НАЦИОНАЛЬНАЯ АКАДЕМИЯ НАУК БЕЛАРУСИ

Актуальные проблемы прочности

Монография

В 2-х томах

Том 2

Под редакцией
члена –корреспондента НАН Беларуси
В.В.Рубаника

Витебск
Беларусь
2018

УДК 539.2
ББК 22.25
А43

Рецензенты:
доктор физ.-мат. наук, профессор (Москва, Россия) Глезер А.М.;
академик НАН Беларуси, доктор технических наук, профессор Клубович В.В.

А 43 Актуальные проблемы прочности : монография. В 2-х т. Т. 2. / Бабич В. Е. [и др.]; под ред. В. В. Рубаника. – Витебск : УО «ВГТУ», 2018. – 512 с.
ISBN 978-985-481-558-9
ISBN 978-985-481-560-2 (т. 2)

В монографии опубликованы результаты исследований конструкционных и функциональных материалов. Представлены инновационные разработки по проблемам материаловедения, обработки материалов, создания композиционных материалов. Обсуждены механизмы формирования структуры, результаты исследования структурно-фазовых состояний и дефектной субструктуры материалов, а также воздействия ультразвука, электромагнитного излучения, интенсивной пластической деформации на свойства различных материалов.

Книга предназначена для широкого круга специалистов – научных работников, инженеров, работающих в области материаловедения и физики конденсированного состояния, а также преподавателей, аспирантов и студентов, специализирующихся в области материаловедения.

Авторский коллектив:
Бабич В.Е., Багрец Д.А., Белоцерковский М.А., Вегера И.И., Гольцова М.В., Громыко Г.Ф., Дородейко В.Г., Драгошанский Ю.Н., Жарин А.Л., Жиров Г.И., Звягина Е.Ю., Карпенко В.М., Карпенко М.И., Ковальчук А.В., Комаров Ф.Ф., Константинов В.М., Константинов С.В., Краснов М.Л., Кузей А.М.,
Латушкина С.Д., Леванцевич М.А., Лесота А.В., Марукович Е.И., Мельников А.П., Мерсон Д.Л., Некит В.А., Николайчик Ю.А., Овчинников Е.В.,Огарков Н.Н.,
Пантелеев К.В., Пилипчук Е.В., Платов С.И., Покровский А.И., Посылкина О.И.,
Пудов В.И., Растегаев И.А., Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл., Рудницкий Ф.И., Свистун А.И.,
Столяров В.В., Урцев Н.В., Федосеев Г.Н., Цыкунов П.Ю., Шпилевский Э.М., Юруть Е.Л.,
Якубовская С.В., Nofal A., Ahmed M.

ISBN 978-985-481-558-9
ISBN 978-985-481-560-2 (т.2)

© УО «ВГТУ», 2018

АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ПРОЧНОСТИ

По рекомендации Межгосударственного координационного Совета (МКС) по физике прочности и пластичности материалов 14-18 мая 2018 г. в Витебске (Республика Беларусь) прошла юбилейная 60-ая Международная научная конференция «Актуальные проблемы прочности» (АПП).

Это предложение учитывало большой вклад ГНУ «Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси» (ИТА НАН Беларуси) и УО «Витебский государственный технологический университет» (ВГТУ) в проведенные (начиная с 2000 года) конференции АПП.

Исторически Актуальные Проблемы Прочности были организованы по инициативе двух ведомств Советского союза (Академии наук СССР и Министерства Высшей школы СССР) первоначально в форме Всесоюзного семинара. На организационном собрании, которое состоялось 26 марта 1980 года в Ленинграде, присутствовали представители как Высшей школы (Ленинградского Университета – ЛГУ и Ленинградского Политехнического института – ЛПИ), так и Академии наук СССР (Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе – ФТИ). Одним из основных инициаторов и в дальнейшем организатором проведения АПП был Владимир Александрович Лихачев, деятельность которого тесно связана с ЛГУ, ФТИ, ЛПИ.

Всесоюзный семинар АПП задумывался как средство общения не вообще ученых – «прочнистов», а ученых, которые объединяют в себе знания в области физики прочности и в области механики прочности, поэтому главная задача такого семинара заключалась в объединении усилий и знаний физиков и механиков.

Одной из важных особенностей заседаний АПП стала их очень широкая география. Семинары проводились не только в таких ведущих центрах, как в Москве, Ленинграде, но и в разных городах страны, где в ВУЗах и институтах Академии наук работали коллективы сотрудников, связанных с прочнистской тематикой. Для выступления с пленарными (или приглашенными) докладами привлекались ведущие специалисты в области физики и механики прочности. Это обстоятельство и широкая география проведения АПП способствовала сохранению и развитию богатейшего научного потенциала, который создавался на протяжении многих десятилетий на обширной территории бывшего СССР.

Большую роль в «долгожительстве» АПП после прекращения существования СССР и АН СССР сыграло образование в 1992 году Межгосударственного координационного Совета по физике прочности и пластичности материалов на базе секции «Физика прочности и пластичности», входившей в АН СССР. Председателем МКС (как и секции) был избран профессор В.А. Лихачев, а его заместителями (по регионам) профессора О.М.Ивасишин (Киев), В.И.Бетехтин (С.-Петербург), Э.В.Козлов (Томск). МКС (со штабом-квартирой в С.-Петербурге) был создан как общественная, самостоятельная организация, которая не альтернативна и не подотчетна государственным, министерским и академическим институтам власти и управления стран, входивших ранее в состав СССР.

В 1996 г. после ухода из жизни В.А. Лихачева, председателем МКС избран Владимир Иванович Бетехтин, который со стороны МКС принимал основное участие в организации и проведении АПП. За последние 20 лет (1996 – 2017 гг.) удалось сохранить традиционно высокий научный уровень и ежегодную периодичность этого форума. В 1999 году между председателем МКС В.И. Бетехтиным и заместителем председателя по региону (Беларусь) В.В. Рубаником, директором ИТА НАН Беларуси, была достигнута договоренность о проведении очередной конференции АПП в Витебске на базе ИТА НАН Беларуси и ВГТУ; такая конференция (XXXVI) и состоялась в 2000 году. Значимость этой, проведенной впервые после распада СССР конференции АПП вне России, в том, что на ней присутствовали ведущие специалисты в области прочности материалов из Национальной Академии наук Украины (акад. НАНУ С.А. Фирстов, чл.-корр. НАНУ Ю.В. Мильман).

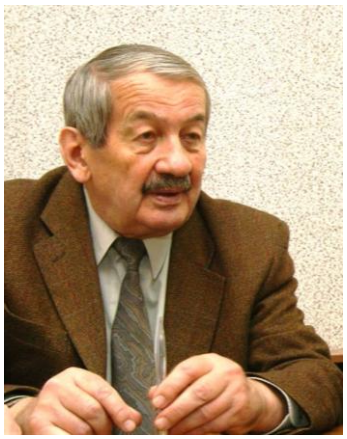
Впоследствии, там же в Витебске, прошли XLVI (2007), L (2010, также юбилейная!) и LIII (2012) конференции АПП. На всех этих конференциях присутствовало большое количество участников из разных городов и стран, включая дальнее зарубежье; конференции прошли на высоком научном и организационном уровне.

Для успешного проведения АПП очень много сделали ведущие специалисты в области прочности материалов из России: чл.-корр. РАН В.В.Сагарадзе (Екатеринбург, 2013); профессор М.А. Хусаинов (В. Новгород, 1994, 1997); профессор В.А. Федоров (Тамбов, 1998, 2003), профессор А.М. Глезер (Калуга, 2004; Москва, 2015; инициатор проведения АПП в Севастополе, 2016); профессор Р.Р. Мулюков (Уфа, 2012); профессор М.М. Криштал (Тольятти, 2009, 2016); профессор В.Н. Перевезенцев (Н. Новгород, 2008); профессор В.В. Осташев (Псков, 1993, 1999); профессор О.Б. Наймарк, А.Г. Кадомцев (Пермь, 2017), а также представители научных коллективов в тех городах, в которых состоялись АПП. Много сделал для организации конференции по тематике АПП в Санкт-Петербурге чл.-корр. РАН В.В.Рыбин. Большую работу по подготовке тезисов и трудов конференций АПП проводила секретарь МКС – к.т.н. Е.В. Черняева.

Актуальные проблемы прочности стали традиционной международной конференцией, на которой обсуждаются теоретические и практические пути развития науки о прочности материалов.Всего за 38 лет конференция «Актуальные проблемы прочности» прошла в 31 городе трех стран (Россия, Украина, Беларусь), а до распада СССР - в республиках Эстония, Латвия, Таджикистан.

На 60-й Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности» были представлены результаты теоретических и экспериментальных исследований в области проблем прочности, интерес к которым в последние годы значительно вырос.

Наиболее актуальные доклады оформлены в виде коллективной монографии, в которой. представлены современные достижения в области инновационных технологий по проблемам прочности.



Председатель МКС,
профессор , доктор физ.-мат. наук,
С.-Петербург, Россия
Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

В.И. Бетехтин

Заместитель председателя МКС
по региону (Беларусь),
член-корреспондент НАН Беларуси,
доктор технических наук
г. Витебск, Беларусь
ita@vitebsk.by

В.В. Рубаник

Глава 1 АНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗОК НА ХАРАКТЕР ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ ИНСТРУМЕНТА И ДЕФОРМИРУЕМОГО МАТЕРИАЛА

Огарков Н.Н., Звягина Е.Ю., Некит В.А.
Магнитогорский государственный технический университет им Г.И. Носова, zviagina_mmf@mail.ru

Требования к поверхности холоднокатаного листа по параметрам шероховатости обеспечиваются предварительной подготовкой поверхности рабочих валков дрессировочных станов:

- шлифованием, позволяющим получить исходную шероховатость;

-насечкой, формирующей шероховатость поверхности валка и перенос ее на поверхность прокатываемой полосы.

Качество обработанной поверхности прокатных валков неразрывно связано с влиянием технологии, одного из распространенных способов обработки поверхности прокатных валков- дробеметной обработки (ДМО), состоянием оборудования дробеметной установки (ДМУ), режимами ДМО и характеристик дроби на шероховатость насекаемой поверхности, а также репродукции этой шероховатости на поверхности холоднокатаного листа в процессе дрессировки [1].

Большой вклад в, получение относительно стойкого микрорельефа, обеспечивающего повышение общей износостойкости поверхностного слоя, внесли известные ученые, такие как В.Л. Мазур, Н.Н. Огарков, В.К.Белов, В.М. Салганик, М.И.Румянцев, Л.Д. Девятченко, В.Д. Голев, Э.А. Гарбер, Ю.А. Мухин, Хусу А.П., Оянэ М. и др.

Многие ученые подчеркивают, что на процесс формирования микрогеометрии холоднокатаной полосы большое влияние оказывает исходная шероховатость прокатных валков, ее изменение при износе валков во время прокатки и репродукция шероховатости в зависимости от условий прокатки [2-6,27].

Формирование микрогеометрии поверхности полосы в процессе прокатки является сложной комплексной проблемой, включающей вопросы нанесения шероховатости с требуемыми параметрами на поверхность валков и анализ условий формирования микрогеометрии поверхности полосы за счет отпечатываемости вершин микрорельефа поверхности валков в поверхность полосы при холодной прокатке и дрессировке [7-12,30].

В настоящее время, требования зарубежных и отечественных предприятий автомобилестроения к микрогеометрии поверхности автолиста ужесточились. А именно требуется обязательная регламентация, как высотных, так и шаговых параметров шероховатости поверхности.

Для обеспечения требований автомобильных компаний, таких как «Renault» , «АВТОВАЗ», «ГАЗ», «КАМАЗ» в соответствии с отечественным и зарубежным стандартами, необходимо обеспечить шероховатость поверхности автомобильного листа по высотному показателю шероховатости R_a в пределах от 0,8-1,8 мкм. Зарубежные автомобильные компании, такие как «Mercedes Benz», «BMW», «Audi», «Volkswagen», предъявляют обязательные требования и по шаговому параметру шероховатости, а именно необходимо обеспечить P_c не менее 50 $см^{-1}$, а для лицевых деталей P_c не менее 70 $см^{-1}$.

Выполненные ранее многочисленные научные исследования не всегда удовлетворяют новым стандартам к качеству поверхности автомобильного листа, кроме того параметры шероховатости прокатных валков и дрессируемой полосы чувствительны к изменениям условий производства. Поэтому проблема формирования шероховатости на поверхности прокатных валков и перенос ее на поверхность холоднокатаной полосы является весьма актуальной.

Актуальность вопроса вызвана необходимостью разработки уточненной технологии по получению автомобильного листа с регламентированными параметрами

шероховатости и изменения конструкции оборудования для насечки поверхности прокатных валков дробью.

Подготовка рабочей поверхности деформирующего инструмента при прокатке дробью реализуется при скоростях взаимодействия в диапазоне V 50-80 м/с, что также требует учета влияния динамики на характер пластической деформации в зоне контакта.

Дробеметные аппараты широко используются для получения требуемой микрогеометрии на поверхности прокатных валков, а также применяются в заводских условиях для очистки отливок, поковок, штампованных изделий и листового материала с толщиной стенок более 5 мм от окалины, ржавчины, формовочной смеси, земли (рисунок 1).

Несмотря на отличие конструкций, и габаритов дробеметных установок, они имеют общее устройство и состоят из следующих основных элементов: приспособления для подачи изделий под струю дроби (столы, тележки, конвейеры), дробеметного аппарата, системы циркуляции отработанной дроби и системы сепарации дроби (сита, магнитные, воздушные или электронные сепараторы).

В дробеметном аппарате дробь из бункера попадает в импеллер (турбинку), лопасти которого, вращаясь вокруг оси, передвигают дробь к окну, через которое она попадает на лопатки ротора и оттуда с большой скоростью на очищаемое изделие.

В отличие от дробеструйных аппаратов в дробеметных аппаратах дробь выбрасывается с большой скоростью (70-80 м/с), в результате чегоона оказывает не только скалывающее, но и частично абразивное воздействие на поверхностный слой очищаемого металла.

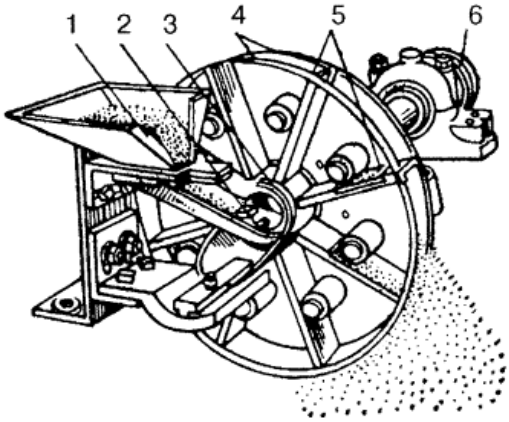


Рисунок 1- Дробеметный аппарат:1- загрузочная воронка; 2-распределительное колесо (импеллер); 3- ротор; 4-диски ротора; 5-лопатки ротора; 6- электродвигатель

Дробеметные аппараты по сравнению с пескоструйными, характеризуются более высокой производительностью при меньшем расходе энергии, а также отсутствием шаржирования металлических поверхностей неметаллическими частицами. Они создают меньшую запыленность и позволяют механизировать и автоматизировать процессы очистки. Основным недостатком их является невозможность обработки тонкостенных изделий и изделий сложной конфигурации.

Качество насечки рабочих валков, получаемых на отечественных металлургических предприятиях в дробеметных установках с использованием чугунной и стальной дробей различных фракций, зависит от размеров фракций и их диапазона в струе дроби, подаваемых на поверхность бочки валка. В свою очередь эффективность работы дробеметной машины в решающей степени зависит от надёжности работы входящего в её состав сепаратора дроби [13].

При дробеметной обработке на высотные шаговые параметры шероховатости поверхности валка влияют: фракция дроби, скорость удара дроби, подача и число

двойных проходов. Наибольшее влияние оказывают фракция и скорость дроби. Причем размер дроби оказывает более интенсивное влияние на параметры формируемой шероховатости [14].

Несмотря на большое количество методов ППД, применяемых для обработки прокатных валков, наиболее широкое распространение получили дробеметная и дробеструйная обработка. Исследователи подчеркивают, что насечка валков дробью производительна, эффективна, позволяет решать многие задачи. С увеличением фракции дроби шероховатость увеличивается, что связано с тем, что дробь больших размеров имеет большую массу, а, следовательно, большую кинетическую энергию. При ударе о поверхность валка крупная дробь внедряется на большую глубину, а размер дроби влияет на объём вытесненного из микролунки материала.

Одним из наиболее широко варьируемых режимов ДМО является скорость полета дроби. На дробеметной установке скорость регулируется скоростью вращения турбины, бросающей дробь.

В исследования авторов скорость ротора дробемета изменялась от 300 до 2000 об/мин. Шероховатость валков возрастает с увеличением размера частиц дроби и скорости летящих дробинок. Так, при использовании дроби одной фракции увеличение скорости дробеметного колеса на 100 - 200 об/мин приводит к возрастанию шероховатости поверхности валка на 0,4 - 0,6 мкм, что связано с изменением кинетической энергии внедрения отдельных дробинок в тело валка. Увеличение размера дроби до 0,3 - 0,4 мм при одинаковой скорости вращения дробеметного колеса также повышает шероховатость на 0,5 - 0,6 мкм.

Поскольку шероховатость двух валков при неизменном режиме насечки зависит, главным образом, от их твердости, необходим тщательный контроль во время подбора комплекта.

Данные показали неравномерный характер микрогеометрии поверхности, что объясняется присутствием в каждой фракции дробинок смежных фракций, поскольку классификатор дробеметной установки работает неудовлетворительно. Данное обстоятельство не позволяло получить идентичные результаты при одном и том же режиме насечки. Максимальный разброс шероховатости по длине бочки составлял 0,6 мкм.

Об изменении шероховатости валков во время их работы судили по изменению микрогеометрии полосы. На валках, подготовленных по опытным режимам, выполняли дрессировку металла по существующим режимам и измеряли шероховатость полос. Было отобрано более 1500 образцов, по замерам определили изменение шероховатости готового проката в зависимости от количества прокатанного металла [15,16].

Шероховатость поверхности после ДМО зависит, кроме режимов дробеметной обработки, также от шероховатости исходной поверхности (после шлифования). Это явление - исчезновение исходного микрорельефа и появление качественно нового после ДМО - называют засекаемостью микрорельефа [17].

Решающее влияние на формирование требуемой шероховатости полос при холодной прокатке оказывает качество насечки рабочих валков, осуществляемой на отечественных металлургических предприятиях в дробеметных установках с использованием колотой чугунной дроби различных фракций.

Выполненное в связи с этим исследование режимов насечки валков показало, что качество насечки зависит от размеров фракций и их диапазона в струе дроби, подаваемой на поверхность бочки валка.

Установлено, что наиболее равномерная шероховатость поверхности валка достигается при использовании дроби с узким диапазоном фракций крупности 1,0-1,4 мм. При этом на бочке валка обеспечивались следующие показатели шероховатости: R_a=2-3 мкм; $P_c(1,3) \approx 50$ пиков на 1 см длины, причём во всех точках измерений получались близкие значения указанных параметров.

Ряд измерений провели на валках, насечённых дробью, содержащих смесь

мелких и крупных фракций (от 0,2 до 1,4 мм). Указанная смесь образуется в дробеметной установке с неисправным сепаратором (классификатором) дроби, предназначенных для отсева мелких частиц, образующихся из-за разрушения более крупных фракций под воздействием ударной нагрузки.

Валки, насеченные указанной смесью, имели неравномерную шероховатость: блестящие участки (пятна) с шероховатостью R_a = 1,0-1,5мкм и матовые участки с шероховатостью R_a = 2,0-3,5мкм, причём показатель P_c на 20-ти проконтролированных валках находился в диапазоне 20-30 пиков на 1 см. На валках с таким качеством насечки прокатать полосу с требуемыми параметрами шероховатости невозможно. Чтобы сгладить неравномерность насечки валков при использовании смеси дроби различных фракций, приходится увеличивать кинетическую энергию струи дроби путём доведения скорости вращения ротора дробемета до 2400-2600 об/мин, что способствует интенсивному раскалыванию крупных частиц на мелкие и мельчайшие. Качественно просеянная дробь, без мелких фракций обеспечивает эффективную насечку валков при почти вдвое меньших скоростях вращения ротора (1500-1600 об/мин), в результате чего расход дроби существенное уменьшается.

Таким образом, эффективность работы дробеметной установки в решающей степени зависит от надёжности работы входящего в её состав сепаратора дроби.

Следует отметить, что некоторые зарубежные фирмы формируют шероховатость валков в электроэрозионных установках, не требующих использования дроби. При этом отпадает проблема надёжности рассева дроби на фракции и обеспечивается распределение микронеровностей на поверхности бочки с равномерными шаговыми и высотными параметрами.

Формирование нового микрорельефа на поверхности валка зависит не только от размеров дроби и скорости удара, но и от числа проходов факела дроби над поверхностью, то есть количества ударов дробинок на единицу площади.

В процессе дробеметной обработки энергия дроби расходуется на смятие микронеровностей исходной поверхности и на внедрение в основной материал валка. Если энергии дробинки недостаточно для полного смятия микровыступов, то окончательный микрорельеф является следствием частичного искажения первоначального профиля. Такой процесс формирования шероховатой поверхности соответствует неполной забиваемости исходного микрорельефа. Следовательно, учет исходного микрорельефа насекаемой поверхности рабочего прокатного валка является обязательным. Формирование результирующей шероховатости валка можно рассматривать как результат взаимодействия дроби с шероховатым слоем материала валка [18].

По данным работы [22] предложено решение, в котором пятно контакта дроби с поверхностью валка аппроксимирована гиперболической зависимостью, позволяющее получать удовлетворительные данные по взаимодействию дроби с поверхностью валка, но затрудняет увязывать гиперболическую аппроксимацию формы дроби с ее размерами, т.е. фракцией дроби. Это приводит к неопределенности в выборе постоянной гиперболы при использовании дроби различной фракции. Поэтому предпочтительным является описывать форму литой дроби произвольной зависимостью с аппроксимацией ее в виде эллипса или шара, а колотой-гиперболоидом вращения.

При дробеметной обработке валка воздействие на его поверхность определяется ударом дробинок. При этом происходит пластическое и упругое деформирование валкового материала, в результате которого образуется лунка, а часть материала выдавливается, образуя «наплыв».

Кроме того, в формуле авторов, работы [19] учитывается упругая деформация формы дроби, но не учитывается упругая деформация материала валка и вид исходной шероховатости насекаемой поверхности валка.

Учет этих факторов, несомненно, позволит уточнить описание процесса взаимодействия дроби с поверхностью валка.

Большую плотность пиков шероховатости по сравнению с литой дробью обеспечивает колотая дробь, которая также позволяет увеличить количество прокатываемого металла между перевалками рабочих валков.

Величина и равномерность шероховатости влияют не только на механические свойства и штампуемость листа, но и на качество лакокрасочных и других покрытий. При высокой шероховатости поверхности для укрытия выступающих пиков приходится увеличивать количество наносимых слоев лакокрасочного материала. В случае эксплуатации покрытия с не полностью укрытыми микровыступами исходной поверхности металла коррозия возникает именно в этих точках, и защитные свойства металлов снижаются. Однако гладкая поверхность нежелательна, поскольку к такой поверхности слабо пристает покрытие.

Проблема правильного выбора параметров шероховатости остается одной из первостепенных, но зависит она от способа подготовки микрорельефа на валках.

Качество тонкой холоднокатаной ленты в значительной степени определяется и шероховатостью поверхности валков. В каждом конкретном случае шероховатость поверхности рабочих валков разная и колеблется от 0,25 до 1,6…1,8 мкм. Начальный уровень шероховатости на рабочих валках создают обработкой абразивным кругом на вальцешлифовальном станке [24].

В зависимости от назначения валков к таким параметрам, как точность прогиба, прямолинейность или выпуклость (в определенных случаях), размер валка и качество поверхности, могут предъявляться очень жесткие требования. Качество поверхности прокатанного материала никогда не бывает лучше качества поверхности валков.

Нестабильность размеров дроби сказывается на неоднородность микрорельефа и в зависимости от качества дроби дает различные параметры шероховатости на валке.

Дробеметный метод имеет высокую производительность (время обработки одного валка 5…20 мин) и высокую вариабельность, широкий диапазон технологических режимов, к которым относятся:

-размер дроби;

-скорость вращения ротора дробеметной установки;

-скорость вращения валка;

-скорость линейной подачи валка.

В результате ДМО происходит упрочнение поверхности валка, залечивание микродефектов поверхностного слоя. В зависимости от режимов ДМО микрорельеф может либо изменяться за счет смятия пиков существующих микровыступов, либо вновь формироваться.

При упрочнении происходит перераспределение напряжений в поверхностном слое бочки с преобладанием сжимающих напряжений, что приводит к уменьшению трещинообразования [28]. Характер распределения остаточных напряжений показывает, ДМО изменяет остаточные напряжения, полученные при шлифовании, на остаточные напряжения сжатия. Сочетание повышенной твердости поверхности с остаточными напряжениями сжатия, создает благоприятные условия для повышения стойкости микрорельефа в процессе эксплуатации прокатных валков.

С увеличением числа оборотов ротора глубина наклепа и степень наклепа поверхностного слоя детали увеличивается [18].

Увеличение числа проходов повышает параметр R_a, если исходное состояние поверхности детали соответствует высокому классу чистоты и уменьшает, если обработке дробью подвергается грубошероховатая поверхность [20].

Для определенного режима обработки дробью существует определенная шероховатость, к которой стремится параметр R_a по мере увеличения числа проходов.

В частности, если исходные параметры шероховатости R_a соответствует аналогичным параметром после ДМО, то процесс насечки сопровождается изменением только формы микрорельефа.

Обработка поверхности дробью при различных режимах позволяет получать поверхности с различной частотой пиков микрогеометрии и величиной упрочненного

слоя [26,34].

Производство качественной стальной дроби ведётся в основном в двух направлениях. Первое включает литьё дроби из высокоуглеродистой стали (0,8-1,2%С) [1] с последующим полным циклом термической обработки (закалка от 850-900° С и отпуск 400-450° С). Полученная качественная стальная дробь имеет структуру отпущенного мартенсита, бейнита или тройостита (HV 475-750). Второе направление производства качественной дроби - это литьё дроби из низколегированных сталей с последующей минимальной термической обработкой частиц. Такая технология позволяет получить дробь требуемого качества при более низких энергозатратах за счёт исключения дорогостоящей операции нагрева под закалку в защитной атмосфере.

Технология получения литой дроби относительно проста и сводится к распылению металлического (обычно стального или чугунного) расплава различными способами, в том числе струей воды при заданном давлении и быстрого охлаждения жидких капель, как правило, в воде. При этом литая дробь характеризуется неравномерной структурой и свойствами. Разброс свойств литой стальной дроби весьма велик (регламентирован ГОСТ 11964-81; основными свойствами являются прочность на сжатие и твёрдость по Виккерсу).

Дробь из высокоуглеродистой стали при изготовлении проходит специальную термическую обработку и обладает наиболее высокой циклической стойкостью. Такая дробь имеет в 5-10 раз больший срок службы по сравнению с чугунной дробью. При этом снижается расход абразива и дорогостоящих деталей дробеметных агрегатов [36].

Низкотемпературный отпуск приводит к улучшению соотношения прочностных и вязкостных характеристик дроби и способствует увеличению её стойкости к истиранию (износостойкость).

Положительное влияние повторной термической обработки литой стальной дроби заключается не только в получении после отпуска более высоких твёрдости и разрушающей нагрузки при испытании на сжатие.

Значительно повышается и циклическая стойкость дроби при многократных соударениях с обрабатываемой поверхностью, обусловленной её более высоким сопротивлением динамическим нагрузкам. При этом сохраняется пластичность дроби при ударе.

В результате одну и ту же дробь можно неоднократно использовать при обработке поверхностных отливок и деталей. Таким образом, проведение дополнительной термической обработки литой стальной дроби позволяет значительно повысить комплекс механических свойств дроби [29].

Чугунная дробь характеризуется меньшей прочностью, пластичностью и циклической стойкостью, при ударах быстро колется на частицы с острыми гранями и затем превращается в тонкую металлическую пыль, загрязняющую окружающую атмосферу.

Острые кромки твердых чугунных частиц чрезвычайно интенсивно разрушают лопатки и другие быстроизнашивающиеся детали дробеметных агрегатов. Циклическая стойкость такой дроби на порядок ниже, чем стальной [17].

Важным аспектом при производстве дроби является ее качество, которое регламентируется ГОСТ 11964-81 «Дробь чугунная и стальная техническая» или ТУ. Параметрами, определяющими свойства дроби и ее назначение, являются химический состав, размер и форма частиц, плотность, сферичность, твердость, износостойкость и другие служебные характеристики. В значительной мере служебные характеристики определяются химическим составом и технологией получения дроби.

Износостойкость дроби из стали, легированной молибденом, повышается почти в 2 раза [29].

По мнению авторов [15] на сегодняшний день наиболее эффективным абразивом для дробеметной очистки является стальная колотая улучшенная дробь марки GP, выпускаемая в строгом соответствии современным стандартам. В процессе работы, острые грани затупляются, и формируется рабочая смесь, на 80-85% состоящая из

частиц округлой формы и на 15-20% из остроугольной формы. Эта дробь является наиболее совершенным продуктом и сохраняет оптимальный баланс интересов, обеспечивая максимальную эффективность обработки с минимальными затратами на все составляющие себестоимости процесса.

В таблице 1 представлены новые типы дроби, которые широко используются при дробеметной обработке.

На рисунке 2 представлены формы дроби, где сначала четко видна остроугольная форма частиц, а в процессе работы- получение рабочей смеси, округлой формы.

Таблица 1- Новые типы дроби

	ДЧЛ	ДСЛ	ДСЛУ	WS	WGP
Расход дроби, кг/деталь	0,270	0,30-0.55*	0,115**	0.090	0.081
Стойкость лопастей, ч	100-150	30-100	100-300	500-600	500-600
Время очистки/ мин	21	20-35	11	8	6,5
Цена дроби. руб.,/кг	16	15	15,2	35	35
Себестоимость, руб./деталь	17,61	19,2-28,4	7,67	7,36	6,26

* Качество дроби отличается особой нестабильностью показателей.

** Взяты результаты лучшего отечественного производителя. У других образцов расход достигал 0.25 кг/деталь.

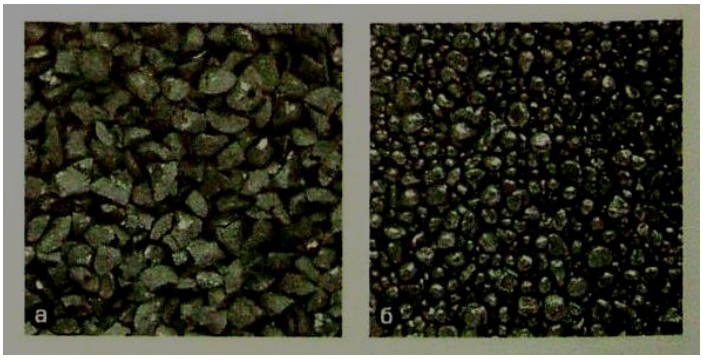


Рисунок 2- Форма дроби:
а- новая марка GP18, где отчетливо видна остроугольная форма частиц;
б- рабочая смесь, сформировавшаяся из GP18, имеющая в основном округлую форму.

После обработки различными абразивами детали имеют различную форму шероховатости и различный общий внешний вид. После обработки ДЧЛ отчетливо видна неравномерность пиков и впадин (есть большие, есть малые). ДСЛУ и WS дают сходный результат и слегка тусклый серый оттенок, а WGP достаточно гладкую поверхность, равномерную шероховатость и яркий металлический блеск.

Необходимыми и достаточными условиями формирований рабочей смеси являются: своевременное добавление новой дроби в систему и правильная регулировка системы сепарации дроби. Для анализа правильности регулировок необходимо периодически делать ситовый анализ рабочей смеси и отходов из течки сепаратора. Это позволяет своевременно реагировать на изменения в работе машины.

Имеющаяся информация по обработке деталей дробью в основном отражает результаты экспериментальных исследований и опыта использования этого метода обработки в промышленных условиях. Поэтому проектирование и регулирование процесса дробемётной обработки, как правило, ведется приближенно с последующей коррекцией в экспериментальных и производственных подразделениях предприятий.

В этой связи возникает необходимость в создании информационной модели

обработки, от полноты, точности и достоверности которой зависит результативность управления процессом ДМО. Её составной частью является математическая модель, описывающая динамику контактного взаимодействия дроби с обрабатываемой поверхностью и отражающая связь входных характеристик процесса ДМО с выходными параметрами, характеризующими качество обработанной поверхности.

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА ОБРАБОТКИ ДРОБЬЮ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

При разработке метода приняты следующие допущения:

- Теоретические исследования основных закономерностей пластического формоизменения поверхностного слоя деталей проводим на изотропных идеально-пластичных и упрочняющихся материалах, для наиболее простого случая свободного внедрения индентора (дроби). Решение выполняем для меридиального сечения очага деформации при взаимодействии дроби с обрабатываемой поверхностью.
- Материал дробинки в момент контакта испытывает только упругую деформацию.
- Упругое восстановление материала детали после взаимодействия его с дробью определяется только эпюрой распределения нагрузки по контактным поверхностям дробь-деталь.

Задачу решаем с использованием метода суперпозиции, который позволяет объемную задачу решать в двух взаимно перпендикулярных плоскостях, а соответственно применить для решения задачи один из методов теории пластичности- метод линий скольжения.

Аппроксимируем произвольную форму дроби в контакте с поверхностью насекаемого валка шаровой поверхностью (рисунок 3). В виду симметричности сечений во взаимно перпендикулярных плоскостях, такая аппроксимация позволяет определить работу деформации, как удвоенное значение работы, совершаемой в одной из плоскостей.

Оценивая влияние скорости динамического взаимодействия видно, что изменение скорости в 2 раза изменяет степень пластической деформации, а соответственно и упрочнения в 1,1-1,2 раза, что показывает необходимость учета динамического фактора при разработке технологии обработки валков дробью.

Вдавливание дроби в поверхность валка рассматриваем с учетом застойной зоны металла A_1AE, примыкающей к поверхности дроби в зоне контакта.

Схема взаимодействия дроби с валком и поле линий скольжения представлена на рисунке 3.

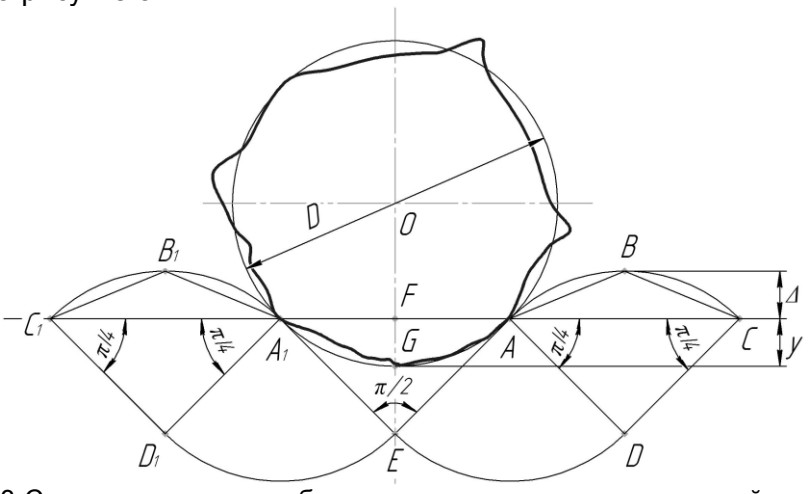


Рисунок 3-Схема внедрения дроби в поверхность валка и поле линий скольжений

Кинетическая энергия дроби определяется зависимостью:

$$W_1 = \frac{mV^2}{2} \ , \tag{1}$$

где m -масса дроби;

V - скорость дроби при встрече с поверхностью валка.

Работу, совершаемую дробью при деформации поверхностного слоя валка определяем по следующей зависимости:

$$W_2 = \int_0^y F dy \ . \tag{2}$$

При решении плоской задачи усилие внедрения дроби в поверхность валка для её единичного размера в направлении перпендикулярном плоскости чертежа рассчитывается по зависимости:

$$F = 4\tau_s \left(1 + \frac{\pi}{2}\right)\sqrt{yD} \ , \tag{3}$$

где D - диаметр дроби;

τ_s - предел прочности материала валка на сдвиг.

Соответственно работа, совершаемая при внедрении дроби составит:

$$W_2 = 4\tau_s \int_0^y \left(1 + \frac{\pi}{2}\right)\sqrt{yD}\, dy \ , \tag{4}$$

или после решения уравнения (4):

$$W_2 = \frac{8}{3}\tau_s \left(1 + \frac{\pi}{2}\right) y\sqrt{yD} \ . \tag{5}$$

Поскольку метод суперпозиции предполагает учет затрат энергии в двух плоскостях, то полная работа, совершаемая в двух взаимно перпендикулярных направлениях будет равна:

$$W_2 = \frac{16}{3}\tau_s \left(1 + \frac{\pi}{2}\right) y\sqrt{yD} \ . \tag{6}$$

Приравнивая кинетическую энергию дроби к работе расходуемой дробью на пластическую деформацию поверхности валка имеем:

$$\frac{mV^2}{2} = \frac{16\tau_s}{3}\left(1 + \frac{\pi}{2}\right) y\sqrt{yD} \ . \tag{7}$$

Применительно к решению плоской задачи масса дроби, отнесенная к единице размера дроби в направлении перпендикулярном плоскости чертежа описывается зависимостью:

$$m = \frac{\pi}{6}\rho D^3 \ , \tag{8}$$

где ρ - плотность материала дроби.

Подставляя из (8) значение массы в уравнение (7) и решая относительно глубины внедрения дроби в поверхность валка *y* получаем:

$$y = \left(\frac{3\pi\rho D^{3/2} V^2}{128\left(1 + \frac{\pi}{2}\right)\tau_s} \right)^{2/3} \ . \tag{9}$$

Упрощая выражение (9) получим

$$y = 0{,}094 \left(\frac{\rho}{\tau_s}\right)^{2/3} D V^{4/3} \ . \tag{10}$$

Поскольку в процессе вдавливания дроби в поверхность валка материал валка, выдавливаемый дробью, вытесняется в «наплыв» по краям лунки, то шероховатость насекаемой поверхности характеризуется суммарным значением размера глубины лунки и высоты « наплыва» Δ [37].

Высоту «наплыва» Δ определяем исходя из равенства площадей лунки и «наплыва».

Площадь лунки, вытесняемая дробью, определится зависимостью

$$S_1 = \frac{1}{2} y\sqrt{yD} \,. \tag{11}$$

Площадь «наплыва» составляет $S_2 = \Delta\sqrt{yD}$. (12)

С учетом равенства площадей и уравнений (11) и (12) получим

$$\Delta = \frac{y}{2} \,. \tag{13}$$

Высота шероховатости:

$$R_z = y + \Delta = y + \frac{y}{2} = \frac{3}{2} y = 0{,}14\left(\frac{\rho}{HB}\right)^{2/3} DV^{4/3} \,. \tag{14}$$

После внедрения дроби в поверхность валка происходит упругое восстановление материала валка в области образовавшейся лунки.

Перемещение произвольной точки граничной плоскости по нормали к этой плоскости под действием приложенной силы, определится выражением

$$u = \frac{F(1-\nu)^2}{\pi E_2 r} \,, \tag{15}$$

где F -нагрузка, действующая на деформируемую поверхность;

ν -коэффициент Пуассона;

E_2 -модуль упругости деформируемого материала;

r - расстояние от точки приложения нагрузки до произвольной точки.

Принимая точку приложения равнодействующей нагрузки в середине площади контакта дроби с валком, определим перемещение материала валка в точке расположенной в центре дна лунки:

$$u = \frac{8\tau_s\left(1+\frac{\pi}{2}\right)\sqrt{yD}}{\pi E_2} \,. \tag{16}$$

Учитывая, что взаимодействие дроби с валком реализуется через шероховатый слой, то изменение модуля упругости в шероховатом слое, по сравнению со сплошным материалом валка определится зависимостью:

$$E_2 = Eq \,, \tag{17}$$

где q - относительное количество металла в исходном шероховатом слое.

Поскольку перемещение q является следствием упругой деформации, то на такую же величину происходит восстановление материала валка после его контакта с дробью.

Учитывая, что между пределом прочности на сдвиг τ_s и твердостью материала валка HB имеется соотношение: $\tau_s = 0{,}18HB$, а также используя (17) и (10), приведем выражение (16) к виду

$$u = \frac{2HB^{2/3}\rho^{1/3}DV^{2/3}}{\pi Eq} \,. \tag{18}$$

С учетом упругого восстановления материала валка, окончательно зависимость для расчета параметра шероховатости R_z примет вид

$$R_z = D\rho^{1/3}V^{2/3}\left(\frac{0{,}14\rho^{1/3}V^2}{HB^{2/3}} - \frac{2HB^{2/3}}{\pi Eq}\right), \quad (19)$$

где ρ - плотность материала дроби; V - скорость дроби при встрече с поверхностью валка; D - диаметр дроби; HB- твердость материала валка; q - относительное количество металла в исходном шероховатом слое.

Применительно к условиям ПАО «ММК» представленные зависимости изображены на рисунке 3.

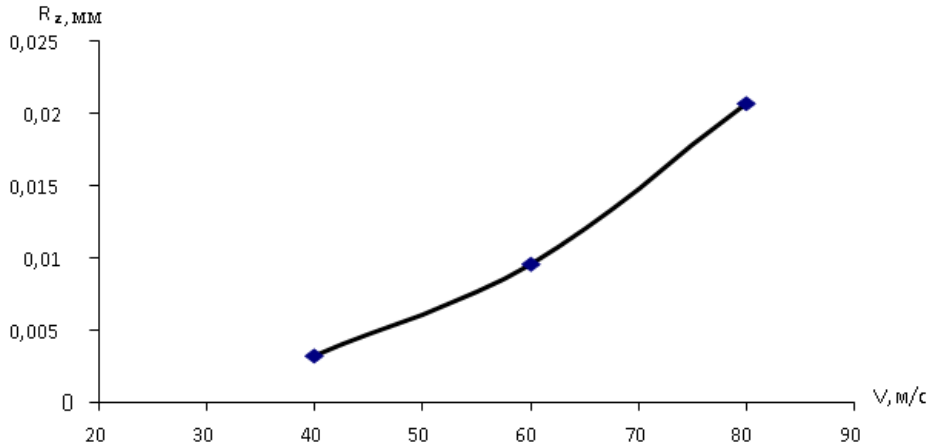


Рисунок 3 – Зависимость параметра шероховатости при ДМО от скорости дроби

В представленной зависимости учитывается, и упругая деформация формы дроби, и упругая деформация материала валка, а также вид исходной шероховатости насекаемой поверхности валка. Учет этих факторов, несомненно, позволит уточнить описание процесса взаимодействия дроби с поверхностью валка.

Анализ профилограмм, снятых с поверхности валков после ДМО, с частичным и полным «забиванием» исходного микрорельефа поверхности валка показал, что формирование результирующей шероховатости валка можно рассматривать как эргодический процесс и оценивать зависимостями:

$$R_a = R^1_a\,[1-\xi^{N(R1a/Rau+1)}] + R_{au}\xi^{N(R1a/Rau+1)}, \quad (20)$$

$$S_m = S^1_m\,[1-\xi^{N(Sm1/Smu+1)}] + S_{mu}\xi^{N(Sm1/Smu+1)}, \quad (21)$$

где R^1_a и S^1_m- параметры шероховатости поверхности валка в предположении полной забиваемости исходного микрорельефа единичными ударами дроби;

R_{au} и S_{mu} **–** параметры исходной шероховатости поверхности валка;

N**-** количество проходов факелов дроби;

ξ- коэффициент, зависящий от параметров дробеметной установки.

Для исследованных установок ДМО величина **ξ** равна 0,8.

На рисунке 4 представлены полученные зависимости изменения исходной шероховатости в зависимости от числа проходов факела дроби.

При грубой исходной шероховатости с увеличением числа проходов происходит процесс забиваемости высотных параметров шероховатости. Малая исходная шероховатость возрастает с увеличение числа проходов факела дроби из-за насечки

более грубой шероховатости. И при более высокой исходной шероховатости, и при малой исходной шероховатости с увеличением числа проходов, параметр шероховатости стремится к установившемуся значению.

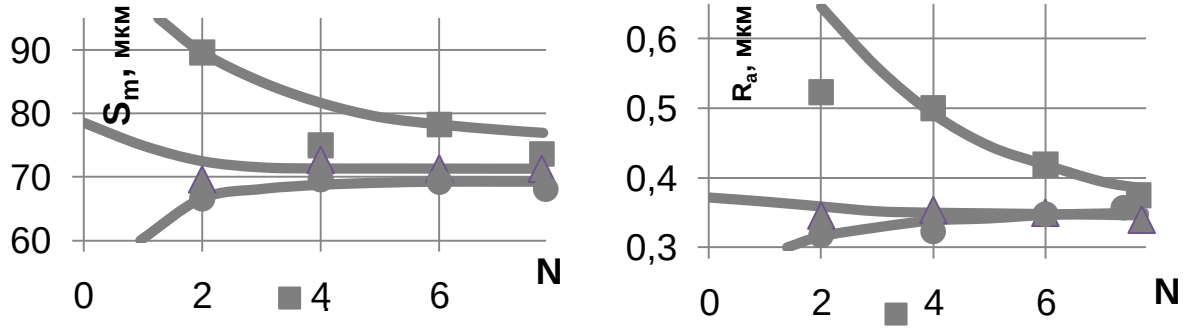


Рисунок 4 – Изменение параметров шероховатости при ДМО валков с различной исходной шероховатостью

Предварительные исследования показали, что скорость дроби после соударения со шторой меняет не только направление, но и величину. Изменение направления и уменьшение скорости дроби после соударения со шторой зависят от условий трения между дробью и поверхностью шторы, а также от угла атаки. Исследования показали, что угол отскока дроби от шторы незначительно отличается от угла атаки. Уменьшение скорости дроби после соударения со шторой зависит от коэффициента трения и угла атаки. Чрезмерное снижение скорости дроби после соударения со шторой создает экранирующий эффект для других дробинок, которые направлены непосредственно на поверхность валка.

С целью определения рационального расположения штор выполнены расчеты и определены зависимости между углом атаки, условиями трения и потерей скорости дроби после соударения со шторой.

Расчет предусматривает возможность скольжения и перекатывания дроби по поверхности шторы в момент их соударения. Рассмотрены три случая:

- отскакивание дроби происходит за время предварительного смещения контактирующих тел;
- отскакивание дроби происходит в условиях предварительного смещения и скольжения;
- отскакивание дроби происходит в условиях абсолютного скольжения.

Процесс соударения дроби с металлической шторой при наличии трения основан на взаимосвязи тангенциального и нормального импульсов при ударе. Угол трения определяется зависимостью [21,23]:

$$\varphi = arctg(f) = arctg\left(\frac{\int_0^t T dt}{\int_0^t N dt}\right), \qquad (22)$$

где T и N - тангенциальная и нормальная сила при ударе;

t - время соударения.

Применительно к процессу соударения дроби с массивной шторой запишем следующую систему уравнений:

$$m\Delta V_t = \int_0^t T dt, \qquad (23)$$

$$m\Delta V_n = \int_0^t N dt\,, \tag{24}$$

$$Y\Delta\omega = R\int_0^t T dt\ , \tag{25}$$

где $\Delta V_t, \Delta V_n, \Delta\omega$ - изменение тангенциальной, нормальной и угловой скорости дроби;

T - сила трения дроби о штору;

N - сила нормального давления дроби на штору;

Y - момент инерции дроби относительно собственной оси вращения;

R - плечо силы трения.

Уравнение (25) представим в виде:

$$\frac{mr^2}{R}\Delta\omega = \int_0^t T dt\,, \tag{26}$$

где r - радиус инерции дроби.

Анализ уравнений (27) и (28) показывает, что дробь при соударении со шторой изменяет момент количества движения и получает импульс тангенциальных сил равный количеству движения $m\Delta V_t$, приобретённому дробью в тангенциальном направлении:

$$m\Delta V_t = \frac{mr^2}{R}\Delta\omega\,. \tag{27}$$

Из зависимости (22) следует, что значение коэффициента трения скольжения и коэффициента сцепления представляют отношение тангенциального и нормального импульсов за время соударения дроби о штору:

$$f = \frac{\int_0^t T dt}{\int_0^t N dt}\,. \tag{28}$$

Выразим эту величину через изменения угловой и тангенциальной скорости дроби:

$$f = \frac{r^2\Delta\omega}{R\Delta V_n}\,, \tag{29}$$

или с учётом равенства (27) имеем:

$$f = \frac{\Delta V_t}{\Delta V_n}\,. \tag{30}$$

Использование импульсного метода дает возможность описать кинематические и фрикционные характеристики процесса соударения дроби о штору с учётом скольжения и перекатывания дроби по ней.

При косом ударе дроби о штору формула (30) преобразуется к виду:

$$f = \frac{V_0\cos(\alpha_0) - V_1\cos(\alpha_1)}{V_0\sin(\alpha_0) + V_1\sin(\alpha_1)}\ , \tag{31}$$

где V_0 - скорость дроби до удара о штору;

α_0 - угол между вектором скорости дроби до удара и поверхностью шторы;

V_1 - скорость дроби после удара о штору;

α_1 - угол между вектором скорости дроби после удара о штору и поверхностью шторы.

Для приближенной оценки зависимости между υ_1/υ_0 и коэффициентом трения принимаем $\alpha_0 = \alpha_1$. С учетом принятого уравнение (31) принимает вид

$$f = ctg\,\alpha \frac{\upsilon_0 - \upsilon_1}{\upsilon_0 + \upsilon_1}, \tag{32}$$

или

$$\alpha = arctg \frac{\upsilon_0 - \upsilon_1}{f(\upsilon_0 + \upsilon_1)}. \tag{33}$$

Значения коэффициента трения при соударении дроби со стальной шторой в условиях взаимодействия в условиях предварительного смещения составляет 0,096; в условиях предварительного смещения и частичного скольжения – 0,125; в условиях скольжения – 0,105 [21]. По полученным теоретическим зависимостям были проведены расчёты, анализируя результаты которых можно сделать следующие заключения.

Потеря скорости дроби после отскока от шторы на 10% и более вызывает экранирующее действие по отношению к дроби, непосредственно направленной на поверхность валка.

Зависимости между υ_1/υ_0 и углом атаки для различных условий взаимодействия дроби со шторой приведены на рисунках 5-7.

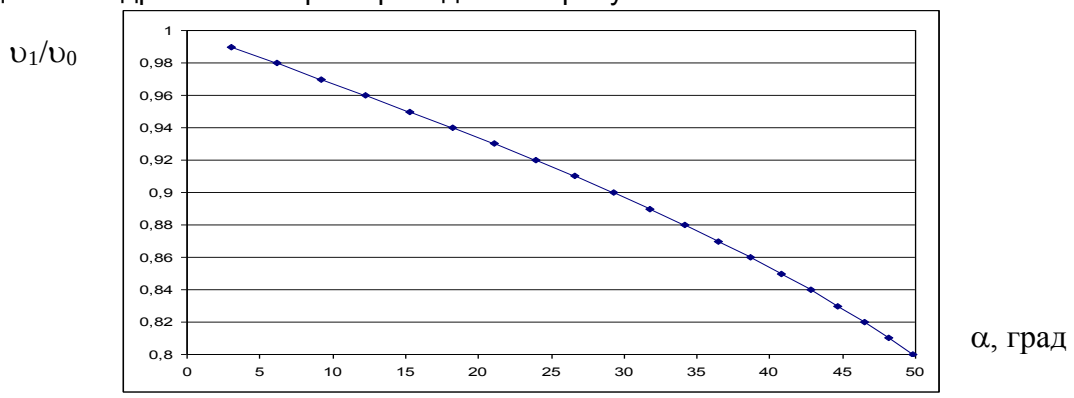


Рисунок 5- Влияние угла атаки на потерю скорости дроби после взаимодействия со шторой в условиях предварительного смещения

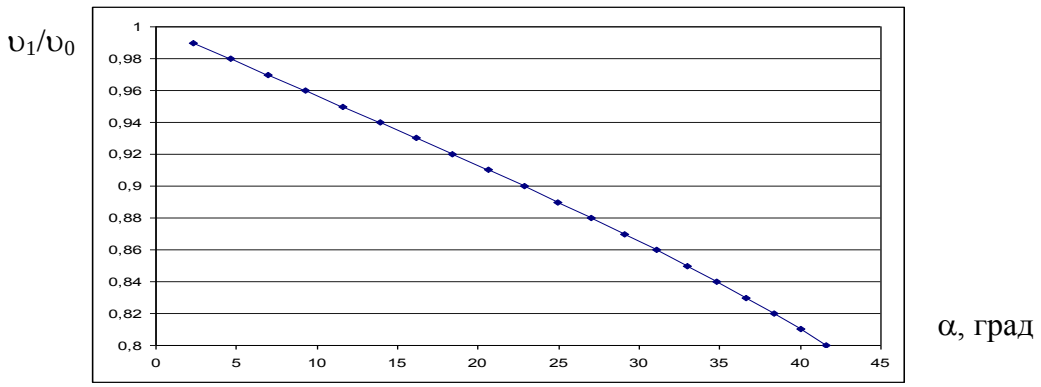


Рисунок 6- Влияние угла атаки на потерю скорости дроби после взаимодействия со шторой в условиях предварительного смещения и частичного скольжения

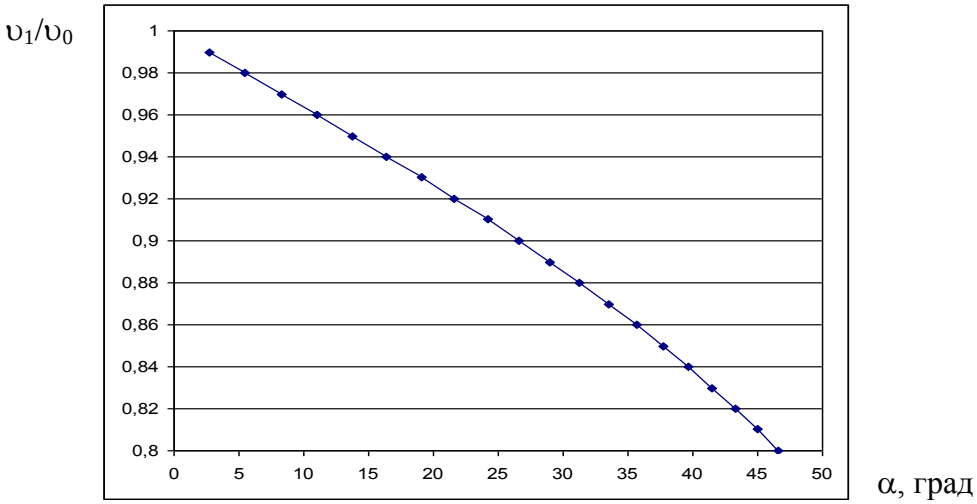


Рисунок 7- Влияние угла атаки на потерю скорости дроби после взаимодействия со шторой в условиях скольжения

Согласно приведенным графикам (рис. 5-7) потери скорости дроби менее 10% соответствуют углу атаки в диапазоне углов менее 23° -28° в зависимости от характера взаимодействия дроби со шторой. Таким значениям углов атаки соответствуют вертикальное расположение штор, длиной 500 мм и расстояниями между ними 600 мм (рисунок 8).

