

УДК 620.178.311.4

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ДЕФОРМАЦИОННОГО ПОВЕДЕНИЯ ПРИ СТАТИЧЕСКОМ И ЦИКЛИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ СТАЛИ 12Х1МФ ПОСЛЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ИОННЫМ ПУЧКОМ Zr^{+}

© 2012 С.В. Панин^{1,2}, И.В. Власов^{1,2}, В.П. Сергеев¹, А.Р. Сунгатулин¹, М.П. Калашников¹, В.Е. Панин^{1,2}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск

² Томский политехнический университет

Поступила в редакцию 21.03.2012

Проведены испытания на циклическое растяжение и знакопеременный изгиб образцов из стали 12Х1МФ в исходном состоянии и после наноструктурирования поверхности ионным пучком Zr^{+} . Методами оптической микроскопии, интерференционной профилометрии показаны различия в формировании деформационного рельефа, а также характере растрескивания модифицированного поверхностного слоя. Оценка изменений в поверхностном слое получена путем наноиндентирования, а также фрактурграфических исследований поверхности разрушения. Методами просвечивающей электронной микроскопии показано, что после обработки поверхностный слой образцов приобретает наноструктурное состояние с интерметаллидными и карбидными включениями. Описание различий в характере деформационного поведения проведено с использованием концепции множественного растрескивания.

Ключевые слова: *усталость, наноструктурирование, множественное растрескивание, деформация, разрушение*

Нанесение упрочняющих покрытий производится с целью придания поверхности материала (детали) свойств, обеспечивающих повышение износо- и коррозионной стойкости, твердости и пр. В то же время наличие более прочных слоев на поверхности обуславливает при нагружении возникновение на границе раздела концентраторов напряжений, релаксация которых может сопровождаться растрескиванием покрытия и заметно снижать усталостную долговечность. Таким образом, формирование упрочняющих поверхностных слоев является определенным компромиссом между приданием поверхностному слою материала свойств прочности и ограничением толщины, поскольку, как правило, толстые покрытия существенно снижают сопротивление усталости.

Панин Сергей Викторович, доктор технических наук, заведующий лабораторией полимерных композиционных материалов. E-mail: svp@ispms.tsc.ru

Власов Илья Викторович, аспирант. E-mail: good0@yandex.ru

Сергеев Виктор Петрович, кандидат физико-математических наук, заместитель директора, заведующий лабораторией материаловедения покрытий и нанотехнологий. E-mail: vserg@mail.tomsknet.ru

Сунгатулин Альфред Рашидович, инженер. E-mail: alfred_1972@mail2000.ru

Калашников Марк Петрович, инженер. E-mail: kmp1980@mail.ru

Панин Виктор Евгеньевич, академик РАН, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией физической мезомеханики и неразрушающих методов контроля. E-mail: paninve@ispms.tsc.ru

Цель работы: исследование влияния наноструктурирования поверхностного слоя стали 12Х1МФ ионами Zr^{+} на повышение ее усталостной долговечности.

Материал и методика исследований. В работе исследовали образцы теплостойкой стали 12Х1МФ [2]. Выбор материала исследований обусловлен тем, что данная сталь не испытывает структурных изменений при температуре, при которой происходит процесс наноструктурирования поверхностного слоя ионным пучком. Из фрагмента трубы вырезали плоские образцы размером $70 \times 10 \times 1$ мм с концентратором напряжения в виде отверстия диаметром 2 мм. Для статических испытаний были использованы образцы в виде двойной лопатки с размером рабочей части $20 \times 5 \times 1$ мм.

В исходном состоянии сталь 12Х1МФ имеет феррито-перлитную структуру [2] с характерным размером зерна 30-50 мкм (рис. 1). Ионное наноструктурирование поверхностного слоя образцов проводили с помощью сильноточного вакуумно-дугового источника металлических ионов на установке УВН-0,2 «Квант» [1]. Процесс обработки образцов выполняли при достижении вакуума в камере не менее $7 \cdot 10^{-3}$ Па потоком ионов циркония с энергией -900 В и плотностью ионного тока $0,1 \text{ mA/cm}^2$. Длительность обработки составляла 19 минут. Подложкодержатель с образцами, закрепленный на предметном столе, включается непосредственно в схему ускорения ионов вместо обычной экстракции выделенного

лучевого пучка ионов из имплантера. В этом случае ускорение ионов происходит в динамическом самоорганизующемся пограничном слое, представляющем собой двойной электрический слой, который формируется вокруг поверхности образца, находящегося под отрицательным потенциалом.

