient Structure Formation by Severe Plastic Deformation / V. Gorban, Yu. Podrezov, S. Firstov, O. Rosenberg, S. Shejkin, F. Morito, Y. Yamabe-Mitarai. // Nanomaterials by severe plastic deformation, Proceeding of the 3th International conference on nanomaterials by Severe Plastic Deformation held in Fukuoka, Japan on September 22-26, 2005, p. 787-792.