На рисунке 8 чётко видно, что значения углов атаки дроби по отношению к поверхности шторы, установленные по ходу вращения дробемётного колеса, изменяются в пределах $8^{\circ}50'$ и $28^{\circ}19'$,что соответствует соотношению υ_1/υ_0 от 0,97 до 0,88. Это обеспечивает допустимое экранирующее действие отскакивающей от штор дроби. На этом же рисунке видно, что при установке штор теоретически длина пятна контакта факела дроби с насекаемой поверхностью уменьшается с 1580 мм до 1005 мм.

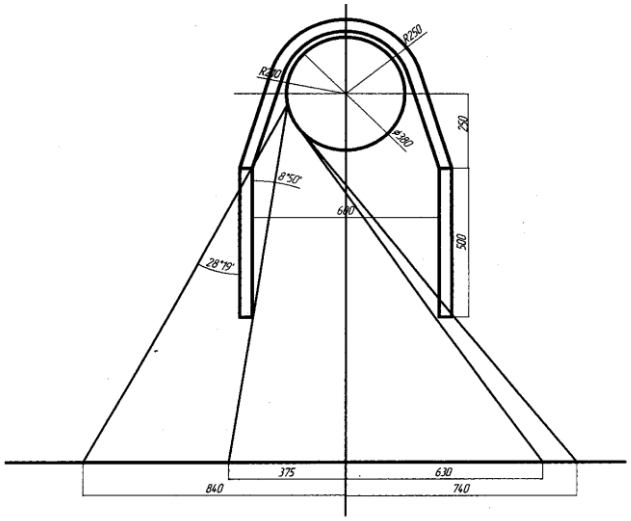


Рисунок 8- Схема установки штор на дробеметной установке «Виллибратор»

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОФИЛЯ ЛОПАТКИ ДРОБЕМЕТНОГО КОЛЕСА

Вопросам оптимизации параметров изнашивающихся деталей, а следовательно, повышению стойкости поверхности уделяется большое внимание

[14,18,22,25,31,32,34]. В дробеметных установках наиболее изнашиваемыми являются лопатки дробеметного колеса и кожух дробеметной камеры.

Лопатки дробеметного колеса в процессе эксплуатации движутся в направленном потоке дроби, который является абразивной средой, интенсивно изнашивающей рабочие поверхности лопаток.

С целью снижения износа лопаток, их рабочие поверхности наплавляют или армируют износостойкими материалами, или изменяют их профиль. Изменение профиля лопаток выполняют исходя из опыта эксплуатации дробеметных установок или по результатам выполненных экспериментов.

Предлагается определить профиль лопаток дробеметного колеса из условий взаимодействия дроби с рабочей поверхностью лопатки.

Рассмотрим модель сплошной среды, в которой малые частицы слабо связаны между собой и усилие, действующее со стороны потока дроби по нормали к поверхности лопатки, пропорционально скорости движения лопатки [35].

Дробинки, прижимаясь к рабочей поверхности лопатки, могут скользить вдоль неё, создавая силы трения, в соответствии с законом Кулона-Амонтона. Соответственно, силы трения также являются функцией скорости движения лопатки дробеметного колеса. Такая модель среды обладает свойствами вязкой среды и сыпучего тела.

Схема взаимодействия дроби с лопаткой дробеметного колеса представлена на рисунке 9.

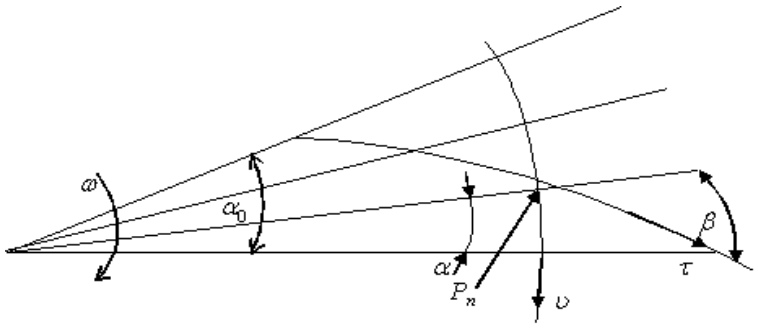


Рисунок 9-Схема сил, действующих на лопатку, движущуюся по окружности в потоке дроби

Выражения для элементарных сил, действующих по нормали к поверхности лопатки, и трения имеют вид:

$$Pn = \eta\nu\cos\beta\,;\ \tau = Pn\cdot f = \eta\cdot\nu\cdot f\cdot\cos\beta\,, \tag{34}$$

где η - коэффициент вязкого сопротивления среды;

β - угол между касательной к профилю лопатки и радиусом-вектором в рассматриваемой точке;

f - коэффициент трения дроби о поверхность лопатки.

Момент сопротивления от сил, действующих на плоское сечение лопатки, движущейся с угловой скоростью ω по окружности вокруг центра равен:

$$M = \eta\omega\int_0^{\alpha_1}\rho^2\left(\cos^2\beta + f\sin\beta\cdot\cos\beta\right)\sqrt{\rho^2+\left(\rho^1\right)^2}\,d\alpha\,, \tag{35}$$

где α -полярный угол;

ρ - текущий радиус-вектор.

Принимая во внимание, что

$$\sin\beta = \frac{\rho}{\sqrt{\rho^2+\left(\rho^1\right)^2}},\quad \cos\beta = \frac{\rho^1}{\sqrt{\rho^2+\left(\rho^1\right)^2}}\,; \tag{36}$$

запишем:

$$M = \eta\omega \int_0^{\alpha_0} \rho^2 \rho^1 \frac{\rho^1 + f\rho}{\sqrt{\rho^2 + (\rho^1)^2}} d\alpha \,. \tag{37}$$

В уравнении (37) подинтегральная функция не содержит переменной α, поэтому условие экстремума функционала запишем в виде частного решения уравнения Эйлера:

$$F - \rho^1 F_{\rho^1} = C_1 \,. \tag{38}$$

С учетом подинтегральной функции это условие принимает вид [23]:

$$\frac{\rho^3 (\rho^1)^2 (\rho - f\rho^1)}{\left[\rho^2 + (\rho^1)^2\right]^{3/2}} = C_1 \,. \tag{39}$$

Поскольку $\rho / \rho^1 = tg\beta$, то из уравнения (39) следует:

$$\rho = C_1 \frac{\sqrt{tg^2\beta + 1}}{\sqrt[3]{tg\beta - f}} \,. \tag{40}$$

$$d\rho = C_1 \frac{tg\beta(tg\beta - f) + \frac{1}{3}(tg^2\beta + 1)}{\sqrt{tg^2\beta + 1}(tg\beta - f)^{4/3}} \,. \tag{41}$$

Используя соотношение $d\alpha = tg\beta \frac{d\rho}{\rho}$ определим:

$$\alpha = \int \frac{tg^2\beta}{tg^2\beta + 1} d(tg\beta) - \frac{1}{3} \int \frac{tg\beta}{tg\beta - f} d(tg\beta) + C_2 \,. \tag{42}$$

Интегрируя (42) получим окончательно

$$\alpha = \frac{2}{3} tg\beta - \beta - \frac{1}{3} \ln(tg\beta - f) + C_2 \,. \tag{43}$$

Постоянные интегрирования C_1 и C_2 определяются из условий $\rho(O) = R_н$ и $\rho(\alpha_o) = R_b$,

где $R_н u R_b$ - наружный и внутренний радиусы траектории вращения лопаток дробеметного колеса.

Для упрощения решения уравнений допускаем, что $tg\beta >> 1$.

Упрощая выражение (41) и (43) и решая относительно ρ получаем:

$$\rho = (C_1\alpha + C_2)^{2/3} \,. \tag{44}$$

Это уравнение описывает семейство спирали для $C_1 = -2$ и $C_2 = 1$. Оптимальная форма лопатки дробеметного колеса показана на рисунке 10.

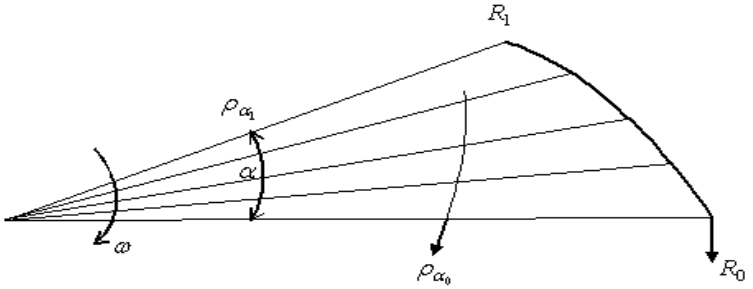


Рисунок 10- Профиль лопатки, построенный по упрощенному решению

Изменение формы лопатки с прямолинейной на спиральную позволяет снизить износ лопаток и уменьшить рассеивание дробинок при формировании факела дроби [33].

Полученные результаты могут быть использованы при конструировании новых или модернизации уже существующих установок для дробеметной обработки изделий.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Вышеизложенная информация позволяет сделать заключение о целесообразности применения дробеметной обработки валков при производстве холоднокатаной продукции в соответствии с требованиями автомобильных компаний к качеству отделки ее поверхности.

Особенности динамического взаимодействия факела дроби с обрабатываемой поверхностью, выявленные при экспериментальных исследованиях, позволили отразить их при математическом описании этого процесса. В частности, установлено, что потеря скорости дроби после отскока от шторы на 10% и более вызывает экранирующее действие по отношению к дроби, непосредственно направленной на поверхность валка, что уменьшает плотность насечки и тем самым снижает качество насекаемой поверхности валка.

Предложенная феноменологическая кинематическая модель движения дроби в системе «факел – штора» позволила реконструировать дробеметные установки, дополнив их шторами с рациональным их расположением, с учетом условий трения, потери скорости дроби после соударения со шторой. Применение теоретических зависимостей между соотношением скоростей полета дроби и углом атаки для различных условий взаимодействия дроби со шторой позволило разработать и внедрить рациональные геометрические размеры штор установки ДМУ, уменьшающие длину пятна контакта с 1580 мм до 1005 мм, что обеспечивает повышенную равномерность и увеличение плотности пиков микрогеометрии на 20-22% по сравнению с существующей технологией и удовлетворить требования автомобильных компаний.

С целью увеличения износостойкости лопатки ротора дробеметного колеса предложено и теоретически обосновано изменение геометрической формы лопатки с прямолинейной на спиралевидную, что позволяет уменьшить рассеивание дроби при формировании ее факела.

Полученные результаты могут быть использованы при конструировании новых или модернизации уже существующих установок для дробеметной обработки изделий.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Огарков, Н.Н. Формирование шероховатости проката с высококачественной отделкой поверхности посредством регулирования состояния поверхностного слоя валков: Дис…. докт. техн. наук / Огарков Николай Николаевич.– Магнитогорск, 1996.-322с.

2. Павельски, О. Влияние различных способов обеспечения шероховатости рабочих валков на микрогеометрию поверхности при дрессировке листов для кузовов автомобилей / О. Павельски, В. Расп, Г.-Ю. Неттельбек, К. Штайнхоф // Черные металлы. -1994. - № 7. - С. 38-44.

3. Горбунов, А.В. Получение автолиста с регламентированной микротопографией поверхности/ А.В.Горбунов, А.Ф. Радионов, В.К.Белов и др.//Производство проката.-2007.-№4.-С.15-17.

4. Салганик, В.М. Прогнозирование микрорельефа поверхности полосы в процессе прокатки и дрессировки / Салганик В.М., Пивоваров А.В., Пивоваров Ф.В. //Теория и практика производства листового проката. Сб. тр. Часть 1. ЛГТУ. -Липецк, 2003. -С.53-55.

5. Гарбер, Э.А. Влияние режимов холодной прокатки и микрогеометрии валков на шероховатость холоднокатаных полос /Э.А.Гарбер, П.Б.Горелик, Е.В.Дилигенский и др.// Производство проката.-1999. -№6. -С. 7-10.

6. Мухин, Ю.А. Формирование микрогеометрии поверхности холоднокатаных полос: Учебное пособие// Ю.А.Мухин, А.В.Рыблов, Е.Б.Бобков. В.А.Черный - Липецк: Изд-во липецкого государственного технического университета, 2014.-138с.

7. Горбунов, А.В. Влияние разных способов обработки валков на топографию поверхности холоднокатаных листов / А.В. Горбунов, В.К. Белов, Д.О. Беглецов и др. // Сталь. -2010. -№1. -С. 68-72.

8. Полецков, П.П. Получение автолиста с регламентируемой микротопографией поверхности с использованием дробемета фирмы «PANGBORN» в ЛПЦ-5/ П.П. Полецков, Р.И. Абдулбаров, Д.В. Шерстобитов и др.// Совершенствование технологии в ОАО «ММК»: Сб.тр. ЦЛК. Выпуск 12.- Магнитогорск, 2008.- С.249-252.

9. Кочанов, А.В. Разработка конструкции устройства и технологии упрочнения валков листовых станов поверхностным пластическим деформированием / Кочанов А.В., Горбатюк С.М. //Черные металлы.-2013.-№ 2(974). -С.14-18.

10. Огарков, Н.Н. Повышение плотности пиков микрогеометрии автомобильного листа за счет совершенствования конструкции дробеметной установки /Н.Н. Огарков, Ю.Д.Залетов, Е.Ю.Звягина, Н.Ю. Богословская, Л.Ф. Керимова, Д.Ю.Звягин//Современные методы конструирования и технологии металлургического машиностроения: международный сб.науч.тр. / под ред. Н.Н. Огаркова. Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, 2015. -С 23-30.

11. Белов, В.К. Моделирование процессов формирования микротопографии поверхности в процессе дрессировки автолиста/ Белов В.К., Беглецов Д.О. // Моделирование и развитие процессов обработки металлов давлением: Межрегион. сб. науч. тр. / под ред. В.М. Салганика. – Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, -2011.- С. 58-64.

12. Лисин, В.С. Усовершенствованная технология производства холоднокатаного автомобильного листа с высоким качеством поверхности / В.С. Лисин, В.П. Настич, В.А. Кляпицын // Производство проката. -1999. - № 7.-С.15-18.

13. Rasp, W. Effects of surface-topography directionality and lubrication condition on frictional behavior during plastic deformation/ Rasp W., Wichern C.M. // Journal of material processing technology. -2002. - №125. -С. 379-386.

14. Огарков, Н.Н. Совершенствование дробеметной обработки прокатных валков для производства автомобильного листа/ Огарков Н.Н., Залетов Ю.Д., Ласьков С.А., Звягина Е.Ю., Пожидаев Ю.А.// Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. -2010. №2(30). -С.41-43.

15. Дилигенский, Е.В. Влияние микрогеометрии текстурированных валков на шероховатость холоднокатаных полос/ Е.В.Дилигенский, Э.А.Гарбер, В.В.Кузнецов и др.// Чер. Металлургия.-2002.- №7.-С.41-44.

16. Кузнецов, Л.А. Теоретическое определение коэффициента отпечатываемости микрорельефа валков на полосе при холодной прокатке / Кузнецов Л.А., Мамышев А.В. // Известия вузов: Черная металлургия. -1989. -№6. -С. 38-41.

17. Шнейдер, Ю.Г. Эксплуатационные свойства деталей с регулярным микрорельефом/ Шнейдер Ю.Г. -Л.: Машиностроение, 1982.-248с.

18. Огарков, Н.Н. Пат. 106579 РФ. Дробеметный аппарат / Огарков Н.Н., Звягина Е.Ю., Залетов Ю.Д. // БИМП.- 2011. -№ 20. -С. 1076-1077.

19. Хворостухин, Л.А. Повышение несущей способности деталей машин поверхностным упрочнением Л.А. Хворостухин, С.В. Шишкин, А.П. Ковалев, Р.А. Ишмаков.- М.: Машиностроение, 1988.- 222 с.

20. Ogarkov, N.N. Improvements in Shot Blasting to Increase the Surface Peak Density of Auto-Industry Steel Sheet / N.N. Ogarkov, E.Yu. Zvyagina, Yu.D. Zaletov, N.N. Khomenko, L.F. Kerimova. //Steel in Translation, -2016, -Vol. 46, -No. 12, -pp. 847-850.

21. Мещерский, И.В. Сборник задач по теоретической механике: Учебное пособие. – 35-е изд., перераб. / под ред. Н.В. Бутенина, А.И. Лурье, Д.Р. Меркина, И.Б. Челпанова. – М.: Наука, Главная редакция физико-математической литературы, 1981. – 480 с.

22. Родионова, И.Г. Особенности формирования структуры и свойств холоднокатаных низкоуглеродистых сталей для автомобилестроения в зависимости от степени обжатия при холодной прокатке / Родионова И.Г., Мишнев П.А., Адигамов Р.Р., Быкова Ю.С., Жиленко С.В., Мельниченко А.С. // Металлург. -2012. -№ 2. -С. 54-61.

23. Фихтенгольц, Г.М. Курс дифференциального и интегрального исчисления / под ред. Г.П. Акилова, Ю.А. Горькова. М.. 1966. – 608 с.

24. Алиев, И. С. Исследование фактора контактного пластического трения/ Алиев И.С. // Совершенствование процессов и оборудования обработки давлением в металлургии и машиностроении: Сб. научн. тр. - Краматорск: ДГМА, 2002. - С. 112 - 120.

25. Колесниченко, Б.П. Отпечатываемость шероховатости валков на полосе при холодной прокатке и дрессировке. / Колесниченко Б.П., Мазур В.Л., Качайлов А.П. // В сб.: Листопрокатное производство (ИЧМ). вып. 1.- М.: Металлургия, 1972. -С. 76 -78.

26. Гарбер, Э. А. Формирование и контроль шероховатости поверхности прокатных валков и холоднокатаных полос [Текст]: учебное пособие для студентов вузов / Э. А. Гарбер, Е. В. Дилигенский; под ред. Э. А. Гарбера. //Череповец: ГОУ ВПО ЧГУ, 2009. -118с.

27. Панкнин, В.В. Шероховатость поверхности рабочих валков и ее перенос на полосу при дрессировке / Панкнин В.В, Краненберг Г.В. // Черные металлы. -1968. -№10.- С. 12-19.

28. Васильев, Я.Д. Исследование контактной линии с валком при холодной прокатке/ Василев Я.Д., Дементиенко А.В. // Известия высших учебных заведений. Черные металлы. -2001. -№7. -С.21-24.

29. Огарков, Н.Н. Совершенствование дробемётной обработки прокатных валков для производства автомобильного листа/ Огарков Н.Н., Залетов Ю.Д., Ласьков С.А., Звягина Е.Ю., Пожидаев Ю.А.// Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. - 2010. - №2. - С.41-43.

30. Огарков, Н.Н. Маслоемкость контактных поверхностей в процессах обработки металлов давлением/ Огарков Н.Н., Платов С.И., Шеметова Е.С., Самодурова М.Н., Терентьев Д.В., Некит В.А.// Металлург. -2017. -№ 1. -С. 79-82.

31. Робертс, В.Л. Холодная прокатка стали. Пер с англ.// М., Металлургия. -1982.- 544 с.

32. Stone, M.D. Rolling of Thin Strih. – Part 1./ M.D. Stone. // Iron and Stell Engineer Year Book, 1953. -pp.115-128.

33. Огарков, Н.Н. Пат. 106580 РФ. Лопатка ротора дробеметного аппарата / Огарков Н.Н., Звягина Е.Ю., Залетов Ю.Д. // БИМП. -2011. -№ 20. -С. 1077.

34. Огарков, Н.Н. Повышение плотности пиков микрогеометрии автомобильного листа за счет совершенствования конструкции дробеметной установки /Огарков Н.Н., Звягина Е.Ю., Залетов Ю.Д., Хоменко Н.Н., Керимова Л.Ф.// Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. -2016.- 59(12). -С.886-890.

35. Огарков, Н.Н. Совершенствование профиля лопатки дробеметного колеса для снижения ее износа /Огарков Н.Н., Звягина Е.Ю., Залетов Ю.Д., Петров А.Е.//Прогрессивные технологии в современном машиностроении: сб. статей VI Международной научно-технической конференции. - Пенза: Приволжский Дом знаний, 2010. – С. 210-214.

36. Горбатюк, С.М. Повышение стойкости прокатных валков / Горбатюк С.М., Седых Л.В.// Металлург.-2010.-№5.-С.53-54.

37. Огарков, Н.Н. Определение глубины отпечатка на поверхности детали при дробеметной обработке / Н.Н. Огарков, С.В. Халин, Е.Ю. Звягина // Современные методы конструирования и технологии металлургического машиностроения. – Межрегион. сб. науч. трудов. – Магнитогорск. – 2004. – С. 31-37

Глава 2 ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ

Столяров В.В.
Институт машиноведения РАН, Москва, Россия, vlstol@mail.ru

Представлены экспериментальные результаты собственных исследований по электропластическому эффекту (ЭПЭ) в металлических материалах. До настоящего времени большая часть опубликованных результатов касалась монокристаллов или однофазных материалов. За гранью рассмотрения оставались такие современные материалы, как титановые сплавы, сплавы с памятью формы и сверхпроводимостью, метастабильные ТРИП стали, наноструктурные и аморфные состояния. В отличие от обзора [1], где рассмотрена феноменология ЭПЭ при прокатке, в настоящей главе обсуждаются свойства и механизмы явления как при прокатке, так и при растяжении указанных материалов, а также влияние на них структурных особенностей, вида и режимов тока.

ЭПЭ при прокатке

Технически чистый титан ВТ1-0.

При анализе ЭПЭ в металлических материалах важно учитывать их структурно - фазовое состояние. Поэтому особенности прокатки с током в технически чистом титане ВТ1-0 рассматриваются в крупнозернистом (КЗ) и ультрамелкозернистом (УМЗ) состояниях, полученных, соответственно, закалкой и равноканальным угловым прессованием (РКУП). Исследованы деформируемость, микроструктура и механические свойства титана, подвергнутого плоской прокатке с током и без тока.

В табл.1 показано влияние тока плотностью j = 80А/мм^2 и длительностью импульса 80 мкс на деформируемость и микротвердость сплава ВТ1-0 в КЗ и УМЗ состояниях.

Таблица 1- Деформируемость и микротвердость титана при прокатке с током и без тока.

Состояние	Режимы тока		e	Микротвердость, МПа	Разрушение
	j, А/мм^2	т, мкс			
КЗ, d=20 мкм	0	0	2.1	3060	нет
	80	80	2.1	2600	нет
УМЗ, d = 0.5мкм	0	0	0.5	3500	есть
	80	80	1.2	3100	нет

Видно, что в КЗ состоянии преимущество прокатки с током по сравнению с холодной прокаткой отсутствует, деформируемость не изменяется. Это обусловлено достаточно высокой технологической пластичностью чистого титана. В то же время для УМЗ состояния введение тока при прокатке повышает деформируемость в 2.4 раза по сравнению с прокаткой без тока. Таким образом, в однофазном титане подтверждается тенденция к усилению эффективности ЭПЭ (деформируемости) в структурах с меньшим размером зерен.

Как и ожидалось, деформационное упрочнение и величина микротвердости в КЗ титане при прокатке с током ниже, чем без тока (рис.1). Видно, что на начальном этапе с увеличением деформации микротвердость одинаково повышается для образцов, прокатанных с током и без тока. Заметное различие в микротвердости образцов появляется после e = 0.7, которое возрастает с деформацией и свидетельствует о разной степени деформационного упрочнения с током и без тока. Одной из причин может быть релаксация напряжений при взаимодействии электронов проводимости и дислокационных скоплений.

Таблица 2 - Механические свойства ВТ1-0.

Обработка	$\sigma_{02,}$ МПа	$\sigma_в$,МПа	δ, %
Прокатка с током+ отжиг 300 °С.	805	1150	8
РКУП	640	710	14
РКУП + ХП + 300 °С	995	1110	8-10

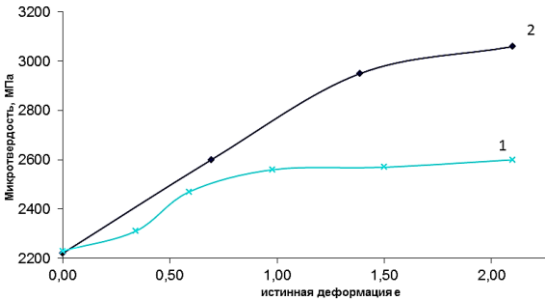
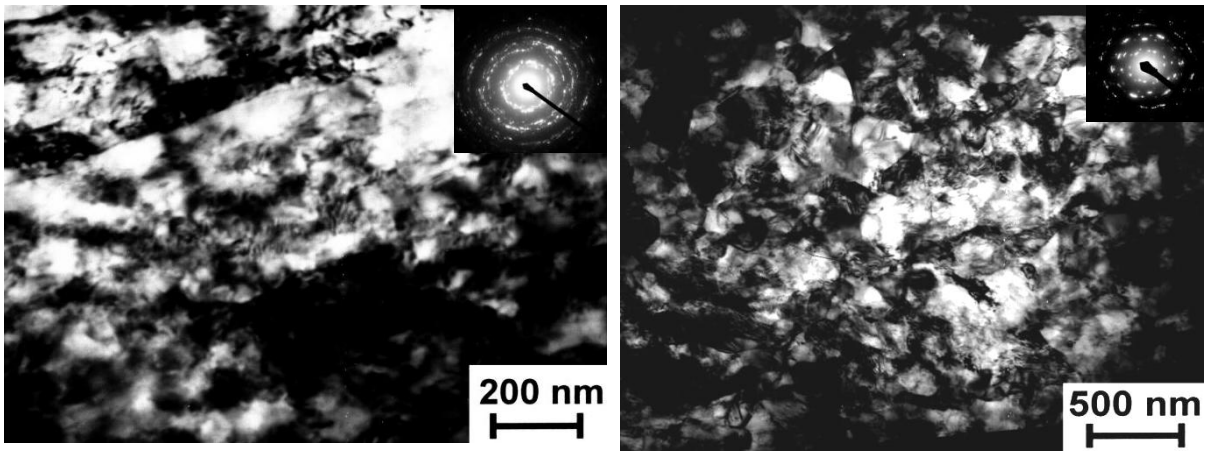


Рисунок 1- Влияние деформации на микротвердость КЗ титана при прокатке с током (1) и без тока (2).

Для прокатки с током микротвердость ниже, чем для обычной прокатки при одинаковой степени деформации. Это согласуется с литературными данными для чистых металлов в том, что воздействие импульсного тока при прокатке уменьшает наклеп, свойственный прокатке, и способствует появлению разупрочненных зон [2]. Наблюдаемая на рис.1 стадия насыщения (кривая 1), по-видимому, связана с установившимся равновесием процессов деформационного упрочнения и разупрочнения, вызванного тепловым эффектом тока и деформационным разогревом при больших значениях деформации **e**.

Механические испытания на растяжение (табл.2) показали, что измельчение микроструктуры после прокатки с током с последующим отжигом приводит к увеличению прочности и предела текучести по сравнению с исходным КЗ состоянием. Метод прокатки с током позволяет получать образцы, механические свойства которых сопоставимы с рекордным уровнем прочности и пластичности, достигнутым в объемных образцах методом РКУП [3, 4].

Структурные исследования в просвечивающем электронном микроскопе сплава ВТ1-0 непосредственно после прокатки с током свидетельствуют о формировании фрагментированной, преимущественно полосовой структуры с размером фрагментов порядка 200 нм (рис.2а). Сложный контраст внутри фрагментов обусловлен высоким уровнем высоких напряжений, подтверждаемый размытостью рефлексов на электронограммы. При этом кольцевой характер электронограммы указывает на образование фрагментов с большеугловой разориентацией.



а б

Рисунок 2 - Микроструктура и микродифракция сплава ВТ1-0, прокатанного с током: а - до отжига; б - после отжига, 350 ºС - 1 ч.

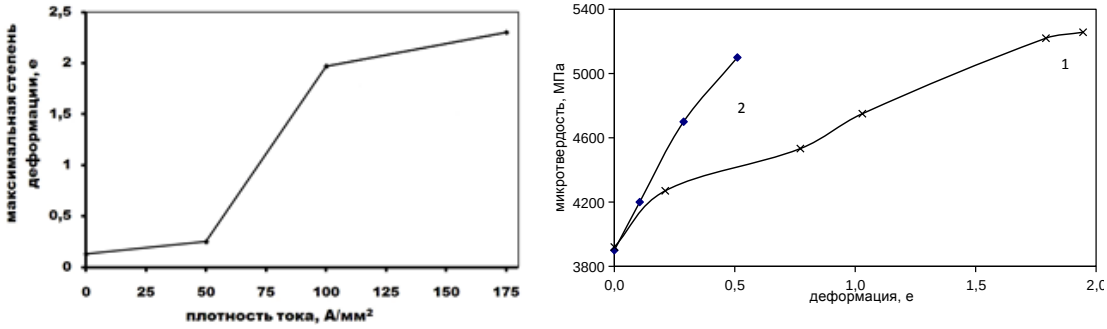
Последеформационный отжиг способствует снятию напряжений и формированию зеренной структуры с размером зерен менее 300 нм (рис. 2 б). Точечный характер рефлексов на электронограмме подтверждает это.

Таким образом, прокатка титана с током и последующим низкотемпературным отжигом позволяет получать длинномерные полуфабрикаты с УМЗ структурой и повышенным уровнем механических свойств.

Высокопрочный сплав ВТ6

Ниже анализируются и сравниваются результаты исследований деформируемости, микротвердости, уширения и структуры при прокатке с током и без тока КЗ и УМЗ сплава, полученного отжигом в двухфазной области (850°С) и методом РКУП, соответственно [5, 6, 7]. Исследование деформируемости сплава ВТ6 при прокатке с током и без тока при различных режимах импульсного тока показало, что при прокатке без тока в обоих состояниях максимальная степень истинной деформации не превышает e = 0.6. В тоже время при прокатке с током КЗ сплава деформируемость образцов повышается в 4.5 раза по сравнению с прокаткой без тока. Такое поведение противоположно поведению чистого титана, что указывает на сильное влияние наличия вторичной бета- фазы, размер и расположение которой влияет на ЭПЭ.

Кроме исходного состояния большую роль играют режимы тока, в частности плотность тока (рис.3а). Прокатка без тока (j=0) сопровождалась появлением трещин уже на первом проходе при e = 0,13. Увеличение плотности тока повышает максимальную степень деформации до разрушения, причем наиболее резко в интервале j = 50-100 А/мм^2. Интересно, что максимальную деформационную способность и одновременно максимальный эффект упрочнения показали образцы после прокатки при j=175 А/мм^2. Характер зависимости на рис.3 может свидетельствовать об изменении соотношения электропластического и теплового эффекта, и соответственно, о различиях в механизмах деформации при разных плотностях тока.



а б

Рисунок 3- Влияние плотности тока на деформируемость (а) и на микротвердость (б) в КЗ отожжённом сплаве ВТ6: 1 - j=120 А/мм^2, т=160мкс; 2 – без тока.

На рис.3б показано изменение микротвердости при увеличении степени деформации в процессе прокатки КЗ ВТ6 с током и без тока. Видно, что при прокатке без тока (кривая 2) происходит интенсивное увеличение микротвердости с последующим разрушением образца при малых степенях деформации по сравнению с прокаткой с током (кривая 1). Это связано с более сильным деформационным упрочнением сплава в отсутствие тока, которое приводит к разрушению. При прокатке с током эволюция микротвердости происходит в два этапа. При малых деформациях упрочнение было сравнимо с прокаткой без тока. С увеличением деформации скорость упрочнения уменьшается. При прокатке с током, несмотря на меньшую степень деформационного упрочнения, достигаемая максимальная твердость выше, чем при прокатке без тока. Таким образом, импульсный ток снижает степень деформационного упрочнения и увеличивает деформируемость.

Одной из важных геометрических характеристик при плоской прокатке является уширение образца, которое при сравнении с деформацией по толщине и длине позволяет сделать вывод о направлении преимущественной составляющей деформации. На рис. 4 представлены зависимости деформации по ширине $e_ш$ от деформации по толщине $e_т$ при прокатке без тока (кривая 1) и с током (кривая 2, 3) сплава ВТ6.

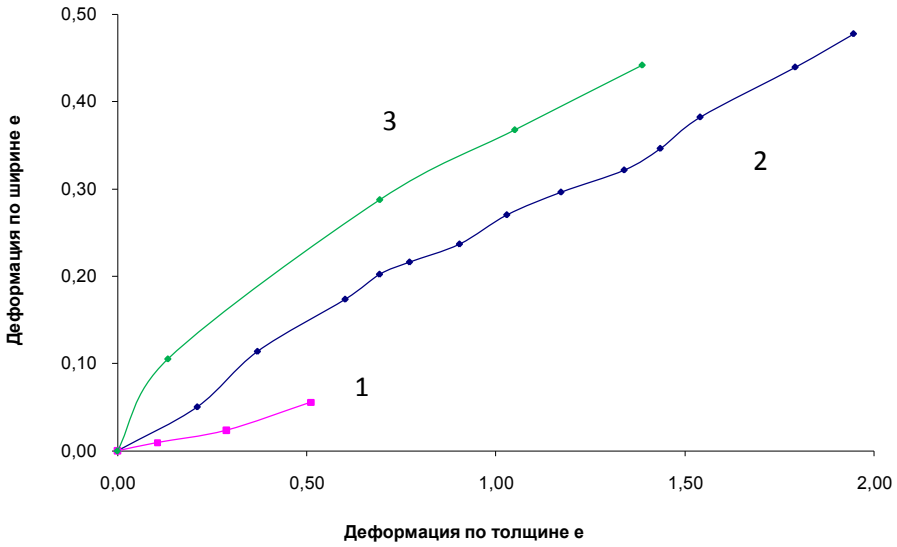
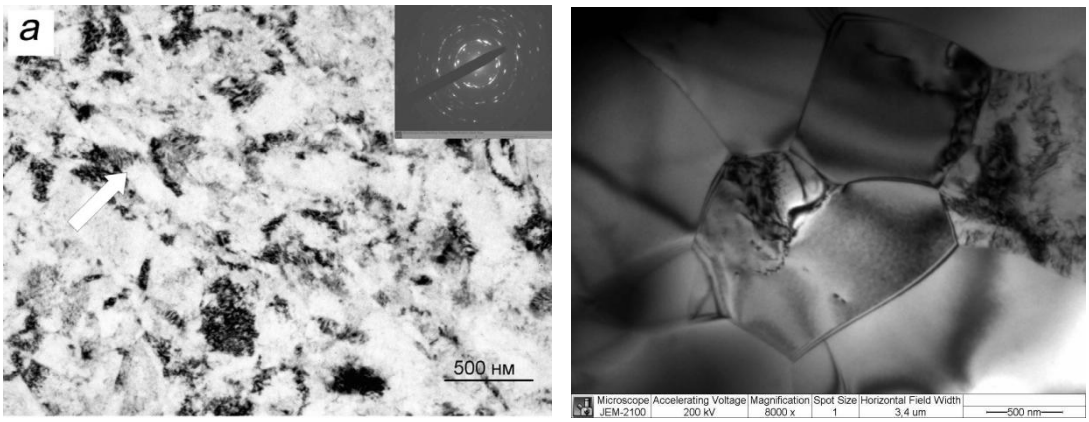


Рисунок 4 - Деформационное уширение при прокатке сплава ВТ6:
1 - без тока; 2 - j=120 А/мм^2, τ = 120 мкс; 3 - j=160 А/мм^2, τ = 120 мкс.

Видно, что для прокатки с током и без тока деформация по толщине ($e_т$) сопровождается деформацией по ширине ($e_ш$), при этом $e_ш << e_т$. Импульсный ток при прокатке приводит к большему уширению по сравнении с прокаткой без тока. Повышение плотности тока с 120 до 160 А/мм^2 сопровождается ростом деформации по ширине $e_ш$. Сравнение данных свидетельствует о сравнимом по порядку величины эффекте уширения, наблюдаемом при деформации с током и без тока. Это позволяет сделать вывод об одинаковом основном механизме деформации, по которому осуществляются обычная и электропластическая прокатка. С практической точки зрения данный эффект уширения необходимо иметь в виду и учитывать его при изготовлении полуфабрикатов с заданными размерами.

Микроструктуры сплава ВТ6, подвергнутого ЭПП, до и после отжига приведены на рис. 5. Для сплава после прокатки с током типичной является фрагментированная структура, в которой наблюдается «размытие» субграниц и повышенная плотность дислокаций (рис.5а). В некоторых местах фольги можно наблюдать зародыши рекристаллизованных зерен. Для увеличения однородности структуры после прокатки с током был выполнен отжиг при температуре 600°С в течение 1 часа. Отжиг приводит к формированию рекристаллизованной УМЗ структуры со средним размером зерен α-фазы 500 нм, в которых полностью отсутствуют внутризеренные дислокации (рис. 5б). Кроме основной α - фазы в структуре присутствует незначительная доля зернограничной β -фазы, не определяемые при рентгеноструктурном исследовании. Кольцевой характер дифракционной картины и точечный тип рефлексов свидетельствуют, что границы зерен имеют преимущественно большеугловой характер.



а б

Рисунок 5 - Микроструктуры сплава ВТ6, прокатанного с током:
а – до отжига; б - после отжига при 600 °С.

Исследование механических свойств при растяжении сплава ВТ6 до и после прокатки с током показывает, что при одновременном повышении деформируемости происходит значительный рост прочностных характеристик даже по сравнению с холодной прокаткой (табл.3).

Таблица 3 - Механические свойства сплава ВТ6.

Обработка	Структура, размер зерен, мкм	$\sigma_в$, МПа	σ_{02}, МПа	δ, %
Исходное КЗ	зёренная, d =12 мкм	820	770	8
Холодная прокатка	деформированная	1360	1250	6.8
Прокатка с током	фрагментированная, d = 0.5 мкм	1565	1293	10

Таким образом, прокатка с применением импульсного тока позволяет получать длинномерные полуфабрикаты сплава ВТ6 с УМЗ структурой и оптимальным сочетанием высокой прочности и удовлетворительной пластичности.

Сплав с памятью формы TiNi

TiNi сплавы с эффектом памяти формы (ЭПФ) обладают высоким комплексом механических и функциональных свойств, особенно в наноструктурном и ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии [8, 9]. Измельчение структуры обычно достигается интенсивной пластической деформацией. Однако проблемой получения длинномерных полуфабрикатов из сплавов TiNi является их низкая деформируемость и быстрое упрочнение в процессах прокатки, волочения, прессования. Это приводит к необходимости введения горячей деформации, многоцикличности и промежуточных отжигов. Применение импульсного электрического тока в процессе деформирования является одним из путей решения проблемы [2].

Эффект повышения пластичности при деформации с пропусканием электрического тока, наблюдаемый для многих чистых металлов и сплавов [2, 10], может рассматриваться как альтернативный подход для получения различных структурных состояний в TiNi-сплавах при холодной прокатке. Ниже представлены результаты исследования влияния импульсного тока при прокатке КЗ сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7.}$ Образцы в форме полос 2х6х150 мм были механически вырезаны из исходной заготовки. Однополярный импульсный ток подавали от генератора с частотой импульсов 10^3 $с^{-1}$, длительностью импульсов $0{,}8х10^{-4}$ с и скважностью Q = 12. Прокатку вели в двух режимах: а) при постоянной плотности тока ($j \approx 80$ А/мм^2) и б) при увеличении плотности тока (до 240 А/мм^2) в процессе многоразовой деформации. В единичном

шаге прокатки время нахождения образца под током с учетом частоты, длительности импульса и скорости прокатки составляло 0.16 с. Суммарное время воздействия тока для каждого образца зависело от количества циклов прокатки и приведено в табл.1.

Деформационная способность исследуемого сплава при прокатке с пропусканием тока (j = const) значительно выше, чем при прокатке без тока (табл. 4). Так, разовая и суммарная деформации до разрушения составляет соответственно 0.45 и 0,86 для прокатки без пропускания тока; 0.84 и 1.42 для прокатки с пропусканием тока. Разрушение образцов при прокатке без тока происходит хрупко с разделением на части, что никогда не наблюдается при прокатке с током (рис. 6, *а, б*). В последнем случае разрушению предшествует появление краевых микротрещин, вызванных сильным наклепом и изменением напряженно-деформированного состояния от объемного равноосного преимущественно к плоскому двухосному при уменьшении толщины образца.

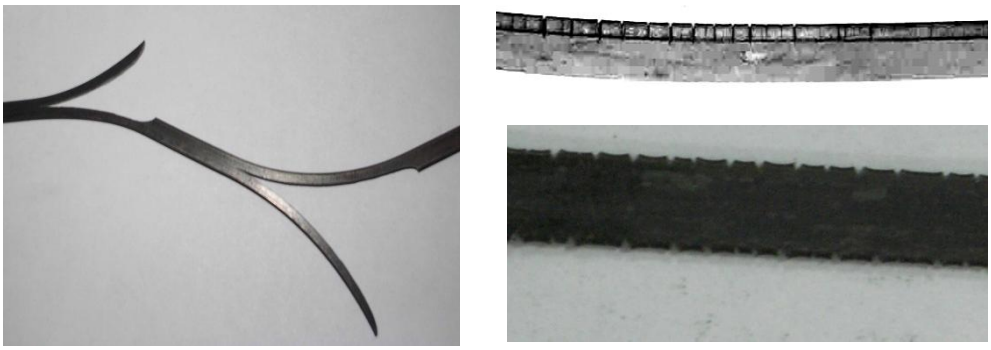


Рисунок 6 - Вид образцов после прокатки без тока (а, е = 0.86) и с током (б, е = 1.42)

При изменяющейся с 80 до 240 А/мм^2 плотности тока в процессе прокатки до толщин порядка 100 мкм развития микротрещин и тем более разрушения образца не наблюдали (табл. 4). Все последующие эксперименты выполнены при постоянной плотности тока j = 80 А/мм^2.

Таблица 4 - Деформируемость и микротвердость при прокатке с током и без тока

Обработка	Разовая деформация e_i	Общая деформация и время действия тока		H_V, МПа	Наличие микротрещин
		e_Σ	т, с		
Прокатка без тока	0.45	0.43	-	4000	нет
		0.54	-	5250	есть
		0.70		5750	есть
		0.86	-	5900	разрушение
Прокатка , ток j = 80 А/мм^2	0.8	0.54	2.5	4200	нет
		0.70	3.0	5250	нет
		0.84	3.5	5810	нет
		1.42	4.8	5900	есть
Прокатка, ток j =240 А/мм^2	>1	1.75	5.0	5050	нет

* В исходном состоянии микротвердость TiNi-сплава составляла H_V=2750 МПа.

Сравнение деформируемости сплавов с разным содержанием примесей показало, что применение импульсного тока при прокатке наиболее эффективно для TiNi-сплавов с повышенным содержанием неметаллических включений.

Измерение *микротвердости* после прокатки позволяет оценить характер деформационного упрочнения материала и сравнить его для разных режимов прокатки (рис. 7). Видно, что при e_{Σ} = 0,54 значения микротвердости после прокатки с пропусканием тока 4200 МПа и без тока 5250 МПа отличаются, тогда, как для других значений e_{Σ} они практически совпадают. Значительное различие в микротвердости сплава при данной деформации свидетельствует о разной степени деформационного упрочнения: для прокатки с током она ниже, чем для обычной прокатки.

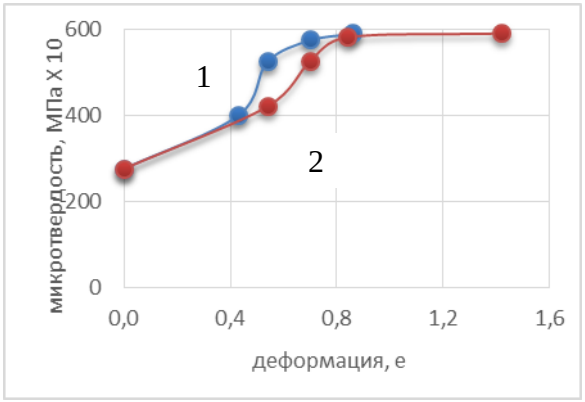
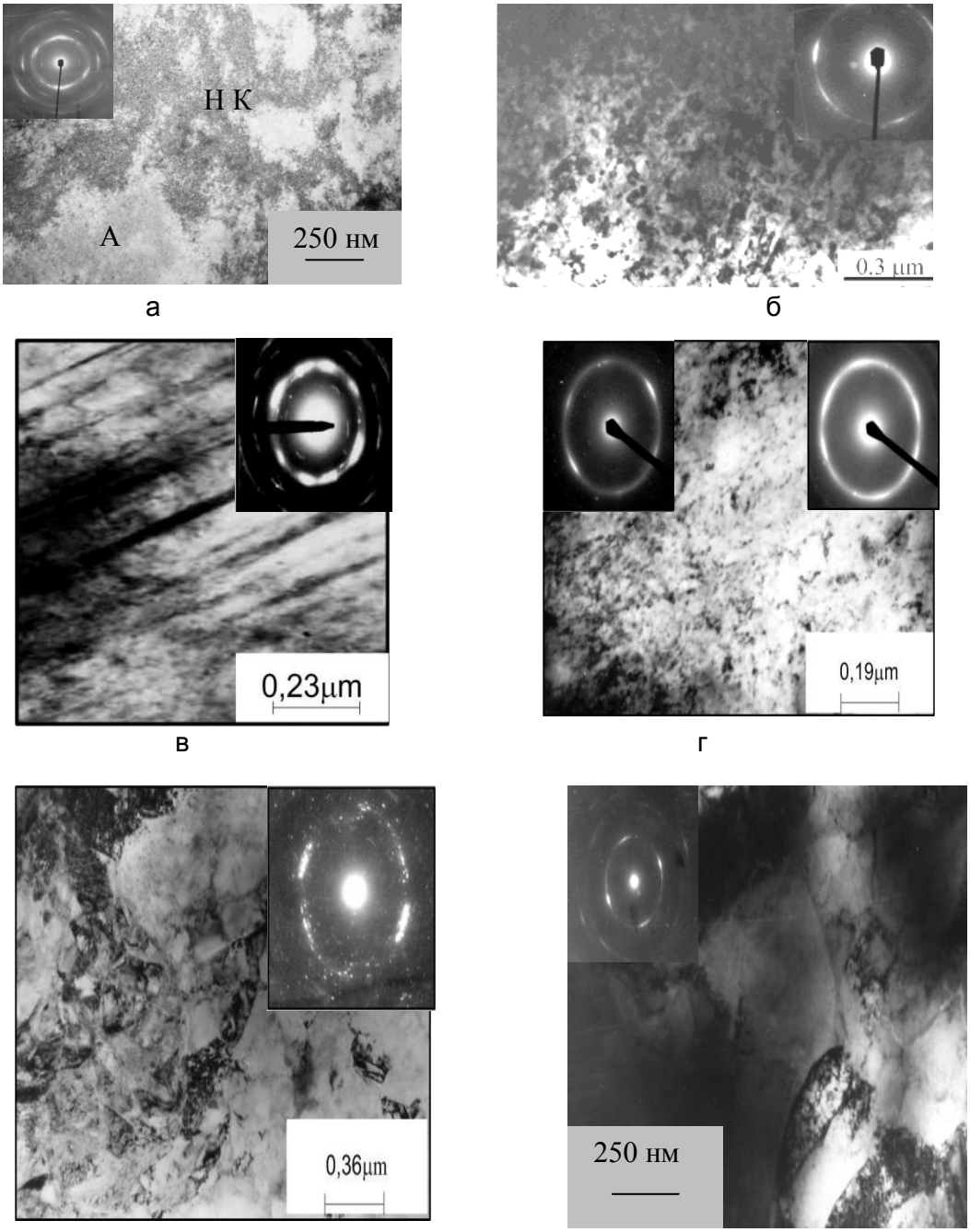


Рисунок 7 - Влияние деформации на микротвердость при прокатке: 1- без тока; 2 - с током.

Косвенно это может свидетельствовать о реализации релаксационных механизмов при электропластической деформации, которые обеспечивают повышенную деформационную способность при прокатке с пропусканием тока. Отметим, что двукратное повышение суммарного времени действия тока не повлияло на характер упрочнения, что связано с нетепловым механизмом повышения деформируемости.

Микроструктурные исследования образцов после прокатки с током (j = 80 А/мм^2, e_{Σ}= 0.8) показали, что в сплаве формируется смешанная структура с протяженными участками аморфных (А) и нанокристаллических (НК) областей с размером кристаллитов 5-10 нм (рис.8 а). Отжиг деформированного сплава при температуре 400 °С в течение 1 часа приводит к полной нанокристаллизации аморфных областей и росту первичных кристаллитов до размера менее 60 нм (рис. 8 б).

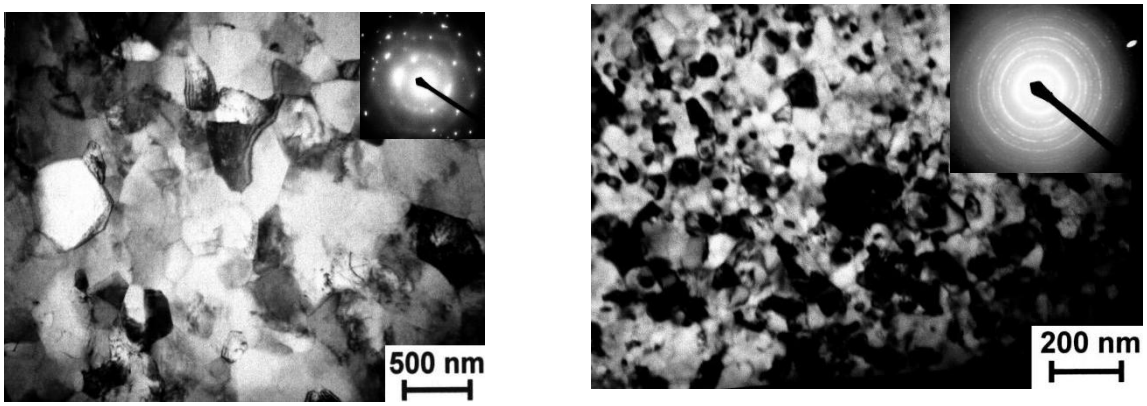
В отличие от прокатки с током традиционная прокатка в интервале e_{Σ}= 0.3-0.8 приводит к формированию развитой дислокационной субструктуры аустенита и мартенсита (рис.8 в, г). Данная структура после отжига при 400 °С трансформируется в субзеренную структуру (рис.8 д, е) с размером зерен/субзерен 100 нм и более, в зависимости от степени деформации [11-12]. Картины микродифракции свидетельствуют, что кроме меньшей степени дисперсности структура после прокатки без тока содержит большую фракцию малоугловых границ зерен. Эволюция микроструктуры при прокатке с током согласуется с данными структурных исследований при прокатке без пропускания тока [12]. Авторы показали, что с увеличением деформации в TiNi - сплавах наблюдается переход от деформационной субструктуры к фрагментированной УМЗ субструктуре с большеугловой разориентировкой и нанометрическим размером структурных элементов.



а б в г

Рисунок 8 - Микроструктура и микродифракция сплава после прокатки:
а – (j = 80 А/мм^2, e_Σ = 0,8); *б* – то же + отжиг 400 ^{0}С- 1 ч;
в – без тока, e_Σ = 0.3; *г* – без тока, e_Σ = 0.8; *д* - то же + отжиг 400°С; *е* - e_Σ = 1.75, j = 240 А/мм^2.

Прокатка с более высокой степенью деформации и максимальной плотностью тока (e_Σ = 1.75, j = 240 А/мм^2) формирует неоднородную УМЗ субструктуру со средним размером зерен 500 нм (рис.8 е). Аналогичный подход прокатки с током был применен к сплаву в УМЗ состоянии, полученном РКУП. Микроструктура сплава после прокатки и отжига при 450 С-1 час показана на рис.9.

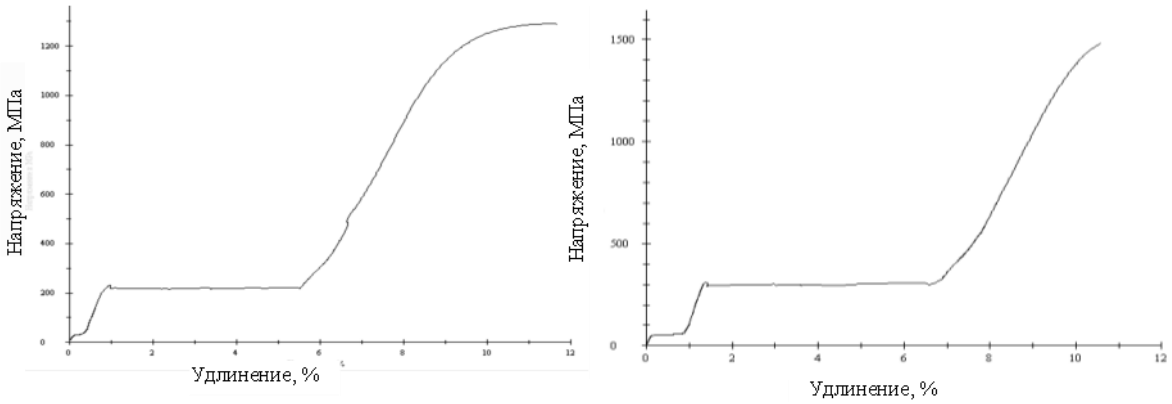


а б

Рисунок 9 - Микроструктура сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$:
а - до прокатки; б-после прокатки с током и отжига при 450°С (а).

Таким образом, при прокатке с импульсным током повышается разовая и суммарная деформации до разрушения без использования промежуточных отжигов, что свидетельствует о повышении технологической пластичности TiNi сплава. Прокатка с током TiNi-сплава может применяться для формирования различных типов микроструктуры, аморфно-нанокристаллической,нанокристаллической, ультрамелкозернистой. Вид структуры определяется условиями проведения прокатки с током, среди которых плотность импульсного тока и степень деформации являются основными.