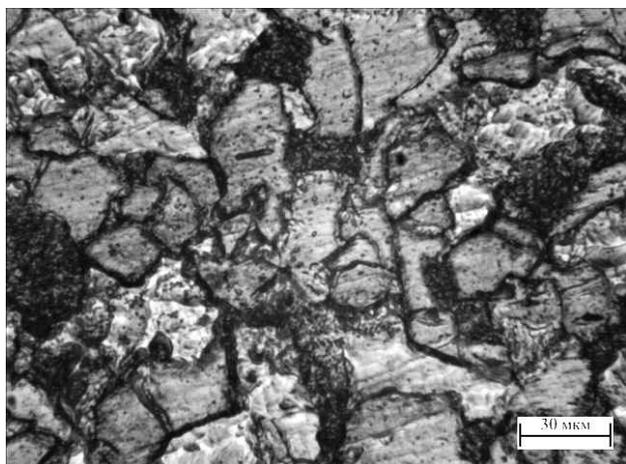


Рис. 1. Оптическое изображение структуры образца до обработки

Микроструктуру образцов исследовали после химического травления с использованием 5% раствора азотной кислоты. Изображения поверхности образцов получали с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axiovert 25 CA и микроскопа EPIQUANT, а также растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50. Профилометрию поверхности проводили с помощью оптического интерферометра белого света NewView 6200. Рентгенофазовый анализ проводился на рентгеновском дифрактометре общего назначения ДРОН-7.

Результаты экспериментов.

Электронно-микроскопические исследования. Структура поверхностного слоя стали в исходном состоянии представлена крупными ферритными зёрнами >1 мкм с включениями цементита (Fe_3C), средний размер которых составляет 120 нм (рис. 1). Состав стали после наноструктурирования потоком ионов Zr^+ представлен фазами FeZr_2 , FeZr_3 и зёрнами феррита. Средний размер зёрен в поверхностном слое составляет 100-150 нм (рис. 2).

Наноиндентирование образцов. Оценку прочностных свойств образцов до и после обработки проводили путем наноиндентирования на глубину не более 200 нм. В результате наноструктурирования повышается твёрдость приповерхностного слоя примерно в 1,5 раза. Одновременно происходит снижение модуля упругости практически в два раза.

Рентгенографические исследования. В исходном состоянии структура образцов преимущественно представляла α -Fe железо, в то время как после наноструктурирования в приповерхностном

слое выявлено формирование интерметаллидных фаз в системе Fe-Zr: FeZr_2 и FeZr_3 , а так же карбидов ZrC. Проведен структурно-фазовый микроанализ поверхности образца с наноструктурированным поверхностным слоем (рис. 3). Показано, что общее содержание циркония в приповерхностном слое составляет порядка 14,2%.

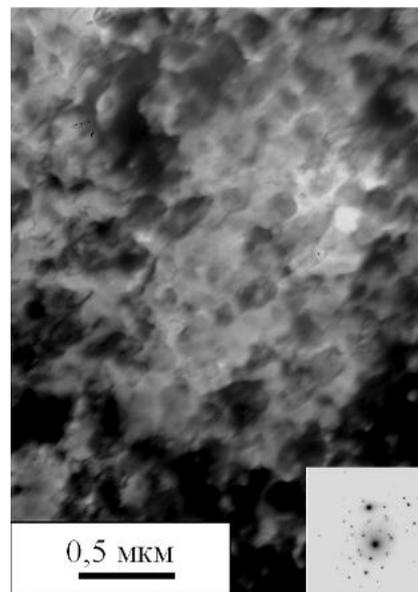


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения структуры приповерхностного слоя стали 12X1MФ, светлое поле

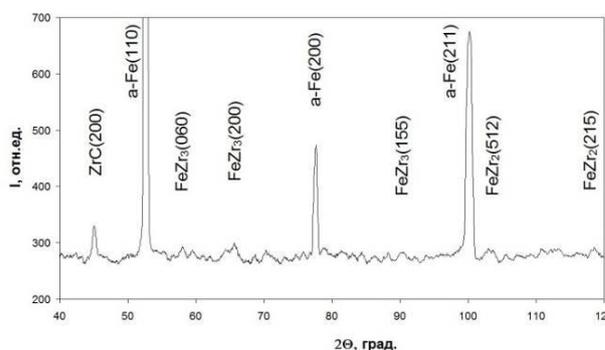


Рис. 3. Рентгенограмма образца после обработки

Испытания на статическое растяжение.

Предел текучести, предел прочности и относительное удлинение образцов в состоянии поставки близко по значениям к табличным данным для этой стали [2]. После наноструктурирования поверхности предел прочности повысился на 76 МПа (15%), а значения относительного удлинения снизилось на $\varepsilon=4$ % (19%), при этом у обработанных образцов не наблюдается формирование площадки текучести. У образцов с наноструктурированным слоем наблюдается его мелкое растрескивание, характеризующееся различной ориентацией трещин в модифицированном слое. При этом глубина трещин составляет 1,4-1,8 мкм, что сопоставимо с толщиной наноструктурированного слоя (~ 2 мкм).