Ниже сравниваются механические свойства на растяжение КЗ и НС состояний сплава $Ti_{49.4}Ni_{50.6}$, полученного прокаткой с током ($j=84А/мм^2$, $e=1.81$) и последующим отжигом при 450°С-1 час. Состояния нагартованные (после прокатки) не анализируются, поскольку для них свойства памяти формы отсутствуют.



(а) (б)

Рисунок 10 - Кривые «напряжение-деформация» для КЗ (а) и НС (б) $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ после прокатки с током и отжига при 450°С (б) [13].

После отжига прокатанных сплавов на кривой деформации при напряжениях 200-300 МПа появляется плато протяженностью $\delta_м$ = 4-6%, соответствующее фазовому превращению аустенита в мартенсит и свидетельствующее о наличии в сплаве эффекта памяти формы (рис.5). Наклон кривой на первой и второй стадии упругости различен и характеризует модуль Юнга аустенита и мартенсита, соответственно. Отметим, что при малых напряжениях (< 50 МПа) на кривых после отжига всегда наблюдались дополнительные горизонтальные площадки, свидетельствующие о наличие двухфазной смеси А + М, в которой небольшое количество мартенсита переориентируется под действием напряжений.

Данные табл.5 показывают, что в отожженном состоянии образцы КЗ сплава, прокатанного с током, имеют на 5-6 % меньшие прочностные и пластические характеристики по сравнению с образцами, прокатанными с той же степенью деформации без тока. В отсутствие большой статистики можно считать это различие несущественным, поскольку оно находится в пределах погрешности измерения.

Таблица 5 - Механические свойства $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ после прокатки и последующего отжига

Состояние	Прокатка	E_1 ГПа	E_2, ГПа	$\sigma_м$, МПа	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0.2}$, МПа	$\delta_м$, %	δ, %
КЗ	б/тока	63.5	-	250	1285(р)	1282	9	>20
	с током	40	40	250	1200(р)	1200	5.0	9
УМЗ	с током	66.5	40	294	1481	1395	6	8

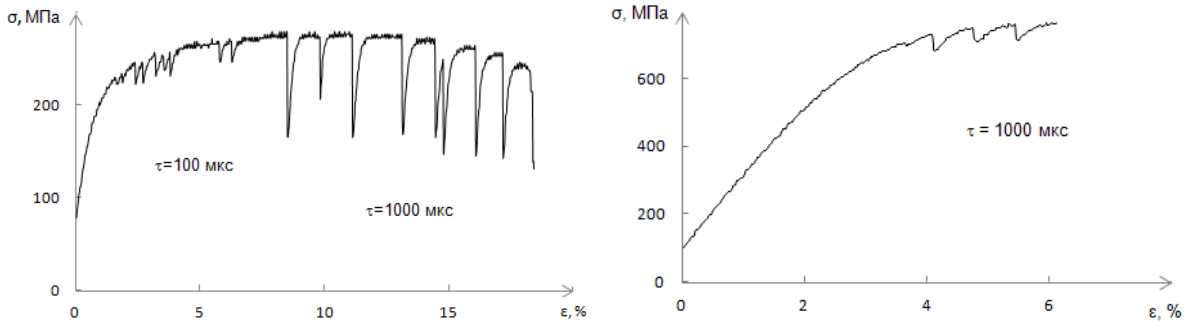
Таким образом, механические свойства, как и деформационная способность, свидетельствуют, что влияние прокатки с током в КЗ сплаве $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ после отжига на данные характеристики отсутствует. Напротив, в УМЗ сплаве после аналогичной обработки прочностные свойства заметно превышают свойства КЗ сплава при практически равной пластичности.

ЭПЭ при растяжении

Ниже представлены особенности кривых растяжения при одновременном воздействии током разного вида (одиночный импульс, многоимпульсный, постоянный) и при разных режимах (плотность тока, длительность импульса)

Технически чистый титан ВТ1-0

На рис. 11 приведены кривые $\sigma-\varepsilon$ для технически чистого титана в КЗ- и НС-состояниях, соответственно.



а б

Рисунок 11 - Деформационное поведение сплав
а ВТ1-0 в КЗ (а) и НС (б) состояниях при растяжении с импульсами тока 100 и 1000 мкс [14].

Сравнение с растяжением без тока (не показано) свидетельствует, что применение импульсов тока длительностью 100 мкс на 30% снижает напряжение течения металла и вызывает скачки напряжения вниз амплитудой до 15 МПа. Увеличение длительности импульсов до 1000 мкс вызвало многократное увеличение амплитуды скачков напряжения металла $\Delta\sigma$ до 85 МПа (рис.11а). Введение импульса тока сопровождается мгновенным спадом напряжения, а затем плавным его восстановлением. Несмотря на снижение напряжения течения металла увеличение относительного удлинения не наблюдалось, образец разрушался с применением и без тока, при значении деформации в 20%. Причиной этого может быть повышение

плотности тока в шейке образца, результатом которого является сильный локальный разогрев.

Особенностями растяжения с током НС ВТ1-0 было аналогичное снижение напряжения течения металла (на 100 МПа) по сравнению с растяжением без тока, более низкая чувствительность к длительности импульса и меньшая амплитуда скачков. Импульсы длительностью 100 мкс не вызывали скачков напряжения и были заметны только при длительности 1000 мкс (рис.11б). Если для КЗ-состояния скачки напряжений для аналогичных импульсов составляли 85 МПа, то для НС – только 20 МПа. Снижение амплитуды скачков напряжения связано с уменьшением размера зерна и, как следствие, уменьшением длины свободного пробега дислокаций.

Сплав ВТ6

На рис.12 приведена диаграмма растяжения образца с применением импульсного тока. Видно, что ЭПЭ проявляется не только в области пластической деформации, но и в упругой области также, не наблюдаемый ранее в других однофазных материалах.

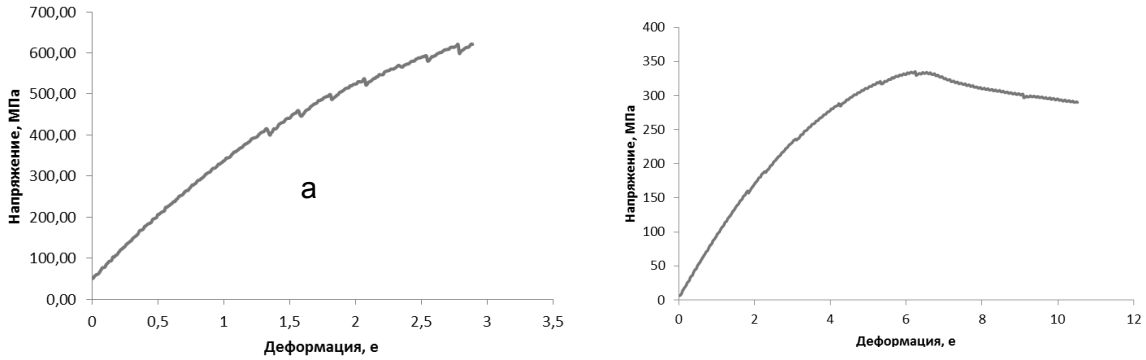


Рисунок 12 - Кривые растяжения ВТ6 с импульсным током в состояниях: а-КЗ; б-УМЗ [15].

Возможно это связано с присутствием двух фаз в сплава ВТ6, каждая из которых имеет отличающиеся напряжения текучести. Этим же обусловлено наименьшая амплитуда скачков напряжения (10МПа), по сравнению с другими сплавами. Разрушение образца с использованием импульсного тока происходит при напряжениях, значительно меньших, чем для образца растянутого без импульсного тока, по деформации образец не выходит из упругой области.

Сплавы TiNi

При растяжении с применением импульсного тока на диаграммах растяжения наблюдаются два вида скачков напряжения, традиционные - вниз, и аномальные - вверх (рис.13). Скачки вверх, свидетельствующие о росте напряжений, наблюдались в области площадки фазового превращения. Скачки вниз свидетельствуют о проявлении ЭПЭ. Причем, скачки вверх затухают с ростом деформации при одинаковых параметрах тока, а скачки вверх, наоборот, начинают проявляться в большей степени с ростом деформации. При деформации 6% также был дан импульс тока, не отразившийся на диаграмме. Предполагается, что при пропускании тока ЭПФ проявляется одновременно с ЭПЭ. Вклад и направление каждого из эффектов в амплитуду скачка с ростом деформации и количеством аустенита будет различен в каждый момент времени.

Вид тока также влияет на ЭПЭ. Поскольку повышение плотности тока и длительности импульса увеличивают энергию импульса, то эти параметры повышают амплитуду прыжков напряжения. По этой же причине переход от одиночных импульсов к многоимпульсному току приводит к такому же эффекту. Например, ранее для сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ было показано, что тепловой эффект тока в случае применения многоимпульсного тока (до нескольких сотен импульсов в пачке) может приводить к

более значительным прыжкам напряжения (до 500 МПа), чем при применении одиночных импульсов.

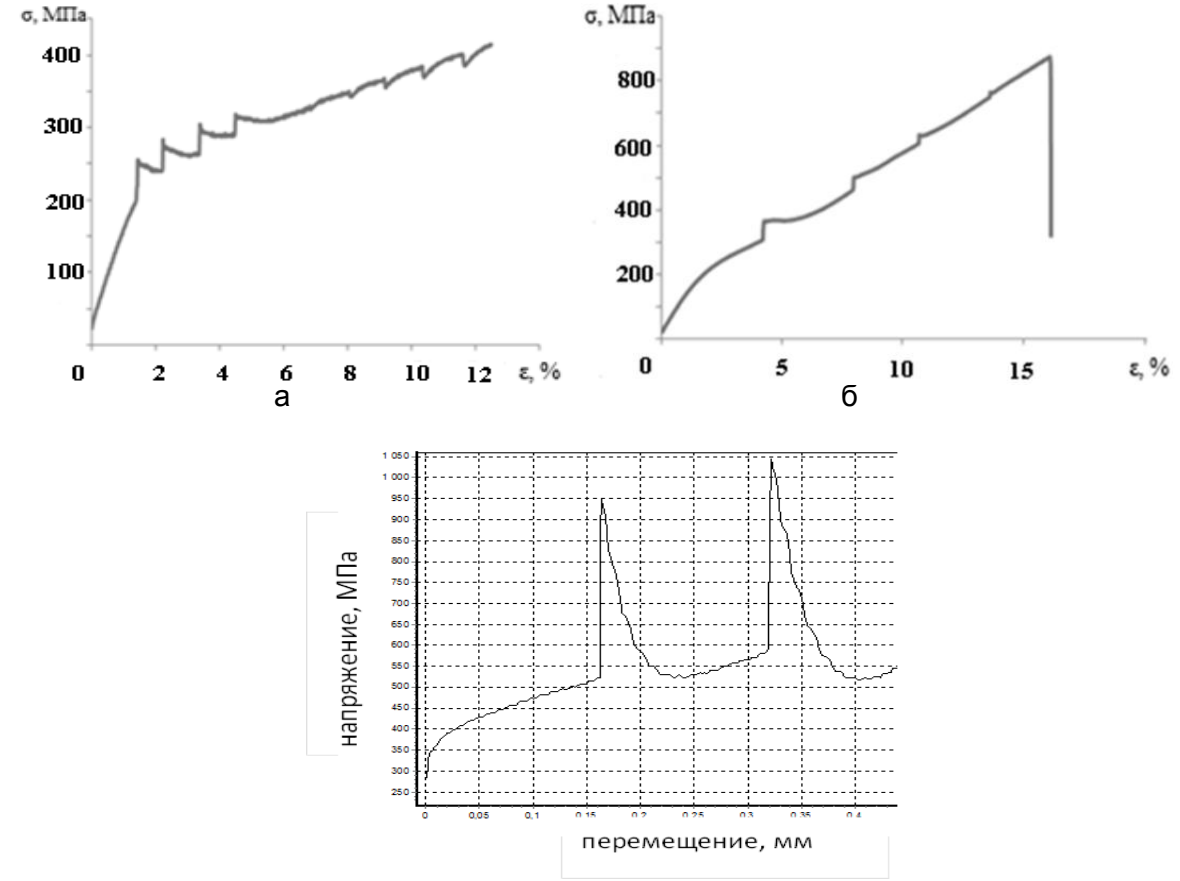


Рисунок 13 - Кривые растяжения сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ в КЗ (а) и НС (б, в) состояниях: а, б - с одиночными импульсами; в - с множеством импульсов в одной пачке [16].

Общим для деформационных кривых всех состояний является отсутствие стадии шейкообразования. Большое равномерное удлинение для КЗ состояния резко контрастирует с его отсутствием в нанокристаллическом состояниях. Амплитуда скачков также отличается для двух состояний, если $\Delta\sigma_{ср}$ для КЗ-состояния равно 50 МПа, то для НС – 25 МПа. Несильное отличие скачков напряжения также может быть обусловлено меньшим количеством аустенитной фазы.

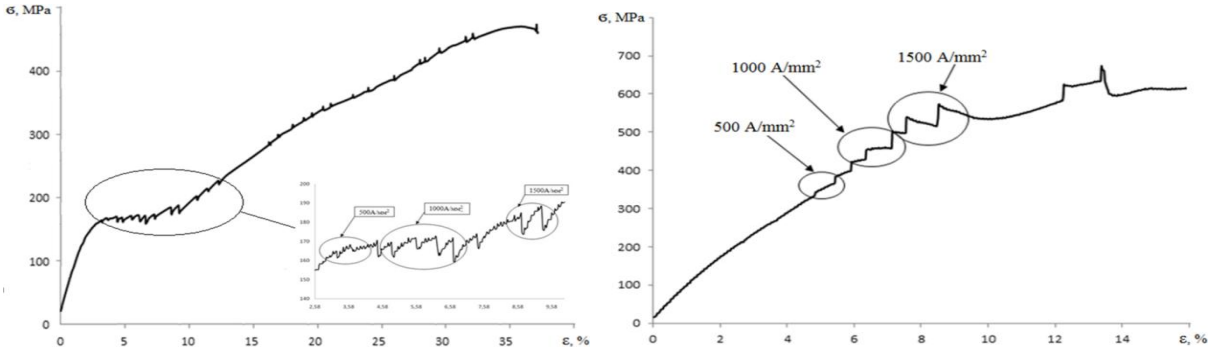


Рисунок 14 - Деформационное поведение сплава $Ti_{50}Ni_{50}$ в КЗ (а) и НС (б) состояниях при растяжении с импульсным током разной плотности [17]

В табл.10 приведены механические свойства КЗ и НС сплава при растяжении с током. Здесь, как и при растяжении без тока измельчение структуры приводит к повышению прочности и снижению пластичности, а отжиг способствует частичному восстановлению относительного удлинения. Оказалось также, что импульсный ток при растяжении влияет на форму кривых растяжения и на пластичность.

Таблица 10 - Механические свойства при растяжении с током сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$.

Обработка	состояние	размер зерен, мкм	$\sigma_м$, МПа	σ_{02} МПа	$\sigma_в$, МПа	δ, %
Закалка с 800 ºС	КЗ	50	150/210	400/600	750/940	80/40
Прокатка с током (e=1.81)	НС	0.1	450/-	1480/1587	1500/1926	5/2.4
То же + отжиг 450°С	НС	0.1	400/250	1170/1200	1300/1300	17/9.6

Числитель/знаменатель – без тока/ с током

Сравнение удлинений до разрушения в табл.10 показывает, что их значения при испытании с током в 1.5-2 раза ниже, чем без тока для КК и NC состояний.

Наличие критической плотности тока может рассматриваться как аргумент в пользу нетепловой природы электропластического эффекта. Это подтверждается и прямыми измерениями инфракрасной камерой, которые показали, что максимально возможная температура на образце на выходе из зоны многоцикловой деформации не превышает 150ºС. С учетом скорости прокатки с током и немедленного охлаждения образца после каждого прохода общим тепловым нагревом можно пренебречь.

Особенности формы кривых напряжение-деформация при растяжении сплава TiNi обусловлены изменением его фазового состава (рис.14). Наличие площадок псевдотекучести при 210 and 294 МПа обусловлено индуцированным превращением B2→B19′ (рис.14 а, б). Аналогичная площадка при 50 МПа для НК состояния (рис.14 б) может быть следствием переориентации или обратного превращения B19′ фазы. Отсутствие плато на рис.14 б связано со стабилизацией мартенситной фазы при интенсивной деформации, которая может превратиться в аустенит только при нагреве выше 250 ºС.

Измельчение зерен от десятков микрон до десятков нанометров деформационными методами уменьшает относительное удлинение более, чем на порядок, а последующий отжиг способствует частичному восстановлению пластичности (табл. 10). Наблюдаемые изменения пластичности в сплаве TiNi с фазовым превращением не отличаются от механического поведения материалов без фазового превращения, что свидетельствует об общности деформационных механизмов в разных по природе сплавах. Однако изменения пластичности в TiNi связаны не только с изменением размера зерен, но и с другими структурными превращениями - частичной аморфизацией за счет сильной деформации и нанокристаллизации при нагреве.

В связи с отсутствием публикаций о ЭПЭ в наноматериалах принципиальная возможность его проявления в наноструктурном нитиноле долго оставалась неясной. Хотя ниже впервые будут обсуждаться данные о ЭПЭ в нитиноле и их возможная связь с повышением технологической деформируемости, этот вопрос остается открытым и требует детальных исследований в будущем.

Природа скачков напряжения на кривых напряжение-деформация при растяжении с током различна и отражает преимущественное проявление либо фазовых превращений, либо непосредственно ЭПЭ.

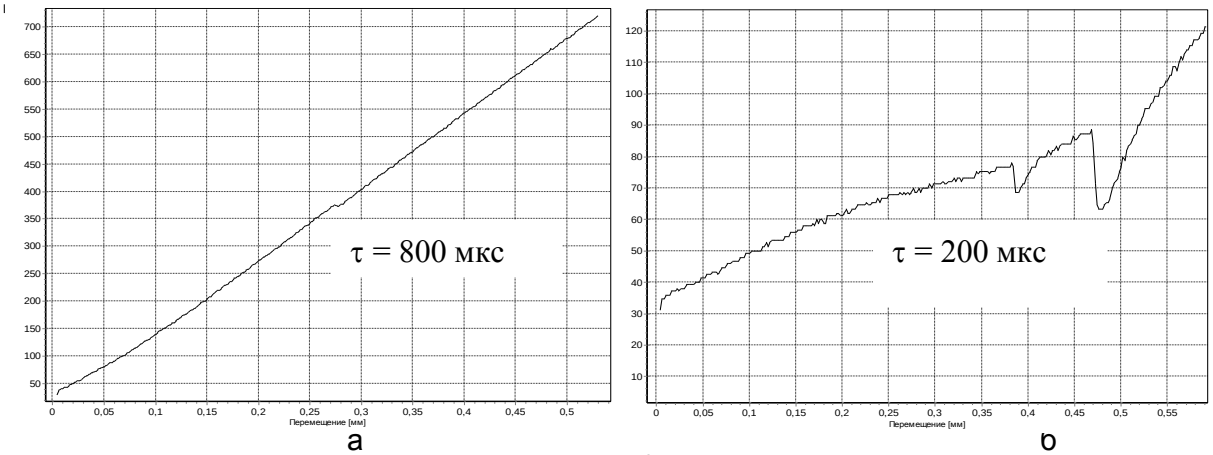
Скачки напряжения вверх связаны с обратным превращением мартенсита в аустенит, которое стимулируется импульсом тока и легким повышением температуры на несколько градусов. Природа данных скачков аналогична проявлению реактивного напряжения при заневоливании образца. Поскольку мартенсит в разных количествах присутствует во всех структурных состояниях во время растяжения, то и положительные скачки есть на всех кривых растяжения. Понятна и их амплитудная зависимость от плотности тока (рис.14 б), поскольку повышение этих параметров приводит к повышению температуры в образце и соответственно, объему превращенной фазы.

Скачки напряжения вниз по сравнению со скачками вверх имеют заметно меньшую амплитуду и, по-видимому, отражают проявление ЭПЭ. В стабильном состоянии крупнозернистые мартенсит и аустенит способны структурно релаксировать под действием тока, что и наблюдается для КК состояния (рис.14а). Возможно, что в НК состоянии для проявления ЭПЭ и релаксации дислокационных скоплений требуются более высокие параметры тока, которые здесь не исследованы.

Отметим важное обстоятельство, что оба вида скачков стимулируют повышенную пластичность, как связанную с индуцированным фазовым превращением, так и с обычной подвижностью дислокаций. Это видно в увеличении длины стресс-плато, появлении точки перегиба и стадии равномерного удлинения.

Аморфное состояние

Рассмотрим ЭПЭ в быстрозакаленных сплавах (БЗС) в форме лент с исходно аморфной структурой. В $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ от введения одиночных импульсов с j = 600 А/мм^2, $\tau \leq 800$ мкс ЭПЭ на кривой растяжения практически не наблюдается (рис.15 а), однако в состоянии после кристаллизационного отжига появляются значительные по амплитуде прыжки вниз (рис.15 б).

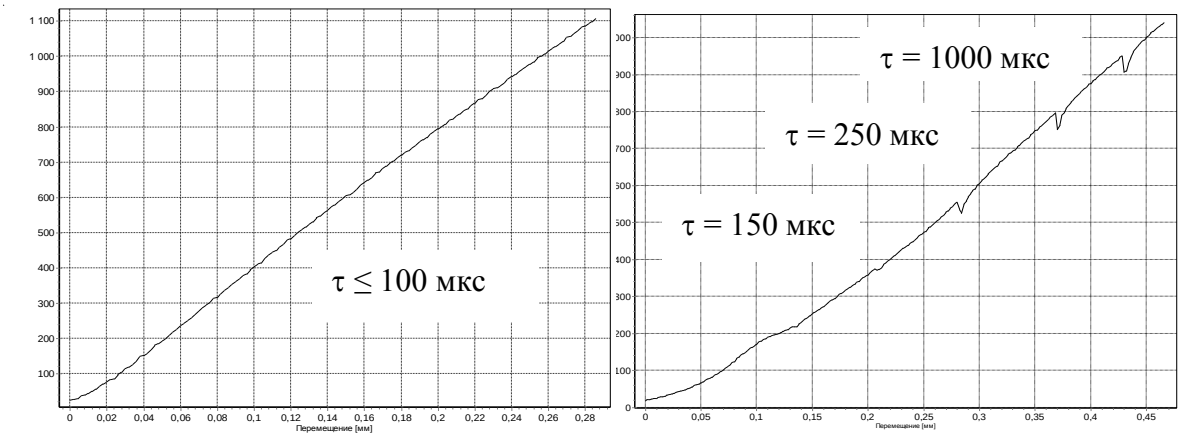


а б

Рисунок 15 -Кривые растяжения с током 600 А/мм^2 в БЗС $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ до (а) и после (б) отжига [14]

В БЗС Fe78Si13B9 наблюдается аналогичное поведение, при котором ЭПЭ при j = 350 А/мм2 отсутствует при коротких ($\tau \leq 100$ мкс) импульсах тока (рис.16 а), но появляется при увеличении длительности импульса от 150 до 1000 мкс (рис.16 б). При этом амплитуда прыжков вниз увеличивается с 10 МПа до 50 МПа с увеличением

длительности импульса.



а б

Рисунок 16 - Кривые растяжения с током 350 А/мм^2 в БЗС $Fe_{78}Si_{13}B_9$: а - $\tau \leq 100$ мкс; б - $\tau \geq 150$ мкс [16]

Приведенные выше результаты показывают чувствительность ЭПЭ к структуре и фазовому составу исследуемых материалов. Прежде всего, это относится к влиянию размера зерен на ЭПЭ. В титановых сплавах (ВТ1-0 и ВТ6) уменьшение размера зерен от нескольких десятков микрон до нескольких долей микрона ведет к многократному уменьшению амплитуды скачка и следовательно величины ЭПЭ. Увеличение числа фаз также уменьшает величину ЭПЭ. Поскольку один из механизмов ЭПЭ реализуется за счет взаимодействия свободных электронов с дислокациями, то наблюдаемая зависимость ЭПЭ от степени дисперсности структурных элементов и многофазности сплава хорошо объясняется мобильностью и способностью зарождения внутризеренных дислокаций, которые резко падают с уменьшением зерен до наноразмеров и наличием межфазных границ.

Исследование ЭПЭ в сплаве TiNi с фазовым превращением показало, что направление скачка напряжения при введении импульса тока может быть не только вниз, но и вверх. Более того, измельчение структуры в сплаве приводит к исчезновению скачков вниз и появлению скачков только вверх. Тщательный анализ природы скачков в сплаве TiNi позволил установить, что направление и амплитуда скачка определяется суммой двух разных по знаку эффектов – ЭПЭ (скачок вниз) и эффект памяти формы ЭПФ (вверх). Последний обусловлен повышением напряжения течения фазы В2 в момент обратного мартенситного превращения В19’→В2, вызванного тепловым эффектом тока. Поскольку в наноструктурном состоянии ЭПЭ заметно меньше ЭПФ или даже близок нулю, то результатом является скачок напряжения вверх. Уменьшение амплитуды повышений напряжения в никелиде титана в НС состоянии от импульсов тока с увеличением степени деформации связанно с изменением соотношения аустенитной и мартенситной фаз, а также со стабилизацией одной из этих фаз.

В БЗС сплавах $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, $Fe_{78}Si_{13}B_9$ ЭПЭ отсутствует в аморфном состоянии и проявляется в кристаллическом состоянии, полученном либо отжигом в печи, либо пропусканием импульсов тока большой длительности. Этот факт хорошо согласуется с уменьшением и исчезновением ЭПЭ в нанокристаллических структурах. Действительно, из-за отсутствия в аморфных материалах свободных дислокаций в областях с ближним порядком ЭПЭ не наблюдается. Напротив, кристаллизация сплавов при отжиге или за счет теплового эффекта тока способствует появлению дислокаций, а значит и проявлению ЭПЭ.

Влияние режимов тока

сплав $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$

Проведено исследование ЭПЭ при растяжении $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$ сплава с воздействием тока различных режимов: одиночные импульсы, многоимпульсный, постоянный. Исследования проводились на образцах длиной 70 мм и площадью сечения 0,9 мм^2 из сплава $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$ в КЗ состоянии (характеристические температуры Мн = 6 ^{0}С, Мк= -31 ^{0}С, $А_н$=18 ^{0}С, Ак = 75 ^{0}С). Для отделения вклада ЭПЭ от теплового необходимо, чтобы нагрев при растяжении образца был незначительным. Режимы тока, обеспечивающие минимальный тепловой эффект: одиночные импульсы с плотностью тока j=500 А/мм^2, длительность импульса т=100 мкс; многоимпульсный ток - j=20 А/мм^2, т=100 мкс, частота импульсов f=100 Гц; постоянный ток - j=4 А/мм^2. Результаты измерения температуры образца при введении тока различных режимов приведены в табл.11.

Таблица 11 - Температура образца (^{o}С) при введении тока

Режим тока / структурное состояние	КЗ	НС
Одиночные импульсы	24	24
Многоимпульсный ток	37	37
Постоянный ток	69	69

На рис. 17 приведены диаграммы растяжения $\sigma-\varepsilon$ с током и без тока образцов в КЗ состоянии. На графике без тока (рис. 17, кривая 1) при напряжениях 165-210 МПа присутствует горизонтальная площадка фазового превращения А$\rightarrow$М, протяженностью до ε = 6 %. Появление этой площадки свидетельствует о потенциальной возможности проявления ЭПФ. Наклоны кривой до горизонтальной площадки и после нее различны и характеризуют модули Юнга материала в аустенитном и мартенситном структурных состояниях.

Одиночные импульсы (рис. 17, кривая 2) приводят к появлению скачков напряжения вверх, амплитуда $\Delta\sigma$ которых уменьшается со 150 до 12 МПа с ростом деформации. Скачки напряжения вниз, характерные для ЭПЭ, отсутствуют. Наблюдаемые скачки связаны с обратным мартенситным превращением вследствие локального разогрева током деформационно индуцированного мартенсита. Этот вывод подтверждается тем, что измеренная температура $Т_{обр}$ в процессе растяжения с одиночными импульсами тока была в интервале $А_н$ - Ак для данного сплава. В области плато, соответствующем мартенситному превращению, все скачки напряжения имеют практически одинаковую амплитуду. Отметим, что напряжение в конце каждого скачка на 40 МПа выше и полностью совпадает с напряжением на кривой без тока, соответственно, в области плато и деформационного упрочнения. Этот факт подтверждает, что тепловой эффект при данном режиме тока минимален, а среднее значение температуры в процессе испытания только на 10 ^{0}С выше комнатной температуры.

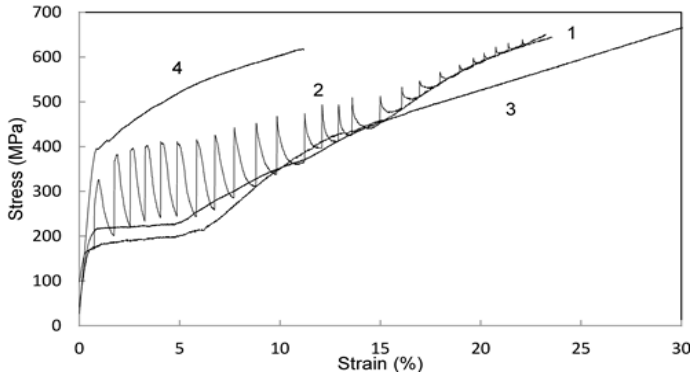


Рисунок 17 - Кривые растяжения КЗ-сплава $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$: 1 – без тока; 2 – одиночные импульсы; 3 –многоимпульсный ток; 4 – постоянный ток [18]

При растяжении с многоимпульсным током (кривая 3), возможно из-за большой частоты импульсов, скачки напряжения уже не наблюдаются. Незначительный

тепловой эффект повышает напряжения течения на 30 МПа в области площадки мартенситного превращения и приводит к ее сокращению. С этим напряжением совпадают некоторые скачки напряжения от одиночных импульсов тока. Интересно отметить, что напряжения течения на стадии деформационного упрочнения образовавшегося мартенсита в случае растяжения с многоимпульсным током ниже, чем без тока. Этот факт требует дополнительного структурного исследования и, возможно, связан с различной скоростью деформационного упрочнения мартенсита и остаточного аустенита.

Режим постоянного тока (кривая 4) вызывает двукратное увеличение напряжений превращения и резкое сокращение площадки превращения, по-видимому, связанное с более высокой $T_{обр}$ = 67-70 ^{0}C. После площадки превращения до разрушения наблюдается усиленное деформационное упрочнение, типичное для аустенита.

Отметим, что разные моды тока не повлияли на напряжение разрушения (650-670 МПа), но привели к снижению относительного удлинения, особенно значительному для постоянного тока.

Рассмотрим деформационное поведение сплава в НС-состоянии (рис.18). При растяжении без тока (кривая 1) область мартенситного превращения находится уже на уровне напряжений в 350 МПа и протяженностью до ε = 9 %.

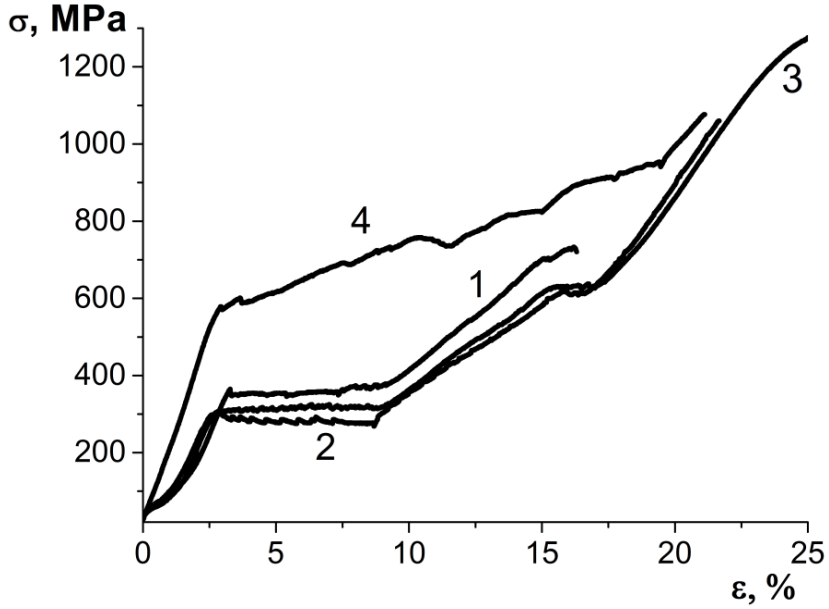


Рисунок 18 - Кривые растяжения НС-сплава $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$: 1 – без тока; 2 – одиночные импульсы; 3 –многоимпульсный ток; 4 – постоянный ток

После завершения превращения также наблюдается изменение в наклоне кривой, соответствующей растяжению сплава в мартенситном состоянии. При достижении деформации в 15% на уровне 700 Мпа также наблюдается вторая короткая площадка, возможно, соответствующая превращению остаточного аустенита.

В НС состоянии при растяжении с одиночными импульсами тока (кривая 2) наблюдается значительное снижение амплитуды скачков напряжения вверх в области мартенситного превращения – 15 МПа. Само превращение происходит при напряжениях в 280-300 МПа, что на 50 МПа меньше, чем без применения тока. При растяжении НС сплава, в отличие от КЗ сплава, многоимпульсный ток (кривая 3) снижает напряжение мартенситного превращения до 310-320 МПа. По-видимому, это связано с более легким зарождением мартенсита в НС состоянии.Постоянный ток (кривая 4), аналогично экспериментам в КЗ-состоянии, приводит к увеличению напряжений начала мартенситного превращения в 2 раза.

Общим для обоих структурных состояний является независимость от тока начала и конца превращения по деформации.Отсутствие скачков вниз на кривых с одиночными импульсами тока может объясняться тем, что одновременно действуют два эффекта: ЭПЭ и обратное мартенситное превращение при нагреве током. Скачки напряжения вверх с ростом деформации становятся все меньше по амплитуде, свидетельствуя о росте влияния ЭПЭ.

Трип сталь

Механические свойства стали ВНС9-Ш в аустенитно-мартенситном состоянии при статическом растяжении без электрического тока и при его воздействии приведены в табл.12 [19].

Таблица 12 -Механические свойства трип стали при разных режимах тока

Режим тока	Длительность, с	Т, °С	σ, Па	σ, МПа	δ, %
Без тока	-	20	1680	1830	27
Одиночные импульсы, j =460 А/мм^2	30 x 10^{-3}	20	1780	1700	20
Многоимпульсный ток, j = 200 А/мм^2 τ =1x10^{-3}с$^{-1}$	80	150	1600	1400	2,3
Постоянный ток j=14 А/мм^2	80	200	1350	1000	2,4

Установлено, что с повышением интенсивности воздействия тока (плотности и длительности импульса) прочность и пластичность снижаются. Однако при воздействии одиночных импульсов j = 460 А/мм^2, τ = 5–10·10^{-3}с отмечено аномальное повышение относительного удлинения до 25%. Многоимпульсный и постоянный токи вызывают существенное снижение пластических свойств стали. Диаграммы деформации стали имеют особенности.

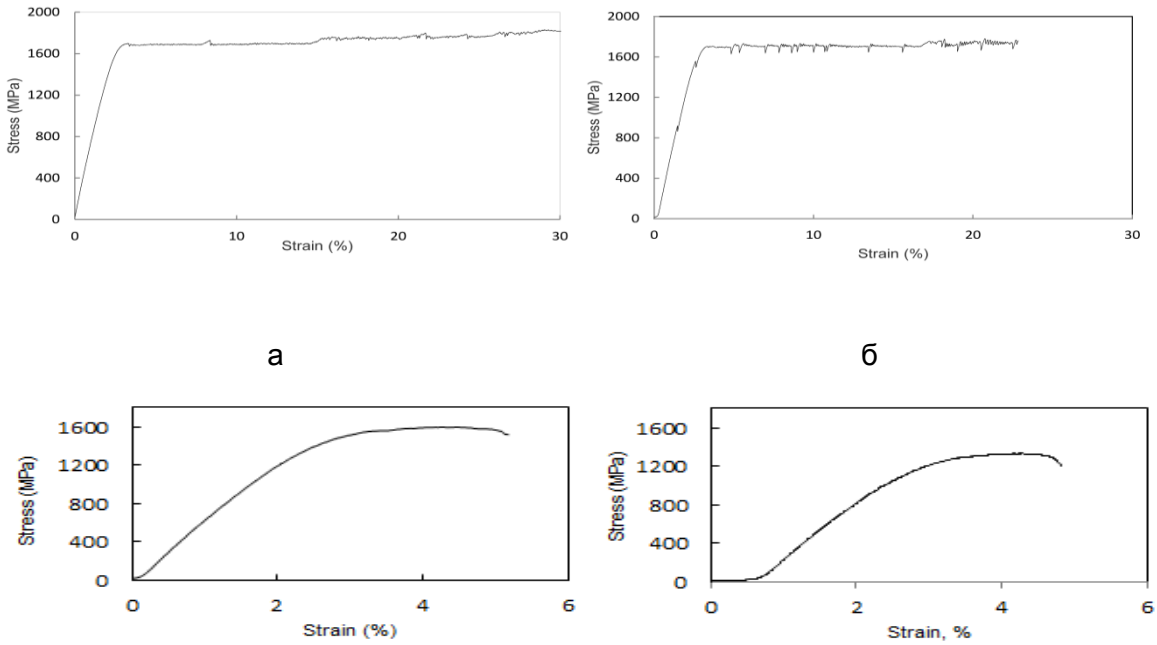


Рисунок 19 - Диаграммы растяжения трип стали в аустенитно-мартенситном состоянии: а – без тока; б – одиночные импульсы; в –многоимпульсный ток; г –постоянный ток [19].

В случае растяжения без подвода тока на диаграмме сразу после зуба текучести следует протяженная площадка текучести (≈7% пластической деформации), а затем

слабое деформационное упрочнение с малоамплитудным скачкообразным изменением напряжения (рис. 19 а). Наличие скачкообразной стадии деформационного упрочнения трип-стали связывают с образованием мартенсита деформации. Он затрудняет появление шейки, приводящей к разрушению, благодаря интенсивному упрочнению материала в местах ее образования, и поэтому деформация образца долгое время происходит равномерно (трип-эффект).

Слабые одиночные импульсы тока приводят к появлению на стадии деформационного упрочнения заметных скачков напряжения (спада и резкого роста) амплитудой до 80 МПа (рис. 19 б). На диаграмме растяжения отсутствует площадка текучести, и сразу после макроупругой стадии деформирования следует стадия деформационного упрочнения. Пределы прочности стали, испытанной без тока и подвергнутой его одиночным импульсам, примерно одинаковые (см. таблицу). Можно было бы предположить, что наличие скачков, снижающих напряжение пластического течения, связано с локальным разогревом или обратным превращением мартенсита в аустенит. Однако, поскольку механические свойства при этом изменяются мало, фазовый состав также не должен претерпевать значительных изменений. Имеющиеся данные для ряда материалов указывают на слабый тепловой эффект от введения одиночных импульсов: температура повышается менее чем на 20–40°С. Таким образом, спад напряжения на кривых растяжения является результатом проявления ЭПЭ. Однако остается неясным, какая фаза испытывает ЭПЭ, поскольку сталь находится в двухфазном состоянии.

Вид диаграммы растяжения резко изменяется при воздействии многоимпульсного и постоянного тока (рис. 19 в, г). Заметно снижаются пределы текучести и прочности, относительное удлинение (см. таблицу), а на кривой растяжения отсутствует скачкообразный характер пластического течения. Кривая статического растяжения приобретает вид, характерный для аустенитной стали. На стадии макроупругой деформации на диаграммах отмечается перегиб, отсутствующий в случае обработки импульсным током. Возможно, что этот перегиб связан с разным модулем Юнга аустенита и мартенсита. Подобный эффект отмечается в ряде работ, в которых наблюдали два участка деформации в упругой области у стали Х18Н10Т со структурой аустенита и мартенсита, полученной после равноканального углового прессования. В этом случае, в связи с длительностью действия тока, тепловой эффект существенно больше (несколько сотен градусов).

У стали в мартенситном состоянии трип эффект практически отсутствует. Рентгеноструктурные исследования образцов аустенитно-мартенситной стали показали, что растяжение без тока повышает объемную долю мартенсита деформации с 47 до 82%. После растяжения с воздействием одиночных импульсов тока доля мартенсита несколько снижается и составляет 72%. Действие импульсного и постоянного токов при растяжении снижает долю образующегося мартенсита до 50%, что практически соответствует количеству мартенсита в исходном недеформированном состоянии и что свидетельствует о подавлении трип-эффекта.

Механизм разрушения образцов стали является в основном вязким, ямочным с незначительными особенностями для мартенситной стали.

Таким образом, в условиях статического растяжения при комнатной температуре тонколистовой трип-стали ВНС9-Ш с аустенитно-мартенситной структурой при воздействии импульсов электрического тока наблюдается довольно сложный процесс проявления ЭПЭ с одновременным подавлением трип-эффекта (уменьшением количества мартенсита деформации, а также снижением предела текучести и удлинения). В стали с полностью мартенситным поверхностным слоем изменение фазового состава при статическом растяжении под воздействием тока не происходит и влияние электропластического эффекта на механические свойства более выражено. Форма деформационной кривой и интенсивность скачкообразного характера пластического течения, связанного с мартенситным превращением, существенно зависят от режима тока.

Заключение

Электропластический эффект, наблюдаемый в металлах и сплавах, имеет свои особенности при прокатке и растяжении. Если при прокатке он приводит к повышению деформируемости, снижению усилий деформирования, измельчению микроструктуры и в ряде случаев к улучшению функциональных свойств, то при растяжении ЭПЭ проявляется в скачках напряжения, направление и величина которых зависят от структурно-фазового состояния материала (количество фаз, размер зерен, кристаллическое/аморфное), вида и режима тока. ЭПЭ не только сам зависит от указанных факторов, но и в значительной степени способен влиять на структуру и свойства многих материалов. Поэтому управление ЭПЭ является практически важной технологической задачей.

Список литературы

1.Мисоченко А.А., Столяров В.В., Деформируемость, структура и свойства титановых сплавов, подвергнутых прокатке с током, глава 15, монография «Перспективные материалы и технологии», Т1, (2015) 268-278.

2.Троицкий О.А., Баранов Ю.В., Аврамов Ю.С., Шляпин А.Д. /Физические основы и технологии обработки современных материалов (теория, технология, структура и свойства). Т.1- Москва – Ижевск.- Институт компьютерных технологий.- 2004.- 590 с.

3.Столяров В.В., Структура и физико-механические свойства ультрамелкозернистых металлов и сплавов в метастабильных состояниях, Автореф. докт. диссер., 2000, Уфа.

4.Stolyarov V.V., Zhu Y.T., et al, Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, Mater. Sci. and Eng. A299 (2001) 59–67.

5. Семендеева О.В., Учеваткина Н.В., Столяров В.В., Влияние электропластической прокатки на структуру и механические свойства сплава ВТ6 Перспективные материалы, спецвыпуск, 2011, 462-465.

6.Семендеева О.В., Учеваткина Н.В., Столяров В.В., Микроструктура и деформируемость сплава ВТ6, подвергнутого электропластической прокатке, Деформация и разрушение материалов, №8 2011, 20-23.

7. Меденцов В.Э. , Столяров В.В. Упрочнение сплава ВТ6 методом прокатки с током, Черная металлургия. Известия ВУЗов. 2013, №12, с.50-53.

8.Столяров В. В., Прокофьев Е. А., Прокошкин С. Д., Добаткин С. В., Трубицына И. Б., Хмелевская И. Ю., Пушин В. Г., Валиев Р. З., Структурные особенности, механические свойства и эффект памяти формы в TiNi сплаве, полученном равноканальным угловым прессованием, Физика металлов и металловедение, 100, 6 91-102 (2005).

9.Prokoshkin S.D., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Trubitsyna I.B., Tatyanin E.V., Stolyarov V.V., Prokofiev E.A. Alloy composition, deformation temperature, pressure and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys, Acta Met. 53 (2005) 2703-2714.

10.Conrad H. Electroplasticity in metals and ceramics, Mater. Sci&Eng., A287 (2000) 276–287.

11.Прокошкин С.Д., Браиловский В. , Хмелевская И.Ю., Добаткин С.В., Инаекян К.Э., Турилина В.Ю., Демерс В., Татьянин Е.В. Создание субструктуры и наноструктуры при термомеханической обработке и управление функциональными свойствами Ti-Ni-сплавов с эффектом запоминания формы, МиТОМ, 2005, 5 24-29.

12.Prokoshkin S.D., Brailovski V., Inaekyn K.E., Demers V., Khmelevskaya I.Yu., Dobatkin S.V., Tatyanin E.V. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti –Ni shape memory alloys. // Mater. Sci. Eng. A. 481–482, 2008, 114-118.

13.StolyarovV.V., Deformability and nanostructuring of shape memory TiNi alloys during the electroplastic rolling, Mater. Sci. Eng. A, 503, 2009, 18-20.
14. Столяров В.В., Деформационное поведение ультрамелкозернистых материалов при растяжении с током, Известия ВУЗов, 58, 6, 2015, 57-60.
15.Федоткин А.А., Меденцов В.Э., Столяров В.В. Структурно-фазовые превращения при растяжении с током, Известия ВУЗов. Черная металлургия, 8 (2012) 47-52.
16.Stolyarov V.V., The Electroplastic Effect and Phase Transformations in Amorphous and Nanocrystalline Alloys under Tension with Current, Bulletin of the Russian Academy of Sciences. Physics, 79, 9, 2015, 1165–1168.
17.Stolyarov V.V. Influence of structure refinement on electroplastic effect in shape memory TiNi alloys,Mater. Phys.&Mechanics, 24, 2015 218-223.
18. Misochenko A.A., Fedotkin A.A., Stolyarov V.V., Influence of grain size and electric current regimes on deformation behavior under tension of shape memory alloy $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$, Materials Today Proceedings, 4 (2017) 4753-4757.
19.Stolyarov V.V., Klyatskina E.A.,Terentyev V.F., Suppression of trip effect in metastable steel by electrical current, Letters on materials 6 (4), 2016 355-359.

Глава 3 ОПТИМИЗАЦИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ОРТОДОНТИЧЕСКИХ СВЕРХЭЛАСТИЧНЫХ ДУГ ИЗ TINI СПЛАВА С ЗАЩИТНО-ДЕКОРАТИВНЫМИ ПОКРЫТИЯМИ

Багрец[1] Д.А., Рубаник[1,2] В.В., Рубаник[1,2] В.В. мл., Дородейко[3] В.Г.
[1]ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,
г. Витебск, Республика Беларусь, ita@vitebsk.by
[2]УО «Витебский государственный технологический университет»,
Республика Беларусь
[3]ЗАО «Медицинское предприятие «Симург»,
г. Витебск, Республика Беларусь

1. Основные функциональные характеристики сверхэластичных ортодонтических дуг из TiNi сплава

Металлы и сплавы как конструкционные биоматериалы обладают хорошим комплексом физико-механических свойств. Главной проблемой для них остается коррозионное разрушение и потенциальный выход элементов в биологическую среду. Любой стоматологический материал взаимодействует на местном и системном уровнях с организмом пациента, т.е. является не просто материалом определенной химической структуры, а прежде всего – биоматериалом.

В ортодонтии наиболее широко используемыми металлическими материалами являются титан и его сплавы, нержавеющая сталь и кобальто-хромовые сплавы (КХС). Анализ их свойств показывает, что наиболее совместимыми с тканями организма материалами являются сплавы на основе никелида титана(TiNi), характеризующиеся не только высокими физико-механическими свойствами, но также уникальными по величине эффектами термомеханической памяти (однократной и обратимой памяти формы, сверхэластичности, демпфирования и др.). Особую роль в случае медицинского применения играет свойство сверхэластичности TiNi сплавов, демонстрирующее подобие биологическим тканям организма при деформировании (рис. 1).

Согласно классификации, предложенной в [1], ортодонтические дуги марки NitinolClassic (3M Unitek, USA), первыми внедренные в стоматологии, не являются истинно сверхэластичными. В 1985 году были разработаны дуги из сплава, получившего название ChineseNiTi (Ormco, USA)[2], которые показали более высокие упругие свойства: в 4,5 раза по сравнению с нержавеющей сталью и в 1,6 раза –сплава Nitinol. Примерно в те же годы были внедрены проволочные дуги JapaneseNiTi из сплава Sentalloy(GAC International, USA), свойства которого были схожи со сплавами Ormco[3].

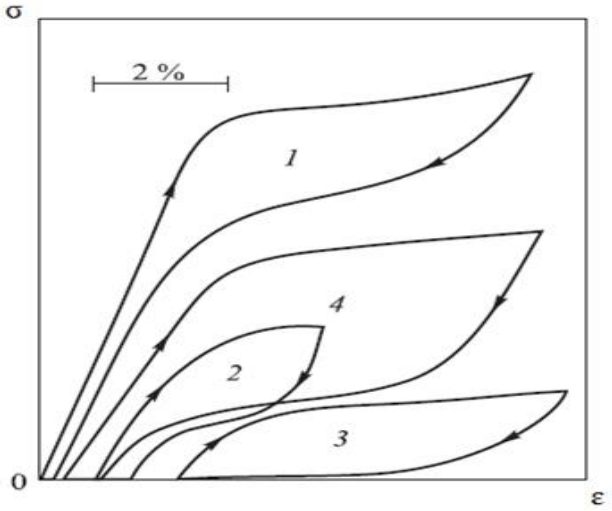


Рисунок 1 - Деформационная зависимость TiNi сплава (4) и различных биологических тканей: 1 – волос, 2 – костная ткань, 3 – коллаген [4]

На сегодняшний день многообразие ортодонтических дуг из никелида титана включает достаточное количество торговых марок с широкой вариативностью упруго-силовых характеристик. В данной работе для сравнительного анализа использовались данные по механическим свойствам, полученные при исследовании проволочных дуг различных производителей.

Как правило, механические свойства ортодонтических дуг определяются с помощью испытаний на изгиб, поскольку этот способ деформации считается более типичным для клинического поведения, чем испытание на растяжение, традиционно используемое в технике. Американским национальным институтом стандартов совместно с Американской стоматологической ассоциацией (ANSI/ADA) утверждена спецификация, в которой рекомендован трехточечный изгиб (рис. 2), который наилучшим образом имитирует клиническое поведение, в том числе и сверхэластичных (СЭ) дуг из никель-титановых сплавов[5].

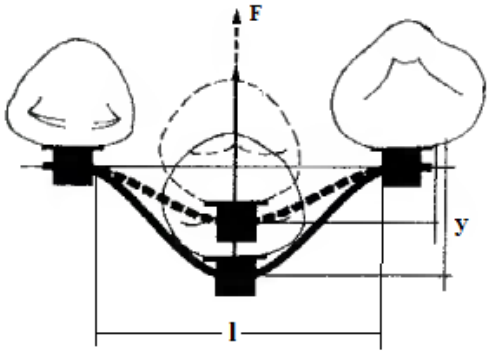
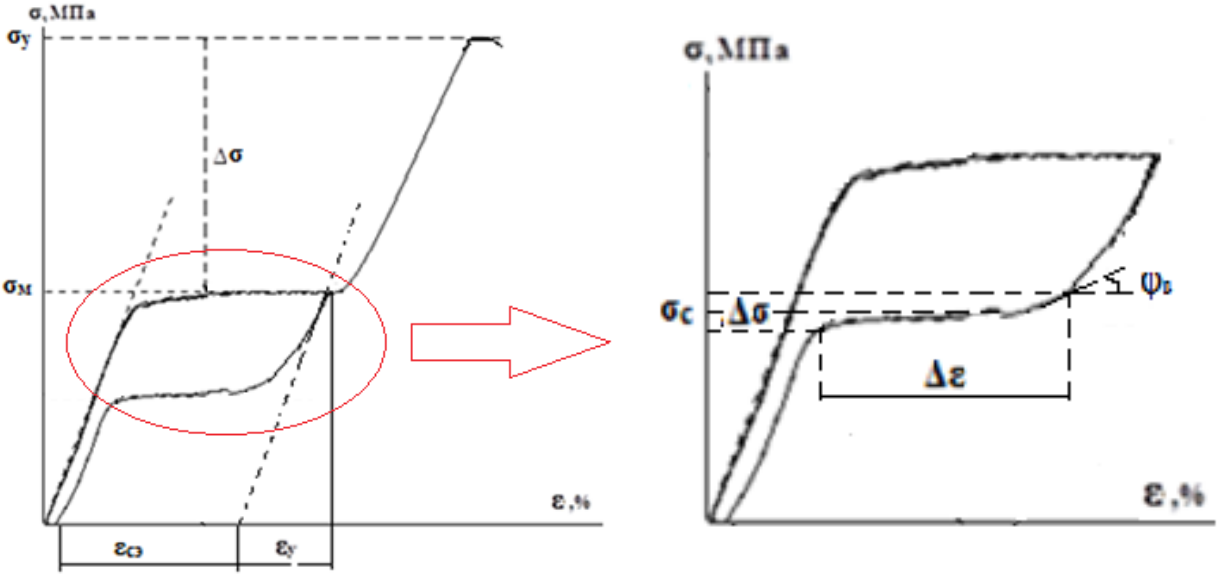


Рисунок 2 - Деформирование ортодонтической дуги по схеме 3-х точечного изгиба (*y* – прогиб; *l* – базовое расстояние; *F* – реактивное усилие, развиваемое дугой)[5]

Для никелида титана в сверхэластичном состоянии диаграмма деформирования имеет флагообразный вид (рис. 3а). Пологая часть кривой нагружения характеризует усилие, с которым изделие деформируют перед введением в организм. В свою очередь, кривая разгрузки дает представление об усилиях, развиваемых изделием при эксплуатации.



а) б)

Рисунок 3 - Схема определения функциональных свойств медицинского TiNi сплава

Для повышения эффективности проявления мартенситной неупругости необходимо добиться оптимального сочетания упруго-силовых характеристик: величина сверхэластичной деформации $\varepsilon_{сэ}$ должна быть максимальной, а напряжение ее

осуществления (фазовый предел текучести) $\sigma_м$ – минимальным. Важную роль также играет превышение величины дислокационного предела текучести σ_y над фазовым: $\Delta\sigma=\sigma_y-\sigma_м$[6]. В работе [7] авторами введены понятия клинического плато $\Delta\varepsilon$ и его характеристической точки – главного усилия (рис. 3б). Эта точка на середине разгрузочного плато определяет величину реактивных сил, развиваемых TiNi сплавом при проявлении эффекта СЭ, что и обеспечивает выполнение изделием своей функции (расширение просвета полого органа, перемещение костных тканей, восстановление зубного ряда и др.).

Наиболее важными для практического применения функциональными характеристиками сверхэластичных ортодонтических дуг являются:

- параметры разгрузочного плато ($\Delta\sigma$, $\Delta\varepsilon$).
- **характеристическое напряжение**, соответствующее точке на середине разгрузочного плато –$\boldsymbol{\sigma_c}$(хотя в медицинской практике понятия «главное напряжение» нет);
- угол наклона разгрузочного плато φ_u.

В зависимости от стадии ортодонтического лечения требования к развиваемым дугой усилиям существенно различаются. Каждый из применяемых в ортодонтии материалов – нержавеющая сталь, КХС, TiNi и бета-титан – обладают различными упругими свойствами и, соответственно, не могут быть универсальными на всех стадиях коррекции зубного ряда.Титан-никелевые дуги становятся все более популярными в последние годы благодаря их способности развивать непрерывные «легкие» усилия, которые, как считается, являются наиболее эффективными на начальных стадиях выравнивания. Относительно величины этих «легких» сил научным сообществом до сих пор не достигнуто консенсуса [8], поэтому в каждом клиническом случае количественная оценка оптимальной силы есть субъективное решение врача-ортодонта. Все исследователи сходятся во мнении, что большие силы в сравнении с «легкими», фактически не приводят к более быстрому движению зубов, а лишь способствуют резорбции корней.

В 1932 году Шварц предположил, что ортодонтические силы, приложенные к зубу, не должны создавать давление в периодонте выше капиллярного давления в нем, которое находится в диапазоне 0,2-0,25 Н/см^2[9]. В некоторых литературных источниках приведены рекомендуемые силы, которые, впрочем, достаточно противоречивы. По данным [10] они находятся в диапазоне от 0,3 до 0,6 Н, также могут достигать 1,5 Н[11] и даже 5 Н [12].

Недостатком количественной оценки эффективности ортодонтической дуги в единицах силы является то, что это не учитывает форму и размеры сечения, а также расстояние между опорами. Исследование процессов перемещениязубов с помощью титан-никелевых (марки Sentalloy) и стальных (Ormco) проволочных дуг [13] позволило добиться статистически значимого результата: увеличения репозиции зубов с помощью сверхэластичной TiNiпроволоки с минимальными признаками резорбции. Развиваемые при этом усилиядля титан-никелевого сплава составили от 0,8 до 1 Н, расстояние между опорами – 5 мм, величина прогиба – 0,4 мм. С учетом этих параметров получаем, что оптимальное напряжение, достаточное для перемещения зубного ряда и, в то же время, комфортное для пациента, составило порядка 160-200 МПа. В работе [14] было показано, чтооптимальные усилия для перемещения передних зубов (резцов и клыков) слишком малы для перемещения коренных (премоляров и моляров). Соответственно, на различных этапах лечения оптимальные значения рабочих напряжений находятся в диапазоне от 140 МПа до 520 МПа [15]. Нужно также учитывать наличиесилытрениямеждудугойибрекетами – результатыисследованийпосхеметрёхточечногоизгиба показали, что при нагружении усилия отличаются в сторону их увеличения, а при разгрузке − в сторону снижения, причём для керамических брекетов эти отличия больше, чем для металлических[16-18].

В литературе встречаются различные условия проведениятрехточечного изгибаортодонтических дуг. В частности, в работе [19] расстояние между опорами

составляло 14 мм, что эквивалентно среднему анатомическому расстоянию между центральным резцом и клыком.Такую же базу использовали в своих исследованиях авторы [9, 16]. Согласно спецификации ANSI/ADAпри испытаниина трехточечный изгиб расстояние между базисами должно составлять 12 мм при максимальной нагрузке, не превышающей 300 г[20].Данной рекомендации следовали авторы [21-23]. В работе [24] расстояние между опорами при изгибе составляло 15 мм, оно было обосновано исходя из типичных размеров зубов[25]. И наконец, авторами [15] испытание по схеме трехточечного изгиба проводили на базе 10мм и скорости нагружения/разгрузки ~ 100 МПа/мин. Такие условия проведения испытаний рекомендованы для определения функциональных параметров ортодонтических дуг [1].

Необходимо отметить, что скорость нагружения в большинстве работ составляла 1 мм/мин, реже 0,6 и 3,0 мм/мин, что, по всей видимости, было связано с возможностями испытательного оборудования.

Приведение результатов трехточечного изгиба к зависимости «напряжение-деформация» означает, что единственным варьируемым параметром испытания является температура. Испытания чаще всего проводили при комнатной температуре (23 °С) и температуре человеческого тела (37 °С), реже при 30 °С [9] и 60 °С [22] (табл. 1).Согласно [26] температура испытаний должна быть равной 37 °С.

Таблица 1 – Условия испытания на трехточечный изгиб СЭ дуг различных производителей

№	Бренд дуги	Производитель	Температура испытания, °С				Источник
			23	30	37	60	
1.	Rematitan Lite	Dentaurum, Германия	+		+	+	[22]
2.	Titanol SE	Forestadent, США	+		+	+	[22]
3.	Titanal	Lancer, США	+		+	+	[22]
4.	Neo Sentalloy F80	GAC, США	+		+	+	[22]
5.	Neo Sentalloy	Ormco, США		+			[9]
6.	Copper NiTi 35^{o}C	GAC, США		+			[9]
7.	Morelli	Morelli Ortod, Бразилия	+				[15]
8.	TruFlex	Ortho Technology, США			+		[16]
9.	Orthoforce G4	G&H, США			+		[16]
10.	3M Classic	3M Unitek, США			+		[16]
11.	Titanium memory wire	American Orthod, США			+		[16]
12.	SE NiTi	G&H,США			+		[21]
13.	Orthonol	Rocky Mountain Orthodontics, США			+		[23]
14.	3M SE	3M Unitek, США			+		[23]
15.	NiTi Force One	American Orthod, США			+		[23]

Значения σ_c для TiNiдуг различных производителей существенно варьируются (рис. 4). В диапазон оптимальных значений σ_c− 160÷200 МПа (отмечен сплошными линиями) − попали лишь две марки ортодонтических дуг: Neo Sentalloy F80 и Copper NiTi 35^{o}C (GAC, США), близко к нему − Neo Sentalloy (Ormco, США) и 3M SE (3M Unitek, США).

Допустимый диапазон напряжений (140÷520 МПа, отмечен штриховыми линиями) включает гораздо большее количество торговых марок СЭ дуг: №№ 1,2,7,12,13,15 (см. табл. 1), остальные – развивают чрезвычайно высокие реактивные

напряжения, что может вызывать дискомфорт у пациента при длительном использовании.

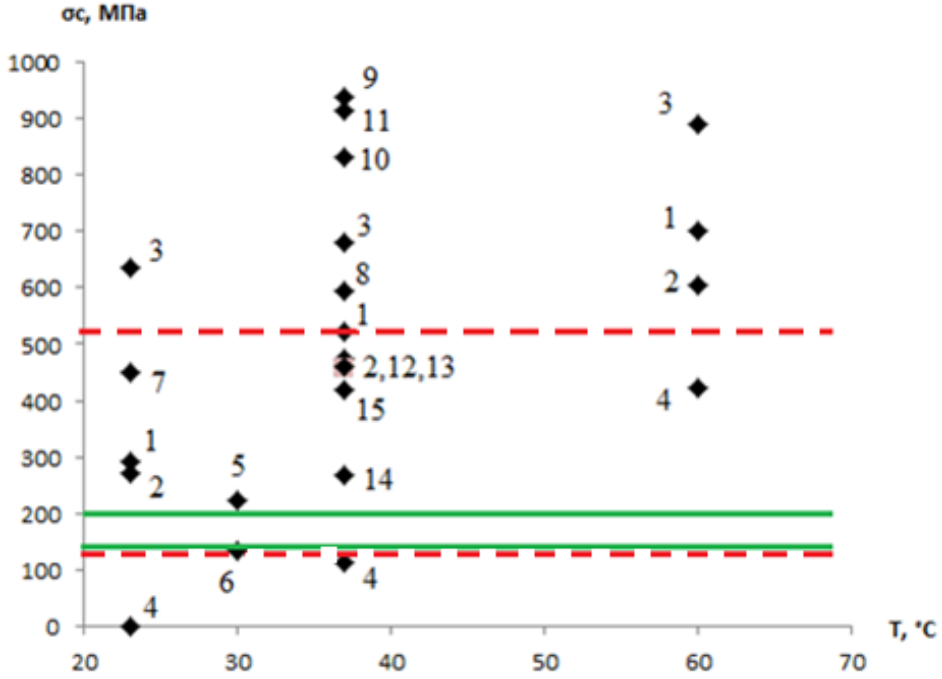


Рисунок 4 - Характеристические напряжения СЭ титан-никелевых дуг различных производителей в зависимости от температуры

Следует также учитывать, что с ростом температуры силовые параметры плато на диаграмме деформирования смещаются в сторону увеличения (рис. 5). Поэтому для тех ортодонтических дуг, которые тестировались при комнатной температуре, при 37 °С будет наблюдаться повышение значений характеристического напряжения, как это заметно для образцов №№ 1-4.

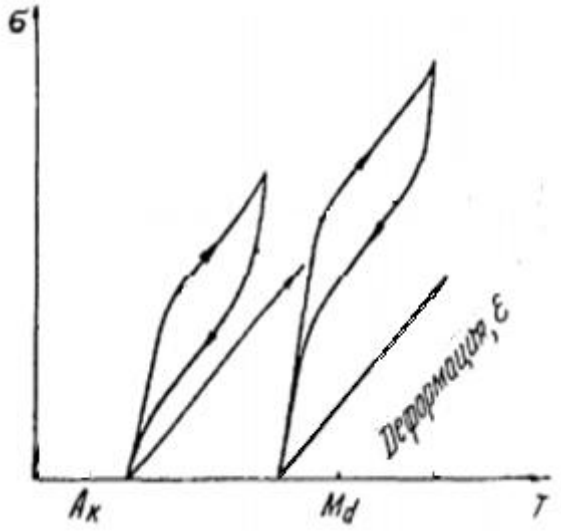


Рисунок 5- Диаграммы деформирования TiNi сплава в зоне сверхэластичности в зависимости от температуры

Таким образом, на начальных этапах коррекции зубного ряда может быть рекомендовано ограниченное число торговых марок сверхэластичных дуг из

TiNiсплава, параметры разгрузочного плато которых удовлетворяют условию $160 \le \sigma_c \le 200$ МПа.

2. Ортодонтические дуги с декоративными полимерными покрытиями

Основные требования, предъявляемые к конструкционнымстоматологическим материалам:биомеханическая и биохимическая совместимость, коррозионная стойкость в условиях полости рта, а также высокие физико-механические свойства (прочность, пластичность, упругость). В случае использования сплавов с ЭПФ и СЭ на основе TiNi, обладающих всеми этими характеристиками, основное внимание должно быть уделено состоянию поверхностного слоя, особенно – в динамических условиях: во-первых, для предотвращения диффузии никеля в среду полости рта; а во-вторых для сохранения химического состава и, как следствие, контроля над функциональными свойствами. Для снижения либо полного предотвращении значительной диффузии металлических ионов Ti и Ni в биологическую среду предлагались различные способы осаждения защитных покрытий, модификации поверхностных слоев методами электролитической обработки, воздействия электронными и ионными пучками, плазмой, лазером или термообработкой при различных температурах и давлениях.

В зависимости от назначения покрытий их можно классифицировать согласно схемы [27],представленной нарис. 6.

Рисунок 6 - Классификация покрытий медицинского назначения[27]

Металлы и сплавы не соответствуют в полной мере эстетическим требованиям современных стоматологических материалов и по своим теплофизическим характеристикам сильно отличаются от тканей натуральных зубов. В настоящее время полимеры занимают ведущее положение среди материалов для нужд ортопедической и ортодонтической стоматологии.Несоответствие механических свойств полимерных и композиционных материалов требованиям, предъявляемым к ортодонтическим устройствам, способствовало развитию технологий получения декоративных покрытий на их основе, что обеспечило эстетический внешний вид при сохраненииивысоких механическихкарактеристикметаллической дуги. В качестве таких покрытий наибольшее распространение получили политетрафторэтилен (ПТФЭ, тефлон),

эпоксидные смолы, разрабатываются также металлополимерные покрытия на основе элементов платиновой группы (табл. 2).

Таблица 2 –Ортодонтические дуги из TiNi сплава с полимерными и композиционными покрытиями

№	Бренд дуги	Производитель	Температура испытания, °С				Источник
			23	30	37	60	
16.	Euroline Micro-Coated	DB Orthodontics Ltd, Великобритания	+				[19]
17.	Orthocare Tooth Coloured	Ortho-Care, Великобритания	+				[19]
18.	High Aesthetic Sentalloy	GAC, США	+				[19]
19.	Epoxy Coated	ASTAR, Китай			+		[24]
20.	Polymercoated	DANY,Корея			+		[24]
21.	Teflon Coated	HUBIT, Корея			+		[24]
22.	Epoxy Coated	G&H,США			+		[24]
23.	Epoxy Coated	OPAL, США			+		[24]
24.	Epoxy Coated	Ortho Tech, США			+		[24]

Из рассматриваемых в настоящей работе покрытых СЭ дуг большинство имели оптимальное или близкое к нему значение характеристического напряжения σ_c (рис. 7). Три типа дуг –EurolineMicro-Coated (Великобритания), OrthocareToothColoured (Великобритания), HighAestheticSentalloy (США) – развивали слишком большие реактивные напряжения. Т.е. подбор состава полимера и технологии его нанесения принципиально позволяет достичь соответствия требованиям, предъявляемым к упруго-силовым характеристикам ортодонтических дуг из никелида титана.

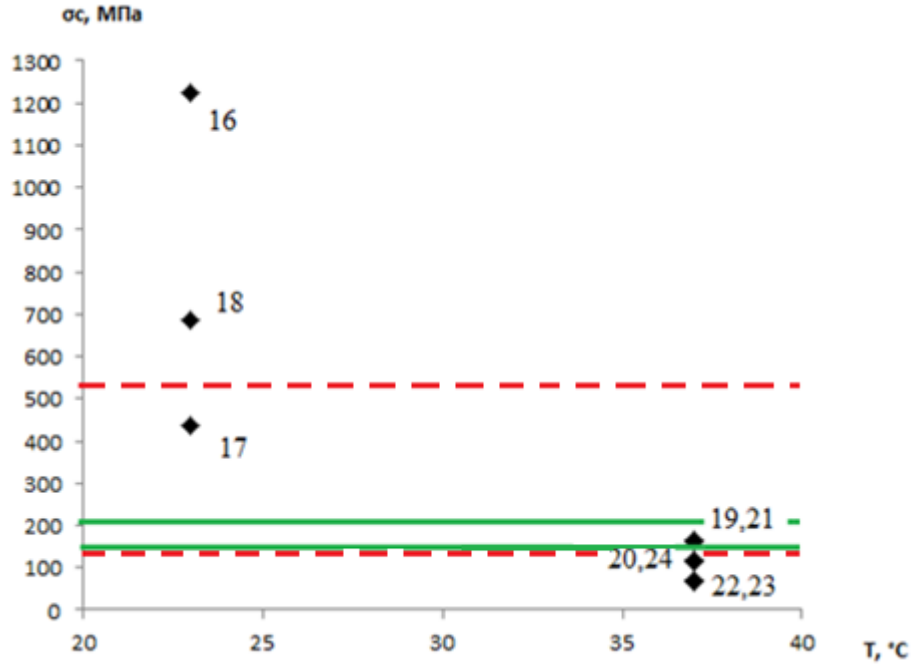


Рисунок 7 - Характеристические напряжения СЭ титан-никелевых дуг с полимерными декоративными покрытиями

Однако в процессе эксплуатации у полимерных покрытийвыявлен ряд недостатков:

~ подверженность расслаиванию и деградации после 6 недель клинического использования[28-30];

~ согласно [30]по крайней мере у половины пациентов былиотмечены изменения цвета тефлоновых покрытий с течением времени;

~ чрезмерный износ в местах контакта сверхэластичных дуг с брекетами[19].

Защитно-декоративные покрытия на поверхности никелида титана в случае его медицинского применения должны быть прочно сцепленными с основным материалом, иметь низкую шероховатость поверхности (низкий коэффициент трения), обладать эстетическим внешним видом и, что самое главное, сохранять работоспособность в пределах наводимых деформаций при функционировании изделия. Такие характеристики потенциально могут обеспечить методы **физического осаждения покрытий** (PVD), применяемыедля изменения поверхностных свойств металлов и сплавов.

3. Исследование функциональных свойств ортодонтических дуг из TiNiсплава с нанесенными вакуумно-плазменным методом защитно-декоративными нитрид-титановыми покрытиями

Вакуумно-дуговое осаждение – наиболее распространенный способ нанесения покрытий (тонких плёнок) в вакууме путём конденсации на подложку материала из плазменных потоков, генерируемых в катодном пятне вакуумной дуги. Метод используется для нанесения металлических, керамических и композитных пленок на изделия из материалов разного рода.Метод также известен как катодно-дуговое осаждение или метод КИБ – катодно-ионной бомбардировки или, по-другому, метод конденсации вещества из плазменной фазы в вакууме с ионной бомбардировкой поверхности (последнее – оригинальное авторское название создателей метода)[31].

Инициирование вакуумной дугиформирует на поверхности катода несколько точечных (размерами от единиц микрон до десятков микрон) эмиссионных зон – «катодных пятен» (рис. 8).

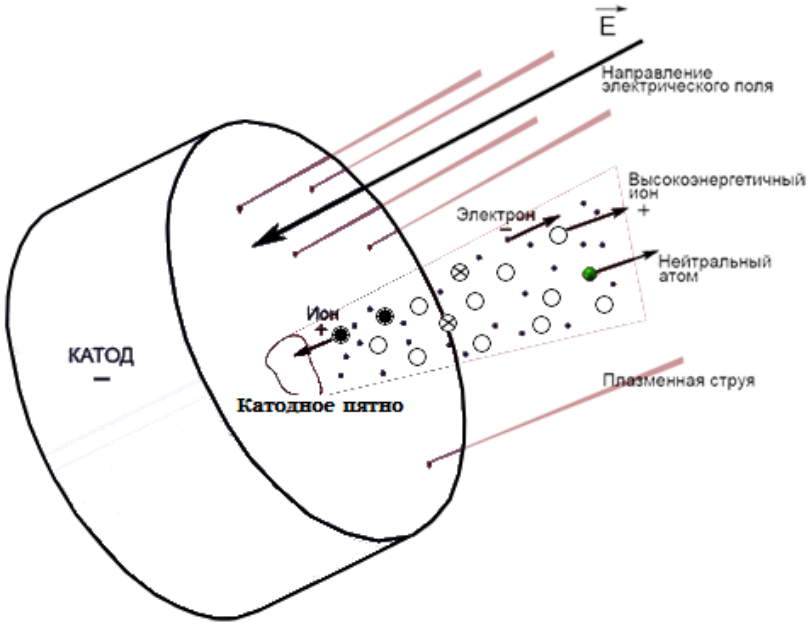


Рисунок 8 - Схема катодного пятна при вакуумно-дуговом осаждении

Локальная температура катодного пятна очень высока (порядка 15000 °C), что вызывает интенсивное испарение и ионизацию в нем материала катода с образованием потоков плазмы, распространяющихся из катодного пятна в камеру вакуумной установки. Плазменный поток состоит из заряженных ионов, нейтральных частиц, кластеров (макрочастиц, капель).

Основным направлением использования метода КИБ можно считать получение нитридных покрытий, среди которых наибольшее распространение получили покрытия системы Ti-N. Для них характерны следующие особенности:

~ покрытия обладают высокой адгезионной прочностью с материалом подложек из металлов и сплавов, стекла, керамики, пластмассы и др. материалов;

~ микротвердость покрытий находится в пределах от 12 до 60 ГПа в зависимости от их состава и режимов осаждения;

~ покрытия являются устойчивыми к воздействию агрессивных сред, а также к дезинфекции и стерилизационной обработке в средах различных составов;

~ покрытия характеризуются высокими декоративными свойствами за счет имитации цвета золота.

Вакуумно-дуговые TiN покрытия традиционно применяют для повышения износостойкости рабочих поверхностей, защиты материала основы от воздействия агрессивных сред, снижения коэффициента трения контактирующих поверхностей, декорирования и отделки.

В «ИТА НАН Беларуси» совместно с ЗАО «Медицинское предприятие «Симург» (г. Витебск, Беларусь) разработан **способ задания формы для ортодонтических дуг из TiNi сплава с одновременным нанесением биоинертного покрытия нитрида титана** [32], при котором высокотемпературное воздействие обеспечивается бомбардировкой обрабатываемой поверхности ионами титановой плазмы, а осажденное покрытие выступает в роли барьерного слоя для повышения биосовместимости изделия из TiNi сплава.

Для проведения исследований использовали проволочные образцы никелида титана Ti-50,8 ат.% Niдиаметром 0,5 мм, изготовленных в ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (г. Москва). Выбор указанного материала обусловлен широким его использованием для изготовления сверхэластичных ортодонтических дуг.

Предварительная подготовка образцов перед нанесением покрытий включала в себя очистку от загрязнений и обезжиривание поверхности в ультразвуковой ванне установки УЗУ-0,25 в среде Нефрас-С2-80/120.После ультразвуковой обработки образцыдеформировали в форме идеального зубного ряда, фиксировали в стесненном состоянии, размещали на технологической оснастке и производили сушку в лабораторнойпечи СНОЛ 12/12 при температуре 50-100 °С в течение 10-40 мин.

Осаждение TiN покрытий осуществлялось в специальной вакуумной камере установки «Булат-6», оснащенной сепаратором плазменного потока и поворотным столом карусельного типа. В качестве испаряемого материала использовали титан марки ВТ 1-0. Ионная очистка производилась при токе дуги 110 А и ускоряющем напряжении 800-1100 В. Путем снижения напряжения на подложке до 100 В осуществлялся переход на режим осаждения: сначала – переходного температурно-защитного подслоя титана в течение 2 мин. Затем, не прекращая испарения титана, производился плавный напуск азота до достижения давления $3x10^{-1}$-$4x10^{-1}$ Па, обеспечивая осаждение наружного декоративного слоя нитрида титана в течение 5-45 мин.После окончания процесса осаждения во избежание возникновения микронапряжений в пленкеразгерметизацию камеры осуществляли по истечении 10-15 минут.

Для исследования функциональных параметров образцовдуг из TiNiсплава проводили механические испытания по схеме трехточечного изгиба на базе 10 мм при температуре 23 ± 3 °С и скорости нагрузки/разгрузки ~ 1 мм/мин. Для проведения испытаний на опоры, расстояние между которыми (*l*, мм), помещали образец. Измеряя нагрузку (*F*, Н) и прогиб образца (*y*, мм) с учетом диаметра проволоки (*d*, мм) определяли значения прикладываемого напряжения (σ) и соответствующей деформации (ε) образца по следующим формулам [33]:

$$\sigma = \frac{8Fl}{\pi d^3}, \qquad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{6yd}{l^2} \cdot 100\%. \qquad (2)$$

Деформирование осуществляли в режиме циклирования до достижения деформации 1,5; 3; 4,5 и 6 % (рис. 9).При ε=1,5 % для всех режимов напряжение не достигало фазового предела текучести, т.е. кривая не выходила на плато. Также видно, что для каждого режима осаждения напряжения, соответствующие началу обратного мартенситного перехода и окончания прямого, для различных наведенных деформаций остаются неизменными.

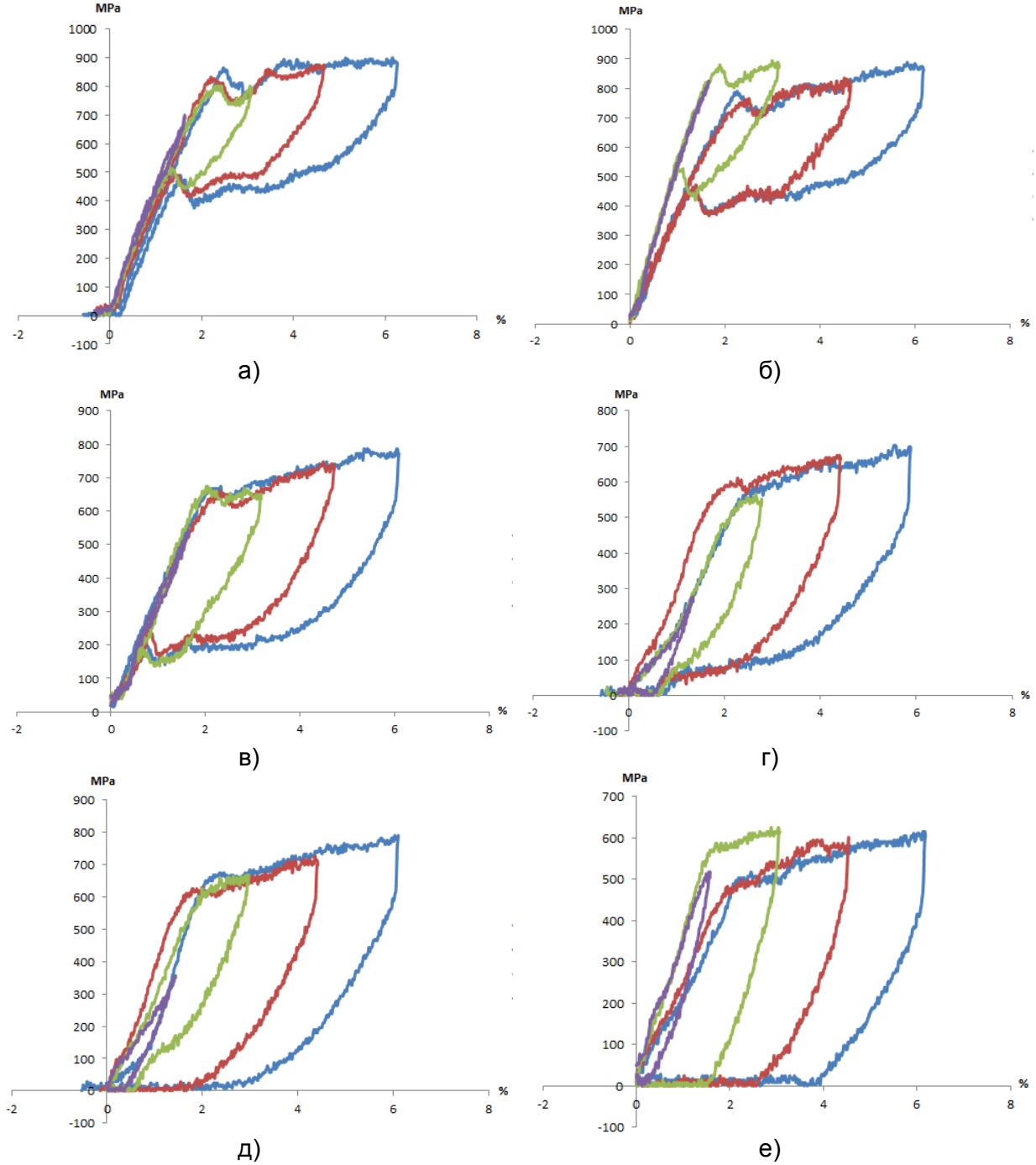
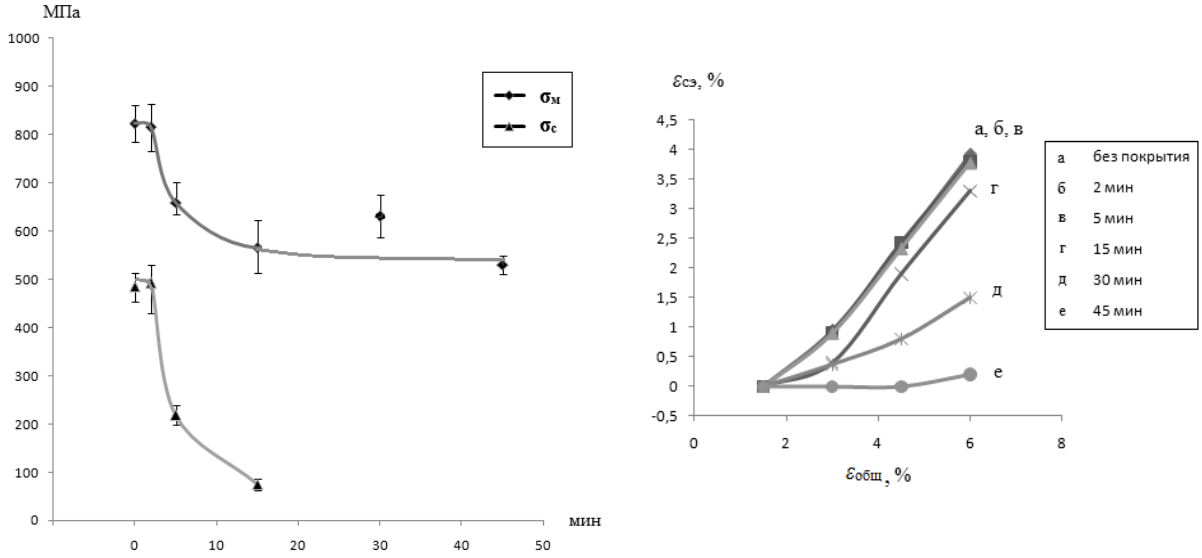


Рисунок 9 - Деформационные кривые, полученные по методу трехточечного изгиба TiNi проволочных дуг без покрытия (а) и с TiN покрытиями, осажденными в течение: 2 мин (б), 5 мин (в), 15 мин (г), 30 мин (д), 45 мин (е)

Плато разгрузки наблюдалосьу исходного образца, а также после осаждения TiN покрытий в течение от 2 до 15 мин. Количественно упруго-силовые характеристики для различных режимов осаждения представлены на рис. 10.Зависимости фазового предела текучести ($\sigma_м$) и характеристического напряжения (σ_c) от времени осаждения нитрид-титановых покрытий при деформировании на 6 %(рис. 10а) имели похожий вид:

резкий спад в интервале от 2 до 15 мин и стабилизация с небольшим градиентом при t>15 мин (нулевые значения для σ_c).
С точки зрения эффективности мартенситной неупругости наиболее выгодны режимы осаждения, удовлетворяющие условию 5≤t≤15 мин, при которых величина $\sigma_м$ имела близкие к минимуму значения – от 550 до 600 МПа, а σ_c – от 75 до 220 МПа, т.е. попадала в оптимальный диапазон рабочих напряженийортодонтических дуг.



а) б)

Рисунок 10 - Упруго-силовые характеристики образцов TiNi дуг с покрытиями нитрида титана, осажденными в течение различного времени

Сверхэластичная деформация $\varepsilon_{сэ}$, определяемая из соотношения (3), также варьировалась для образцов TiNiдуг после напыления в течение различного времени (рис. 10б). В интервале от 0 до 5 мин она имела максимальные значения для всех наведенных деформаций ($\varepsilon_{общ}$)– кривые а-в. Появление остаточной деформации ($\varepsilon_{ост}$) при циклировании образцов, подвергнутых напылению при t≥15 мин, снижает величину $\varepsilon_{сэ}$ и, как следствие, приводит к уменьшению ресурса работы изделия за счет эффекта сверхэластичности вплоть до нулевого уровня (при t=45 мин).

$$\varepsilon_{\text{сэ}} = \varepsilon_{\text{общ}} - \varepsilon_{\text{у}} - \varepsilon_{\text{ост}} \qquad (3)$$

Таким образом, за счет изменения времени осаждения TiNпокрытий можно варьировать упруго-силовые характеристикиСЭ дуг из никелида титанас целью достижения оптимальных показателей. Кинетику и температуры мартенситных превращений TiNi образцов исследовали методом дифференциальной сканирующей калориметрии с помощью прибора DSC822^e (MettlerToledo, Швейцария). Скорость охлаждения и нагрева образцов составляла от 2 до 10 °С/мин.
Исходный материал в состоянии поставки при комнатной температуре находился в аустенитной фазе и имел слабо выраженные пики мартенситных превращений в широком температурном интервале – от -43 до 8 °С (рис. 11), что говорит, по всей видимости, о деформационном наклепе материала при изготовлении.

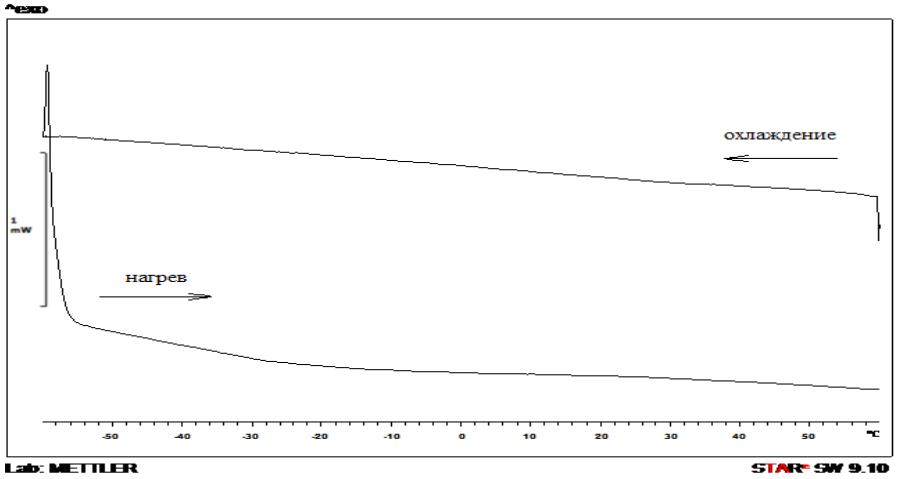


Рисунок 11 - ДСК кривые для сплава Ti-50,8 ат.% Ni в состоянии поставки

Осаждение покрытия нитрида титана, которое сопровождается термическим воздействием до 400 °С, привело к изменениям кинетики обратимых мартенситных превращений (рис. 12):

~ 2≤*t*<15 мин – смещение пиков в сторону больших температур при сохранении «размытости» (кривые б, в);

~ *t*≥15 мин – продолжение тенденции увеличения характеристических температур и явно выраженные пики (кривые г-е).

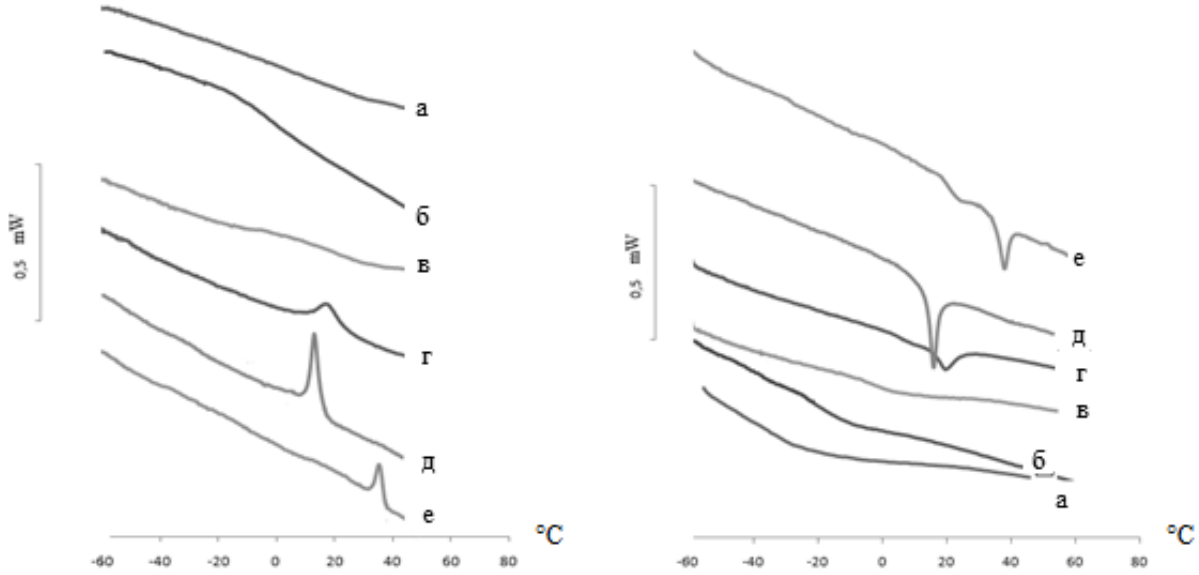


Рисунок 12 - Калориметрические зависимости при охлаждении (слева) и нагреве (справа)TiNi образцов без покрытия (а) и с TiN покрытиями, осажденными в течение: 2 мин (б), 5 мин (в), 15 мин (г), 30 мин (д), 45 мин (е)

При этом гистерезис переходов не превышал 5 °С, на основании чего можно сделать вывод о реализации в материале после ионно-плазменной обработки мартенситного превращения через R-фазу[34]. Для режимов 15 и 30 мин (кривые г и д) в исследуемом температурном диапазоне присутствуют пики, соответствующие переходам B2↔R, для 45 мин (кривая е): B2→R и B19’→R→B2.

Наиболее важной характеристической температурой в случае медицинского применения TiNiсплава является $A_к$ – температура окончания обратного превращения. Зависимость изменения ее величины от времени осаждения TiNпокрытия (рис. 13) имеет достаточно нерегулярный характер.

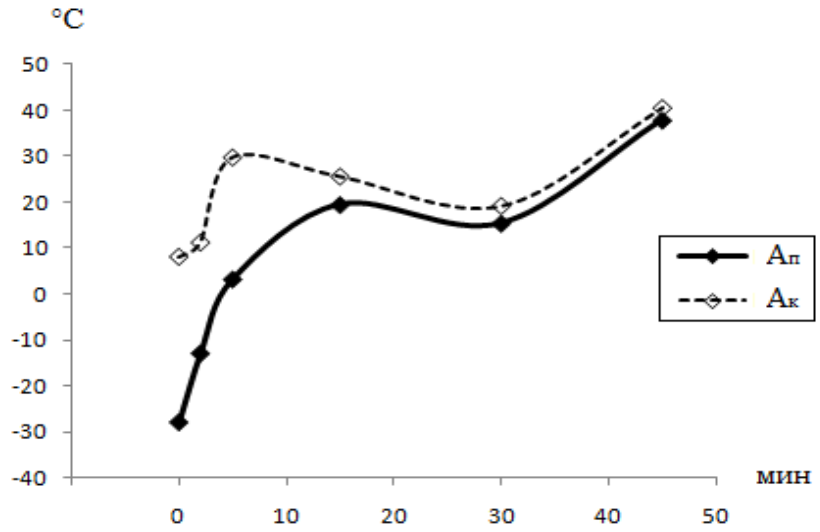
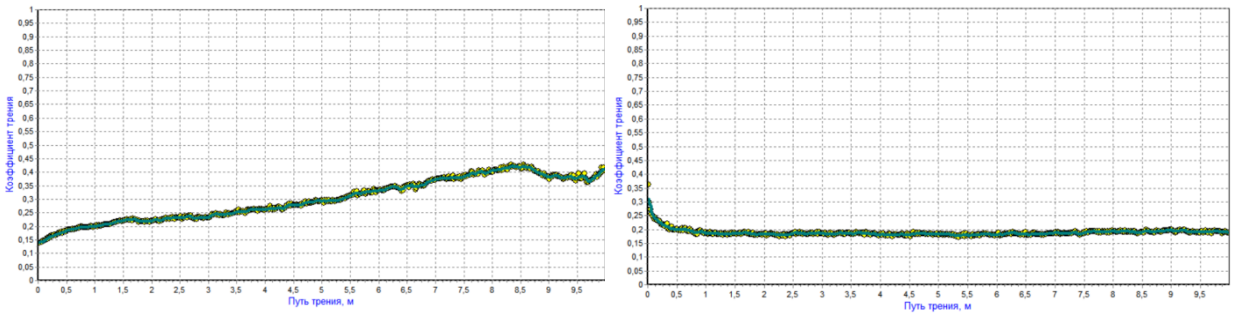


Рисунок 13 - Зависимости характеристических температур TiNi образцов от времени осаждения покрытия нитрида титана

В соответствии с [35] начальная и конечная температуры фазовых переходов определяются как температуры точек пересечения касательных, экстраполирующих кривую зависимости теплового потока от температуры в области фазового превращения. Однако в этом случае получаемые результаты могут значительно варьироваться в зависимости от способа проведения касательных. С учетом «размытости» пиков для исследуемых образцов TiNidуг с покрытиями целесообразно температуры фазового перехода соотносить с температурой, соответствующей тепловому пику, иными словами температуру пика ($A_п$) считать температурой окончания фазового превращения. Можно отметить, что разница между пиковой температурой и конечной постепенно уменьшается с ростом времени ионно-плазменного воздействия (рис. 13), т.е. температурные пики приобретают выраженный характер. Изменение величины $A_п$ в зависимости от режима осаждения имело вид, близкий к экспоненциальной зависимости. Как уже отмечалось ранее, образец без покрытия имел размытый пик в районе -30 °С. После нанесения TiNпокрытий температура $A_п$ неизменно росла с увеличением времени осаждения: в интервале от 2 до 15 мин – более резко (с -12 до 20 °С), на участке от 15 до 45 мин – плавно до 38 °С. Стабилизация величины $A_п$ в пределах 15÷20 °С и узкий интервал превращения характерно для случая $15 \le t \le 30$ мин и является наиболее оптимальным вариантом, поскольку обратное превращение завершается при температуре чуть ниже комнатной. В этом случае для деформирования проволочной дуги в мартенситной фазе необходимо лишь незначительное ее охлаждение, а при введении в полость рта и нагреве до температуры ~37 °Сизделие гарантированно будет находиться в сверхэластичном состоянии.

Основным недостатком метода КИБ является наличие дефектов в виде частиц капельной фазы α-Ti, чтоприводит к изменению параметров шероховатости поверхности и, как следствие, к увеличению коэффициента трения –$K_{тр}$. Данные о нем были получены с помощью комплекса по исследованию процессов трения [36], обеспечивающему возвратно-поступательное движение образца относительно индентора. В качестве индентора использовался шарик диаметром 3,15 мм из стали марки ШХ15, а для сравнения испытанию подвергли также проволочный TiNiобразец после термообработки при 550 °С в течение 15 мин. Полученные результаты (рис. 14) выявили повышение коэффициента трения (до 0,4) для образца, подвергнутого термической обработке, в сравнении с покрытым нитридом титана образцом ($K_{тр}$=0,2). Это вызвано, по всей видимости, наличием на поверхности и, особенно, в объеме покрытия мягкой фазы непрореагировавшего титана. Низкие значения коэффициента

трения позволяют использовать TiNi сплав с нанесенным TiN покрытием при производстве сверхэластичных дуг в ортодонтической стоматологии [37].



а) б)

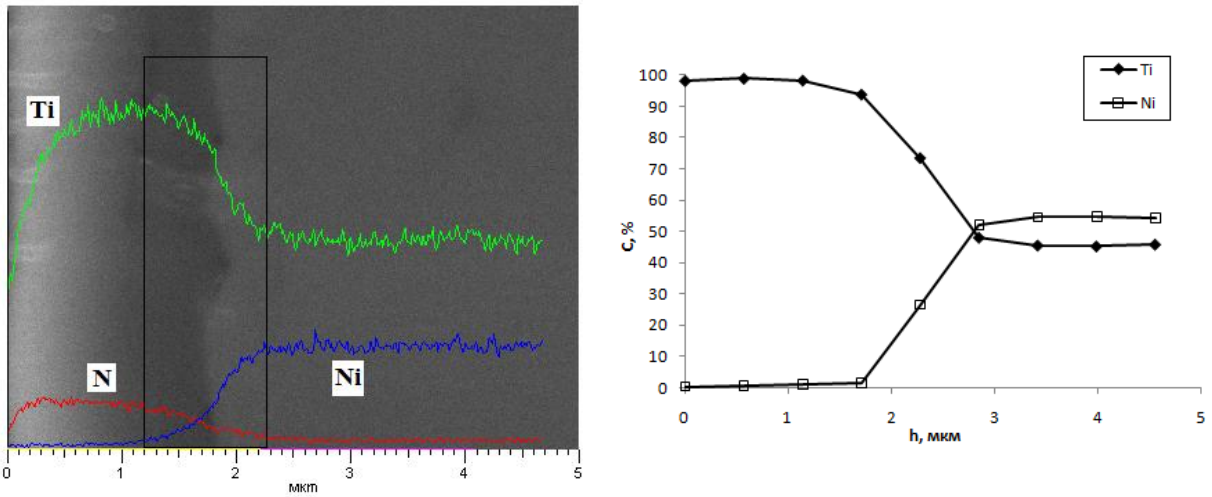
Рисунок 14 - Зависимости $K_{тр}$ от длины пути индентора для TiNi образца после отжига (а) и после нанесения TiN покрытия (б)

Присутствие на поверхности TiNi дуги барьерного слоя нитрида титана, полученногометодом КИБ, оправдано в случае, если он удовлетворяет, по крайней мере, двум условиям:

– имеет низкую шероховатость для снижения сил трения между дугойи брекетом;

– обеспечивает безникелевый слой на поверхности дуги для повышения биосовместимости материала изделия.

Анализ распределения элементов покрытия и подложки в поперечном шлифе образца TiNi дуги (рис. 15) не выявил присутствия никеля в поверхностном слое покрытия вплоть до глубины 1,2 мкм от поверхности. Можно сделать вывод о формировании переходной диффузионной зоны, в которой наблюдается постепенное возрастание концентрации Ni с одновременным снижением содержания титана и азота. При этом переходная зона симметрично расположена относительно границы раздела «покрытие-подложка», ее ширина составила ~1 мкм. На глубине около 2,2 мкм концентрационные профили титана и никеля выравниваются и соответствуют исходному материалу.



а) б)

Рисунок 15 - Распределение элементов композиции «TiNi подложка-TiN покрытие» в поперечном сечении образца (а); концентрационные профили элементов Ti и Ni в покрытии, переходной зоне и подложке (б)

4. Заключение

Применяемые в ортодонтической стоматологии импортные сверхэластичные дуги по своим функциональным характеристикам существенно различаются. Однако лишь немногие могут быть рекомендованы к использованию на начальных этапах коррекции зубного ряда, поскольку развивают слишком большие, потенциально дискомфортные и травматичные, реактивные напряжения.

Ортодонтические дуги с полимерными покрытиями находят все большее применение, т.к. имеют эстетический внешний вид, однако для них характерны повышенный износ и потемнение цвета при длительной эксплуатации.

Осажденные вакуумно-плазменным способом покрытия нитрида титана выступают в качестве барьерного слоя на поверхности изделий из медицинского сплава Ti-50,8 ат.% Ni для предотвращения выхода никеля в биосреду, а термическое воздействие (~400 °C) при осаждении позволяет сформировать требуемый комплекс упруго-силовых характеристик и функциональных свойств в материале изделия. В частности, за счет подбора времени осаждения можно достичь оптимальных значений характеристического напряжения (160÷200 МПа) и температуры окончания обратного мартенситного превращения, реализуемого вблизи комнатной температуры.

Для успешного внедрения в стоматологической практике предложенной технологии необходимо проведение дальнейших исследований, направленных на изучение работоспособности покрытий при деформировании в зоне сверхэластичности, а также проведение коррозионных испытаний и оценку биологической надежности образцов дуг с нитрид-титановыми покрытиями, в результате чего будут разработаны опытные образцы медицинских изделий – ортодонтических СЭ дуг с защитно-декоративными покрытиями.

Список литературы

1. Kusy R.P. A review of contemporary archwires: Their properties and characteristics // Angle Orthodontist. – 1997. – Vol.67, No 3. – P. 197-206.

2. Burstone C.J., Qin B., Morton J.Y. Chinese NiTi wire: A new orthodontic alloy // Am J Orthod. – 1985. – Vol.87. – P.445-452.

3. Miura F., Mogi M., Ohura Y., Hamanaka H. The super-elastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics // American Journal of Orthodontics and DentofacialOrthopedics. – 1986. – Vol.90(1). – P.1-10.

4. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения / В.Э. Гюнтер, В.Н. Ходоренко, Ю.Ф. Ясенчук и др. – Томск: НПП МИЦ, 2006. – 296 с.

5. Dental materials and their selection / ed. by William J. O'Brien. – Quintessence Publ.Co. Inc., 2002. – 418 p.

6. Brailovski V. Foundations of heat and thermomechanical treatments and their effect on the structure and properties of titanium nickelide-based alloys // The physics of metals and metallurgy. – Vol. 97, supple 1. – 2004. – P. 3-55.

7. Segner D., Ibe D. Properties of superelastic wires and their relevance to orthodontic treatment // European Journal of Orthodontics. – Vol. 17 (5). – 1995. – P. 395-402.

8. Yijin R., Jaap C.M., Kuijpers-Jagtman A.M. Optimum force magnitude for orthodontic tooth movement: a systematic literature review // Angle Orthod. – 2003. – Vol.73. – P.86-92.

9. Sarul M., Kowala B., Antoszewska J. Comparison of elastic properties of nickel-titanium orthodontic archwires // Adv Clin Exp Med. – 2013. – Vol.22, Issue 2. – P. 253-260.

10. Profitt W.R, Fields H.W. Contemporary Orthodontics / 4th ed. St. Louis: Mosby, 2007. – 768 p.

11. Reitan K.Some factors determining the evaluation of forces in orthodontics // Am J Orthod. – 1957. – Vol.45. – P.817-830.

12. Rock W.P., Wilson H.J. Forces exerted by orthodontic aligning archwires // British Journal of Orthodontics. – 1998. – Vol. 15. – P. 255-259.

13. Weiland F. Constant versus dissipating forces in orthodontics: the effect on initial tooth movement and root resorption // Eur J Orthod. – 2003. − Vol.25. − P.335-342.

14. Stoner, M.M. Force control in clinical practice / M.M. Stoner // American Journal of Orthodontics. – 1960. – Vol. 46, Issue 3. – P. 163-186.

15. Технологические особенности получения сверхэластичных ортодонтических дуг на основе TiNi/В.В.Клубович,С.Н.Милюкина, В.В.Рубаник, В.В.Рубаник мл., В.А.Андреев // Материалы, технологии, инструменты. – 2014. – Т.19, №2. – С.62-67.

16. Load-deflection characteristics and force level of nickel titanium initial archwires / L.Lombardo, M.Marafioti, F.Stefanoni, F.Mollica, G.Siciliani // Angle Orthodontist. – 2012. – Vol.82, No 3. – P. 507-520.

17. Aghili H., Yassaei S., Joshan N., Hoseini N. Comparison of the load-deflection characteristics of aesthetic and conventional super elastic Ni-Ti orthodontic arch wires in conventional and metal-insert ceramic brackets // Journal of Clinical and Diagnostic Research. − 2016. – Vol. 10(12). − P.6-9.

18. Katsikogianni E. Experimental Investigation of the Biomechanical Properties of a Newly Introduced Self-ligating Bracket: Inaugural-Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades / E. Katsikogianni. –Bonn, 2014. – 93 p.

19. Flanagan J. Comparison of the mechanical and surface properties of retrieved and unused aesthetic orthodontic archwire / M.Phil. thesis. – University of Birmingham, 2015. – 78 p.

20. Schaus J.G., Nikolai R.J. Localized, transverse, flexural stiffnesses of continuous arch wires // Am J Orthod. – 1986. – Vol.89. – P.407-414.

21. Es-Souni M., Fischer-Brandies H.On the properties of two binary NiTi shape memory alloys.Effects of surface finish on the corrosion behaviour and in vitro biocompatibility // Biomaterials. – 2002. – Vol.23. – P.2887-2894.

22. Es-Souni M., Fischer-Brandies H., KockN., Raetzke K., BockO. Transformation Behavior, Chemical Composition,Surface Topography and Bending Properties of FiveSelected 0.016x0.022"NiTi Archwires // J Orofac Orthop. – 2003. – Vol.64. – P.88-99.

23. Load–deflection characteristics of superelastic and thermal nickel–titanium wires / E. Gatto, G. Matarese, G.Di Bella, R. Nucera, Ch. Borsellino and G. Cordasco // Eur J Orthod. – 2013. – Vol.35(1). – P.115-123.

24. Abaas H.D., Al-Huwaizi A.F.Load-deflection characteristics and force levels of coatednickel titanium orthodontic archwires// J Bagh Coll Dentistry. – 2015. – Vol.27(2). – P.154-157.

25. Mallory D.C., English J.D., PowersJ.M., Brantley W.A., Bussa H.I. Force-deflection comparison of superelastic nickel-titanium archwires // Am J Orthod Dentofacial Orthop. – 2004. – Vol.126(1). – P.110-112.

26. ISO 15841:2014 – Dentistry. Wires for use in orthodontics.

27. WangG. andZreiqatH. FunctionalCoatingsorFilmsforHard-TissueApplications: review // Materials. – 2010, 3. – P.3994-4050.

28. Neumann P., Bourauel C., Jager A. Corrosion and permanent fracture resistance of coated andconventionalorthodonticwires // Journal of Materials Science-Materials in Medicine. – 2002. – Vol.13(2). – P.141-147.

29. ElayyanF., SilikasN., BearnD. Exvivosurfaceandmechanicalpropertiesofcoatedorthodonticarchwires //European Journal Orthodontics. – 2008. – Vol.30(6). – P.661-667.

30. Bradley T.G., BerzinsD.W., ValeriN., PruszynskiJ., EliadesT., KatsarosC. Aninvestigationintothemechanicalandaestheticpropertiesofnewgenerationcoatednickel-titaniumwiresintheas-receivedstateandafterclinicaluse. – EuropeanJournalofOrthodontics. – 2013. – P.209-296.

31. Методы нанесения упрочняющих покрытий: методические указания к курсовому и дипломному проекту / сост. С. Г. Мелихов. – Москва: Моск. гос. ин-т Электроники и математики, 2004. –28 с.

32. Способ изготовления биоинертного изделия из материала с эффектом памяти формы на основе никелида титана: пат. 19507 Респ. Беларусь, МПК A 61F 2/86, A 61F 2/94 / В.В. Рубаник, В.В. Рубаник мл., Д.А. Багрец, В.Г. Дородейко; заявители: ГНУ «ИТА НАН Беларуси», ЗАО «Медицинское предпр. Симург». – № a 20130042; опубл. 30.10.15 // Афіцыйны бюл. / Нац. цэнтр інтэлектуал. уласнасці. – 2015. – №5. – С.43.

33. Феодосьев В.И. Сопротивление материалов: Учебник для вузов. – 10-е изд., перераб. и доп. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 1999. – Т.2. – 592 с.

34. Beyer J. DSC-Analysis of thermomechanically treated TiNi shape memory alloy / J. Beyer, P.A. Besselink, A.J. Aartsen // Thermochimica Acta, 85 (1985). – P. 187-190.

35. ASTM F2004-17. – Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis.

36. Клубович В.В., Рубаник В.В., Багрец Д.А. Влияние режимов низкотемпературного отжига на адгезионные свойства TiN покрытий // Трение и износ. – 2012. – Т.33, №5. – С. 508-511.