Испытания на циклическое растяжение. Результаты испытаний на циклическое растяжение показали, что количество циклов до разрушения образцов с наноструктурированным поверхностным слоем повысилось в 2-3 раза; одновременно увеличилось время до появления трещины в ~2-3 раза. По полученным оптическим изображениям были рассчитаны и построены графики зависимости длины трещины от количества циклов растяжения. При сравнении графиков для образцов без обработки и после наноструктурирования поверхности выявлено различие в моменте времени, соответствующему зарождению магистральной трещины, а также скорости ее распространения. Скорость роста трещины у образцов после обработки снизилась в 2-3 раза.

Испытания на циклический знакопеременный изгиб. Согласно данным проведенных испытаний усталостная долговечность образцов при циклическом знакопеременном изгибе в результате наноструктурирования поверхностного слоя повысилась в ~2 раза. По полученным графикам зависимости длины трещины от количества циклов нагружения наблюдается зарождение магистральной трещины в обоих типах образцов примерно в один и тот же момент времени, но имеет существенные отличия с точки зрения скорости распространения. Наноструктурирование поверхностного слоя ионным пучком снижает скорость роста трещины примерно в 2 раза.

Выводы: проведено исследование структуры и деформационного поведения при статическом и циклическом деформировании образцов

стали 12Х1МФ, подвергнутой наноструктурированию поверхностного слоя пучком ионов циркония. Показано, что в результате обработки в приповерхностном слое толщиной до нескольких микрон формируются ультрадисперсные частицы, размером 100-150 нм, что при статическом растяжении обуславливает повышение предела прочности на 15% и снижение удлинения на ~4%. Установлено, что при циклическом растяжении формирование наноструктурированного поверхностного слоя приводит к повышению усталостной долговечности в 2-3 раза, что авторы связывают с задержкой во времени зарождения магистральной трещины по причине сдерживания в формировании деформационного рельефа. При знакопеременном изгибе зарождение магистральной трещины в образцах обоих типов происходит при практически равном количестве циклов, однако на последующем этапе распространения скорость роста магистральной трещины отличается примерно в 2 раза, что связано со сдерживанием наноструктурированным слоем зарождения микротрещин по границам зерен материала основы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. *Панин, В.Е.* Наноструктурирование поверхностных слоёв конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий / *В.Е. Панин, В.П. Сергеев, А.В. Панин.* – Томск: Изд-во Том. политех. ун-та, 2008. 286 с.
2. *Зубченко, А.С.* Марочник сталей и сплавов. 2-е изд., доп. и испр. – М.: Машиностроение, 2003. 784 с.

RESEARCH OF STRUCTURE AND DEFORMATION BEHAVIOUR AT THE STATIC AND CYCLIC LOADING OF 12Cr1MoV STEEL AFTER NANOSTRUCTURING THE SURFACE LAYER BY ZR⁺ION BEAM

© 2012 S.V. Panin^{1,2}, I.V. Vlasov^{1,2}, V.P. Sergeyev¹, A.R. Sungatulin¹, M.P. Kalashnikov¹, V.E. Panin^{1,2}

¹Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk

²Tomsk Polytechnical University

Tests for cyclic tension and sign-variable bending of specimens from 12Cr1MoV steel in reference state and after nanostructuring of surface by Zr⁺ion beam are carried out. Methods of optical microscopy, interferential profilometry showed distinctions in formation of strain induces relief, and also the nature of modified surface layer cracking. Estimation of changes in the surface layer is received by nanoindenting, and also fractography researches of fracture surface. By methods of a translucent electronic microscopy it is shown that after processing the surface layer of specimens gets a nanostructural condition with intermetallic and carbide inclusions. The description of distinctions in nature of deformation behavior with the use of multiple cracking concept is carried out.

Key words: *fatigue, nanostructuring, multiple cracking, deformation, destruction*

Sergey Panin, Doctor of Technical Sciences, Chief of the Polymeric Composite Materials. E-mail: syp@ispms.tsc.ru

Iliya Vlasov, Post-graduate Student. E-mail: good0@yandex.ru

Viktor Sergeev, Candidate of Physics and Mathematics, Deputy Director, Chief of the Laboratory of Materials Science of Coverings and Nanotechnologies. E-mail: vsereg@mail.tomsknet.ru

Alfred Signatulin, Engineer. E-mail: alfred_1972@mail2000.ru

Mark Kalashnikov, Engineer. E-mail: kmp1980@mail.ru

Viktor Panin, Academician of RAS, Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Chief of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-destructive Methods of Control. E-mail: paninve@ispms.tsc.ru