37. Al Jabbari Y.S., Fehrman J., Barnes A.C., Zapf A.M., Zinelis S. and Berzins D.W. Titanium Nitride and Nitrogen Ion Implanted Coated Dental Materials // Coatings. – 2012. – №2. – P. 160-178.

Глава 4 ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ И ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ, ОСАЖДАЕМЫХ ИЗ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА

Латушкина С.Д., Посылкина О.И.
Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь,
E-mail:phti@tut.by

Введение

Метод формирования поверхностных слоев с использованием плазмы вакуумно-дугового разряда получил широкое распространение за возможность достижения высокого уровня эксплуатационных свойств покрытия при использовании первичной энергии плазменного потока [1–3]. Характерной особенностью метода является высокая химическая активность испаряющегося материала, который состоит из ионизированного потока низкотемпературной плазмы и макрочастиц, нейтральных атомов. Ввиду высокой плотности энергии в катодном пятне дугового разряда возможно испарение любых электропроводящих материалов, в том числе тугоплавких материалов IV-VI групп Периодической системы элементов. В настоящее время широкое использование в качестве твердых износостойких покрытий находят покрытия на основе нитридов переходных металлов (титана, циркония, хрома), известных своими высокими механическими характеристиками. Однако такие покрытия являются недостаточно стабильными при повышенных температурах, вследствие чего происходит их рекристаллизация, а также изменяются структура и свойства. Также столбчатая структура мононитридных покрытий не обеспечивает высокой коррозионной стойкости формируемых слоев.

В настоящее время активно развиваются научно-технологические основы формирования многокомпонентных покрытий на базе нитрида титана, легированного B, C, Al, Si, Cu или Cr, которые, обладая повышенной твердостью, позволяют увеличить стойкость и улучшить эксплуатационные свойства изделий [4-6].

В тоже время осаждение покрытий сложного элементного состава вакуумно-дуговым методом наталкивается на технологические сложности, связанные с необходимостью получения однородной многокомпонентной плазмы. Существует несколько методов для создания многокомпонентной плазмы [7-8]:

– одновременное испарение нескольких катодов (мишеней) различного элементного состава;

– применение мозаичных катодов, состоящих из нескольких однокомпонентных частей;

– применение композиционных сплавных катодов.

Применение мозаичных катодов часто приводит к технологическим сложностям из-за различных скоростей дуговой эрозии частей катода. В случае получения катодов самораспространяющимся высокотемпературным синтезом сложно варьировать их элементный состав в широком интервале, так как предлагаемый метод может быть реализован в ограниченном диапазоне концентраций порошковых компонентов. При этом в обоих случаях не всегда удается сохранить идентичность элементного состава материала катода и осажденного покрытия.

Поэтому представляет интерес способ одновременного испарения нескольких катодов из чистых металлов, при котором конденсация покрытия происходит из ионных потоков от нескольких источников, что существенно расширяет технологические возможности метода, позволяя получать как многокомпонентные, так и многослойные и градиентные покрытия.

Особенностью и основным недостатком вакуумного дугового разряда является наличие в плазменном потоке микрокапельной фракции материала катода. Характерный диапазон размеров капель для различных материалов составляет 0,1–20 мкм. Число капель и их характерный размер зависят от теплофизических свойств материала катода — теплопроводности, температуры плавления. Наличие

микрокапельной фракции в плазменном потоке нарушает однородность наносимых покрытий и ухудшает их эксплуатационные характеристики. Присутствие капельных включений микронных размеров в объеме и на поверхности покрытий является особенно критичным при формировании наноструктуры конденсатов. Существует несколько подходов для решения проблемы уменьшения макрочастиц в потоке плазмы:

1) повышение скорости перемещения катодных пятен по активной области катода [9].

2) использование кратковременного импульсного вакуумно-дугового разряда, приводящего к распаду катодного пятна на множество мелких катодных пятен, быстро перемещающихся по поверхности катода [10].

3) применение магнитной фокусировки плазменного потока для повышения соотношения плотности конденсируемого потока ионов к плотности потока макрочастиц [11].

4) использование магнитоэлектрических фильтров [12].

Наиболее надежным способом разделения капельной и заряженной компонент плазменного потока, генерируемого электродуговым испарителем, является сепарация составляющих потока в магнитном поле [13]. Способ основан на явлении распространения плазмы вдоль силовых линий магнитного поля. Последнее оказывает незначительное воздействие на макрочастицы вследствие малого отношения заряда к массе. Использование плазмооптического сепаратора плазмы в процессах электродугового осаждения покрытий позволит расширить технологические возможности метода как в области улучшения функциональных свойств покрытий, так и в области расширения класса материалов, упрочняемых потоками металла из низкотемпературной плазмы.

Твердорастворное, дисперсионное, зернограничное упрочнения — основные механизмы, имеющие место при осаждении многокомпонентных покрытий [14]. Физико-механические свойства износостойких покрытий изменяются путем упрочнения растворенными атомами, так как покрытия конструируются на базе концентрированных твердых растворов или химических соединений.

Одним из наиболее распространенных механизмов упрочнения материалов, широко используемым в технике, является твердорастворное упрочнение, которое основано на введении в кристаллическую решетку основного металла элементов замещения или внедрения. Твердорастворное упрочнение реализуется вследствие способности металлов образовывать между собой, а также с неметаллами либо отдельные фазы, либо смеси фаз.

Модифицирование твердых растворов за счет легирования материала покрытия технологически возможно по двум механизмам: формирование раствора внедрения в подрешетке металлоида и раствора замещения в подрешетке металла. В первом случае процесс осуществляется за счет направленного изменения состава газовой среды в камере и наличия в ней остаточных газов, при этом образовывается соединение по типу MeX_1X_2, во втором добавлением различных металлов с образованием соединений по типу Me_1Me_2X. В случае твердорастворного упрочнения материала покрытия по второму механизму все легирующие элементы подразделяются на две большие группы: элементы, образующие соединения с неограниченной растворимостью и элементы, образующие соединения с ограниченной растворимостью или не взаимодействующие с основным соединением.

При легировании твердого раствора TiN к элементам первой группы относятся Zr, Mo, Cr, V, Ta, Nb, Hf. Они также как нитрид титана образуют нитриды с гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой, обладают высокой твердостью и износостойкостью. В силу их взаимной неограниченной растворимости с нитридом титана состав покрытия можно регулировать в широких пределах и тем самым подбирать его свойства.

Среди элементов, образующих соединения с ограниченной растворимостью в TiN, можно выделить Al, Fe, Si, B. Ограниченная взаимная растворимость таких

нитридов, а также наличие тройных соединений позволяет предположить, что в покрытиях на основе нитрид титана, легированного данными элементами, кроме механизма твердорастворного упрочнения возможно действие механизма дисперсионного упрочнения (повышение прочности сплава вследствие образования в нем дисперсных упрочняющих фаз при распаде пересыщенного твердого раствора). Представляют интерес для использования в качестве легирующих компонентов элементы, не образующие нитриды с необходимым комплексом свойств, но образующие химические соединения (интерметаллиды) с титаном как основы покрытия. К таким элементам относятся никель и медь. Введение их в состав покрытия также может привести к дополнительному упрочнению материала покрытия.

Цель работы – изучение особенностей структурообразования и защитных свойств многокомпонентных покрытий, осажденных с использованием потоков сепарированной плазмы вакуумно-дугового разряда, на основе нитрида титана, легированного элементами с различной растворимостью и химической активностью.

Методы испытаний

В настоящей работе применялась система сепарации плазменного потока от макрочастиц, включающая двухканальный Y-образный плазменный фильтр и систему магнитных катушек (соленоидов) для осаждения как многокомпонентных, так и многослойных покрытий (рис.1) [15]. Для получения покрытий распыляли катоды из титана и алюминия, или циркония, или меди в среде азота. Управление фазовым составом покрытий обеспечивали изменением тока дугового разряда на дополнительном катоде (алюминиевый, циркониевый, медный).

Рентгеноструктурный анализ покрытий проводили с помощью дифрактометра ДРОН-3 в интервале углов 30–120 град в фильтрованном CuK_α-излучении. Использование основных характеристик дифракционных максимумов позволило рассчитать параметр решетки (*d*), размер областей когерентного рассеяния (*L*) материала осаждаемых покрытий.

Поверхность и структура пленок исследовалась на растровом электронном микроскопе РЭМ S-4800 Hitachi. Элементный состав покрытий определяли электронным микрозондом JEOL JXA 8500-F. Анализ дефектности поверхности формируемых многокомпонентных покрытий проводился с помощью металлографического комплекса на основе микроскопа Микро 200.

Коэффициент трения осажденных покрытий измеряли на трибометре при следующих параметрах: контртело–шарик из стали ШХ15 диаметром 5,5 мм, нагрузка на контртело 0,4 Н, скорость 120 об/мин, радиус 10 мм.

Микротвердость покрытия измеряли нанотвердомером Duramin при нагрузке 25 г.

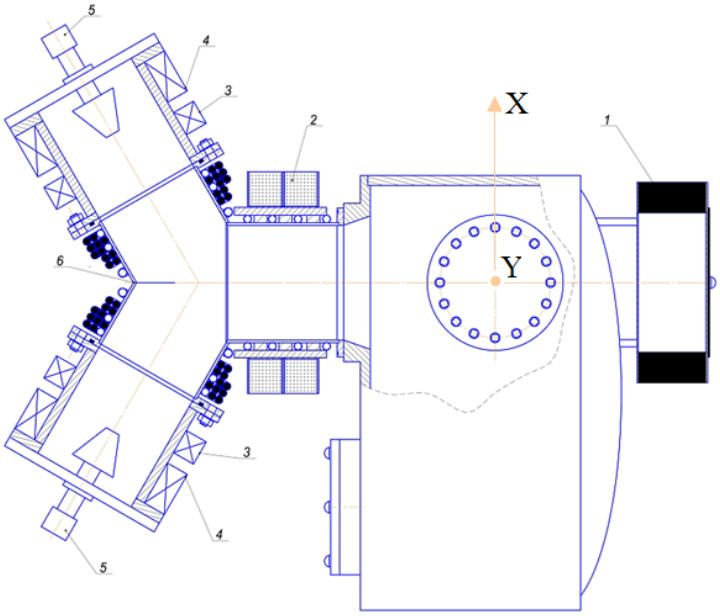
Термообработка покрытий проводилась в муфельной печи СНОЛ модели 25/12 при требуемой температуре в течение 30 мин, после чего проводилось охлаждение образцов в выключенной открытой печи.

Для определения адгезии использовали скретч-тестер REVETEST (CSM Instruments), оборудованный датчиком акустической эмиссии, который позволяет определить момент начала растрескивания под индентором. В качестве индентора использовался алмаз конической формы с радиусом закругления при вершине 0,2 мм. Нагрузка на наконечник возрастала от 1 Н до 70 Н.

Результаты

Плазменный источник с фильтром для удаления макрочастиц – ключевой инструмент, от степени совершенства которого зависят перспективы практического применения такой уникальной технологии, как вакуумно-дуговое осаждение покрытий, синтез наноструктурных пленок.Известно, что вследствие физических принципов существования дугового разряда выход микрокапельной фракции зависит от теплового режима работы катода и скорости движения катодных пятен по его рабочей поверхности (при прочих равных условиях) [16].

Учитывая технологические возможности установки, в качестве сепаратора макрочастиц испаряемого материала катодов был изготовлен двухканальный Y-образный плазменный фильтр (рис.1), магнитная система которого позволяла осаждать слои при периодической работе дуговых испарителей.



1 – дополнительный соленоид; 2 – «транспортирующий» соленоид;
3 – фокусирующие соленоиды, 4 – стабилизирующие соленоиды; 5 – дуговые испарители;
6 – экран для удаления макрочастиц
Рисунок 1 – Система для осаждения многокомпонентных покрытий с сепарацией плазменных потоков

Два дуговых испарителя 5, расположены симметрично под углами 60° к оси общего плазменного потока, направленного на обрабатываемую деталь. Система электромагнитных катушек является основным элементом плазмооптического сепаратора, причем каждая катушка играет существенную роль при работе последнего. При положительном потенциале стенки плазмовода и наличии продольного магнитного поля в плазме возникает азимутальный холловский ток электронов, что обеспечивает существование в плазме радиального электрического поля, направленного к оси системы. Вследствие эквипотенциальности магнитных силовых линий ионы совершают колебания внутри определенной силовой магнитной трубки и продвигаются к выходу плазмовода. Следовательно, на выход системы проходят только заряженные частицы плазменного потока, нейтралы и макрочастицы движутся прямолинейно и оседают на внутренней поверхности плазмовода. В связи с этим следует ожидать улучшения качества покрытий, осаждаемых с применением сепаратора плазмы. Эффективность транспортировки зависит от уровня диффузионных и дрейфовых потерь плазмы при ее прохождении через фильтрующий канал.

Значения силы тока на стабилизирующих и фокусирующих соленоидах подбирались эмпирически для обеспечения надёжного поджига дугового разряда в источнике, стабильного горения катодного пятна на рабочем торце катода и равномерной эрозии последнего. Стабилизирующие соленоиды 4 создают магнитное поле, силовые линии которого в районе боковой поверхности катода обеспечивают выход и удержание катодного пятна на его торцевой поверхности (сила тока на соленоиде 4 для: титанового испарителя 0,9–1,1 А, медного испарителя 0,9–1 А, циркониевого испарителя 1–1,2 А, алюминиевого испарителя 0,6–0,7 А). Фокусирующие соленоиды 3 обеспечивают фокусировку и управление плазменным потоком каждого из двух дуговых испарителей, уменьшая потерю ионной составляющей на стенках камеры (анода) (сила тока на соленоиде 3 для: титанового

испарителя 0,7–0,8 А, медного испарителя 1,3–1,5 А, циркониевого испарителя 0,9–1,0 А, алюминиевого испарителя 1–1,1 А).

Исходя из оценки пропускной способности плазмооптической системы, экспериментальным путем было установлено оптимальное значение силы тока на «транспортирующем» соленоиде 2 (I=0,7 А) для используемых дуговых испарителей, обеспечивающее минимальные потери многокомпонентного плазменного потока (рис.2).

Известно, что вследствие неоднородности магнитного поля может наблюдаться как центробежный, так и градиентный дрейф плазмы за счет движения ионов плазмы по искривленным траекториям [18].

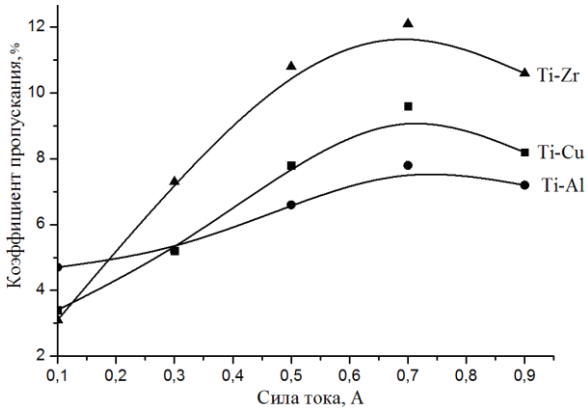


Рисунок 2 – Зависимость коэффициента пропускания сепарирующей системы от силы тока на «транспортирующем» соленоиде (I_{Ti}=60 А, I_{Al}=60 А, I_{Zr}=60 А, I_{Cu}=60 А)

С технологической точки зрения это является негативным моментом, затрудняющим управление элементным составом, и как следствие свойствами, осаждаемых покрытий. Введение дополнительного соленоида (1) позволяет управлять потоком многокомпонентной плазмы в зоне осаждения покрытий.

Исследование особенностей распределения плазмообразующих материалов с различной атомной массой и скоростью эрозии катода (титан, алюминий, медь, цирконий) по пространству вакуумной камеры позволило установить особенности формирования многокомпонентных плазменных потоков под действием магнитного поля (рис.3).

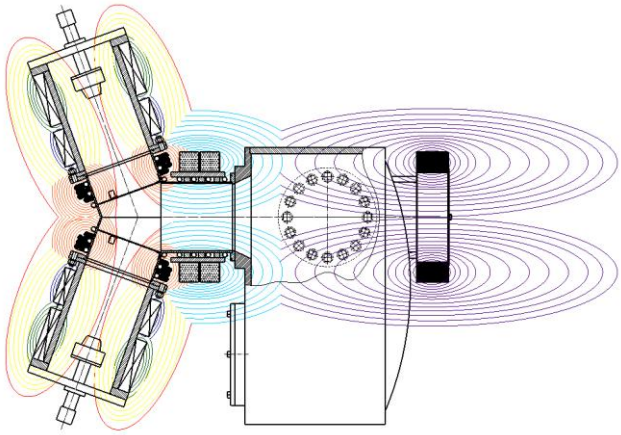


Рисунок 3– Распределение магнитных полей при всех включенных катушках

Так, в результате экспериментов было установлено, что наибольшие значения силы тока (3 А) на дополнительном соленоиде для обеспечения нормального распределения необходимы для системы (Ti,Zr)N (рис.4). Причем в этом случае область большей плотности совпадает с центром выхода плазменного потока из сепаратора как по оси X так и по оси Y. Получено равномерное уменьшение концентрации элементов при удалении от центра плазменного потока, основной вклад

в это смещение плазмы вносит как центробежный, так и градиентный дрейф плазмы в неоднородном магнитном поле за счет движения ионов плазмы по искривленным траекториям [18].

Проведенные исследования позволили установить влияние токов на дополнительном соленоиде для систем (Ti,Al)N (рис.5) и TiN-Cu (рис.6). Для системы (Ti,Al)N область наибольшей плотности плазменных потоков при токе на дополнительном соленоиде 3 А смещена относительно центра выходного окна сепаратора по оси X на расстояние 20–40 мм влево и совпадает с центром выхода плазменного потока из сепаратора по оси Y. В случае покрытий TiN-Cu смещение по осям X и Y составляет 30–60 мм влево и 30–80 мм вправо соответственно.

Снижение тока на дополнительном соленоиде с 3 А до 1 А для системы (Ti,Al)N и до 1,5 А для системы TiN-Cu позволяет исключить смещение области наибольшей концентрации легирующего элемента в плазменном потоке относительно центра выхода плазменного потока из сепаратора по осям X и Y.

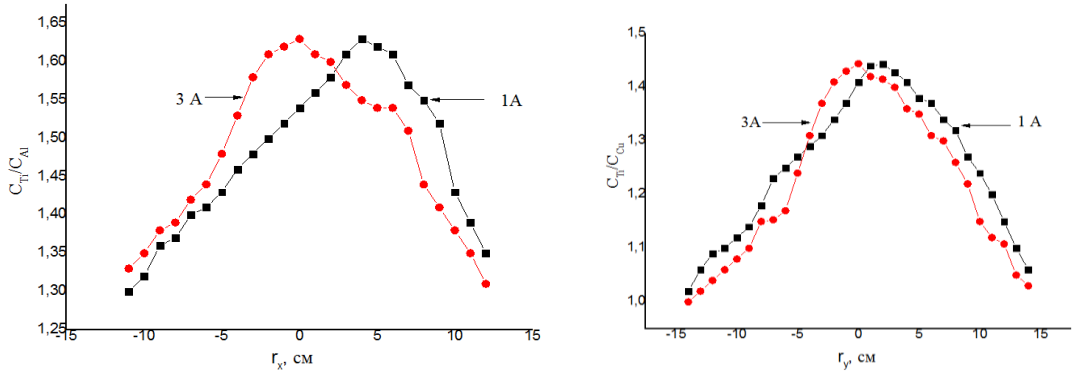


Рисунок 4 – Распределение концентрации титана и циркония в покрытии (Ti,Zr)N при изменении тока на дополнительном соленоиде вдоль оси X (а) и Y (б) (I_{Ti}=60 А, I_{Zr}=60 А)

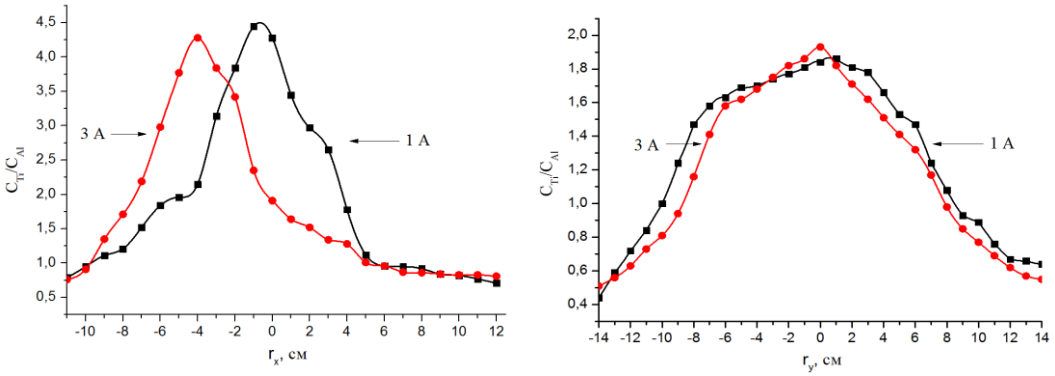


Рисунок 5 – Распределение концентраций титана и алюминия в покрытии (Ti,Al)N при различных токах на дополнительном соленоиде вдоль оси X и оси Y (I_{Ti}=60 А, I_{Al}=60 А)

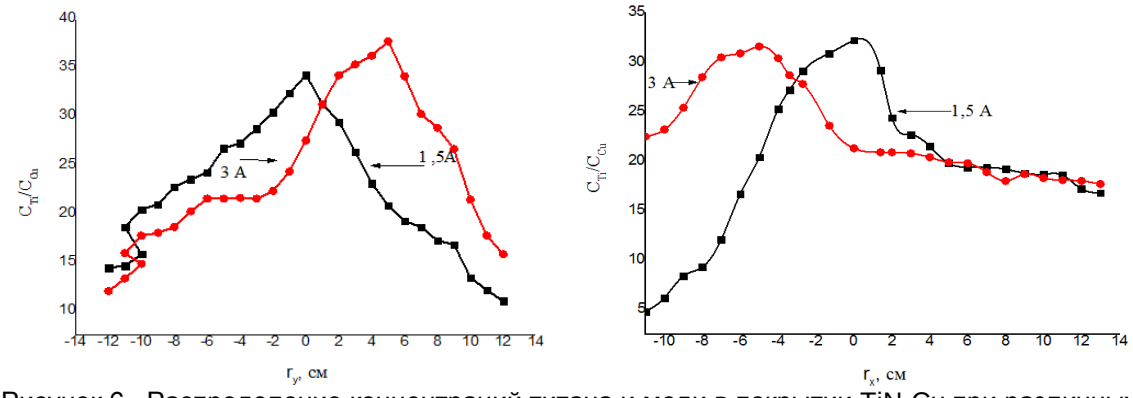
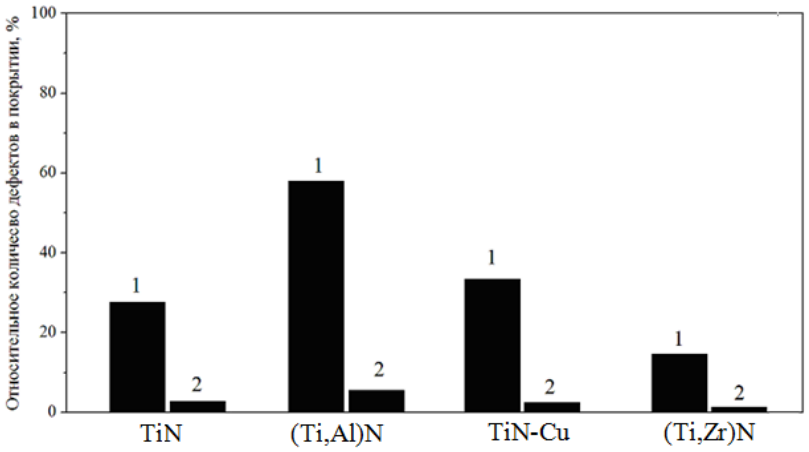


Рисунок 6– Распределение концентраций титана и меди в покрытии TiN-Cu при различных токах дополнительном соленоиде вдоль оси X и оси Y (I_{Ti}=60 А, I_{Cu}=60 А)

Исследование методом ОЭС показало, что для покрытий (Ti,Al)N, (Ti,Zr)N и TiN-Cu, осажденных при оптимальных значениях тока на дополнительном соленоиде, распределение элементов в покрытиях по толщине является равномерным, что свидетельствует о достижении необходимой степени смешивания плазменных потоков в сепарирующей системе. Относительное количество дефектов размером 1–5 мкм на единицу площади в покрытиях TiN, (Ti,Al)N, (Ti,Zr)N и TiN-Cu при осаждении, как без использования сепарирующей системы, так и с использованием разработанного плазмооптического фильтра, представлено на рисунке 7 (толщина покрытий 2,5 мкм).



1 – без использования сепарирующей системы,
2 – с использованием сепарирующей системы

Рисунок 7 – Диаграмма распределения дефектов в покрытиях различного элементного состава (I_{Ti}=60 А, I_{Al}=60 А, I_{Zr}=60 А, I_{Cu}=60 А)

Из диаграммы распределения видно, что при осаждении покрытий различного элементного состава без использования сепарирующей системы на поверхности образцов присутствует значительное количество дефектов размером 1–5 мкм, причем наибольшее наблюдается для покрытий (Ti,Al)N и TiN-Cu. Это, вероятно, связано с тем, что для алюминиевого и медного испарителя характерны высокие значения коэффициента эрозии материала катода. Использование Y-образного плазмооптического фильтра макрочастиц для осаждения многокомпонентных покрытий позволило снизить дефектность многокомпонентных покрытий: (Ti,Al)N в 8,5 раза, TiN-Cu в 6,2 раз и (Ti,Zr)N в 4,3 раза.

Исследование влияния концентрации макрочастиц на единицу площади от тока дугового разряда для покрытий TiN, (Ti,Al)N, (Ti,Zr)N и TiN-Cu, осажденных с использованием сепарирующей системы, показало, что число макрочастиц имеет тенденцию к увеличению с ростом тока дугового разряда. Наибольшее количество макрочастиц на поверхности покрытий наблюдается для покрытий (Ti,Al)N и TiN-Cu, в состав которых входят элементы (алюминий, медь) с низкой температурой плавления (рис.8). Повышение тока дугового разряда приводит к более высокой температуре рабочей поверхности катода, и как следствие, более обширному тепловому следу катодного пятна и более интенсивному выходу микрокапельной фракции. Для покрытий TiN и (Ti,Zr)N количество макрочастиц практически не зависит от тока дугового разряда в интервале исследованных значений.

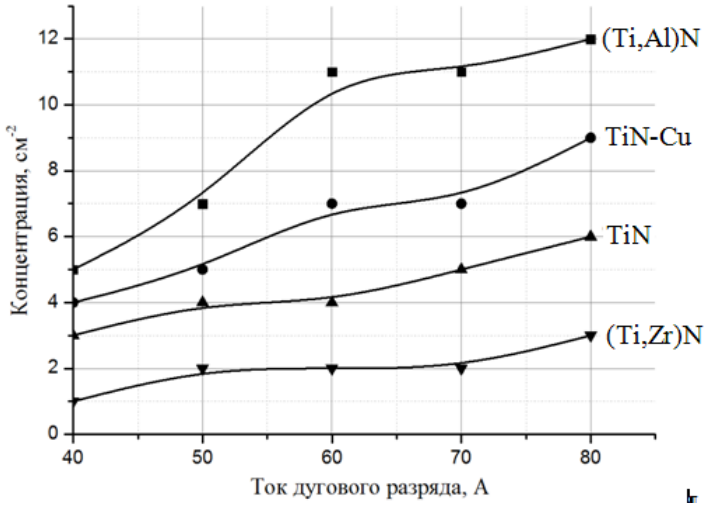
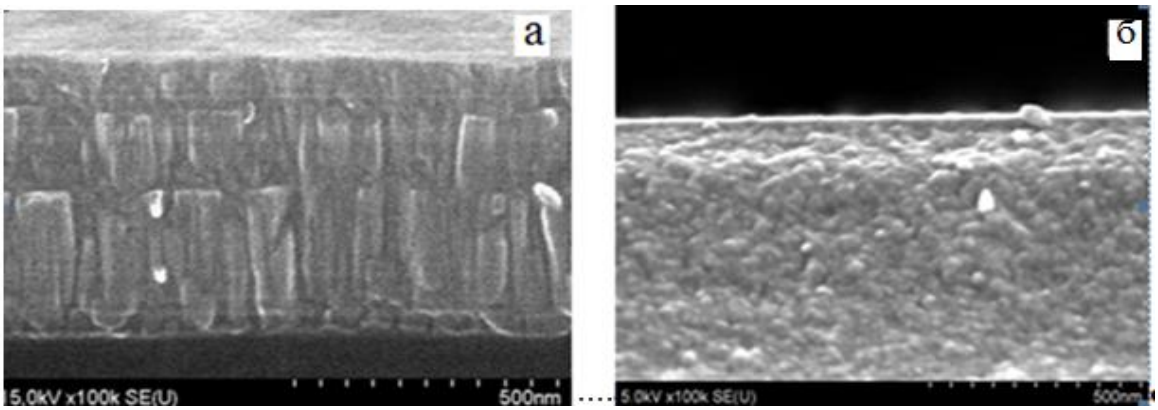


Рисунок 8 – Зависимость концентрации макрочастиц в покрытиях, осажденных в условиях сепарации плазменного потока, от тока дугового разряда

Так как механизм изнашивания защитных износостойких покрытий связан с адгезионными и химическими процессами, протекающими в зоне контакта, то для повышения эксплуатационных свойств упрочненных изделий покрытия должны обладать высокой твердостью и низким коэффициентом трения, что можно обеспечить за счет формирования наноструктуры конденсатов. Малый размер зерен обусловливает большую развитость и протяженность межзеренных границ, что, в свою очередь, определяет комплекс явлений, связанных с изменением свойств вещества за счет увеличения доли вклада поверхности в общие свойства системы.

Как показали эксперименты, при введении легирующего элемента происходит изменение структуры конденсатов от столбчатой , характерной для мононитридных покрытий, к мелкозернистой (рис.9). Существенный вклад в изменение структуры формируемых покрытий может вносить синергетический эффект ионной бомбардировки при осаждении. В результате этого воздействия резко возрастает подвижность атомов на поверхности, также обеспечивается необходимый уровень термодинамической активности ионов, способствующий благоприятному протеканию плазмохимических реакций [16].



TiN, б – TiN-Cu(2,0 ат.%)

Рисунок 9 – Фрактограммы покрытий TiN и TiN-Cu

Также ионная бомбардировка в процессе осаждения увеличивает плотность центров зародышеобразования, уменьшает количество вакансий и пор, вводит тепловую энергию в поверхностную зону [19,20].

Покрытия (Ti,Zr)N. Известно, что твердые растворы с неограниченной растворимостью образуются при соблюдении следующих условий: у компонентов

раствора должны быть однотипные кристаллические решетки; различие в атомных радиусах компонентов должно соответствовать правилу Юм-Розери, компоненты должны обладать близостью физико-химических свойств. При выборе циркония в качестве легирующего элемента покрытий из нитрида титана соблюдаются вышеперечисленные условия.

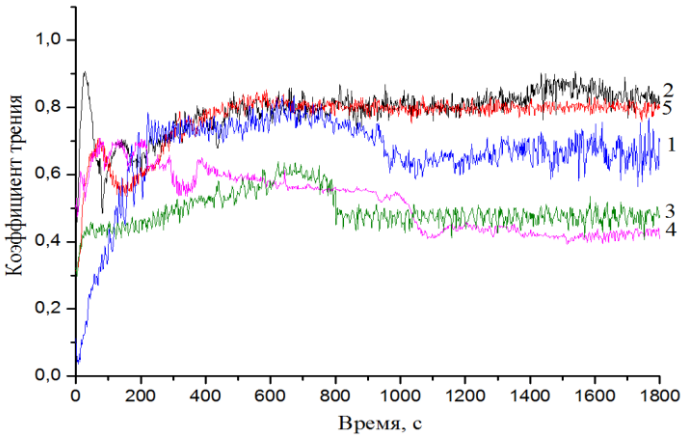
Проведенные рентгеноструктурные исследования показали, что для покрытий системы (Ti,Zr)N вне зависимости от концентрации Zr основной кристаллической составляющей является твердый раствор $Ti_{1-x}Zr_xN$ на основе кубической решетки структурного типа NaCl. При различных концентрациях Zr для покрытий (Ti,Zr)N интенсивность отражения от кристаллографической плоскости (111) является максимальной. Преимущественная ориентация (111), возможно, связана с минимизацией общей свободной энергии покрытия, которая включает в себя энергию деформации и поверхностную энергию. Значение поверхностной энергии определяется суммой поверхностных энергий всех кристаллитов, в то время как энергия деформации связана с остаточными напряжениями в покрытии и наличием дефектов, возникающих вследствие ионной бомбардировки. Изменение параметра решетки покрытий (Ti,Zr)N с 0,4288 до 0,4456 нм при повышении концентрации Zr свидетельствует об образовании твердого раствора $Ti_{1-x}Zr_xN$ на основе решетки TiN(табл.1).

Таблица 1 – Структурные характеристики и микротвердость покрытий (Ti,Zr)N в зависимости от параметров осаждения

Покрытие	$P{\cdot}10^{-2}$, Па	I_{Zr}, А	I_{Ti}, А	Zr, ат. %	Ti, ат. %	N, ат. %	a, нм	D, нм	H, ГПа
(Ti,Zr)N	3,0	40	60	4,34	46,91	48,75	0,4288	8,8	29,6
		50		7,82	42,95	49,23	0,4326	7,6	35,3
		60		11,71	38,15	50,14	0,4348	6,9	36,5
		70		17,16	32,92	49,92	0,4432	6,5	36,7
		80		21,71	28,22	50,07	0,4456	6,4	35,8
TiN		–	60	–	48,23	51,77	0,4245	37,8	22,2

Введение легирующего элемента (Zr) в покрытие TiN приводит к изменению структуры и уменьшению размера зерна от 40 нм (для покрытий TiN) до 6–9 нм для исследуемого диапазона концентраций 4–21 ат. %. Как показали эксперименты, микротвердость многокомпонентных (Ti,Zr)N покрытий увеличивается до 37 ГПа с увеличением содержания циркония в покрытии до 17 ат. %.

Дальнейшее увеличение концентрации циркония не приводит к повышению микротвердости, но существенно ухудшает коэффициент трения (рис.10).



1 – TiN, 2 – (Ti,Zr)N (7 ат. % Zr), 3 – (Ti,Zr)N (11 ат. % Zr),
4 – (Ti,Zr)N (17 ат. % Zr), 5 – (Ti,Zr)N (21 ат. % Zr)

Рисунок 10 – Зависимость коэффициента бессмазочного трения твердосплавных пластин с покрытиями от времени испытаний

Эксперименты по определению коэффициента трения покрытий (Ti,Zr)N при различном содержании циркония позволили установить оптимальный интервал концентраций последнего в составе покрытия (11–17 ат. %), что, по-видимому, связано с тем, что при данном интервале концентраций покрытие характеризуется максимальными значениями твердости и минимальным уровнем остаточных напряжений.

В ходе расчета объемного износа покрытий с помощью результатов профилографирования дорожек трения установлено, что многокомпонентные покрытия (Ti,Zr)N обеспечивают снижение износа поверхности основы из твердого сплава ВК3ОМ более чем в 3,5 раза. При этом наибольшей стойкостью к изнашиванию обладали многокомпонентные покрытия (Ti,Zr)N с содержанием циркония в составе покрытия (11–17 ат. %). При данных концентрациях циркония величина удельного объемного износа минимальна и в 3,8 раза меньше соответственной величины для покрытий TiN. Для обеспечения необходимых эксплуатационных характеристик покрытия важным является выбор количественных соотношений компонентов последнего.

Необходимо отметить, что покрытия (Ti,Zr)N характеризуются высокими адгезионными свойствами (рис. 11).

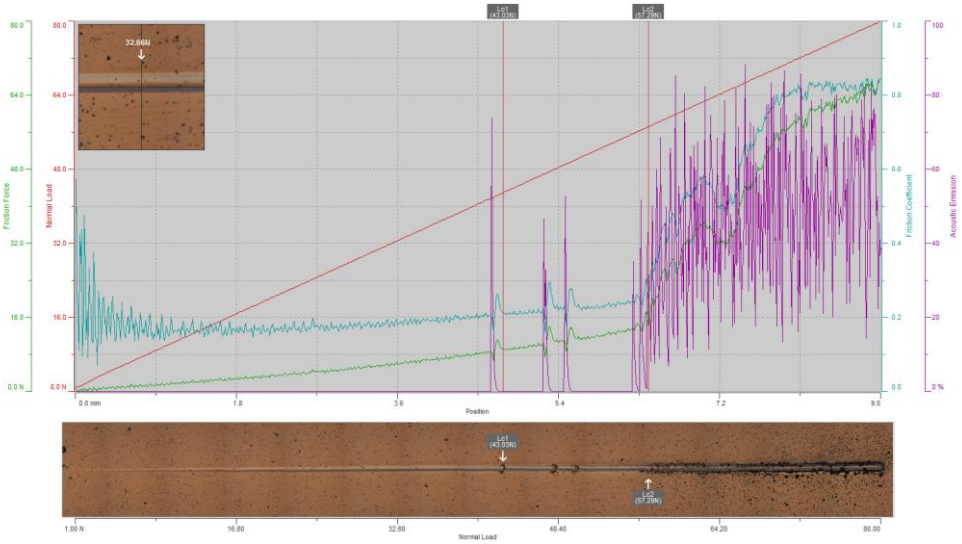


Рисунок 11– адгезионные характеристики покрытий (Ti,Zr)N

Процесс разрушения покрытий при царапании алмазным индентором можно разделить на несколько стадий. В начале процесса происходит монотонное проникновение индентора в покрытие, при этом покрытие оказывает существенное сопротивление проникновению индентора, коэффициент трения немонотонно увеличивается (за счет шероховатости покрытия), сигнал акустической эмиссии сохраняется практически неизменным. При увеличении нагрузки уровень амплитуды акустической эмиссии начинает изменяться, незначительно изменяется значение коэффициента трения, в тоже время глубина проникновения индентора практически остается неизменной. В тоже время происходит незначительное увеличение коэффициента трения, глубина проникновения практически остается без изменений. В дальнейшем наблюдается появление отдельных сколов покрытий, увеличивается коэффициент трения, при этом также увеличивается глубина проникновения индентора.

Посредством склерометрического анализа установлено, что покрытия при испытании не отслаиваются, а истираются, то есть разрушаются по когезионному механизму, связанному с пластической деформацией и образованием усталостных трещин в материале покрытия. Адгезионная прочность покрытий (Ti, Zr)N в 2,7 раза выше по сравнению с покрытиями TiN.

Покрытия (Ti,Al)N. Установление корреляционных зависимостей элементного состава покрытия от технологических параметров осаждения является важным моментом для определения физических закономерностей формирования многокомпонентных покрытий и разработки технологических основ их осаждения. Так как в процессе формирования покрытий участвуют металлы, обладающие существенно отличающимися физическими свойствами, можно предположить, что технологические параметры осаждения могут оказывать значительное влияние на элементное соотношение металлов в покрытии. Основными параметрами вакуумно-дугового осаждения является сила тока дуговых испарителей и величина ускоряющего потенциала, подаваемого на подложку и позволяющего в широких пределах управлять энергией осаждаемых ионов и плотностью плазменного потока в процессе формирования покрытия.

Анализ результатов проведенных экспериментов по исследованию влияния условий осаждения на состав покрытий показал, что процентное содержание алюминия в покрытии пропорционально току дугового разряда на алюминиевом катоде (рис.12)

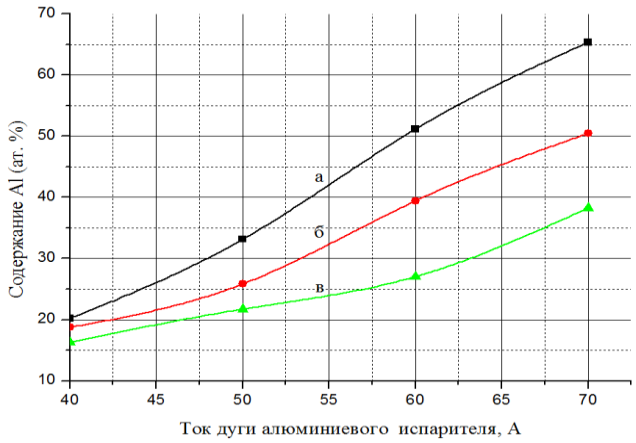
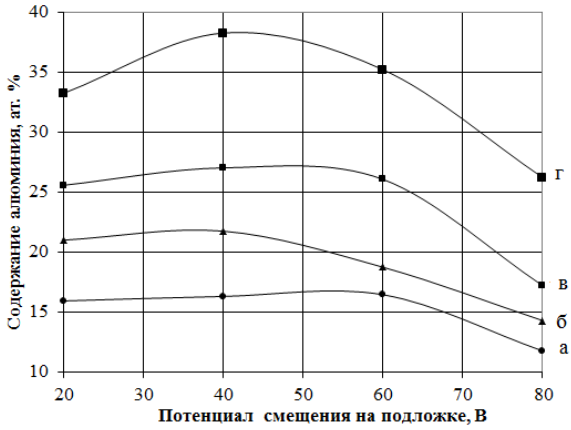


Рисунок 12– Зависимость содержания алюминия в покрытии от тока дуги алюминиевого испарителя при: а-I_{ti}=40 А, б-I_{ti}=50 А, в-I_{ti}=60 А (напряжение смещения на подложке 40 В)

В то же время установлен факт, что, несмотря на увеличение тока дугового разряда, содержание алюминия в покрытии уменьшается с увеличением напряжения смещения свыше 40 В (рис.13).



а – I_{Al} =40 А; б – I_{Al}=50 А; в – I_{Al}=60 А; г – I_{Al}=70 А

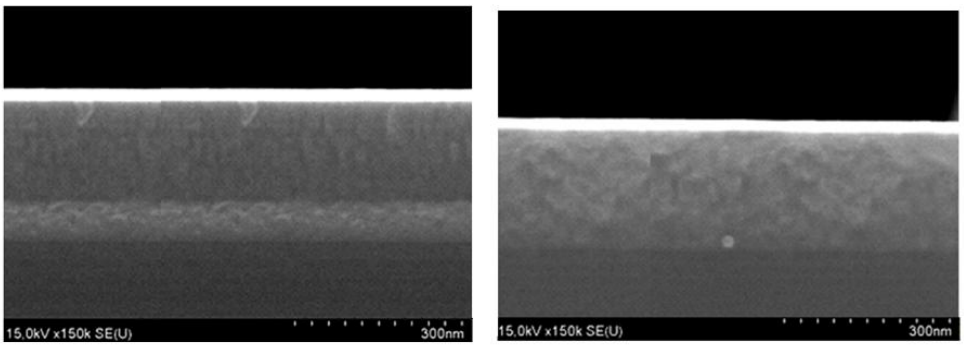
Рисунок 13 – Зависимость содержания алюминия в покрытии от потенциала смещения на подложке при различных токах дуги алюминиевого испарителя. Ток дуги титанового испарителя 60А

Эффект обратного рассеяния ионов распыляемого металла на поверхности подложки при больших значениях напряжения смещения (свыше 200В) хорошо известен [21-22]. Однако в случае осаждения покрытий (Ti,Al)N изменение фазового состава наблюдается при значительно меньших значениях потенциала смещения.

По-видимому, это происходит по нескольким причинам. В нашем случае для ионов алюминия, обладающих меньшей массой, чем ионы титана, необходима и более низкая энергия для их реиспарения с поверхности конденсации. Поэтому, в определенном интервале значений потенциала, подаваемого на подложку, ионы алюминия начинают рассеиваться, в то время как ионы титана продолжают процесс конденсации.

Вероятно, существенный вклад в полученные закономерности вносит и процесс сепарации плазменного потока. Как известно, скорость эрозии катода определяется подаваемым разрядным током и свойствами материала катода. Так, коэффициент эрозии катода для Al-1,25, в то время как для Ti составляет 0,53 [23]. Учитывая это обстоятельство и тот факт, что в плазме ионизируется 80% титана и 50% алюминия, можно предположить, что значительная доля алюминия в виде капельной фазы оседает на стенках плазмовода, не достигая поверхности основы.

Энергетические условия осаждения влияют не только на элементный состав покрытий, но на их структуру. Согласно результатам оптических исследований в структуре покрытий, осажденных при потенциалах смещения на основе 20 - 40 В наблюдаются две зоны с различной структурой и четкой границей между ними (рис. 14 а). Повышение же энергии осаждаемых ионов за счет увеличения потенциала смещения до 60-70 В приводит к формированию однородной структуры (рис. 14 б).



а б

а – потенциал смещения на подложке 40 В, б – потенциал смещения на подложке 60 В
Рисунок 14 – Фрактограммы покрытий (Ti,Al)N, полученные при различных значениях напряжения смещения на подложке

Неоднородность структуры конденсатов при низких значениях потенциала смещения, по-видимому, обусловлена низкой энергией ионов титана, недостаточной для протекания диффузионных процессов в объеме покрытия и формирования однородной структуры. Таким образом, с точки зрения технологичности, для осаждения покрытий представляется оптимальным выбор потенциала смещения 60 В.

Выбор оптимального соотношения элементов (алюминия, титана) в покрытиях системы Ti-Al-N является важным для обеспечения необходимого фазового состава и структуры покрытий и, как следствие, их необходимых эксплуатационных свойств. Режимы осаждения были выбраны с учетом особенностей формирования покрытий Ti-Al-N из сепарированных плазменных потоков таким образом, чтобы сформировать покрытия с атомным содержанием алюминия в диапазоне от 10% до 55% (табл.2). Как показали исследования других авторов [23-24], в неравновесных условиях вакуумно-дугового осаждения именно такое максимальное соотношение Ti/Al является критическим с точки зрения растворимости элементов в решетке нитридов.

Таблица 2 – Фазово-структурные характеристики покрытий Ti-Al-N

Параметры осаждения (P_{N2}= 0,3×10^{-2}Па, U=60В)		Элементный состав покрытий, ат. %				Фазовый состав	Микро-твердость, ГПа	Размер зерна, нм
I_{Ti}, А	I_{Al}, А	Ti-Al-N система	Ti	Al	N			
70	50	$Ti_{0,90}Al_{0,10}N$	54,65	6,1	39,25	(Ti,Al)N	26	3,4
70	60	$Ti_{0,80}Al_{0,20}N$	51,65	13,13	35,22	(Ti,Al)N	35	2,1
50	60	$Ti_{0,70}Al_{0,30}N$	50,01	21,19	28,8	$Ti_3Al_2N_2$	39	1,5
50	65	$Ti_{0,60}Al_{0,40}N$	38,68	27,35	33,97	TiN,AlN	34	7,5
40	70	$Ti_{0,45}Al_{0,55}N$	31,66	37,63	30,71	TiN,AlN	30	10

В результате рентгеноструктурного анализа покрытий с различным соотношением элементов обнаружено (табл.2), что основной фазой в составе покрытий при содержании алюминия 10–20 ат. % является кристаллическая фаза твердого раствора (Ti,Al)N с кубической структурой типа NaCl. Увеличение содержания алюминия до 30 ат.% приводит к образованию гексагональной фазы $Ti_3Al_2N_2$, о существовании которой также упоминалось при расчете тройной диаграммы состояния (Ti,Al)N в температурном диапазоне 450 − 550 °C [25], причем при высоком содержании алюминия в покрытии возможен распад гексагональной фазы $Ti_3Al_2N_2$ на фазы TiN и AlN. В результате проведенных исследования покрытий с атомным содержанием алюминия 40-55% было выявлено наличие двух фаз TiN и AlN

Покрытия (Ti,Al)N характеризуются высокими значениями микротвердости 26 - 39 ГПа в зависимости от атомной концентрации алюминия в них, что, по-видимому, связано с уменьшенным размером зерен в сформированных конденсатах. Так, для покрытий (Ti,Al)N размер кристаллитов в направлении роста составил от 1,5 до 10 нм (табл.2). Снижение микротвердости покрытий при повышенной концентрации алюминия в покрытии (свыше 30 ат.%) может являться результатом формирования вюрцитной фазы AlN [26].

Как показали результаты трибологических испытаний покрытий (Ti,Al)N с различным содержанием алюминия (рис.15), минимальные значения коэффициента бессмазочного трения (0,3-0,32) получены при атомной концентрации алюминия в диапазоне 10 - 30 ат.%, что в 2 раза ниже, чем у покрытий TiN и в 3 раза ниже, чем у основы из твердого сплава ВК3ОМ.

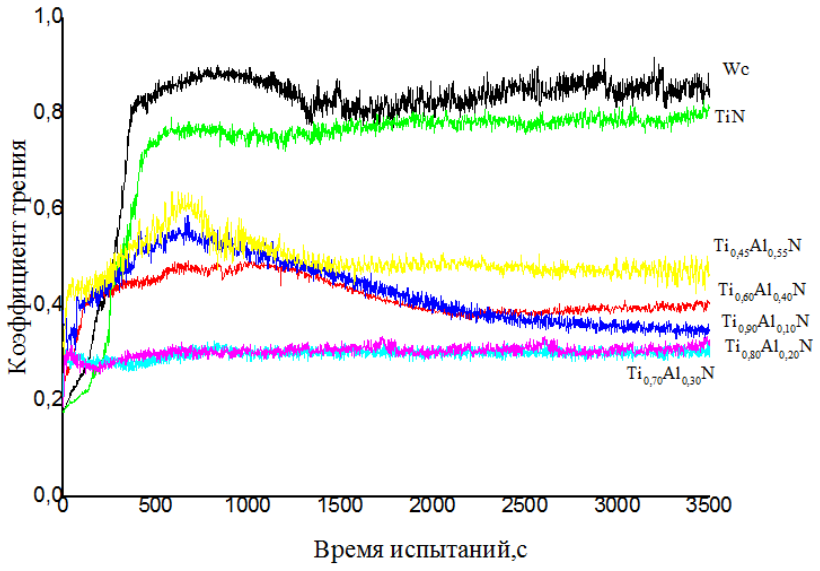


Рисунок 15 – Зависимость коэффициента трения материалов от времени испытаний

Низкий коэффициент трения покрытий (Ti,Al)N может способствовать снижению длины пластического и упругого контакта стружки с деталью, силы резания и температуры в зоне обработки.

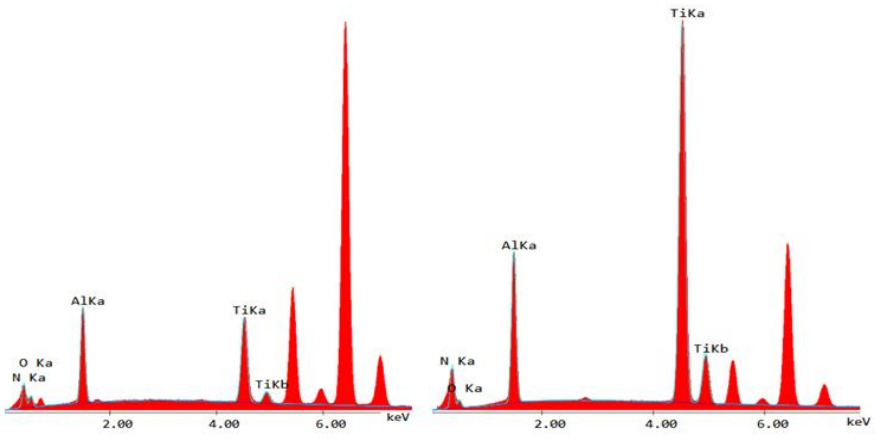
В настоящее время одной из проблем является относительно невысокая термическая стабильность упрочняющих покрытий. В частности, для однофазных наноструктурных конденсатов карбидов и нитридов переходных металлов уже при повышении температуры до 400-500 °С ухудшаются их механические характеристики. Для многокомпонентных покрытий важным фактором является сохранение наноразмерной структуры и стабильность фазового состава при повышенных температурах, и как следствие, эксплуатационных характеристик.

Как показали исследования термической стабильности покрытий (Ti,Al)N в интервале температур 200-800°С фазовый состав остается неизменным для всех концентраций алюминия в покрытиях (табл. 3).

Таблица 3 – Фазово-структурные характеристики покрытий (Ti,Al)N после отжига при 800°С

Атомная концентрация алюминия, ат.%	Фазовый состав	Твердость	Размер зерна, L,нм
$Ti_{0,90}Al_{0,10}N$	(Ti,Al)N	29	5,2
$Ti_{0,80}Al_{0,20}N$	(Ti,Al)N	32	3,5
$Ti_{0,70}Al_{0,30}N$	$Ti_3Al_2N_2$	36	1,8
$Ti_{0,60}Al_{0,40}N$	TiN,AlN	27	9,7
$Ti_{0,45}Al_{0,45}N$	TiN, AlN	26	15

Рентгенографическим методом наличие оксидной фазы Al_2O_3 не выявлено, однако элементный анализ подтвердил присутствие атомов кислорода в покрытиях (рис.16).

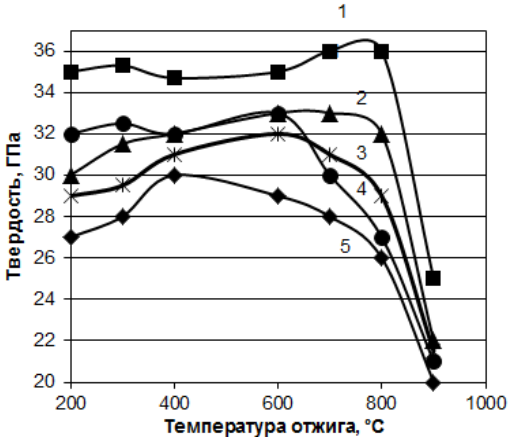


а *б*

Рисунок 16 – Элементный анализ покрытий после отжига при 800°С: а- $Ti_{0,60}Al_{0,40}N$; б- $Ti_{0,45}Al_{0,55}N$

В результате отжига покрытий установлено незначительное увеличение размера зерна материала покрытий по сравнению с покрытиями в постконденсационном состоянии, однако структура остается наноразмерной (размер зерна не превышает 15 нм) для всех концентраций алюминия в покрытиях. И как показали эксперименты, покрытия системы Ti-Al-N характеризуются высокими значениями твердости после отжига при температурах 200-800°С (рис.17). Сохранение наноструктурного состояния покрытий при повышенных температурах является важным для обеспечения их повышенных механических свойств, что дает возможность использовать данные

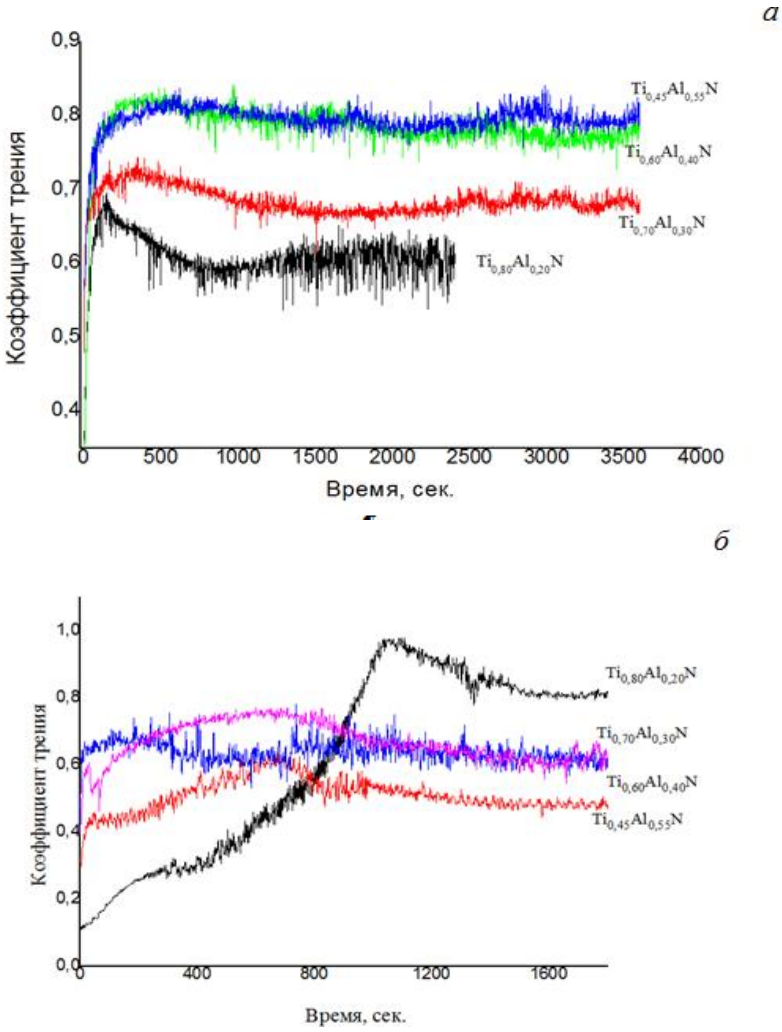
покрытия для упрочнения режущего инструмента, работающих при высоких скоростях обработки.



1- $Ti_{0,70}Al_{0,30}N$; 2- $Ti_{0,80}Al_{0,20}N$; 3- $Ti_{0,90}Al_{0,10}N$, 4- $Ti_{0,60}Al_{0,40}N$; 5- $Ti_{0,25}Al_{0,55}N$

Рисунок 17 – Микротвердость покрытий системы Ti-Al-N после отжига

В работе были проведены трибологические испытания термообработанных образцов с покрытиями (Ti,Al)N при температурах 500 и 800 °С (рис. 18).



а –после отжига при 500 °С, б- после отжига при 800 °С

Рисунок 18 – Зависимость коэффициентов трения образцов с покрытиями (Ti,Al)N от времени испытаний после термообработки

Установлено, что при 500 °С происходит увеличение коэффициента трения покрытий (Ti,Al)N до 0,6- 0,8 (рис. 18 а), при последующей термической обработке образцов с покрытиями при 800 °С установлено снижение коэффициента трения с ростом содержания алюминия (рис. 18 б). Такое поведение покрытий можно связать с тем, что при высоких температурах на их поверхности высока вероятность формирования оксидной пленки Al_2O_3, препятствующей дальнейшему окислению покрытий и адгезионному взаимодействию с обрабатываемым материалом. Причем, при термообработке покрытий (Ti,Al)N при более низких температурах в равной степени происходит окисление как титана, так и алюминия. С повышением же температуры содержание титана в окисляемом верхнем слое уменьшается, и за счет диффузии алюминия к поверхности покрытия происходит формирование более плотного слоя Al_2O_3. К тому же известно, что алюминий входит в группу металлов, дающих пленки с наиболее высокими защитными свойствами и окисляющихся по логарифмическому закону. Согласно положению линий металлов на диаграмме Эллингема оксид алюминия стабильнее оксида титана в условиях повышенных температур [27]. Этим и объясняется повышение стойкости к окислению, термической стабильности покрытий TiN, легированных алюминием.

Покрытия TiN-Cu. Как известно, медь не вступает в химическую реакцию с азотом, следовательно, можно предположить, что независимо от технологических параметров осаждения покрытие в своем составе должно содержать нитриды титана и медь [28].

В результате рентгенографических исследований установлено, что для покрытий TiN-Cu, осажденных при различных токах дуги медного испарителя, характерны дифракционные пики кубического TiN со структурой B1 NaCl. Введение меди в состав покрытия приводит к изменению дифракционной картины: интенсивность линий (111) и (222) уменьшается с увеличением содержания меди в составе покрытия. Параметр кристаллической решетки TiN-Cu практически не изменяется (~0,43048 нм) при различных концентрациях меди в составе покрытия, что свидетельствует о том, что медь не взаимодействует с титаном и азотом. Рефлексов, относящихся к меди или ее соединениям, при концентрации меди в составе покрытия 1,7–3,9 ат. % зарегистрировано не было. По-видимому, в этом случае атомы меди не образуют собственной кристаллической фазы и находятся в аморфном состоянии на границах зерен [29]. Только при концентрации легирующего элемента 5,6 ат. % в составе покрытия на дифрактограмме регистрируется дополнительный пик Cu. При этом, как показали расчеты, с увеличением концентрации меди в покрытии от 1,7 до 10,7 ат. % размер кристаллитов TiN остается практически неизменным и составляет порядка 8 нм.

Высокая дефектность материала зернограничного слоя, обусловленная плохим сопряжением соседних зерен, способствует облегчению в зернограничных областях процессов сегрегации примесных элементов, зарождению и росту новых фаз. Предполагается, что время, за которое атомы меди образуют вокруг растущего кристаллита TiN замкнутую оболочку, и определяет время роста кристаллита, соответственно и его размер. Ограниченная растворимость титана и меди при температурных условиях осаждения (не выше 500°С) должна препятствовать миграции границ и росту зерен. В то же время эффективность закрепления границ зерен должна определяться не только размером частиц, но и объемной долей частиц второй фазы (меди) [29-30]. Концентрация меди в покрытиях TiN-Cu существенно не влияла на размер кристаллитов, в то же время, однако, при содержании меди (1,7–3,9 ат. %) в составе многокомпонентного покрытия наблюдалось значительное повышение микротвердости покрытий до 40 ГПа (табл. 4).

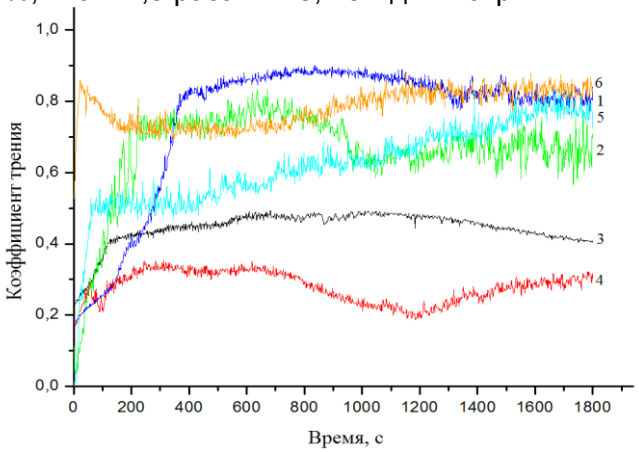
Таблица 4 – Структурные и механические характеристики покрытий TiN-Cu в зависимости от параметров осаждения

Покрытие	$P \cdot 10^{-2}$, Па	I_{Ti}, А	I_{Cu}, А	Ti, ат. %	Cu, ат. %	N, ат. %	a, нм	D, нм	H, ГПа
TiN-Cu	3,0	60	40	50,33	1,74	47,93	0,43046	7,5	40,3
			50	48,12	3,91	47,97	0,43056	6,9	39,8
			60	45,39	5,63	48,98	0,43048	8,2	26,5
			70	44,74	7,34	47,92	0,43045	8,1	24,3
			80	41,21	10,72	48,07	0,43044	7,6	17,6
TiN		60	–	48,23	–	51,77	0,42451	37,2	22,2

Установленный эффект прироста микротвердости в покрытиях TiN-Cu с концентрацией меди 1,7–3,9% соответствует современным представлениям о важной роли масштабного фактора при формировании структурно-чувствительных механических свойств в рамках модели зернограничного упрочнения [31-32]. Термодинамически контролируемая сегрегация по границам зерен элементов, нерастворимых в объеме нанокристаллитов, обусловливает ограничение размера зерен и увеличение протяженности межзеренных границ.

Согласно полученным результатам, введение уже 1,7 % меди приводит к значительному увеличению микротвердости, при этом даже частичное покрытие зерен нитрида титана медью препятствует их росту, стимулируя появление новых зародышей фазы TiN в процессе осаждения. С увеличением концентрации меди (свыше 4 ат. %) при сохранении размера кристаллитов на уровне 7–8 нм наблюдается эффект снижения микротвердости покрытий. По-видимому, увеличение объемного содержания меди на границах зерен нитрида титана снижает уровень межатомной связи между атомами кристаллической фазы, и в результате механизма зернограничного проскальзывания происходит снижение микротвердости формируемых покрытий.

Разрушение в зоне фрикционного контакта развивается в сильно неравновесных условиях и может сопровождаться интенсивной пластической деформацией материала покрытия, очаговым повышением температуры, окислением и рядом других процессов. Как показали результаты трибологических испытаний покрытий TiN-Cu с различным содержанием меди, минимальные значения коэффициента бессмазочного трения (0,3–0,4) получены для покрытий с концентрацией легирующего элемента 1,7–3,9 ат. %, что в 2,5 раза ниже, чем для покрытий TiN (рис.19).



1 – без покрытия, 2 – покрытие TiN,
3 – покрытие TiN-Cu (1,7 ат. % Cu), 4 – покрытие TiN-Cu (3,9 ат. % Cu),
5 – покрытие TiN-Cu (5,6 ат. % Cu), 6 – покрытие TiN-Cu (10,7 ат. % Cu)

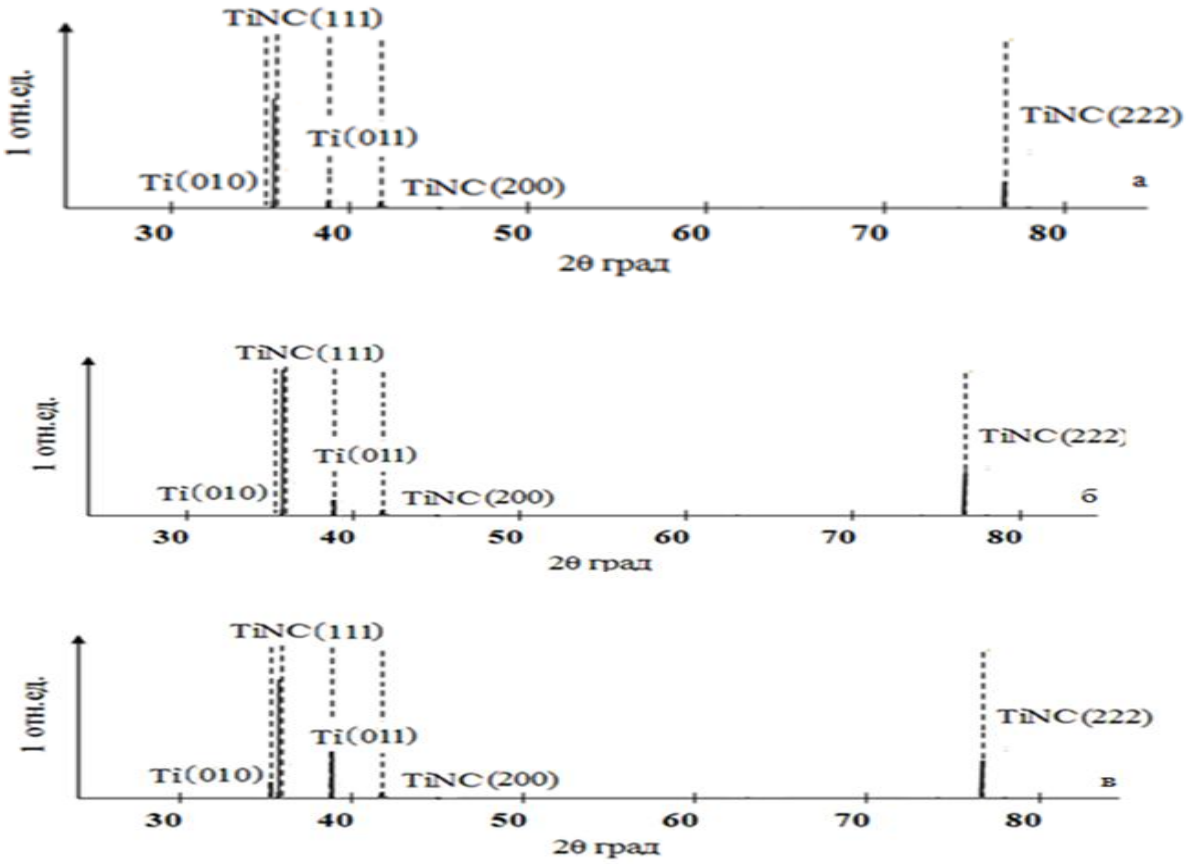
Рисунок 19 – Зависимость коэффициента бессмазочного трения твердосплавных пластин с покрытиями от времени испытаний

Необходимо также отметить, что при данных концентрациях наблюдается и минимальная скорость начального изнашивания.

Изучение треков износа показало, что для покрытий с содержанием меди 1,7–3,9 ат. % в выбранном интервале концентраций легирующего элемента характерно преобладание процесса пластической деформации и разрушения покрытий практически не происходит. Повышение концентрации меди в объеме покрытия приводит к снижению его износостойкости, что обусловлено, в основном, более низкой микротвердостью покрытий. Как показали результаты исследований многокомпонентные покрытия TiN-Cu, содержащие ~ 2 ат. % меди, обеспечивают снижение износа поверхности основы из твердого сплава ВК3ОМ более чем в 7,5 раза.

Покрытия Ti(N,C). С технологической точки зрения представляет интерес создание соединений за счет формирования раствора замещения в подрешетке неметалла. В этом случае процесс управляется составом реакционных газов в камере. Таким способом формируются покрытия Ti(N,C), отличающиеся высокой твердостью, коррозионной стойкостью, повышенным сопротивлением окислительному изнашиванию [33]. Значение парциального давления одного из компонентов реакционной газовой среды (азота P_{N2} или ацетилена P_{C2H2}) изменялось от 0 до 100% от общего давления смеси $P_{N2}+P_{C2H2}$, которое в процессе нанесения оставалось неизменным и составляло $1{,}33\cdot10^{-1}$ Па.

Анализ результатов рентгеноструктурных исследований показал, что в интервале выбранных технологических режимов для фазового состава покрытий карбонитрида титана характерно присутствие твердого раствора TiNC и несвязанного α-Ti (рис.20).



а – Ti(N,C) (80% азота и 20% углеродсодержащего газа), б – Ti(N,C) (50% азота и 50% углеродсодержащего газа), в – Ti(N,C) (20% азота и 80% углеродсодержащего газа)

Рисунок 20 – Рентгеновские дифрактограммы покрытий Ti(N,C), осажденных при различном составе реакционной смеси

Интенсивность рефлексов α-Ti увеличивается с ростом давления ацетилена и тока дугового разряда, достигая максимального значения при 80 об. %. По-видимому, это обусловлено различием в энергиях образования TiN (-336,8 кДж/(моль)) и TiC (-165,0 кДж/(моль)), в результате чего процесс образования карбидов является энергетически менее выгодным и избыточное количество свободного титана увеличивается.

Изменение состава реакционного газа влияет на структурные характеристики покрытий Ti(N,C) (рис.21). Как показали эксперименты, параметр решетки конденсатов в зависимости от концентрации углерода в подрешетке неметалла изменяется в соответствии с правилом Вегарда от 0,421 нм для TiN до 0,433 нм для TiC. Установлено, что введение углерода в состав покрытия приводит к незначительному уменьшению размера кристаллитов с 40 до 30 нм.

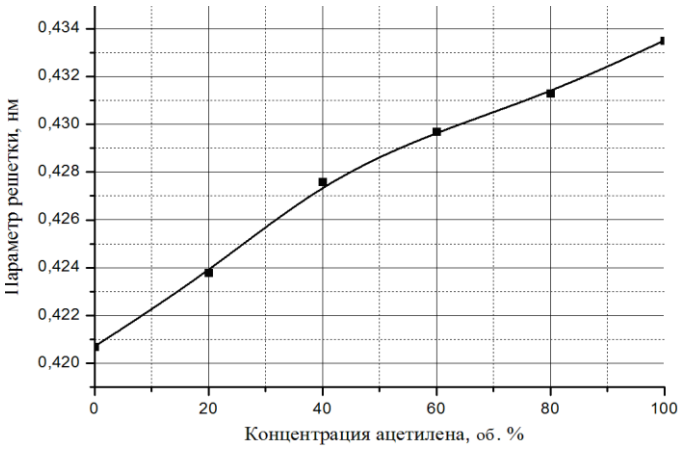


Рисунок 21 – Зависимость параметра решетки для плоскостей (111) покрытий Ti(N,C) от концентрации ацетилена в газовой смеси при токе дуги 115 А

Как показал анализ полученных результатов, характер изменения микротвердости в зависимости от соотношения парциальных давлений газов в рабочей атмосфере (рис.22) одинаков для всех режимов осаждения и представляет собой нелинейную зависимость. С увеличением в рабочей атмосфере количества углеродсодержащего газа в интервале от 60 до 80 об. % микротвердость формируемых покрытий возрастает, причем максимальное значение микротвердости получено для карбонитридтитановых покрытий, осажденных при токе дугового разряда 115 А, и составляет порядка 33 ГПа. По-видимому, повышение микротвердости обусловлено синергетическим воздействием как механизма твердорастворного упрочнения в решётке металлоида, так и «atomic peening» эффектом [34].

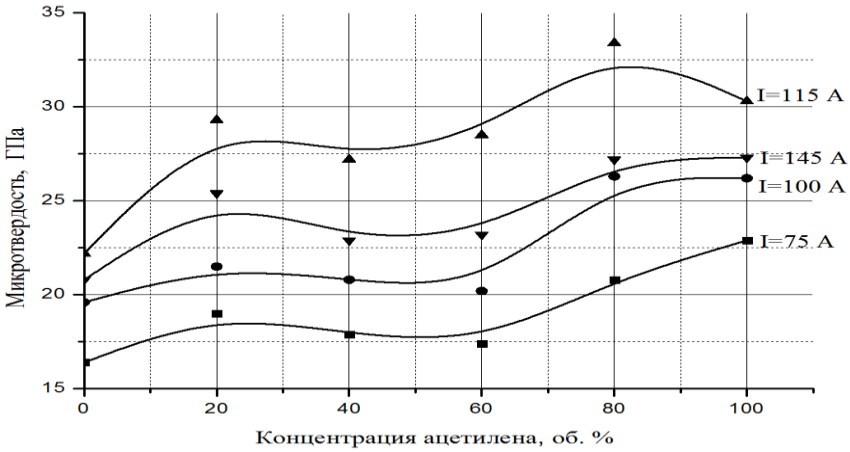


Рисунок 22 – Зависимость микротвердости покрытий Ti(N,C) от содержания ацетилена в газовой смеси при различных токах дуги (*U*=120 В)

Согласно результатам трибологических испытаний значения коэффициента бессмазочного трения многокомпонентных покрытий Ti(N,C) существенно не зависят от содержания ацетилена в составе реакционного газа и находятся в пределах 0,5–0,6.

Заключение

Технология вакуумно-дугового осаждения покрытий является одним из способов получения поверхностных слоев с уникальными свойствами: малый размер кристаллитов, прочные энергии связи на границах раздела, особые физико-механические свойства, существенно отличающиеся от свойств объемных образцов из того же материала. При использовании легирующих элементов для осаждения многокомпонентных покрытий управление структурой и физико-механическими свойствами формируемых конденсатов осуществляется с использованием как механизмов твердорастворного и зернограничного упрочнения, так и измельчением размера зерна в результате ионной бомбардировки, приводящим к увеличению протяженности межзеренных границ в объеме покрытия. При этом легирующие элементы могут образовывать с нитридом титана соединения с различной растворимостью или не взаимодействовать с ним.

Процесс вакуумно-плазменного осаждения при двухкатодном испарении с использованием сепарированных плазменных потоков, используемый в настоящей работе, имеет ряд преимуществ, среди которых можно выделить основные:

– осаждение покрытий высокой плотности, низкой шероховатости и однородной структуры при обеспечении прочной адгезии к основе;

– непрерывное легирование конденсируемого покрытия по всему объему, что позволяет обеспечивать его уникальные физико-механические свойства за счет различных механизмов управления структурой;

– формирование наноструктурированных композиционных покрытий и обеспечение сохранения нанометрических размеров кристаллитов за счет снижения температуры конденсации покрытий.

Список литературы

1. Майссел Л. Технология тонких пленок / Л. Майссел, Р. Лэнг. – М.: Советское радио, 1977. – Т.1. – 664 с.

2. Ивановский, Г.Ф. Ионно-плазменная обработка материалов / Г.Ф. Ивановский, В.И. Петров. – М.: Радио и связь, 1986. – 232 с.

3. Гольцев В.П.Ионно-плазменная технология получения износостойких покрытий / В.П. Гольцев, В.В. Ходасевич, А.М. Карпенко – Минск: БелНИИНТИ, 1987. – 39 с.

4.Мрочек Ж. А. Основы технологии формирования многокомпонентных вакуумных электродуговых покрытий / Ж. А. Мрочек, Б. А. Эйзнер, Г. В. Марков. – Минск: Навука і Тэхніка, 1991. – 96 с.

5. Тушинский Л. И. Исследование структуры и физико-механических свойств покрытий / Л. И. Тушинский, А. В. Плохов. – Новосибирск: Наука, 1986. – 200 с.

6. Gleiter H. Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure / H. Gleiter. // Acta Materialia. – 2000 (48). – №1. P. 1–29.

7. Мрочек Ж.А. Плазменно-вакуумные покрытия. – Минск:Технопринт,2004.– 368с.

8. Кунченко Ю.В. О формировании микро-, нанослойных покрытий методом вакуумно-дугового осаждения / Физическая инженерия поверхности. –2004. – Т. 2, № 1–2. – С. 102–108.

9. Bernard F. Design of vacuum arc-based plasma sources / F. Bernard, B.F. Coll, D. M. Sanders // Surf. Coat. Technol./ – 1996. – Vol. 81. – P. 42-51.

10. Anders A. Approaches to rid cathodic arc plasmas of macro- and nanoparticles: a review / A Surf. Coat. Technol. – 1999. – Vol. 120. – P. 319-330.

11. Keidar M. Transport of macroparticles in magnetized plasma ducts / M. Keidar, I. Beilis, R.L. Boxman, S. Goldsmith // Proc. 12th Int. Symp. on Plasma Chem. , Aug. 1995, Minneapolis, Minnesota, USA. Vol. 3. – P. 1367-1370.

12. Boxman R.L. Macroparticles contamination in cathodic arc coatings: generation, transport and control / R.L. Boxman, S. Goldsmith // Surf. Coat. Technol./ – 1992. – Vol. 52. – P. 39-50.

13. Аксенов И.И. Транспортировка плазменных потоков в криволинейной плазмооптической системе/ И.И. Аксенов, В.А. Белоус, В.Г. Падалка и др.// Физика плазмы. – 1978. –Т. 4, В. 4. – С. 758-763.

14. Табаков В.П. Формирование износостойких ионно-плазменных покрытий режущего инструмента. – М.: Машиностроение, 2008. – 311 с.

15. Латушкина С.Д. Нанокомпозитные покрытия (Ti,Al)N, осажденные из сепарированной вакуумно-дуговой плазмы/ С.Д. Латушкина, И.М. Романов, Д.В. Куис, А.Г. Жижченко, О.И. Гапанович// Весці НАН Беларусі, серыя фіз.-тэхн. Навук. – 2012. – № 3. – С. 3943.

16 Черняев В.Н. Кондрашин А.А. Исследование процесса осаждения пленок различных материалов методом импульсного плазменного напыления/ В.Н. Черняев, А.А. Кондрашин //Электронная техника. Сер. 6 (Материалы). – 1980. –В.5. – С. 116–123.

17. Аксенов И.И. Исследование движения плазменного потока в криволинейной плазмооптической системе / И.И. Аксенов, В.А. Белоус, В.Г. Падалка и др.// Физика плазмы. –1980. – Т. 6 – В. 6. – С. 312 – 318.

18. Bilek M.M. Interactions of the Directed Plasma from a Cathodic Arc with lectrodes and Magnetic Fields / M.M. Bilek [et al.]. – IEEE Trans. Plasma Sci, 1996. – V.24. – №5. – P. 1291–1298.

19 Veprek S. Different approaches to superhard coatings and nanocomposites /Thin Solid Films. – 2005. – 476 p, P. 1–29.

20. Коротаев А. Д. Наноструктутрные и нанокомпозитные сверх твердые покрытия. / Физическая мезомеханика. – 2005. – Т.8. – №5. – С. 103-116.

21. Lai S. N. Influence of substrate temperature on structure and mechanical, properties of multi-element (AlCrTaTiZr)N coatings / S. N Lai, M. N. Tsai, S. J. Lin, J. W. Yeh //Surf. Coat. Technol. – 2007. – Vol. 201. – P. 6993– 6998.

22. Андриевский Р.А. Наноструктурные материалы /Р.А. Андриевский, А.В. Рагуля. – М.: Академия, 2005.

23. PalDey S. Single Layer and Multilayer Wear Resistant Coatings of (Ti,Al)N/ S. PalDey, C. Deevi // Materials Science and Engineering. – 2003. – V 342. – P. 58 – 79.

24. Caron M. Calculation of a Al-Ti-O-N quaternary isotherm diagram for the prediction of stable phases in TiN/Al alloy contact metallization/ M. Caron, G. Gagnon, V. Fortin //J. Appl. Phys. – 1996. – Vol. 79. – P. 44–68

25. Андреев А.А. Нанесение вакуумно-дуговых покрытий на подложки из чугуна и стали с последующей термообработкой / А.А Андреев, В.В. Кунченко, В.М. Шулаев, К.М. Китаевский. // Сб. докл. III Международной конференции ОТТОМ-3 Харьков: ННЦ ХФТИ, 2002. – Ч. 2. – с. 86–88.

26. Veprek S. The search for novel, superhard materials//J. Vac. Sci. Technol. A. – 1999. – Vol. 17. – №5. – P. 2401-2420.

27. Войтович Р.Ф. Окисление тугоплавких соединений/ Р.Ф.Войтович, Э.В Пугач// Киев: Навукова Думка. – 1968.– 218 с.

28.Myung H.S. Microstructure and mechanical properties of Cu doped TiN superhard nanocomposite coatings / H.S. Myung, H.M. Lee, L.R. Shaginyan, J.G. Han. – Surface and Coatings Technology. – 2003. – С. 591–596.

29. He J.L. Structure refinement and hardness enhancement of titanium nitride films by addition of copper / J.L. He, Y. Sethuhara, I. Shimuzu, S. Miyake// Surface and Coatings Technology. – 2001. – V.137. – С. 38–42.

30. Shtansky D.V. Localized deformation of multicomponent thin films / D.V. Shtansky, S.A. Kulinich, E.A. Levashov et al. // Thin Solid Films. – 2004. – Vol. 429-421. – P. 339-334.

31. Коротаев А. Д. Наноструктутрные и нанокомпозитные сверх твердые покрытия. // Физическая мезомеханика. – 2005 – Т.8. –№5. – С. 103-107.

32. Тушинский, Л.И. Исследование структуры и физико-механических свойств покрытий / Л.И. Тушинский, А.В. Плохов. – Новосибирск: Наука, 1986. – 200 с.

33. Novinrooz A.J. Microhardness study of Ti(C,N) films deposited on S-316 by the Hollow Cathode Discharge gun / A.J. Novinrooz, H. Seyedi, M.M. Larijani // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2006. – №14. – С. 59–63.

34. Detor AJ. Stress and microstructure evolution in thick sputtered films/ AJ. Detor, A. Hodeg, E Chason// Acta Materialia. – 2009. – №7. – P. 2055–2065.

Глава 5 ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТВЕРДЫХ СУБСТРАТОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ФТОРСОДЕРЖАЩИМИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ

Е.В.Овчинников
Гродненский государственный университет им. Янки Купалы,
г.Гродно, Беларусь, ovchin@grsu.by

Введение.

Анализ литературных источников, посвященных различным аспектам граничных слоев, пленок и покрытий как разделу наноматериаловедения, свидетельствует о наличии значительных пробелов в области теоретического обоснования особенностей строения, структуры и физико-химических параметров низкоразмерных пленочных вещественных объектов. Применение классических представлений, принятых в физике твердого тела и молекулярной, атомной физике и попытками схоластического их использования для исследований объектов, находящихся на границе раздела между атомарными (молекулярными) образованиями и микрообъектами с характерными параметрами макроструктур, обуславливает данный факт.

Существование большого количества экспериментальных, теоретических данных в современной науке о наносостоянии и нанотехнологиях определяет необходимость систематизации в ряде случаев противоречивой и разрозненной информации с целью создания научно обоснованных представлений о механизмах формирования поверхностных систем, для эффективного использования при решении различных инженерных задач.

Одним из основных аспектов наноматериаловедения поверхностных явлений является установление физико-химических принципов создания наноструктурированных поверхностных слоев (пленок, покрытий) и механизма их взаимодействия с поверхностью вещества, находящегося в конденсированном состоянии, с точки зрения современных представлений физики твердого тела, материаловедения и технологии полимерных материалов. Разработка теоретической базы для решения проблем наноматериаловедения поверхностных явлений основывается на системном подходе, включающем физико-химические, технологические и технико-экономические аспекты.

В связи с вышесказанным, в диссертации решаются задачи комплексного исследования закономерностей формирования наноструктурированных тонкопленочных покрытий, разработки физических моделей механизмов формирования структуры нанокомпозиционных и нанофазных пленок и покрытий на основе олигомерных и полимерных матриц, модифицированных различными энергетическими воздействиями, низкоразмерными частицами различного состава, строения и технологии получения, и создания функциональных наноструктурированных покрытий со служебными характеристиками, превосходящими аналоги по техническим параметрам износостойкости, стойкости к воздействию повышенных температур, окружающей среды, прочности для химической промышленности, автотракторного машиностроения.

Методы испытаний.

При проведении исследований использовали: системный анализ, ИК – спектроскопию пропускания и НПВО, ЭПР – спектроскопию, рентгеноструктурный анализ, дифференциально–термический анализ, электронную просвечивающую и растровую, оптическую и атомносиловую микроскопию, методы двухлучевой интерферометрии, СВЧ – излучения, рентгеновского и лазерного излучения, коронного разряда, специальные машины трения, а так же натурные установки и стенды. Численные решения систем дифференциальных уравнений и математический анализ экспериментальных данных выполнялось с помощью пакетов прикладных программ.

Результаты экспериментов и их обсуждение.

Согласно современным представлениям, нанесение поверхностно-активных веществ на поверхность поликристалла приводит к понижению прочности [1]. Эффект понижения прочности (имеется в виду внешний адсорбционный эффект, когда не протекает объемная диффузия и коррозионные явления) вызывается облегчением выхода дислокации на поверхность деформируемого кристалла в результате снижения поверхностной энергии твердого тела при адсорбции ПАВ [1-3]. Однако в ряде случаев при обработке кристаллов поверхностно-активными веществами на базе фторсодержащих олигомеров наблюдается эффект увеличения микротвердости и прочности металлов [4-7].

На рисунке 1 представлена зависимость микротвердости стальной подложки, обработанной различными марками фторсодержащих олигомеров, в зависимости от режима термообработки.

Нанесение фторсодержащих олигомеров во всех случаях приводит к увеличению значений микротвердости. Это можно объяснить процессом хемосорбции полярных молекул на поверхности стальной подложки, в результате чего происходит залечивание микродефектов в поверхностных слоях поликристаллов; увеличением свободной энергии поверхностных слоев металла, в результате чего затрудняется выход дислокации на поверхность [7]. Хемосорбция данных марок фолеоксов на поверхность металла подтверждается появлением полосы поглощения в ИК-спектре в области 1610 – 1690 $см^{-1}$, которая идентифицируются как полоса поглощения, принадлежащая солям металла $(COO)_2Me$, $Me(NH_2)$, $Me(NH_3)$ [4-8]. Оптическая плотность полосы поглощения зависит от марки применяемого фолеокса, т.е. от его строения. Проведение термообработки приводит к дальнейшему увеличению значений микротвердости. В результате энергетического воздействия в тонкослойных композиционных покрытиях протекают кристаллизационные процессы (рисунок 2), что может объяснять эффект повышения значений микротвердости [5].

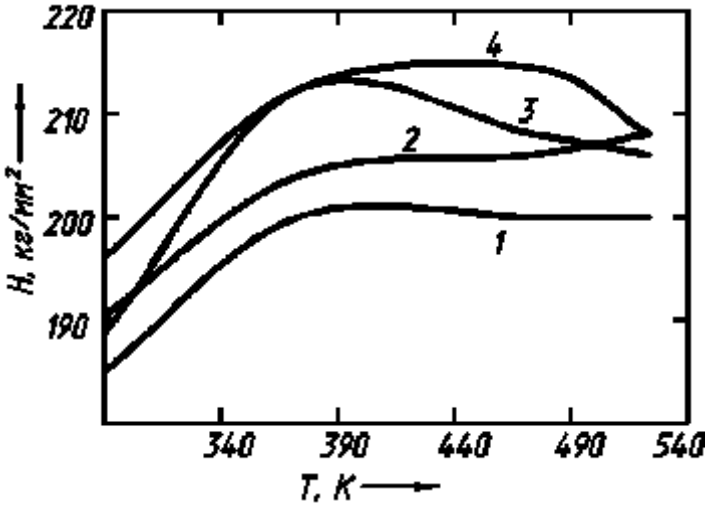


Рисунок 1 – Зависимость микротвердости стали 45, обработанной фторсодержащими олигомерами, от режима термообработки: 1 – сталь 45 (исходная), 2 – сталь 45+В1, 3 – сталь 45+ФАК-2, 4 – сталь 45+Ф14

В области температур Т ~ 523 К в пленках фторсодержащих олигомеров протекают деструкционные процессы, в результате чего наблюдается десорбция пленки с поверхности металла и, как следствие, снижение значений микротвердости. Нанесение фторсодержащих олигомеров на алюминиевую подложку в ряде случаев приводит к уменьшению значений микротвердости (рисунок 3). Проведенные исследования структуры пленок фторсодержащих олигомеров методами ИК-спектроскопии показали, что при нанесении ФСО марки Ф14 не происходит образование хемосорбционных связей, которые обуславливают эффект Ребиндера.

Проведение термообработки приводит к протеканию кристаллизационных процессов в тонких пленках фторсодержащих олигомеров. На рисунках 4 и 5 представлены зависимости микротвердости подложки из меди и нитрида титана, обработанных различными марками фторсодержащих олигомеров. Как и в предыдущих случаях, эффект повышения микротвердости наблюдается в случае образования хемосорбционных связей между молекулами фторсодержащих олигомеров и подложкой. В случае, если данный процесс не происходит, наблюдается пластифицирование поверхностных слоев поликристалла. Термообработка фактически во всех случаях приводит к увеличению значений микротвердости. Примение мягкого рентгеновского, лазерного, свервысокочастотного излучения приводят к дальнейшему увеличению значений микротвердости модифицированных покрытий фторсодержащих соединений. Облучение покрытий фторсодержащих соединений сформированных на медной, алюминиевой, стальной подложке (сталь 45) мягким рентгеновским излучением в течение 15 минут приводит к увеличению значений микротвердости до значений 133кг/мм^2, 51 кг/мм^2, 223кг/мм^2 соответственно. Одним из механизмов, объясняющих эффект повышения микротвердости металлических подложек, обработанных олигомерами, может быть то, что молекулы олигомера «затекают» в отпечаток после того, как извлекли индентор из исследуемого материала, в результате чего наблюдается уменьшение диагонали отпечатка и, как следствие, повышение расчетного значения микротвердости.

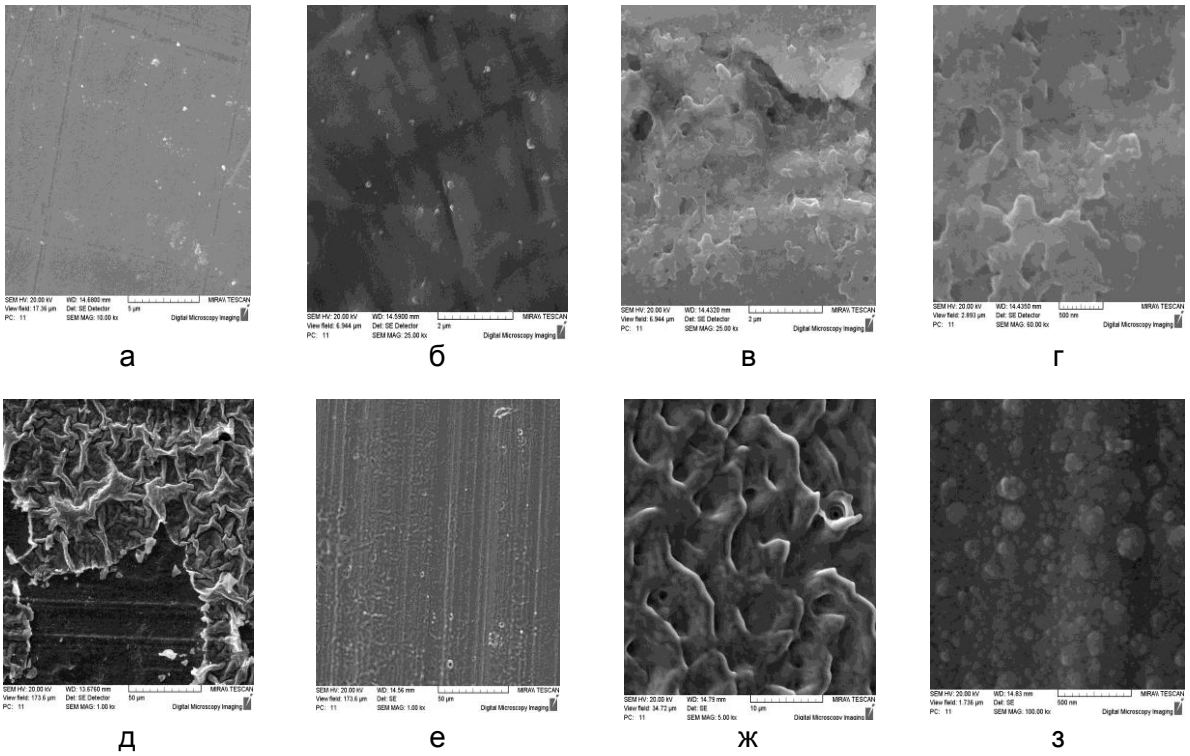


Рисунок 2 – Морфология пленок олигомеров Ф1 на металлах в зависимости от энергетической обработки: а, е,ж,з- подложка медь М-1; б,в,г,д - железо; а, б- 5 обработка в растворе ФСО; в,г,д- облучение покрытия ФСО СВЧ-излучением (в,г- 4 секунды, д -8 секунд); е, ж,з- облучение покрытия ФСО лазерным излучением (10 импульсов с энергией в импульсе 75мДж).

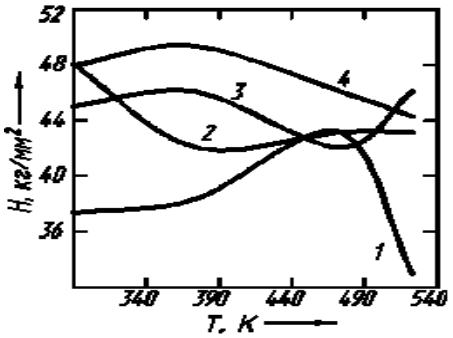


Рисунок 3 – Зависимость микротвердости алюминия, обработанного фторсодержащими олигомерами от режима термообработки:
1 – алюминий+ФАК-2, 2 – алюминий +Ф14, 3 – алюминий, 4 – алюминий+В1

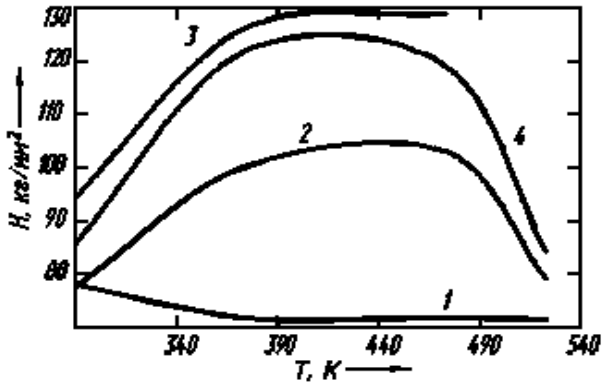


Рисунок 4 – Зависимость микротвердости меди, обработанной фторсодержащими олигомерами от режима термообработки: 1 – медь, 2 – медь+ФАК2, 3 – медь+Ф1, 4 – медь+В1

Чтобы подтвердить или опровергнуть это предположение были проведены эксперименты, позволяющие определить микротвердость металлов с покрытием из ФСО и после удаления фторсодержащего покрытия с поверхности металла. Для этого фторсодержащий олигомер удаляли с поверхности образца с помощью раствора хладона 113 и проводили измерение микротвердости металлов. Проведенные исследования показали, что удаление олигомера с поверхности фактически не влияет на результаты измерений значений микротвердости (рисунок 6).Таким образом, фторсодержащие олигомеры упрочняют поверхностные слои подложки, в случае если происходит образование, химических (хемосорбционных) связей типа солей высших кислот между пленкойфторсодержащего олигомера и металла (подложкой) [9].

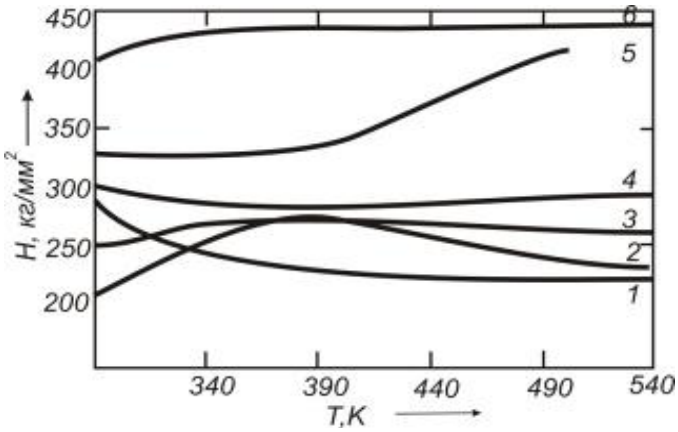


Рисунок 5 – Зависимость микротвердости нитрида титана, обработанного фторсодержащими олигомерами от режима термообработки: 1 – нитрид титана+фторопласт,
2 – нитрид титана+ФАК2, 3 – нитрид титана+Ф14, 4 – нитрид титана, 5 – нитрид титана+ФАК;
6- нитрид титана+Ф1.

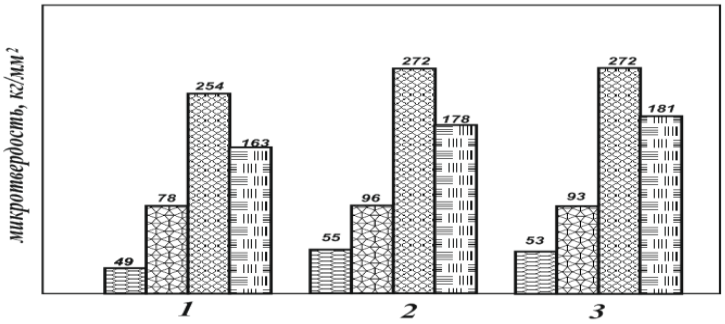


Рисунок 6 – Зависимость микротвердости подложек (Al, Cu, TiN, Fe) (1), однократно обработанных ФСО (2) и после удаления ФСО хладоном 113 с поверхности металла (3)

В случае, если не происходит образование хемосорбционного взаимодействия между молекулами олигомера и подложкой, происходит пластифицирование поверхностных слоев поликристаллов. Энергетическая обработка интенсифицирует процессы кристаллообразования в тонких пленках, в результате повышается микротвердость тонкослойного композиционного покрытия.

2. Влияние олигомерных пленок на свойства углеграфитовых материалов

В современном машиностроении широко применяют материалы на основе производных углерода в виде тканей, волокон, профилей [10-13]. По некоторым эксплуатационным характеристикам: термостойкости, химстойкости, коэффициенту трения и др. углеродсодержащие материалы превосходят традиционные машиностроительные материалы на основе металлов и полимеров. Вместе с тем, при эксплуатации на воздухе, при повышенных температурах и в агрессивных средах наблюдаются интенсивные термоокислительные процессы, которые приводят к резкому снижению прочности и износостойкости изделий из углеродсодержащих материалов [8,14].

В настоящем разделе рассмотрено влияние тонких пленок фторсодержащих олигомеров «Фолеокс» различного состава на свойства графитового материала «Графлекс». Выбор этого материала обусловлен его широким применением для изготовления сальниковых уплотнений запорной арматуры повышенной надежности.

Для исследований использовали пластины размером 20×40 мм, из которых вырезали образцы в виде лопаток. Полученные заготовки подвергали обжатию на прессе при удельной нагрузке 1 кН, 3 кН, 5 кН и обработке фторсодержащими олигомерами марок Ф8, Ф14, Ф15.

Как следует из представленных результатов ренгеноструктурного анализа, воздействие агрессивных сред (HCl, H_2SO_4, HNO_3) приводит к существенному изменению структуры графитовой композиции. Так, после обработки концентрированной соляной кислотой наблюдается исчезновение рефлексов при углах $\Theta = 28^o25'$ и появление рефлексов при углах $\Theta = 28^o40'$; $54^o15'$; $54^o35'$. Обработка в концентрированной серной кислоте вызывает исчезновение дифракционных максимумов при углах $\Theta = 28^o25'$; $33^o50'$; $67^o35'$; $68^o10'$ и появление новых рефлексов при $\Theta = 28^o50'$; 30^o; $31^o50'$. После воздействия азотной кислотой на рентгенограммах исчезают рефлексы при $\Theta = 28^o10'$; $29^o50'$; $32^o30'$; $33^o50'$; $40^o10'$; $59^o25'$; $67^o35'$; $68^o10'$.

Очевидно, что процессы, протекающие при обработке графитового материала различными по составу кислотами, различаются интенсивностью. Наиболее интенсивное влияние оказывает HNO_3, которая приводит к аморфизации «Графлекса», что выражается в уменьшении интенсивности и исчезновании дифракционных максимумов. Соляная кислота незначительно увеличивает упорядоченность структуры, серная кислота за исследованный промежуток времени практически не оказывает заметного влияния на кристаллические параметры «Графлекса» [10].

Обработка поверхности образцов фторсодержащими олигомерами существенно изменяет характер влияния агрессивных сред на кристаллическое строение и прочность «Графлекса». Пленка олигомера Ф8 несколько снижает аморфизацию углеродсодержащего материала после выдержки в кислой среде. Олигомеры Ф14 и Ф15 практически полностью блокируют действие среды на процессы аморфизации [8,14].

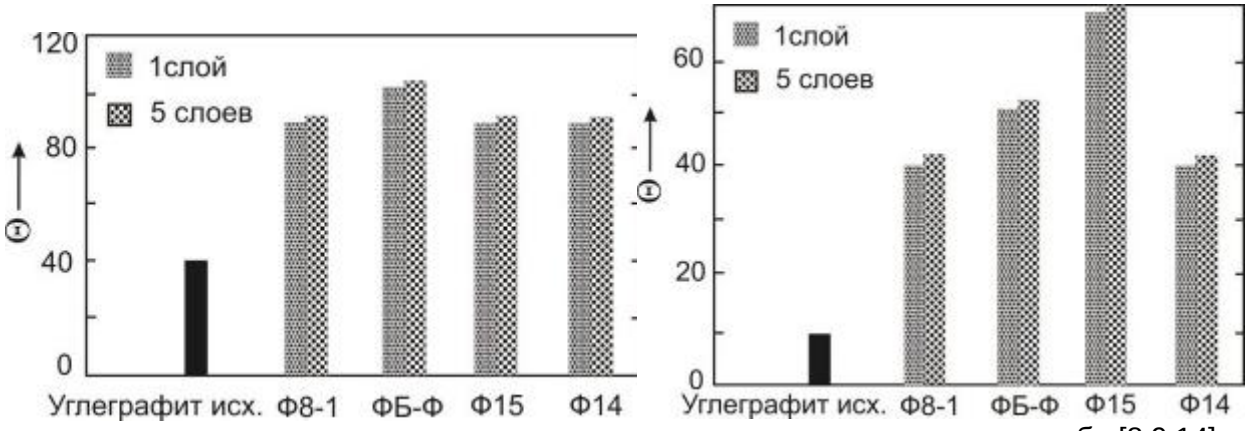
Очевидной причиной различного механизма действия исследованных пленок олигомеров является наличие функциональных групп различного строения. Покрытие, получаемое из фторсодержажего олигомера Ф8, включает в состав активные кислотные группы –COOH, которые не обеспечивают блокирование диффузии кислотных групп среды. Олигомеры Ф14 и Ф15 не имеют подобных групп и формируют пленку, устойчивую к воздействию гидрофильных сред.

Данный вывод подтверждается исследованиями краевого угла смачивания (таблица 1). Наименьший угол смачивания характерен для наиболее агрессивной среды HNO_3, наибольший – для HCl. При нанесении модифицирующих покрытий из растворов олигомеров марок Ф8, Ф14; Ф15 краевой угол заметно увеличивается.

Таблица1 – Краевой угол смачивания углеграфитового материала «Графлекса» растворами кислот [8,9,14]

Вид фолеокса / Вид агрессивной среды	образцы без покрытия	Ф 8.1	Ф 15
HCl	65^o	71^o	74^o
H_2SO_4	38^o	44^o	45^o
HNO_3	23^o	40^o	34^o

Модифицированные образцы приобретают различную устойчивость к воздействию воды и масел. Все исследованные олигомеры независимо от количества слоев (1-5) значительно увеличивают краевой угол смачивания (рисунок 7).



а б [8,9,14]

Рисунок 7 – Зависимость краевого угла смачивания от вида фолеокса на углеграфитовом материале: а) вода; б) вазелиновое масло

Очевидно, уже однократная обработка поверхности углеграфитового образца обеспечивает проникновение молекул олигомера к активным центрам углеродного материала и их блокирование. Это способствует снижению поверхностной энергии материала и уменьшению его смачивания различными технологическими средами. Состав подложки при этом не играет существенной роли, т.к. замена углеграфитовых образцов на стеклянные качественно не изменила характер смачивания: наибольший эффект при смачивании маслом и водой обеспечивает олигомер Ф 15. Значение

показателя Θ на подложке из графитового материала при смачивании водой несколько выше (на 30 – 40°), чем на подложке из стекла. При смачивании маслом значение этого показателя не зависит от состава подложки. Очевидно, углеграфитовая подложка обладает в исходном состоянии большей дефектностью и более высокой активностью поверхности (рисунок 7).

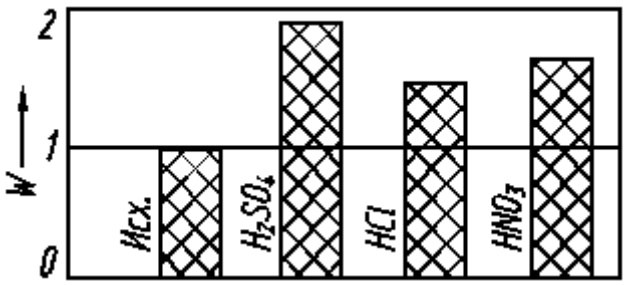
Обработка поверхности фторсодержащим олигомером обеспечивает «залечивание» микродефектов поверхности, в результате чего уменьшается способность к смачиванию. Тонкие пленки олигомеров качественно изменяют характер повреждения поверхности углеграфитового материала после обработки агрессивными средами.

Воздействие кислых сред приводит к образованию на поверхности значительного числа дефектов. Элементы рельефа представляют собой совокупность складок с характерным размером 4 × 0,2 мкм. Воздействие агрессивных сред, в частности H_2SO_4, приводит к увеличению размеров этих образований до 6,2 × 1,1 мкм. Появляются глобулярные образования с размерами 2,1 × 2,1 мкм. Высотная характеристика составляет R_a = 765 нм.

При экспозиции образцов в соляной кислоте характер изменения рельефа аналогичен. Наблюдается увеличение количества складчатых структур и уменьшение глобулярных. Параметры высотной характеристики рельефа близки к параметрам предыдущего образца [8,14]

Концентрированная азотная кислота вызывает интенсивное разрушение поверхности образца по механизму, подобному травлению. Рельеф становится более сглаженным, однако он более развит по сравнению с контрольным. Высотная характеристика составляет R_a = 269 нм.

Обработка поверхности углеграфитовых материалов изменяет величину удельной поверхности. Удельную поверхность оценивали как отношение истиной поверхности фронта пленкообразования к идеально гладкой. Изменение удельной поверхности (увеличение) W может свидетельствовать о процессах упорядочения в тонких пленках. Удельная поверхность углеграфитовых материалов изменяется после обработки кислыми средами, что может свидетельствовать об изменении развитости поверхности (рисунок 8).



[36,76]

Рисунок 8 – Влияние состава кислой среды на удельную поверхность «Графлекса». Время обработки 48 ч; Т = 293 К

При нанесении модифицирующих тонкопленочных покрытий на поверхность образцов характер изменения удельной поверхности зависит от состава олигомера (таблица 4.2). Приведенные в таблице данные свидетельствуют о том, что состав олигомера оказывает существенное влияние на характер рельефа. Пленка олигомера Ф8 обеспечивает практически равномерную скорость травления образца по всей поверхности, что сопровождается выглаживанием поверхности.

Таблица 2 – Влияние состава олигомера на величину удельной поверхности W “Графлекса” после экспозиции в кислой среде τ = 48 ч; Т = 293 К [8,9,14]

Вид обработки (олигомер)	Величина удельной поверхности в зависимости от среды		
	H_2SO_4	HCl	HNO_3
Графлекс н/о	1,232	1,051	1,08
Обработка олигомером Ф15	1,054	1,13	1,57
Обработка олигомером Ф14	1,063	1,107	1,091
Обработка олигомером Ф8	1,048	1,087	1,068

Олигомеры Ф14 и Ф15 вследствие неполярного строения, очевидно, не образуют сплошную пленку на всей поверхности. Поэтому воздействие кислых сред приводит к развитию рельефа и увеличению удельной поверхности. Обработка «Графлекса» фторсодержащими олигомерами заметно увеличивает прочность образцов (таблица 3).

Таблица 3 – Влияние вида обработки на прочность образцов из “Графлекса” [8,9,14]

Показатель прочности	Вид обработки			
	н/о	Ф14	H_2SO_4	Ф14+H_2SO_4
$\sigma_р$ МПа	51,7	113,2	46,0	67,0

Таким образом, модифицирование поверхности углеграфитовых образцов тонкими пленками фторсодержащих олигомеров обеспечивает существенное увеличение их стойкости в кислых средах. Это обусловлено увеличением гидрофобности и созданием барьера для протекания деструктивных процессов.

Тонкие пленки из фторсодержащих олигомеров марки «Фолеокс» целесообразно использовать для повышения эксплуатационных характеристик уплотнительных элементов запорной арматуры. Для исследований использовали углеграфитовое волокно типа «Урал», нашедшее широкое применение для изготовления композиционных материалов, тканей, жгутов, уплотнительных шнуров и т.п. [8,9,12-14]. Исследуемые волокна в состоянии поставки обрабатывали растворами фторсодержащих олигомеров различного состава с последующей сушкой на воздухе и термообработкой. В качестве модифицирующих олигомеров использовали различные по составу и свойствам соединения. Кроме того, дополнительно были применены олигомеры марок ФА и ФФ. Олигомер ФА по составу и молекулярной массе аналогичен Ф1, однако имеет другой растворитель. У олигомера ФФ в состав входит две функциональные группы –СООН, которые расположены на концах цепи.

Обработка углеграфитовых нитей фторсодержащими олигомерами приводит к изменению их теплофизичеких характеристик. Так, температура начала интенсивной термоокислительной деструкции на воздухе сдвигается в область более высоких значений. При этом строение олигомерной пленки не существенно влияет на значение температуры. Температура деструкции на воздухе исходного волокна составляет 623 – 633 К, а волокон, обработанных Ф1, Ф14, ФА, ФФ – 673 – 693 К. Наибольший защитный эффект обеспечивает олигомер Ф14, наименьший – Ф1. Очевидно, олигомерная пленка заполняет микродефекты моноволокон и предотвращает доступ окислителя к дефектным участкам. При этом собственное строение олигомера проявляется только во влиянии на кинетику процесса термоокисления – олигомеры, содержащие активные кислотные группы, катализируют этот процесс, а не содержащие таких групп – ингибируют. Об этом свидетельствуют данные энергии активации процесса термоокислительной деструкции, рассчитанные по кривым ДТА и TG (таблица 4).

Таблица 4 – Энергия активации процесса термоокислительной деструкции графитовых волокон, модифицированных фторсодержащими олигомерами [8,14]

Показатель	Значение для олигомера					
	ФВ	Ф1	Ф14	Ф15	ФА	ФФ
Е, кДж/моль	51,4	40,1	60,2	45,1	65,7	59,6

Тонкие пленки олигомеров, нанесенные на графитовые волокна, изменяют их гидрофобные характеристики (таблица 5).

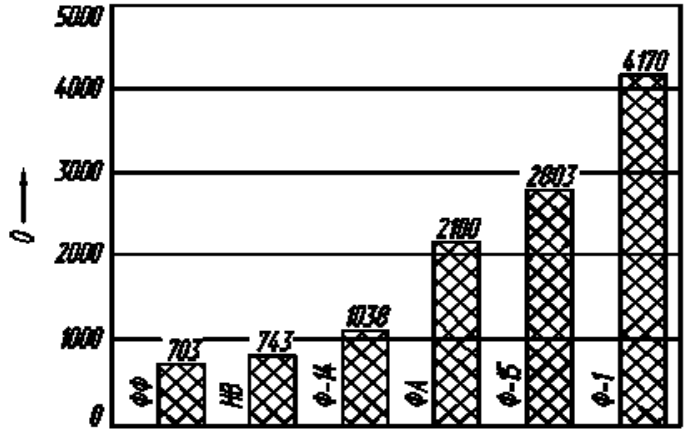
Таблица 5 – Влияние состава олигомера «Фолеокс» на угол смачивания углеграфитовых волокон [8,14]

Значение угла Θ / Среда	Показатель по маркам					
	ФВ	Ф1	Ф14	Ф15	ФА	ФФ
Вода дистиллированная	52°	51°	36°	54°	60°	59°
Масло индустриальное	25°	22°	21°	30°	35°	36°

Олигомеры ФА и ФФ увеличивают гидрофобность волокон, а Ф1, Ф14, Ф15 – снижают. Очевидно, это явление обусловлено толщиной олигомерных пленок, образующихся в результате модифицирования. Аналогичным образом влияют тонкие пленки на смачиваемость минеральным маслом. Таким образом, тонкие пленки фторсодержащих олигомеров изменяют свойства углеграфитовых волокон.

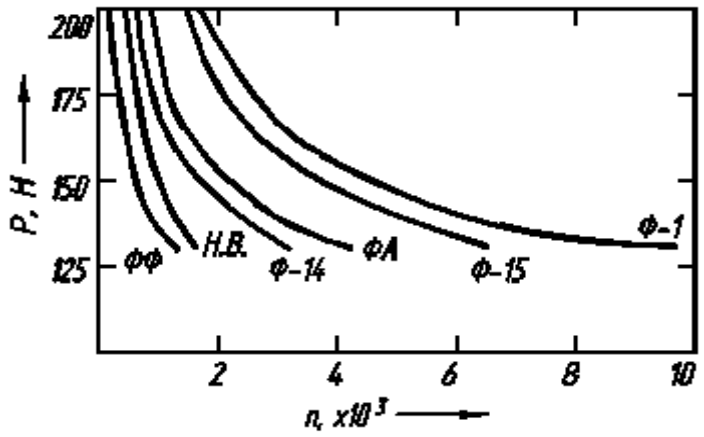
Модифицированные волокон фторсодержащими олигомерами влияет на их триботехнические свойства (рисунки 9 – 11). Так, коэффициент трения волокон, модифицированных олигомерами Ф1 и Ф14, существенно выше, чем исходных.

Очевидно, что при выбранной схеме испытаний большое значение имеет адгезионная составляющая силы трения, которая зависит от толщины и сплошности нанесенной пленки модификатора. Углеродные волокна гидрофобны и имеют на поверхности активные функциональные группы. Под действием сил трения и переменных нагрузок от поверхности волокон отслаиваются фрагменты небольших размеров. Это приводит к резкому ухудшению механических характеристик волокон и снижению их износостойкости.



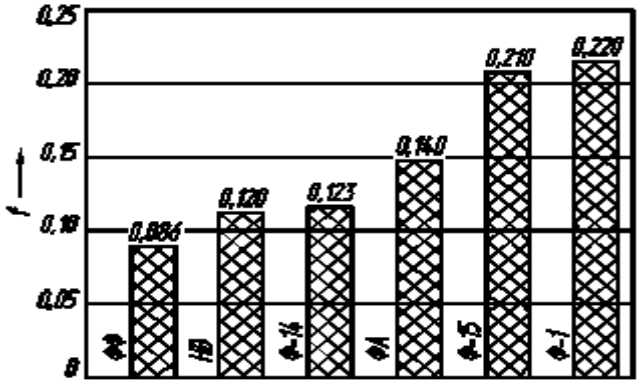
[8,14]

Рисунок 9 – Влияние состава фолеокса на износостойкость углеграфитового волокна. Скорость скольжения – 0,1 м/с; нагрузка – 0,38 ГПа



[8,14]

Рисунок 10 – Влияние нагрузки на износостойкость углеграфитовых волокон



[8,14]

Рисунок 11 – Влияние состава фолеокса на коэффициент трения углеграфитового волокна по стали 45

Нанесение покрытий на волокна резко увеличивает их износостойкость. Очевидно, фторсодержащие олигомерные пленки, заполняя микродефекты на поверхности волокон, повышают их устойчивость к знакопеременным нагрузкам. В результате значительно повышается износостойкость волокон при истирании в возвратно-поступательном режиме [8,14].

Строение молекулы олигомера оказывает существенное влияние на износостойкость модифицированного волокна. Наибольший эффект обеспечивает обработка олигомером марки Ф1, наименьший – Ф14. Износостойкость существенно зависит от нагрузки (рисунки 4.9-4.10), однако общий характер влияния строения олигомера на износостойкость сохраняется. Необходимо отметить, что коэффициент трения модифицированных волокон заметно выше, чем исходных (рисунок 4.11). При этом зависимость коэффициента трения от строения олигомера не коррелирует с данными по износостойкости. Вероятной причиной повышения коэффициента трения при выбранной схеме испытаний является увеличение адгезионной составляющей силы трения в связи с образованием на поверхности волокон олигомерных пленок со сравнительно невысокими прочностными характеристиками. Роль модифицирующей пленки сводится к закреплению единичных моноволокон, составляющих макроволокно, и уменьшению их подвижности в процессах передеформирования [8,14].

Это снижает вероятность их разрушения под действием сил трения и благоприятно сказывается на износостойкости волокна в целом. Исходное волокно изнашивается путем фрагментирования на единичные моноволокна и их хрупкого разрушения. Модифицированные волокна в процессе трения в меньшей степени подвержены фрагментированию на моноволокна, что повышает износостойкость волокна в целом .

Таким образом, формирование на поверхности углеграфитовых волокон тонких пленок фторсодержащих олигомеров оказывает существенное влияние на

теплофизические и триботехнические свойства [8,9,14].

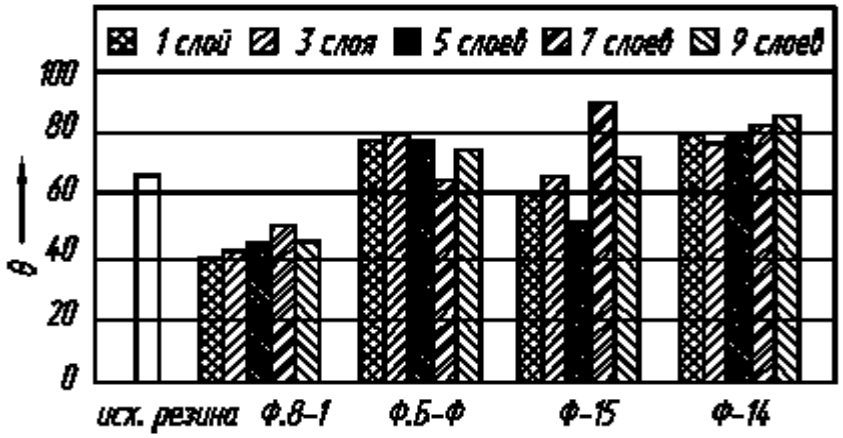
Данный вид обработки может быть рекомендован для изделий из углеродсодержащих материалов, эксплуатируемых при воздействии термоокислительных сред и высоких контактных давлений.

3. Влияние фторсодержащих покрытий на свойства резинотехнических изделий (РТИ)

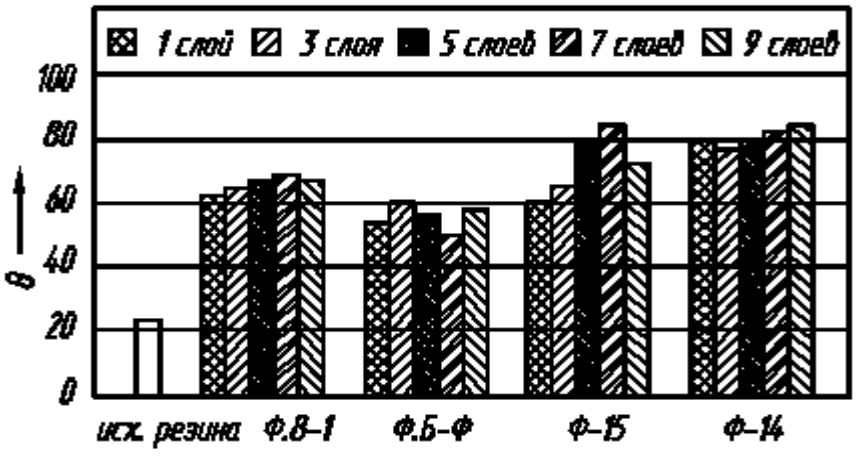
Для исследования были выбраны резины общетехнического назначения на основе каучука СКТН, широко применяемые для изготовления уплотнительных деталей [16-21]. К числу важнейших эксплуатационных характеристик изделий из РТИ относятся стойкость к эксплуатационной среде, термостойкость и высокая износостойкость.

Олигомерные пленки толщиной от 1 до 8 мкм наносили путем окунания очищенной от загрязнений и обезжиренной бензином «Галоша» поверхности резиновых образцов. Сформированные покрытия термообрабатывали на воздухе или подвергали воздействию ионизирующего излучения. В качестве рабочих сред использовали масло вазелиновое и воду дистиллированную. Эти среды наиболее широко применяются в машиностроении, а также в системах теплоснабжения.

Модифицирование поверхности РТИ фторсодержащими олигомерами различных составов значительно повышает гидрофобные свойства и устойчивость к смачиванию маслами (рисунок 12). Так, краевой угол смачивания маслом вазелиновым увеличивается с 22° до 62-91° в зависимости от состава олигомера. Наиболее значимое действие оказывают олигомеры Ф15 и Ф14, различающиеся по строению концевых групп.



а



[8,9,17]

б

Рисунок 12 – Зависимость угла смачивания от вида фолеокса:
а) вода; б) вазелиновое масло

Пленки, формируемые из растворов полярных олигомеров Ф8-1 и ФБФ, обладают несколько меньшим защитным действием, однако также существенно увеличивают краевой угол смачивания. Толщина нанесенной пленки не оказывает существенного влияния, что свидетельствует о том, что повышение защитных свойств обусловлено не только барьерным эффектом, но и препятствием процессу растекания жидкости структурными агрегатами, формирующимися на поверхности изделия из РТИ. Исключения составляют покрытия из Ф15. При нанесении 5-7 слоев олигомера угол смачивания имеет максимальное значение. Дальнейшая обработка поверхности раствором олигомера, очевидно, приводит к разрушению сформировавшегося покрытия с высокой дефектностью.

При смачивании водой наблюдается подобная зависимость. Однако обработка олигомером Ф8-1, содержащим активные функциональные группы, снижает гидрофобность (рисунок 12). Очевидно, полярные группы –СООН способствуют снижению поверхностного натяжения водной среды. Модифицирование поверхности резины тонкими слоями олигомеров существенно изменяет термическую стойкость в условиях нагрева в кислородной среде. Температура начала активной термоокислительной деструкции по данным ДТА сдвигается с 543 К (для исходного образца) до 593 – 623 К для модифицированного. Наибольший эффект обеспечивают пленки олигомера Ф15 ($Т_{дест}$ = 623 К), менее значительный ФФ ($Т_{дест}$ = 593 К). Собственная температура деструкции фторсодержащих олигомеров по данным [3-21], составляет 573 – 623 К. Очевидно, в процессе обработки макромолекулы олигомера проникают в приповерхностный слой эластомерной композиции, блокируют ее активные центры и заполняют микродефекты. Поэтому диффузия кислорода воздуха в поверхностные слои при термоокислении существенно замедляется, что и приводит к увеличению термоокислительной стабильности обработанного материала.

Фторсодержащие олигомеры «Фолеокс» оказывают существенное влияние на триботехнические характеристики изделий из РТИ. Нанесение покрытий из неполярного олигомера Ф-14 значительно снижает коэффициент трения, а пленка полярного олигомера приводит к обратному эффекту (таблица 6).

Таблица 6 – Влияние вида обработки и состава олигомера на коэффициент трения резин [17]

Вид обработки	Значение коэффициента трения для марки	
	Ф 14	Ф 8-1
н/о	0,25	0,25
5-кратная обработка олигомером	0,16	более 0,5
5-кратная обработка и термообработка при 373 К	0,22	0,38
5-кратная обработка и облучение 15 мин	0,21	0,42
30 мин	0,19	0,39
60 мин	0,24	0,37

Как следует из приведенных в таблице данных, модифицирование тонких олигомерных пленок позволяет улучшить триботехнические характеристики резин. Полярный олигомер после энергетического воздействия, очевидно, вступает во взаимодействие с активными центрами в макромолекуле каучука. Это снижает его адгезионную активность в процессах трения по металлу. Для практических целей целесообразно применять пленки из неполярных олигомеров, которые не только повышают термоокислительную стойкость, но и снижают коэффициент трения пары вулканизат – сталь.

Таким образом, тонкие олигомерные покрытия могут быть использованы для повышения служебных характеристик резинотехнических изделий.

4 Физико-механические свойства вакуумных покрытий, модифицированных ФСО.

Для исследования свойств покрытия осаждались на пластины из инструментальной стали Р6М5 предварительно закаленные и имеющие твердость HRC 60. Нанесение покрытий осуществлялось в вакуумной установке УВНИПА-1-001, оборудованной катодно-дуговым испарителем с системой электромагнитной фильтрации плазмы, а также ионным источником ИИ-4-0,15.

Для удаления тонкого приповерхностного слоя толщиной порядка 100-300 нм, содержащего загрязнения, перед нанесением покрытия образцы подвергались интенсивной обработке высокоэнергетичными ионами аргона. При этом происходит нагрев поверхностей до 450 С, разрушение окисных пленок и частичное удаление растворенных в металле газов. Обработка проводилась при следующих параметрах: давление аргона в вакуумной камере $1{,}5\times10^{-2}$ Па; ток фокусирующего соленоида 3,0 А; ускоряющее напряжение 3500 В при токе 0,06 А. Время ионно-лучевой обработки составляло 30 минут. Для повышения эффективности ионно-лучевой очистки и увеличения глубины проникновения ионов аргона на обрабатываемые изделия подавался отрицательный электрический потенциал 800-1500 В.

Осаждение покрытия проводилось при токе стабилизирующей катушки 1,7 А, токе управляющей катушки 2,0 А и токе дуги 90 А. Давление реакционного газа (азот) находилось в пределах $(0{,}87\text{-}5)\text{x}10^{-2}$ Па. Во время осаждения покрытия на подложку подавалось напряжение смещения -100 В. Определение влияния термообработки на энергетические параметры и физико-механические характеристики проводили путем выдержки образца с покрытием при заданной температуре в течение 60 минут в муфельной печи. Температуру термообработки варьировали от 293К до 1093К.

В ходе испытаний на термостойкость проверялась устойчивость характеристик тонкопленочного материала после отжига. Образцы подвергались нагреву в муфельной печи СНОЛ модели 25/12 до температур +350…+850°С со скоростью нагрева около 30°С/мин и выдерживались при требуемой температуре в течение 30 минут. Затем они охлаждались, находясь в выключенной печи. Критерием влияния термообработки на характеристики покрытия было изменение микротвердости поверхности и коэффициента трения после проведения испытаний. Для измерения микротвердости покрытий на металлах использовали микротвердомер ПМТ-3. Принцип действия прибора основан на изменении линейной величины диагонали отпечатка *с*, полученного от вдавливания алмазной пирамиды в исследуемый материал под определенной нагрузкой.

Триботехнические исследования проводили на машине трения типа FT-2, которая работает по схеме «сфера-плоскость» в условиях сухого трения трех сферических образцов диаметром R=1,5 мм по плоской поверхности диска (контртела), выполненного из стали и отшлифованного на ровной плоской поверхности наждачной шкуркой или шлифовальной пастой до среднего арифметического отклонения профиля поверхности R_a=0,1 – 0,3 мкм. Образцы закрепляли в зажиме машины трения, протирали тканью «бязь», отбеленной, смоченной в этиловом спирте, рабочую сферу и рабочую поверхность стального диска (контртела), после чего сушили 2 мин при комнатной температуре. Испытания проводили при нормальной нагрузке на три образца до 100 Н, при 60, 120 оборотах верхней головки машины трения в минуту ($мин^{-1}$), линейной скорости скольжения 0,1-0,2 м/с, температуре поверхности стали (20±5) єС.

Проведенные исследования по изучению влияния термообработки на прочностные характеристики покрытий представлены на рисунке 13. Согласно, полученных данных, термообработка приводит к снижению твердости покрытий.

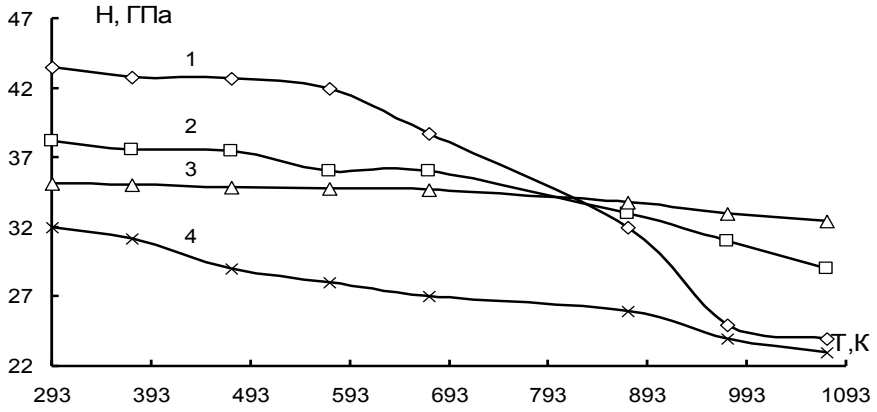


Рисунок 13 – Зависимость микротвердости покрытий AlTiN от режимов термообработки.
1 - давление азота в камере при формировании покрытия $7{,}5 \times 10^{-3}$ Па,
2 - давление азота $1{,}1 \times 10^{-2}$ Па; 3 - давление азота $2{,}4 \times 10^{-2}$ Па; 4 - давление азота $3{,}2 \times 10^{-2}$ Па

Однако, значения микротвердости покрытий после проведения термообработки уменьшаются до величин превышающих в два – три раза значения микротвердости покрытий на базе TiN, TiC, TiCN, ZrN, ZrC и т.п. Необходимо отметить термостабильность покрытия, сформированного при давление азота в камере при формировании покрытия $2{,}4 \times 10^{-2}$Па. Скорее всего, данное покрытие обладает низкими значениями внутренних напряжений, что и позволяет сохранять высокие прочностные характеристики при проведении термической обработки.

В современном машиностроении широко применяются тонкопленочные покрытия различного функционального назначения, среди которых особую перспективу имеют покрытия на основе фторсодержащих полимеров и олигомеров [23-25]. Такие покрытия, толщина которых не превышает 1 – 3 мкм, удается получать с помощью двух технологий: плазмохимической из активной газовой фазы и растворной, благодаря разработке растворимых фракций фторсодержащих олигомеров.

Особый интерес вызывают покрытия, сформированные по растворной технологии, не требующей специального дорогостоящего оборудования. Данные покрытия обладают комплексом уникальных эксплуатационных характеристик, т. к. молекулы олигомеров сочетают в себе высокую химическую стойкость (связи C–F), активность (химически активные концевые функциональные группы), гибкость и подвижность (наличие в структуре молекулярной цепи эфирных связей и сравнительно невысокая молекулярная масса макромолекулы) [23-33].

Наиболее эффективными покрытиями, с точки зрения износостойкости и минимального коэффициента трения, состоящие из твердой подложки, воспринимающей нагрузку, и сравнительно мягкого поверхностного слоя с высокой способностью к передеформированию без разрушения. В качестве такого слоя могут быть использованы пластичные материалы: медь, политетрафторэтилен, полиэтилен, наносимые методами плазмохимической обработки или другими методами, применяющимися, например, в технологии переработки пластических масс.

В работе [31] рассмотрены вопросы формирования фторсодержащих олигомерных покрытий на алмазоподобных подложках, в том числе после проведения термообработки. Установлено, что нанесение фторсодержащих олигомеров на поверхность нанокомпозиционных покрытий с последующей термообработкой также приводит к изменению содержания нанкомпозиционных частиц в структуре покрытия. Вышеприведенные структурные, морфологические и энергетические изменения, наблюдаемые в алмазоподобных покрытиях, должны приводить к существенным изменениям в механических характеристиках данных покрытий, что и подтверждается результатами измерений микротвердости алмазоподобных покрытий, приведенных на рисунке 14.

Формирование данных слоев фторсодержащих соединений на подложках AlTiN,

приводит к увеличению прочностных характеристик покрытий. Данный эффект объясняется хемосорбцией ФСО к интерметаллической подложке. Термообработка композиционных покрытий на базе алтинов и фторсодержащих олигомеров, при невысоких температурах термообработки приводит к протеканию процессов, характерных для формирования покрытий ФСО как на металлах, так и на алмазоподобных подложках.

При температурах свыше 573 К должна протекать процесс деструкции данных фторорганических покрытий с поверхности подложки. Однако, при температурах обработки свыше 573 К наблюдается эффект увеличения микротвердости, что скорее всего объясняется образованием соединений на базе фторидов металлов (рис.15).

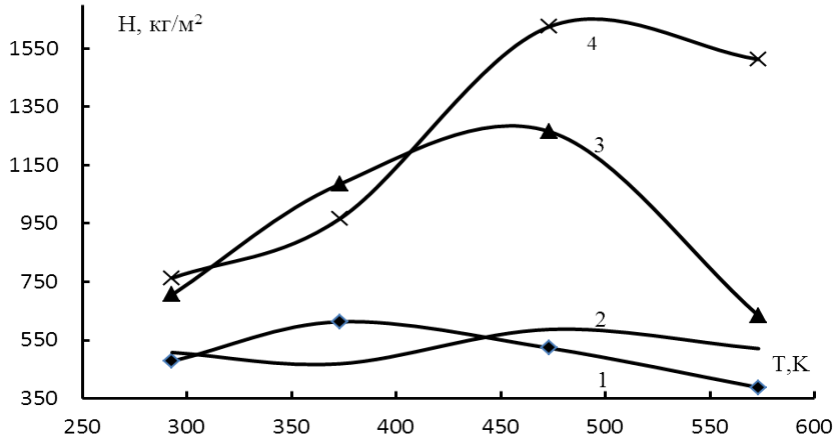


Рисунок 14 – Значения микротвердости (кг/м^2) алмазоподобных покрытий [31].
1, 3-исходныеобразцы ; 2, 4-образцы, модифицированные фторсодержащим олигомером Ф1;
1, 2- образец №1; 3, 4-образец №2

Изменение физико-механических характеристик поверхностных слоев алтинов при обработке фторсодержащими олигомерами и последующей термообработки, сопровождается изменением поверхностной энергии (таблица 7-8).

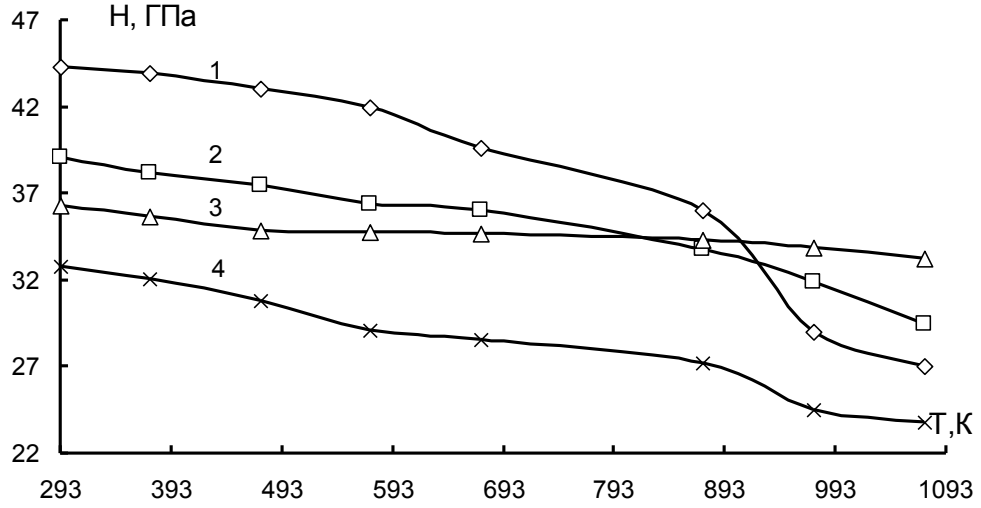


Рисунок 15 – Зависимость микротвердости покрытий AlTiN, обработанных 5 слоями фтосродержащих олигомеров от режимов термообработки.
1 - давление азота в камере при формировании покрытия 7,5x10^{-3} Па,
2 - давление азота 1,1x10^{-2} Па;
3 - давление азота 2,4x10^{-2} Па;
4 - давление азота 3,2x10^{-2} Па

Таблица 7 – Зависимость значений поверхностной энергии от количества слоев фторсодержащих олигомеров, сформированных на подложке AlTiN (давление азота в камере при формировании покрытия $2,4x10^{-2}$ Па)

Характеристика	алтин	алтин+ФСО 1 слой	алтин+ФСО 3 слоя	алтин+ФСО 5 слоев	алтин+ФСО 7 слоев
Угол смачивания вазелинового масла, град	27^o	68^o	64^o	67^o	67^o
Угол смачивания водой, град	80,00	60^o	65^o	65^o	63^o
Работа адгезии вазелиного масла, мДж	56,73	41,24	43,15	41,72	41,72
Работа адгезии воды, мДж	84,46	107,94	102,37	102,37	104,62
Дисперсионный компонент поверхностной энергии	0,56	44,98	31,56	34,58	38,18
Полярный компонент поверхностной энергии	40,99	142,67	117,55	121,31	129,22
Поверхностная энергия, мДж/м^2	41,56	187,66	149,12	155,90	167,42

Таблица 8 – Зависимость значений поверхностной энергии от режимов термообработки фторсодержащих олигомеров, сформированных на подложке AlTiN (давление азота в камере при формировании покрытия $2,4x10^{-2}$Па)

Характеристика	алтин+ Ф1 5 слоев 100 ^{o}C	алтин + Ф1 5 слоев 200 ^{o}C	алтин + Ф1 5 слоев 300 ^{o}C
Угол смачивания вазелинового масла, град	66^o	$60^o50'$	29^o
Угол смачивания водой, град	76^o	105^o	29^o
Работа адгезии вазелиного масла, мДж	42,20	44,77	56,24
Работа адгезии воды, мДж	89,37	53,34	134,90
Дисперсионный компонент поверхностной энергии	16,57	1,38	56,51
Полярный компонент поверхностной энергии	79,57	8,80	206,27
Поверхностная энергия, мДж/м^2	96,14	10,18	262,79

В настоящее время интенсифицированы исследования по изучению тройных и более сложных соединений, которые обладают высокими по сравнению с бинарными соединениями физико-механическими характеристиками. Применение систем AlTiN (алтин) позволяет существенно увеличить термоокислительную стабильность при увеличении увеличению твердости, по сравнению с простым бинарным нитридом металла. Представлял интерес изучить триботехнические характеристики данных покрытий в зависимости от режимов формирования. На рисунках 16-20 приведены зависимости коэффициента трения соединений AlTiN от времени проведения фрикционного взаимодействия.

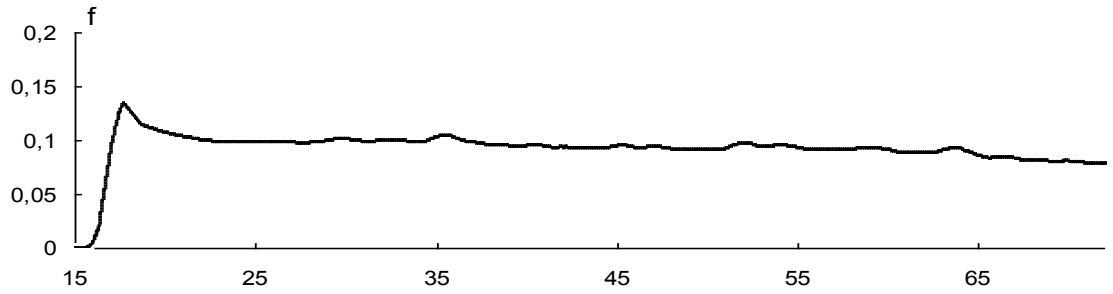


Рисунок 16 – Зависимость коэффициента трения пары AlTiN-ШХ15 от времени фрикционного контакта .V=0,1 м/с, N=20 Н, схема испытаний «сфера-плоскость». Покрытие сформировано при давлении азота в камере $7,5x10^{-3}$ Па

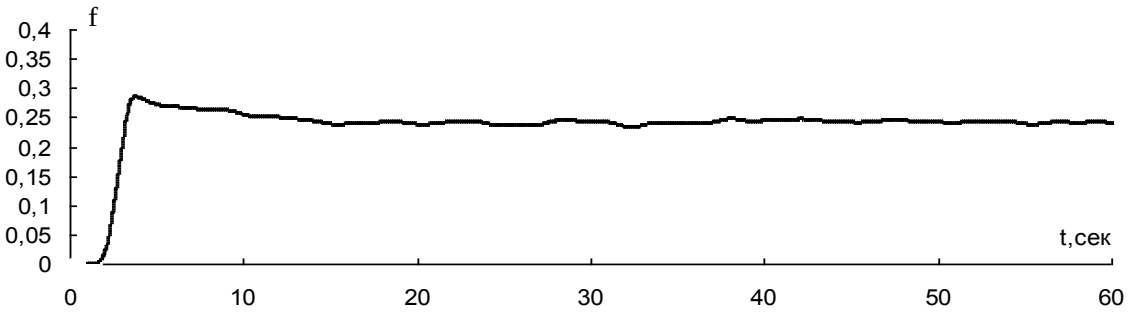


Рисунок 17 – Зависимость коэффициента трения пары AlTiN-ШХ15 от времени фрикционного контакта. V=0,1 м/с, N=20 Н, схема испытаний «сфера-плоскость». Покрытие сформировано при давлении азота в камере $1,1x10^{-2}$Па

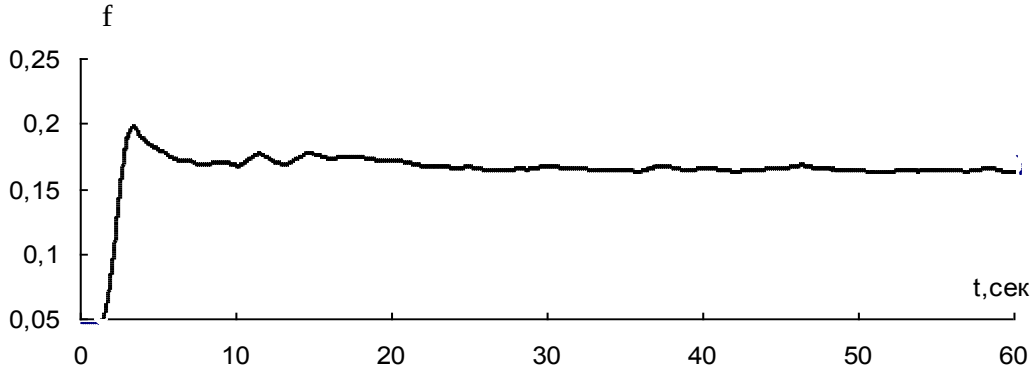


Рисунок 18 – Зависимость коэффициента трения пары AlTiN-ШХ15 от времени фрикционного контакта. V=0,1 м/с, N=20 Н, схема испытаний «сфера-плоскость». Покрытие сформировано при давлении азота в камере $2,4x10^{-2}$Па

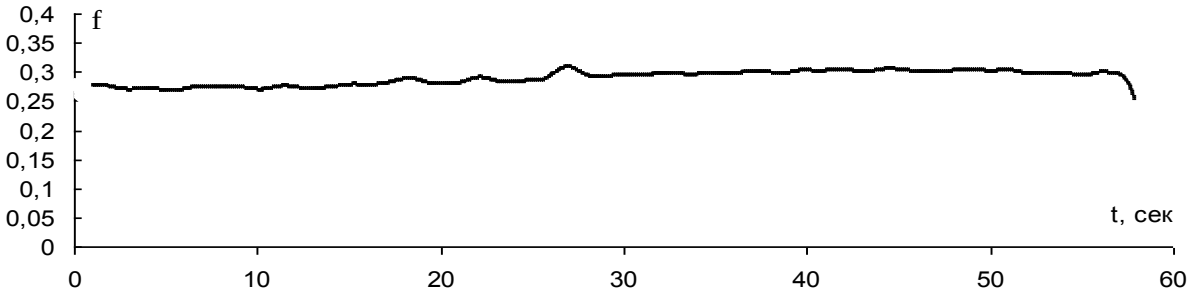


Рисунок 19 – Зависимость коэффициента трения пары AlTiN-ШХ15 от времени фрикционного контакта. V=0,1 м/с, N=20 Н, схема испытаний «сфера-плоскость». Покрытие сформировано при давлении азота в камере $3,2x10^{-2}$ Па

Таким образом, наиболее оптимальными режимами, при котором образуются антифрикционные слои с наиболее низким коэффициентом трения, являются условия, когда давление азота в камере составляет порядка $2{,}4 \times 10^{-2}$ Па (рис. 20).

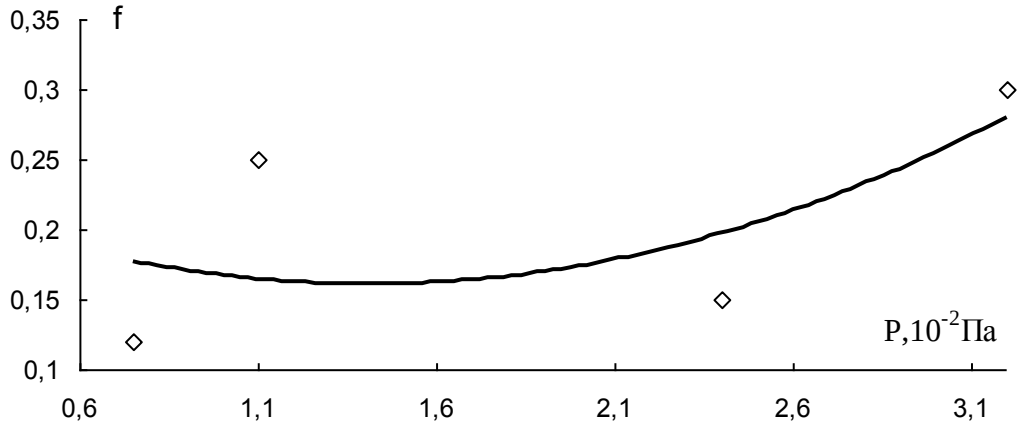


Рисунок 20 – Зависимость коэффициента трения от давления реакционного газа в камере при формировании покрытия AlTiN

Исследовано влияние технологических параметров формирования покрытий на функциональные характеристики. Установлено, что покрытие представляет собой двухфазную систему. Количество второй фазы в матрице покрытия зависит от условий формирования покрытия и с увеличением давления в объеме рабочей камеры происходит уменьшение процентного содержания включений в покрытии. Покрытия TiAlN могут успешно применяться в металлообработке при высоких скоростях обработки металлов. Перспективным направлением является применение многослойных покрытий для формирования гетероструктур. Формирование данных структур с применением органических соединений позволяет существенно улучшить сопротивление износу, уменьшить коэффициент трения, уменьшить окисление покрытый и изделий. Формирование мультислоев позволяет управлять концентрацией деформаций и условиями распространения нано-трещин. Поэтому, структура полимолекулярных слоев может оказывать действие как ингибитор распространения nano-трещин и дислокаций, увеличивать устойчивость трещины к ее росту.

Заключение

Изучены физико – механические свойства тонких антифрикционных покрытий на основе фторсодержащих олигомеров. Показано, что фторсодержащие олигомеры упрочняют поверхностные слои подложки, замедляют окислительные реакции и смещают их начало протекания в сторону больших температур. Воздействие энергетических факторов повышает прочностные характеристики твердых подложек с пленками ФСО. Применение фторсодержащих олигомеров дает наибольший эффект в узлах трения при реверсивном трении и при эксплуатации узла в режиме «старт-стоп». Полярные олигомеры формируют адгезионно прочные триботехнические пленки. Пленки фторсодержащих олигомеров, сформированных на неметаллических подложках, образуют устойчивые пленки, изменяющие адсорбционную активность поверхностных слоев углеграфитовых композиционных материалов, волокон, резинотехнических изделий в процессах взаимодействия с эксплуатационными средами. Полярные олигомеры более эффективны, чем неполярные. Модифицированные изделия обладают высокой гидрофобностью, устойчивостью к воздействию термоокислительных и агрессивных сред, в сочетании с высокой износостойкостью. В работе предложены новые технологические направления регулирования структуры и функциональных характеристик нанофазных и

нанокомпозиционных фторсодержащих тонкослойных покрытий, основанные на управлении подвижностью и активностью молекулярных фрагментов и технологическими факторами (температура, излучение, разряд, время формирования, концентрация раствора и наномодификатора, строение олигомера и т.д.).Разработана технология формирования наноструктурных тонкопленочных покрытий различного функционального назначения (антифрикционных, антиадгезионных, гидрофобных, защитных и др.) на рабочих поверхностях деталей технологического оборудования, обрабатывающего инструмента, литьевых формах, уплотнительных систем для запорной арматуры. Разработаны составы и технология нанесения защитных покрытий на рабочие элементы сальниковых уплотнений запорной арматуры повышенной надежности. Применение фторсодержащих олигомеров и полимеров для создания защитных покрытий на герметизирующих элементах на основе модифицированного графита и углеродных волокон повышает износостойкость, прочностные свойства деталей в 1,2 – 2 раза, уменьшает их адгезионное взаимодействие с сопряженными деталями вследствие увеличения гидрофобности и стойкости к воздействию агрессивных сред.Разработанные составы и технология нанесения противоизносных тонкопленочных слоев из фторосодержащих олигомеров «Фолеокс», «Эпилам», «Форум» на поверхности деталей реальных узлов трения формируют слои малой толщины (от 0,5 до 2 – 3 мкм), которые позволяют сохранить оптимальные геометрические размеры узлов трения, обеспечивая высокую износостойкость и низкий коэффициент трения узлов повышенной точности.

Список литературы

1. Тонкие пленки воды: особенности структуры и диэлектрических характеристик [Текст] / В.А. Лиопо [и др.] // Эффективность реализации научного, ресурсного и промышленного потенциала в современных условиях: материалы Девятой ежегодной международной Промышленной конференции, п. Славское, Карпаты, 9-13 февраля 2009. / УИЦ «Наука. Техника. Технология»; под ред. З.Ю. Главацкой. - Киев, 2009. – С. 38-42.

2. Гаркунов, Д.Н. Триботехника [Текст] / Д.Н. Гаркунов - Москва: Издательство МСХА, 2001. – 616 с.

3. Ребиндер, П.А. Значение физико-химических процессов при механическом разрушении и обработке твердых тел в технике [Текст] / П.А. Ребиндер // Вестник АН СССР. − 1940. − вып. 8-6. − С. 763-786.

4. Вейдлер, С.Я. Действие смазок при обработке металлов давлением [Текст] / С.Я. Вейдлер, В.И. Лихтман. − М.: АН СССР, 1960. − 371 с.

5. Особенности структуры низкоразмерных фторсодержащих частиц, полученных методом термогазодинамического синтеза [Текст] / А.К. Цветников [и др.] // Машиностроение и техносфера XXI века: сб. трудов XV международной научно-технической конференции, Севастополь, 15-20 сент. 2008. / ДонНТУ; под ред. А.Н. Михайлова. - Донецк, 2008. - Т.3. – с.284-287.

6. Защитные характеристики тонкопленочных фторсодержащих покрытий в узлах трения сельскохозяйственной техники [Текст] / В.А. Струк [и др.] // Тракторы, автомобили, мобильные энергетические средства: проблемы и перспективы развития: материалы Междунар. науч.-технич. конф., посвящ. 80-летию со дня рождения д.т.н., проф. Скотникова В.А., Минск, 11-14 февр. 2009г. / Белорус.госуд. аграрн. технич. ун-т; редкол.: А.В. Кузьмицкий [и др.]. – Минск, 2009. – С. 287-290

7. Нанокомпозиционные фторсодержащие материалы для узлов трения автотракторной техники и сельскохозяйственного оборудования [Текст] / А.А. Рыскулов [и др.] // Машиностроение и техносфера XXI века: сб. трудов XVI международной

научно-технической конференции, Севастополь, 14-19 сентября 2009 г.: в 4 т. / ДонНТУ; под ред. А.Н. Михайлова. - Донецк, 2009. - Т. 3. – С.73-85.

8. Овчинников, Е.В. Тонкие пленки фторсодержащих олигомеров: основы синтеза, свойства и применение [Текст] / Е.В.Овчинников, В.А. Струк, В.А. Губанов. - Гродно: ГГАУ, 2007. – 326 с.

9. Влияние тонкопленочных покрытий на свойства углеграфитовых материалов [Текст] / В.А.Струк, Е.В.Овчинников, А.И.Малевич// Материалы. Технологии. Инструменты.– 1999. - №3. - С.70-73.

10. Брейтуэйт, Е.Р. Твердые смазочные материалы и антифрикционные покрытия [Текст] / Е.Р. Брейтуэйт – М.: Химия, 1997. – 320 с.

11. Covers for Carbon-Grafite Gaskets [Text] / G.N. Gorbasevich [et al.] // Seal and Sealing Thechnology in Machines and Devices: Thin-film In. IX International Conference / Wroclaw-Polanica Zdroj, 2001. – p. 131-133.

12. Новые антифрикционные композиционные материалы группы «Флувис» на основе фторопласта-4 и углеволокон «Вискум» [Текст] / П.Н. Гракович [и др.] // Полимерные композиты-2000: Тез.докл. Межд. науч.-техн. конф., Гомель. 5-7 июля 2000 г. / ИММС им. В.А. Белого НАН Беларуси. – Гомель, 2000. – С. 69-70.

13. Горбацевич, Г.Н. Структура и технология углеродных герметизирующих материалов для статических и подвижных уплотнений [Текст]: автореф. дис. … канд. техн. наук / Г.Н. Горбацевич - Новополоцк, 2002. – 21 с.

14. Бойко, Ю.С. Технологические особенности формирования композиционных тонкоплепочных покрытий на основе фторсодержащих полимеров и олигомеров [Текст]: дис. … канд.техн.наук/ Ю.С. Бойко. – Гродно, 1998. – 127 с.

15. Thin-film multifunctional covers because of fluorine containings oligomers [Text] / V. Struk [et al.] // IUPAC Macro 2000: Abstracts of World polymer congress. 38th Macromoledilar IUPAC Symposium, Warsaw, 9-14 July 2000. – WarsawUniversity of Technology. -Warsaw, 2000. – p.1389.

16. Зуев, Ю.С. Стойкость эластомеров в эксплуатационных условиях [Текст] / Ю.С. Зуев, Т.Г. Дегтева - М.: Химия, 1988. – 230 с.

17. Морфологические особенности триботехнических покрытий из фторсодержащих олигомеров на резинотехнических изделиях [Текст] / В.А.Струк [и др.] // Трение и износ – 1998. – Т.9 - №5. - С.665-670.

18. Овчинников, Е.В. Морфология тонкослойных покрытий на полимерных волокнах [Текст] / Е.В. Овчинников, В.А. Струк, Д.И. Федоров // VI Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии: сб. докладов, Гомель, 24-25 окт. 2000. / ИММС НАНБ; редкол.: Ю.М. Плескачевский [и др.]. – Гомель, 2000. – С. 91-95.

19. Триботехнические свойства тонких пленок фторсодержащих олигомеров [Текст] / В.А. Струк [и др.] // Прогрессивные технологии в машиностроении (Технология – 2000): материалы 15-ой ежегодной Международной научно-технической конференции, Одесса, 18-20 апр. 2000. – Киев, 2000. – с.233-234.

20. Овчинников, Е.В. Триботехнические характеристики резинотехнических изделий, модифицированных водорастворимыми поверхностно-активными веществами [Текст] / Е.В. Овчинников, В.А. Струк, А.С. Беляй // Ресурсосберегающие экотехнологии: возобновление и экономия энергии сырья и материалов: тезисы докладов четвертой международной научно-технической конференции, Гродно, 11-13 окт. 2000. - Гродно, 2000. – С.79-80.

21. Влияние морфологии геомодификаторов на структуру композиционных материалов [Текст] / Е.В. Овчинников [и др.]// Эффективность реализации научного,

ресурсного и промышленного потенциала в современных условиях: материалы Второй Промышленной международной научно-технической конференции, п. Славское, Карпаты, 25 февраля – 1 марта 2002. / УИЦ “Наука. Техника. Технология”. – Киев, 2002. – с. 55-56.

22. Оценка долговечности покрытий из фторсодержащих олигомеров в парах трения металл-металл и металл-полимер [Текст] / В.А. Струк [и др.] // Машиностроение и техносфера на рубеже XXI века: сборник трудов VIII междунар. научно-техн. конф., Севастополь, 10 – 16 сентября 2001г. / ДонГТУ; под ред. А.Н. Михайлова. - Донецк, 2001. - т.3 – с. 42 – 45.

23. Nano-crystalline filtered and deposited (FAD) TiAlN PVD coatings for high-speed machining applications / G.S. Fox-Rabinovich [et al]. //Surf. And Coat. Technol. – 2004. – Vol. 177-178. – P. 800-805.

24. Mechanical properties and machining performance of Ti1-xAlxN-coated cutting tools / A. Hцrling [et al] // Surface & Coatings Technology – 2005. – Vol. 191. – P. 384-392.

25. Получение нанокомпозитных покрытий на основе системы Ti-Al-Si-N с помощью двух магнетронов / А.В. Воронов [и др.] // Известия Томского политехнического университета. – 2009. - Т. 315. - № 2 – С. 147-150.

26. Effects of Al content on hardness, lattice parameter and microstructure of $Ti_{1-x}Al_xN$ films / H. Kimura [et al]. // Surf. Coat. Technol. 1999. – V.120-121. – P. 438-441.

27. Лучанинов, А.А. Покрытиясистемы Ti-Al-N, нанесенные PVD методами / А.А. Лучанинов, В.Е. Стрельницкий // ФІПФИП PSE. – 2012. – т. 10, № 1. – С. 56-98.

28. Self-organized nanostructures in the Ti-Al-N system / P.H. Mayrhofer [et. al.] // Appl. Phys. Lett. – 2003. –Vol. 83. – P. 2049-2051.

29. Structure, mechanical and tribological properties of sputtered $Ti_{1-x}Al_xN$ coatings with $0.5 \leq x \leq 0.75$ / K. Kutschej [et. al.] // Surf. Coat. Technol. – 2005. – Vol.200. – P. 2358-2365.

30. Effect of aluminum concentration on friction and wear properties of titanium aluminum nitride films / H. Ohnuma [et. al.] // Surf. Coat. Technol. – 2004. – Vol. 177-178. – P. 623-626.

31. Овчинников, Е.В. Формирования тонкопленочных покрытий при воздействии технологических факторов // Е.В. Овчинников // Прогрессивные технологии и системы машиностроения: Международный сборник научных трудов / ДонНТУ. - Донецк, 2013. – Выпуск 1, 2 (45). – С. 197-205.

32. Рогачев, А.В. Тонкие вакуумные полимерные покрытия: Обзор. информ. / А.В. Рогачев, О.И. Палий, П.Д. Петрашенко / Гомельский политех. ин-т. - Гомель, 1988.- 43 с.

33. Влияние строения фторсодержащих олигомеров на фрикционные свойства низкоскоростных узлов трения / В.А. Струк [и др.] // Трение и износ.-1996.- т.17, № 3.-С. 386-390.

Глава 6 РАЗРАБОТКА ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ ВНУТРИМАТОЧНОЙ СПИРАЛИ

[1]Дородейко В.Г., [2]Федосеев Г.Н., [3]Лесота А.В.,[2,3] Рубаник В.В.
[1]ЗАО «Медицинское предприятие Симург», г. Витебск, Беларусь
[2]УО «Витебский государственный технологический университет», г. Витебск, Беларусь
[3]ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, Беларусь

Введение

Предупреждение нежелательной беременности является важным фактором, определяющим репродуктивное здоровье в соматическом и психо-эмоциональном аспекте. Применение внутриматочных спиралей (ВМС),на сегодняшний день, является одним из наиболее эффективных методов профилактики нежелательной беременности.Эффективность и надежность различных видов ВМС, оценивается при помощи индексаПирля - число нежелательных беременностей на 100 женщин применяющих данный вид контрацепции на протяжении 12 месяцев.

Сопоставление полученных физических характеристик с имеющимися клиническими данными указывает на большую эффективность контрацептивов, имеющих сравнительно низкий уровень усилия в зоне контакта ВМС-эндометрий, «TCu-200» (Финляндия), «Medusa-Pessar» (Германия). Так, например, индекс Пирля у ВМС «TCu-200» составляет 1,90 [1, 2], в то время, как у петли «Липпса» от 2,49 до 3,60 [3,4,5], а у Cu-7 от 2,30 до 2,90 [6,7]. В большем проценте случаев у женщин, использующих ВМС с высоким уровнем усилия в зоне контакта контрацептива и эндометрия, отмечаются и другие осложнения, характерные для внутриматочного способа предохранения от беременности [8,9].

Клинические результаты эффективности ВМС с различным уровнем деформационных характеристик изучали путем проспективного наблюдения в течение 2-х лет за 120 женщинами, которым было установленаспираль«TCu-200» (Финляндия), специальная предварительная подготовка которой изменила усилие плечиков внутриматочного средства. Пациентки были разделены на три равные группы. В первой группе женщинам был установлен контрацептив с усилием плечиков менее 0,20 Н, во второй – от 0,20 до 0,35 Н и в третьей – свыше 0,35 Н.

Исследование проводили в течение 2802 менструальных циклов, обследованы были рожавшие женщины в возрасте до 40 лет. Среднее количество беременностей на одну женщину составило 3,9 в первой группе, 3,4 во второй и 3,7 в третьей соответственно и существенно не различалось, также как и средний возраст пациенток (32,6; 31,2; 31,8). Внутриматочный метод контрацепции не назначали женщинам с хроническими воспалительными заболеваниями гениталий, нарушением менструальной функции, при наличии патологии шейки матки, а также женщинам, перенесшим оперативные вмешательства на органах малого таза и при аномалиях половой сферы.

Динамическое наблюдение проводили на 10-14 день после введения ВМС, затем – через 2-3 месяца, а в последующем – каждые 3 месяца. Об эффективности контрацепции с учетом осложнений судили по индексуПирля (табл.1), для ВМС с различным значением усилия в зоне контакта плечиков контрацептива и эндометрия.

Таблица 1 - Эффективность использования ВМС с различным усилием в зоне контакта контрацептива и эндометрия

Величина усилия, Н	Число женщин	Длительность наблюдения (кол-во менструальных циклов)	Осложнения внутриматочной контрацепции									
			Непланируемая беременность		Самопроизвольная экспульсия		Удаление ВМС по медицинским показаниям				Всего	
							Кровотечения		Воспалительные заболевания			
			1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
менее 0,20	40	902	28,8	5	5,76	10	-	-	-	-	8,64	15
0,20-0,35	40	974	1,23	2,5	1,23	2,5	-	-	-	-	2,46	5
более 0,35	40	926	1,29	2,5	1,29	2,5	1,29	2,5	1,29	2,5	5,16	10

1– на сто лет применения (индекс Пирля)

2– в процентах

Как видно из приведенных результатов, лучшая приемлемость контрацептива отмечена в группе пациенток, использовавших ВМС с усилием от 0,25 до 0,35 Н. В этой группе общее количество осложнений было в 2 раза меньшим, чем при высоких степенях жесткости ВМС (свыше 0,35 Н) и в 3 раза ниже, чем при предохранении от беременности контрацептивами с низким уровнем усилия плечиков (менее 0,20 Н).Малая жесткость ВМС ведетк более частой экспульсии контрацептива,так, в первой группе женщин это осложнение зарегистрировано у 4 пациенток, во второй и третьей отмечено по одному случаю самопроизвольному изгнания ВМС.

Высокий уровень усилия плечиков ВМС (более 0,35 Н) чаще приводит к необходимости удаления контрацептива по медицинским показаниям из-за развития кровотечений и воспалительных заболеваний. К концу второго года наблюдения продолжали использовать внутриматочное средство 80% женщин первой группы, 87,5 % и 82,5% второй и третьей соответственно.

Основываясь на результатах проведенных клинических исследований,определены основные критерии оценки качества механических характеристик ВМС:

1. ответное усилие,действующее со стороны ВМСна эндометрий, должно варьировать в диапазоне от 0,25 до 0,35 Н;

2. площадь контакта между спиралью и эндометрием должна быть минимальна (для снижения вероятности воспалительного эффекта);

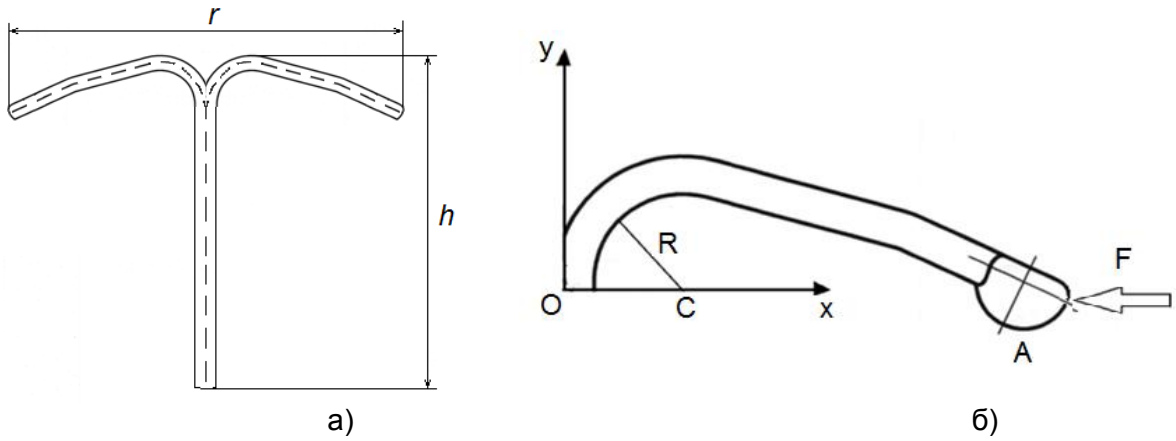
3. при горизонтальном сжатии, боковые плечики спирали должны увеличивать свой вертикальный размер для оптимального нахождения контрацептива возле дна матки.

Таким образом, основываясь на данных критериях оценки качества механических свойств ВМС, была поставлена цель разработать спираль с величиной ответного усилия, действующего со стороны контрацептива на эндометрий от 0,25 до 0,35 Н, а

также с высоким стоянием ВМС около дна матки и минимальной площадью контакта между эндометрием и спиралью.

Методика расчета изменения геометрической формыТ-образной ВМСпригоризонтальном сжатии

Так как клинические исследования влияния ответного усилия контрацептива на стенки эндометрия проводили на ВМС Т-образной формы «TCu-200» (Финляндия), для возможности сопоставления результатов исследований механических характеристик формаразрабатываемойВМС также была принята Т-образной (рис.1).



а) б)

Рисунок 1 – Геометрическая форма контрацептива:
а) форма ВМС; б) форма боковой части ВМС

Для расчета продольного размера и величины размаха плеч (диаметра) контрацептива использована следующая формула:

$$r = \frac{c}{h} \cdot (c^2 + h^2) - c,$$

где *c*- половина поперечного размера полости матки, *h* – ее продольный размер,

r - максимальная величина размаха плеч (диаметра) контрацептива [10].

Расчетные значения продольной длиныконтрацептива и ее диаметра составили 33,5 мм и 31,5 мм соответственно.

На основе анализа [11,12] известных мировых моделей ВМС была выбрана форма и размеры поперечного сечения спирали (рис.2).

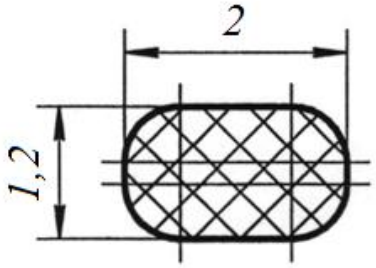


Рисунок 2 – Форма и размеры поперечного сечения боковой части разрабатываемойспирали

Прочностной расчет Т-образной ВМС выполнен в двумерной координатной системе.Так как модель ВМС симметрична относительно вертикального основания, то при моделировании горизонтального сжатия рассматривается поведение только одной из боковых частей(плечика) ВМС.Геометрия плечика ВМС задается посредством двух

окружностей: вписанной окружности возле основанияи вписанной окружности боковой части (плечика) ВМС (рис.3).

При расчете сжатия центральная часть спирали фиксируется (жесткая заделка) в то время как противоположная сторона плечиканаходится в свободном состоянии.Представленная модель аналогична изменению геометрии боковой части ВМС при горизонтальном сжатии в условиях спираль – организм человека. В предложенной модели к свободной части плечика поэтапно прикладываетсяусилие, за счет которого происходит изменение геометрии боковой части спирали. При моделировании геометрическая форма ВМС разбивается на n-ое количество сегментов (рис.3), в которых на каждом этапе прикладываемого усилия поочередно начиная с центральной части (точки О)рассчитывается перемещение и возникающее при этом напряжение.

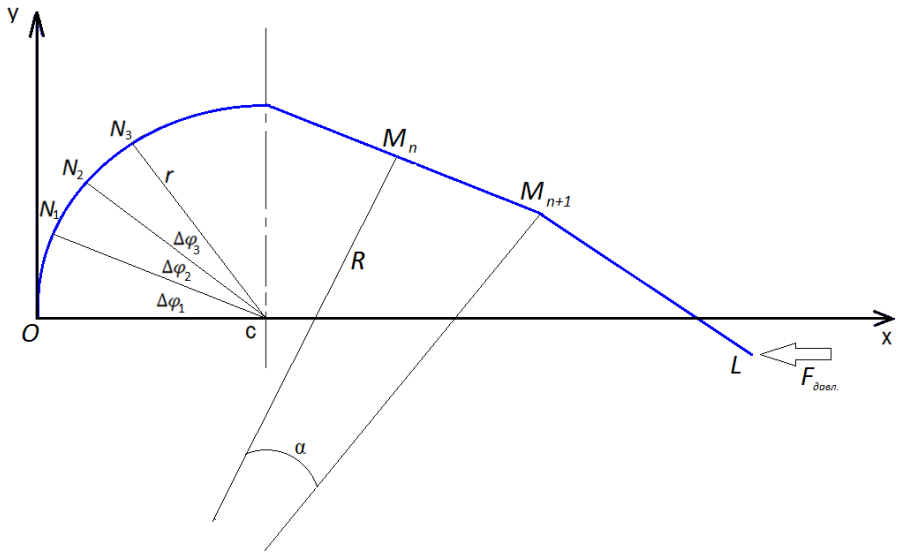


Рисунок 3 – Геометрия Т-образной ВМС, разбитая на n-ое количество сегментов: *r*–радиус окружности возле основания, *R*–радиус окружности плечика ВМС

Так как координаты сегментов, на которые разбита ВМС, описываются радиусом окружности, то для нахождения изменения их местоположения необходимо найти изменение радиуса дуги окружности (которая задана между соседними контрольными точками), а также изменение угла выбранной дуги на данной окружности, по формулам:

$$\frac{1}{r'} = \frac{M}{C} + \frac{1}{r}; \qquad (1)$$

$$C = EI,$$

где *E* - модуль Юнга; r, r' – радиус дуги окружности до и после приложенной силы соответственно ;*M* - изгибающий момент; *I*- момент инерции сечения относительно нейтральной оси.

Изгибающий момент *M* в сечении ВМС, который возникает в результате приложенной силы можно определить, как произведение силы $F_{давл.}$, приложенной горизонтально к боковой части плечика на плечо:

$$M_{n-1} = F_{\text{давл.}}(N_y - L_y), \qquad (2)$$

где L_y – координата крайней точки плечика *L* на вертикальной оси, N_y-координата рассматриваемого сечения *N*на вертикальной оси.

Зная изменения радиуса окружности рассматриваемой дуги и учитывая то, что длина дуги ВМС при воздействии нагрузки остается постоянной, изменения угла дуги можно найти следующим образом:

$$l = l' \Rightarrow \frac{\pi r \Delta\varphi}{180^\circ} = \frac{\pi r' \Delta\varphi'}{180^\circ};$$

$$\Delta\varphi' = \frac{r}{r'}\Delta\varphi, \qquad (3)$$

где l, l'- длины рассматриваемых дуг окружности до и после приложения нагрузки соответственно; $\Delta\varphi, \Delta\varphi'$- угол дуги окружности до и после приложенной нагрузки.

После нахождения изменения радиуса и угла рассматриваемой дуги окружности посредством геометрических преобразований находится изменение координат точки *N*. Новые координатыN_x', N_y'можно найти из прямоугольных треугольников ANC и A'N'C'(рис.4).

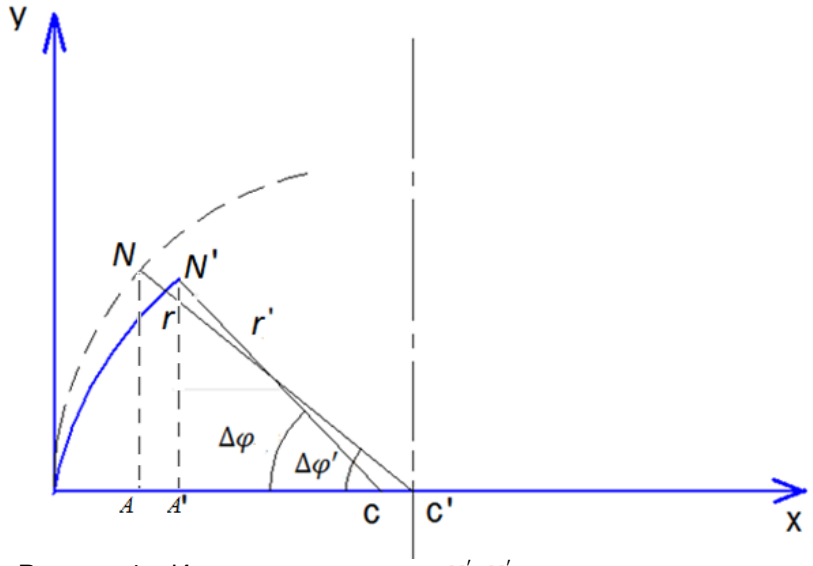


Рисунок 4 – Изменение координатN_x', N_y' в результате приложенного усилия к боковой части спирали

$$N_x' = -\sin\left(90 - (180 - \varphi')\right) \cdot r', \qquad (\varphi>90), \qquad (4)$$

$$N_x' = -\sin(90 - \varphi') \cdot r', \qquad (\varphi<90), \qquad (5)$$

$$N_y' = \sin(180 - \varphi') \cdot r', \qquad (\varphi>90), \qquad (6)$$

$$N_y' = \sin(\varphi') \cdot r', \qquad (\varphi<90), \qquad (7)$$

где φ'- угол между горизонтальной осью и радиусом вписанной окружности проведенным к$N_{x,y}$.

$$\varphi' = \Delta\varphi'_1 + \Delta\varphi'_2 + .. + \Delta\varphi'_n. \qquad (8)$$

После нахождения изменения координат N_x', N_y'в результате приложенной нагрузки, крайняя точка L спиралиизменит свое местоположение относительно*N*, новые координаты$L_{x'}$, $L_{y'}$ можно найти по формулам:

$$L_{x'} = N_x' + (L_x - N_x) \cdot \cos\Delta\Psi + (L_y - N_y) \cdot \sin\Delta\Psi, \qquad (9)$$

$$L_{y'} = N_y' - (L_x - N_x) \cdot \sin\Delta\Psi + \left(L_y - N_y\right) \cdot \cos\Delta\Psi, \qquad (10)$$

где$\Delta\Psi = \Delta\Psi_1 + \Delta\Psi_2 + \ldots + \Delta\Psi_n$, $\Delta\Psi_n = (\Delta\varphi' - \Delta\varphi)$.

Напряжение, возникающее в сечении N_nпод действием приложенного усилия можно найти по формуле:

$$\sigma = \frac{M}{W_x}, \quad (11)$$

$$W_x = \frac{I_x}{y}, \quad (12)$$

где σ- величина нормального напряжения; *y*–расстояние от рассматриваемой точки до нейтральной осиВМС.

Нормальное напряжениевозникающее в поперечномсечении материала при изгибе зависит от величины *y* линейно (рис.5), вследствие этого максимальные значения напряжения находятся в точках наиболее удаленных от нейтральной оси, поэтому в данномрасчете величина *y*принятаравной половине толщины боковой части $y = \frac{h}{2}$.

Рисунок 5– Эпюра распределения нормальных напряжений в сечении при изгибе

Момент инерции сечения относительно нейтральной оси I_x(рис.2) можно найти по формуле:

$$I_x = \frac{bh^3}{12} + \frac{\pi h^4}{64}, \quad (13)$$

где *b*, *h*- длина и высота поперечного сечения боковой части ВМС[13].

Для нахождения усилия действующего со стороны ВМС на эндометрий,полагали, что усилие возникает под действием упругих сил вызванных в материале ВМС в результате сжатия.Таким образом, ответное усилие рассчитывается из величины максимального нормального напряжения в сечении спирали.Предполагается, что в значение напряжения вносят вклад, как сила давления со стороны эндометрия на боковую часть спирали, так и сила трения покоя между эндометрием и боковой частью.Основываясь на данных предположениях, величина ответного усилия$F_{\text{отв.}}$ действующая со стороны ВМС на эндометрий находится:

$$F_{\text{отв.}} = (\sigma_{max} \cdot 0.56)/(N_{\text{y}}'' + L_y - \mu_{\text{тр.}}(L_{\text{x}} - N_{\text{x}}'')), \quad (14)$$

где σ_{max} - максимальное нормальное напряжение, возникающее в сечении боковой части ВМС; N_y'', N_x'' - координаты местоположения точки *N* с максимальной величиной нормального напряжения;$\mu_{\text{тр.}}$- коэффициент трения покоя между эндометрием и спиралью.

Моделированиеодноосного сжатиявнутриматочных спиралей Т-образной формы

Расчет проведен дляконструкции ВМС (рис.1)с разным диаметром вписанной окружности возле вертикального стержня, а также различным углом наклона плечика к горизонтальной оси (данный угол задавался посредством изменения диаметра вписанной окружности боковой части ВМС).

В расчетной конструкции ВМС с диаметром вписанной окружности возле основания 3 мм, угол наклона плечика спиралик горизонтальной оси задавалсяизменением диаметраокружности боковой части ВМС с 18до 27 мм (рис.6).

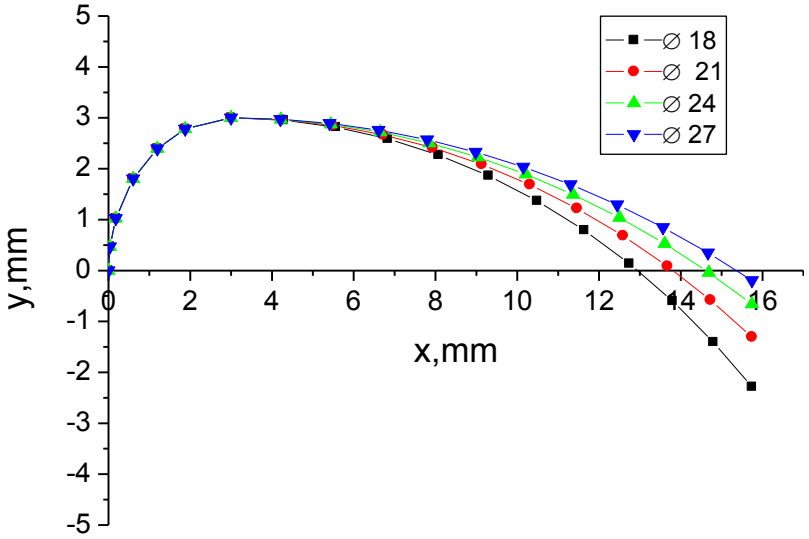


Рисунок 6–Конструкции Т-образной ВМС с диаметром вписанной окружности возле основания 3 мм и разным наклоном плечиков ВМС

Результаты численного расчета по формулам 1-14 перемещения боковой части ВМС (рис.6) при одноосном сжатии с силой от 0,1 до 0,5 Н представлены на рис.7.

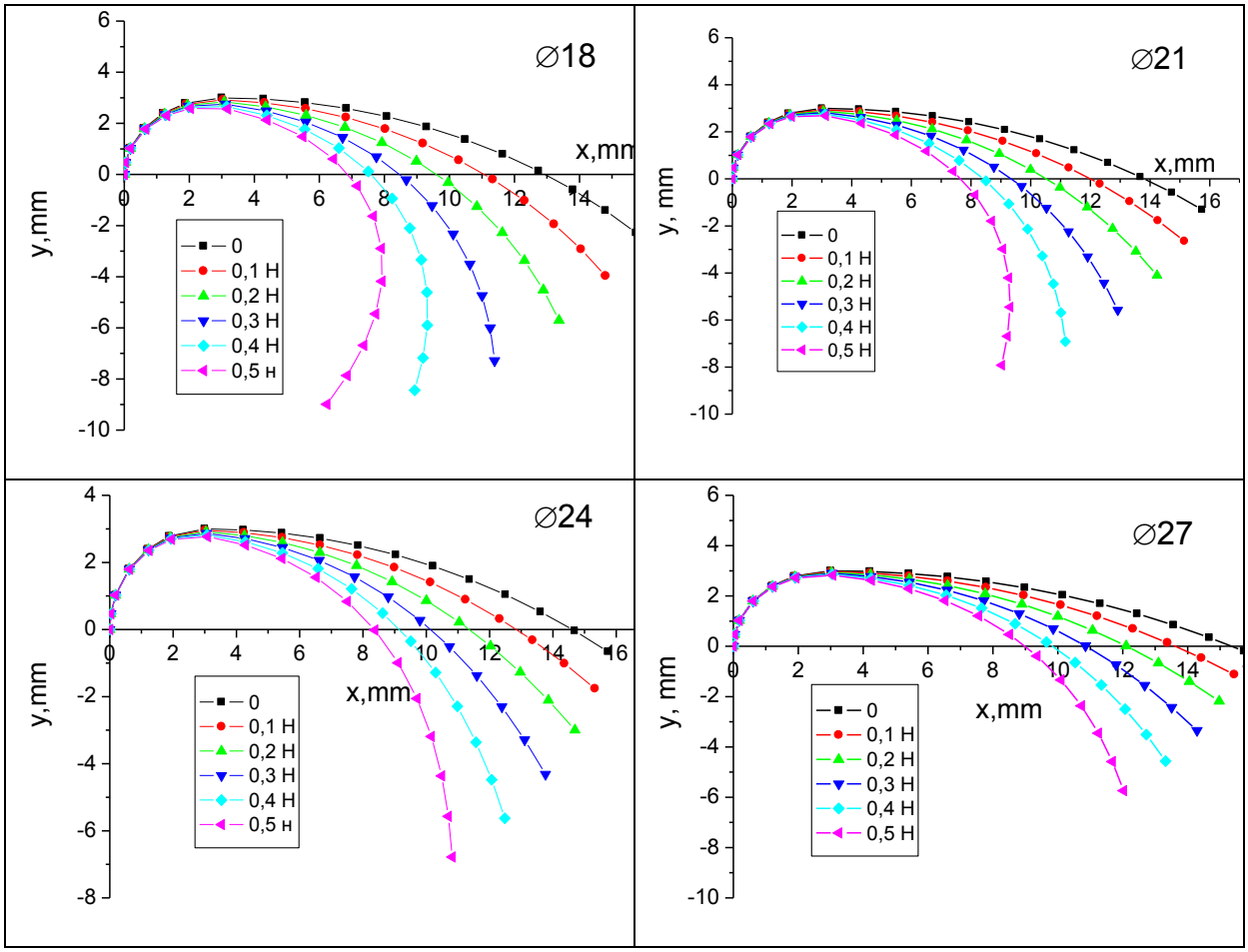
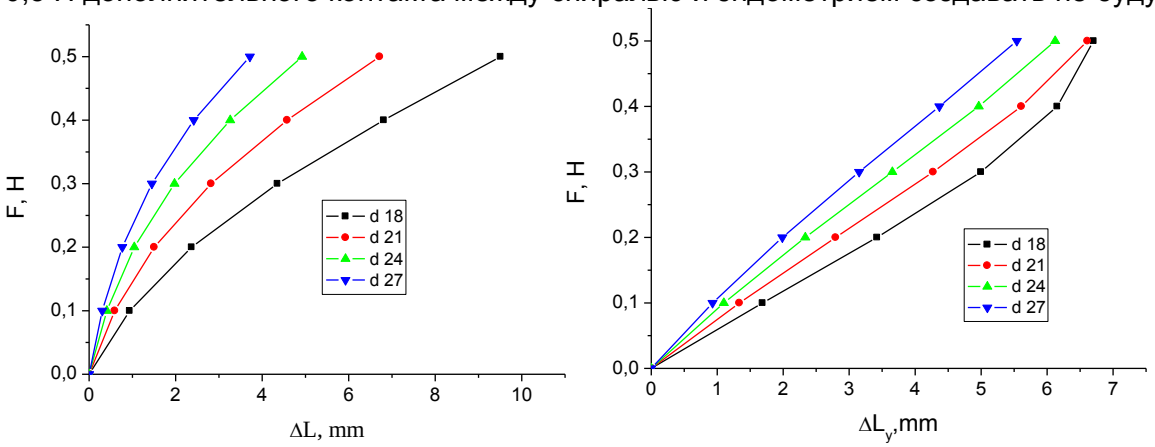


Рисунок 7– Изменение геометрической формы боковой части ВМС приодноосном сжатии с силой 0,5 Н

Можно сделать вывод, что в конструкции ВМС с диаметром вписанной окружности 18 мм дополнительный контакт между маткой и спиралью будет наблюдаться при воздействии силой более 0,3 Н, в то время как в конструкции с диаметром 21 мм - более 0,4 Н, остальные представленные ВМС(рис.7) при нагрузке 0,5 Н дополнительного контакта между спиралью и эндометрием создавать не будут.



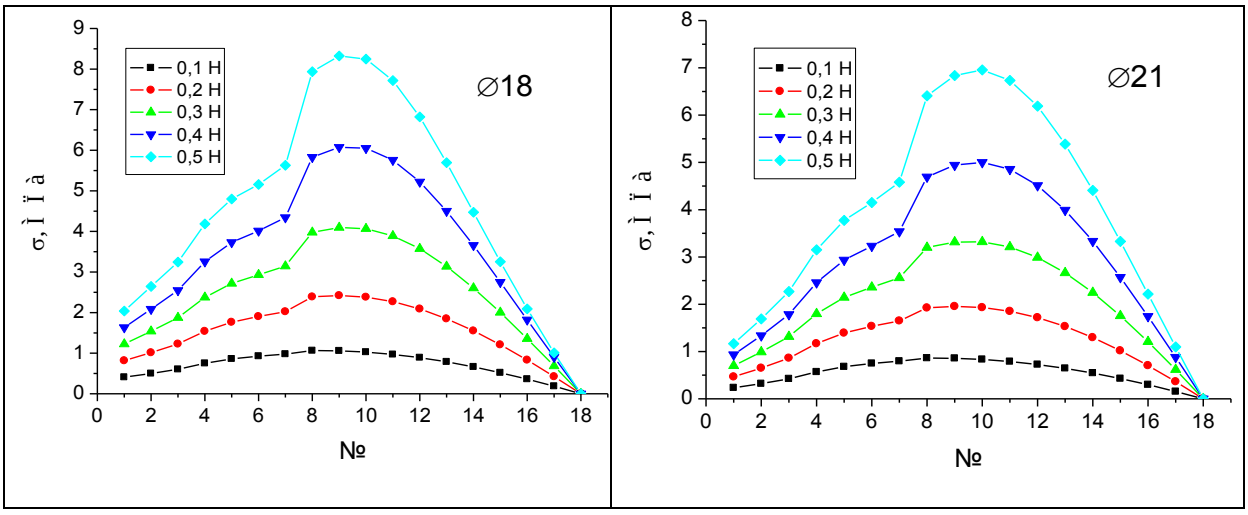
а) б)

Рисунок 8 – Изменение геометрии ВМС в результате горизонтальногосжатия с силой 0,5Н: а) горизонтальное смещение боковой части ВМС; б) вертикальное смещение боковой части ВМС

Анализ полученных результатов (рис.8) показывает, что при увеличении диаметра вписанной окружности боковой части ВМС, спираль становится менее жесткой, так при сжатии с силой 0,5 Н при диаметре 27 мм спираль сжимается на 3,5 мм, в то время как при диаметре 18 мм спираль смещается по оси *x* на 9,5 мм. Таким образом, угол наклона боковой части спирали к горизонтальной оси влияет на жесткость контрацептива.

С точки зрения местоположения спирали относительно дна матки лучшими характеристиками в рассматриваемойконструкции ВМС обладают спирали с диаметром вписанной окружности боковой части 18 и 21 мм, так при сжатии с силой 0,5 Н они увеличивают свой вертикальный размер на 6,6 мм, при увеличении диаметра вписанной окружности величина перемещение по вертикали будет уменьшаться.

Результаты расчетов механического напряжения возникающих в ВМС при одноосном сжатии с силой до 0,5 Н представлены на рис.9.



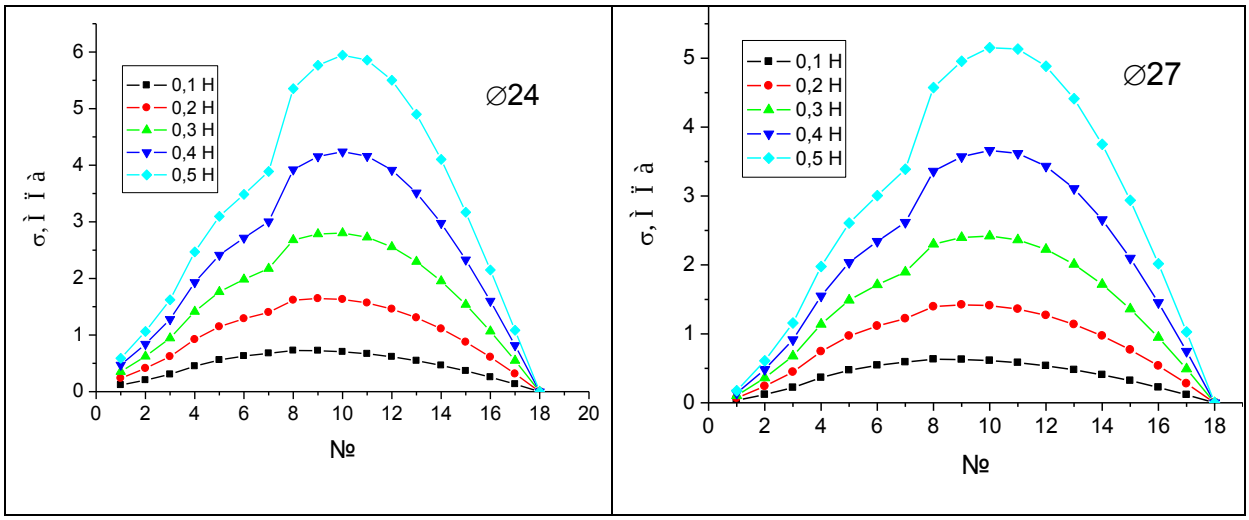


Рисунок 9 – Распределение нормального напряжения вдоль боковой части ВМС при одноосном сжатии с силой 0,5 Н

В результате расчетов установлено, что напряжения при одноосном сжатии спирали распределяются не равномерно, максимальные напряжения при сжатии наблюдаются в переходе между двумя окружностями, которые задают геометрию боковой части спирали. При изменении угла наклона бокового плечика к горизонтальной оси изменяется величина максимальных напряжений возникающих в спирали, в то время как распределение максимальных напряжений вдоль геометрии ВМС остается неизменным (рис.9).

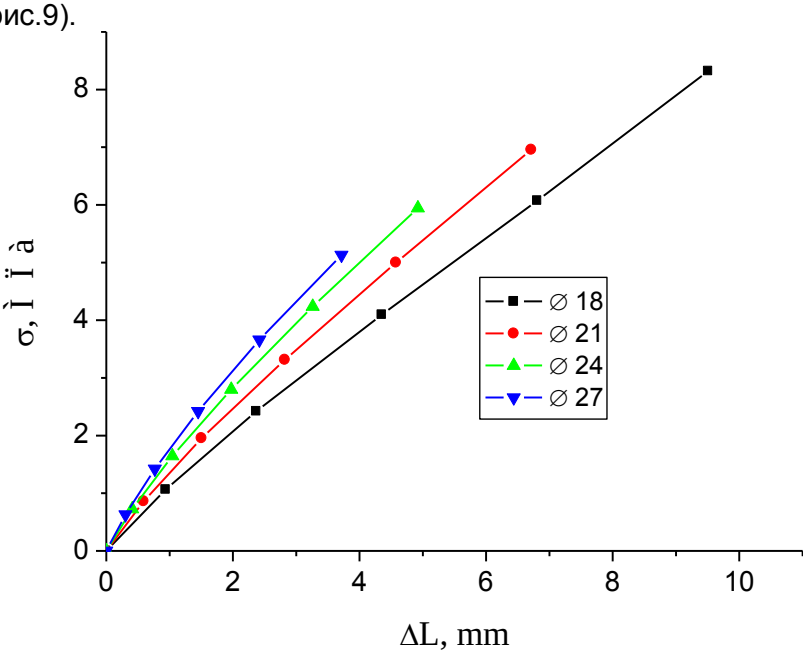


Рисунок 10 – Максимальное напряжение возникающее в геометрии боковой части ВМСпри перемещении боковой части спирали посредством одноосного сжатия с силой 0,5 Н

Увеличение угла наклона между плечиком боковой части спирали и горизонтальной осью (рис.10) приводит к росту механических напряжений возникающих в плечике. Так при сжатии с силой 0,5 Н максимальное напряжение, возникающее в боковой части спирали с диаметром 18 будет 8,32 МПа, в то время как в спирали с диаметром окружности боковой части ВМС 27 - только 5,13 МПа.

В реальных условиях при взаимодействии контрацептив-эндометрий в результате физиологических особенностей организма, кроме горизонтальной силы сжатия на спираль также будет действовать и сила трения покоя (препятствующая смещению спирали в матке), котораябудет изменять исилу взаимодействиямежду ВМС и

эндометрием. В результате ответное усилие со стороны ВМС на эндометрий будет зависеть от величины силы трения покоя, которая будет постоянно изменяться.Вданномрасчете полагали, что сила трения покоя имеет максимальное значение.

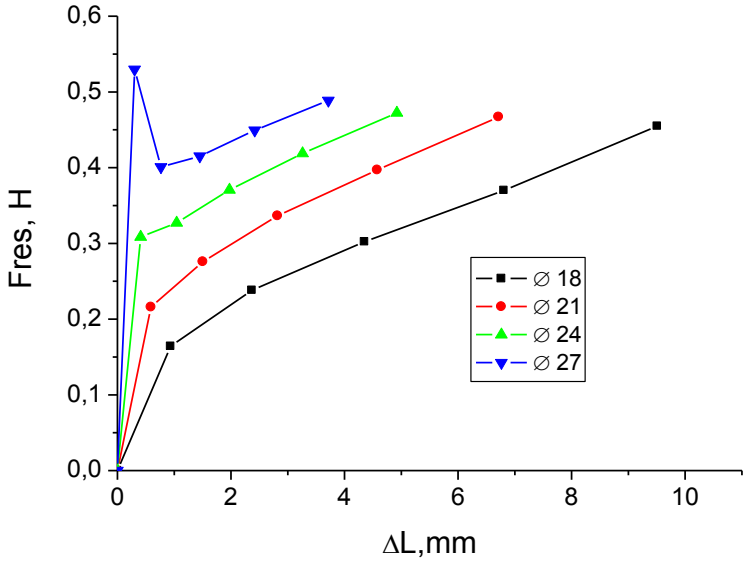


Рисунок 11– Ответное усилиедействующее со стороны ВМС на эндометрий при одноосном сжатии с силой 0,5 Н

Видно (рис.11), что ответная сила увеличивается не линейно, вначале наблюдается (для Ø24 при сжатии до 0,2 мм) резкий рост усилия, после чего (при сжатии более 0,2 мм)наклон кривой становится более плавным. В рассматриваемой конструкции при увеличении диаметра вписанной окружности боковой части угол наклона на первом этапе становится более острый и при диаметре 27 мм наблюдается пик возрастания усилия.

При увеличении диаметра вписанной окружности возле основания ВМС с 3 мм до 4 мм и задании угла наклона плечика ВМС окружностями с диаметром в диапазоне от 13 до 17 мм плечико спирали принимает видрис.12.

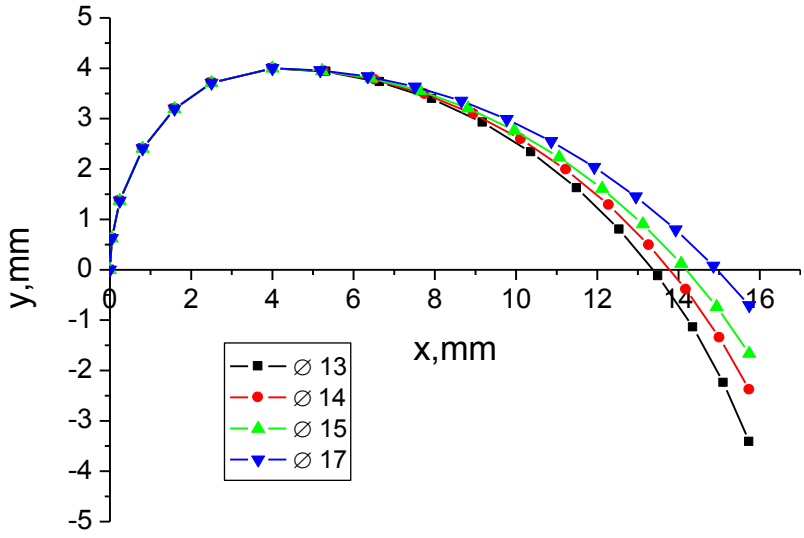


Рисунок 12– ВМС Т-образной формы с диаметром вписанной окружности возле основания 4 мм и диаметром окружности боковой части в диапазоне от 13 до 17 мм

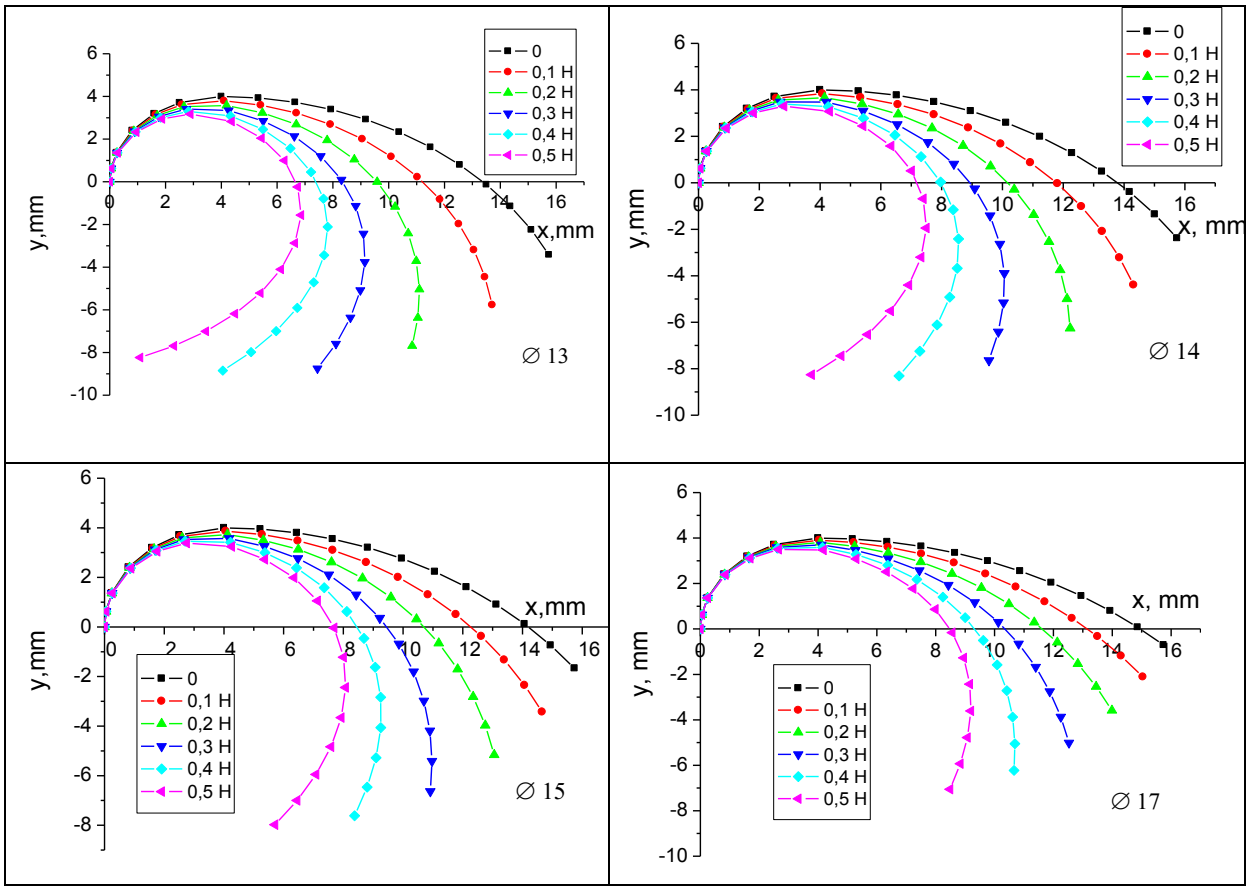


Рисунок 13 – Изменение геометрической формы контрацептивариодноосном сжатии с силой 0,5 Н

В результате расчетов по формулам 1-14 (рис.13) установлено, что при уменьшении диаметра вписанной окружности боковой части при меньших нагрузках увеличение площади контакта ВМС-эндометрия наблюдается раньше. Так при диаметре боковой части 13 мм увеличение контакта наблюдается при 0,2 Н, в то время как при диаметре 17 мм увеличение контакта наблюдается только при 0,4 Н.

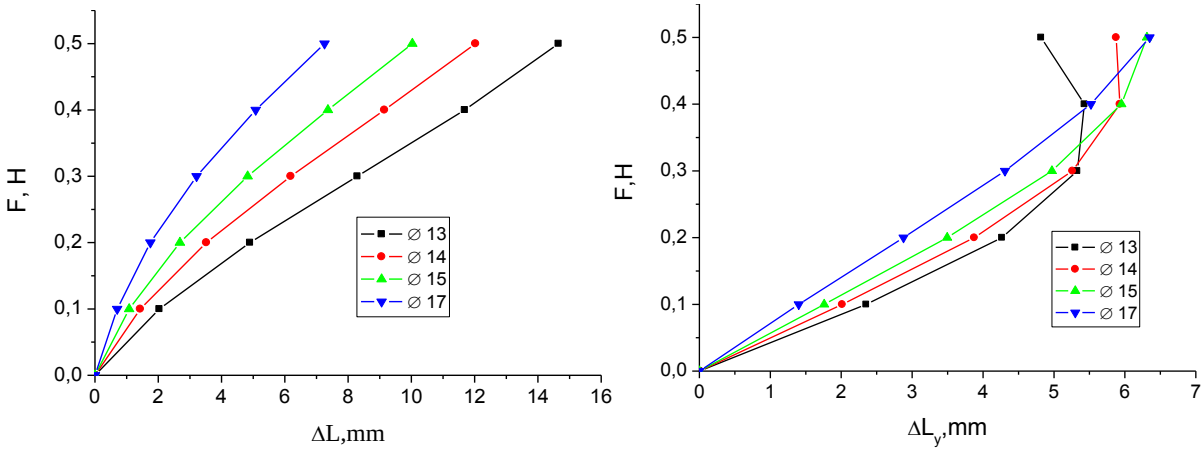


Рисунок 14 – Изменение геометрии ВМС пригоризонтальномсжатии с силой 0,5Н: а) горизонтальное смещение боковой части ВМС; б) вертикальное смещение боковой части ВМС

Расчеты по изменению геометрииВМС привоздействии силы 0,5 Н, как и в предыдущемслучае (рис.8 а, б) показали, что чем меньше диаметр окружности боковой части спирали, тем большей жесткостью обладает разрабатываемый контрацептив,

так при при сжатии силой 0,5 Н контрацептив диаметром 13 мм смещается вдоль оси *x* на 14,7 мм, в то время как при диаметре 17 мм только на 7,8 мм (рис.14 а).

С точки зрения местоположения спирали относительно дна матки при одноосном горизонтальном сжатии спирали лучшими характеристиками обладают спирали с меньшим диаметром вписанной окружности. Так при сжатии с силой 0,3 Н контрацептив диаметром боковой части 13 мм увеличивает свой вертикальный размер на 5,4 мм, в то время как при диаметре 17 мм только на 4,4 мм (рис.14 б).

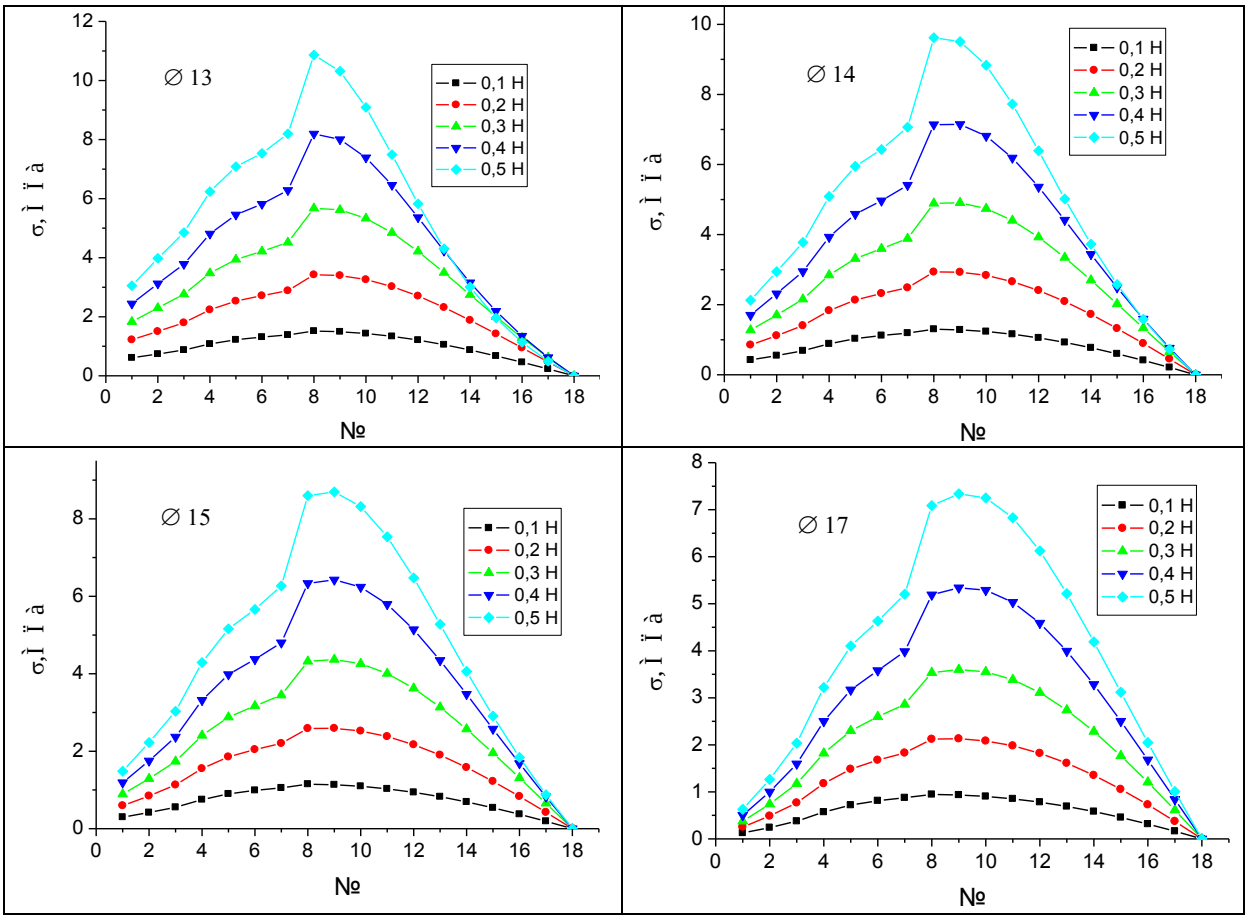


Рисунок 15 – Распределение нормального напряжения возникающего в ВМС при одноосном сжатии с силой 0,5 Н

В результате расчетов установлено (рис.15), что распределение напряжения при одноосном сжатии, как и в предыдущемслучае (рис.9) наблюдается не равномерное, максимальные напряжения при сжатии наблюдаются в переходе между двумя окружностями, которые задают геометрию боковой части спирали. При изменении угла наклона бокового плечика к горизонтальной оси (изменение диаметра окружности боковой части ВМС) характер распределения максимальных напряжений не изменяется. При уменьшении диаметра вписанной окружности боковой части ВМС увеличивается жесткость контрацептива и как следствиезначения нормальных напряжений возникающих в спирали при сжатии также увеличиваются. Так при сжатии 0,5 Н в спирали с диаметром боковой части 13 мм величина максимального напряжения возникающего в геометрии спирали 10,86 МПа, в то время как при диаметре 17 мм максимальная величина напряжения соответствует 7,33 МПа (рис. 16).

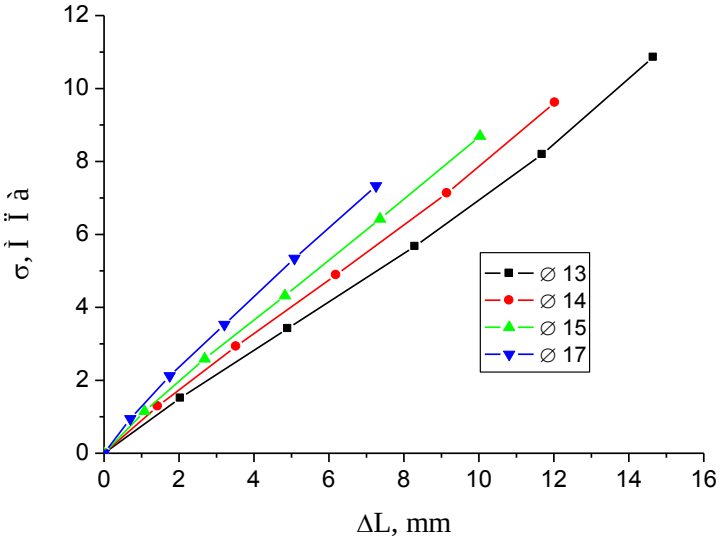


Рисунок 16 – Максимальное напряжение возникающее в боковой части ВМС при перемещении боковой части спирали посредством одноосного сжатия с силой 0,5 Н

Расчет поведения данной ВМС с учетом воздействия силы трения покоя на спираль со стороны эндометрия,установлено (рис.17), что ответная сила, как и в предыдущей конструкции (рис.11) увеличивается не линейно: на первом этапе наблюдается резкий рост усилия, после чего увеличение ответного усилия наблюдается более плавно.

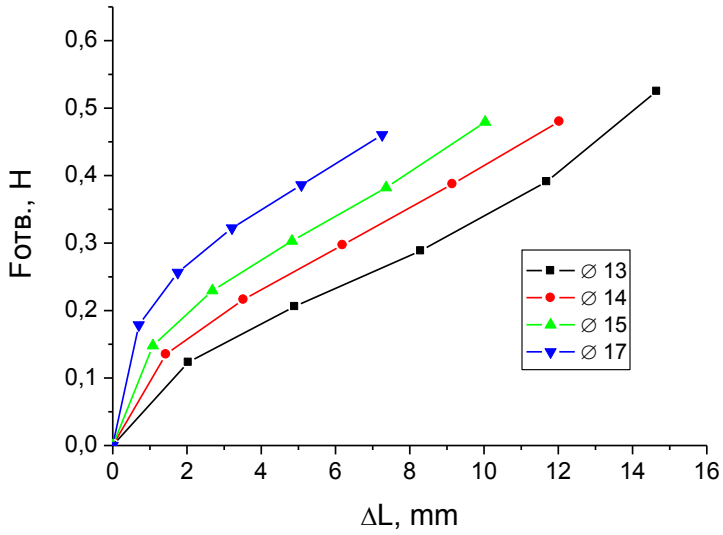


Рисунок 17 – Усилие,действующее со стороны ВМС на эндометрий при одноосном сжатии с силой 0,5 Н

В рассматриваемой конструкции (рис.12) при увеличении диаметра вписанной окружности увеличивается величина ответной силы, в то время как характер кривой остается неизменным.

На основе анализа результатов расчета одноосного сжатия ВМС Т-образной можно сделать следующие выводы:

-для рассматриваемой конструкции ВМС (рис.1) увеличение диаметра окружности боковой части ВМС ведет к увеличению жесткости конструкции и, как следствие, к увеличению напряжений возникающих в спирали и величины ответной силы действующей со стороны ВМС на эндометрий;

- уменьшение диаметра вписанной окружности боковой части ВМС способствует возникновению дополнительного контакта между эндометрием и ВМС;

- с точки зрения местоположения спирали относительно дна матки лучшими характеристиками обладают спирали с меньшим диаметром вписанной окружности боковой части;
- увеличение диаметра вписанной окружности возле основания ВМС с 3 до 4 мм ведет к уменьшению жесткости конструкции, так при силе сжатия 0,5 Н максимальная величина сжатия в ВМС с диаметром возле основания 3 мм составляет 9,5 мм, в то время как при диаметре 4 мм максимальная величина сжатия равна 15 мм. Однако стоит отметить, что при увеличении диаметра окружности возле основания до 4 мм существенно увеличивается величина продольного сжатия контрацептива, в то время как величина изменения вертикального размера плечика ВМС ведет себя не так однозначно и зависит от величины приложенной нагрузки и диаметра окружности боковой части ВМС;
- при увеличении диаметра вписанной окружности возле основания с 3 до 4 мм, вследствие уменьшения жесткости конструкции, дополнительная площадь контакта между ВМС и эндометрием при одинаковых нагрузках появляется раньше.Так в спиралях с диаметром окружности возле основания 3 мм в рассматриваемых моделях дополнительная площадь контакта появляется после нагрузки 0,3 Н, а в моделях ВМС с диаметром окружности возле основания 4 мм появляется при нагрузке менее 0,2 Н;
- величина ответного усилия действующего со стороны ВМС на эндометрий при изменении диаметра вписанной окружности возле основания с 3 до 4 мм снижается.

На основании полученных результатов, разработана спираль «Юнона Био-Т»недопускающая образования дополнительного контакта между ВМС и эндометрием при горизонтальном сжатии с силой0,48 Н, а также обеспечивающая оптимальное положение контрацептива относительно дна матки. Главным достоинством разработанной спиралиявляется нахождение величины ответного усилия действующего со стороны ВМС на эндометрий в диапазоне от 0,25 до 0,35 Н при сжатии плечика от 0,5 до 3,5 мм, что обеспечивает оптимальные условия использования данного контрацептива.

Моделированиеодноосного сжатия спирали «Юнона Био-Т»

При моделировании перемещения боковой части ВМС в результате приложенного усилия, использовали следующие постоянные: модуль Юнга 100 МПа; I=0,34; коэффициент трения покоя между эндометрием и ВМС0,3.

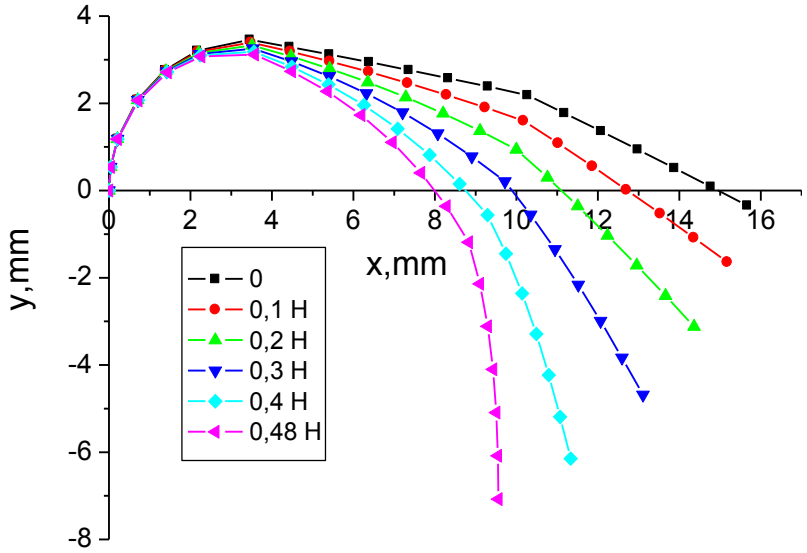
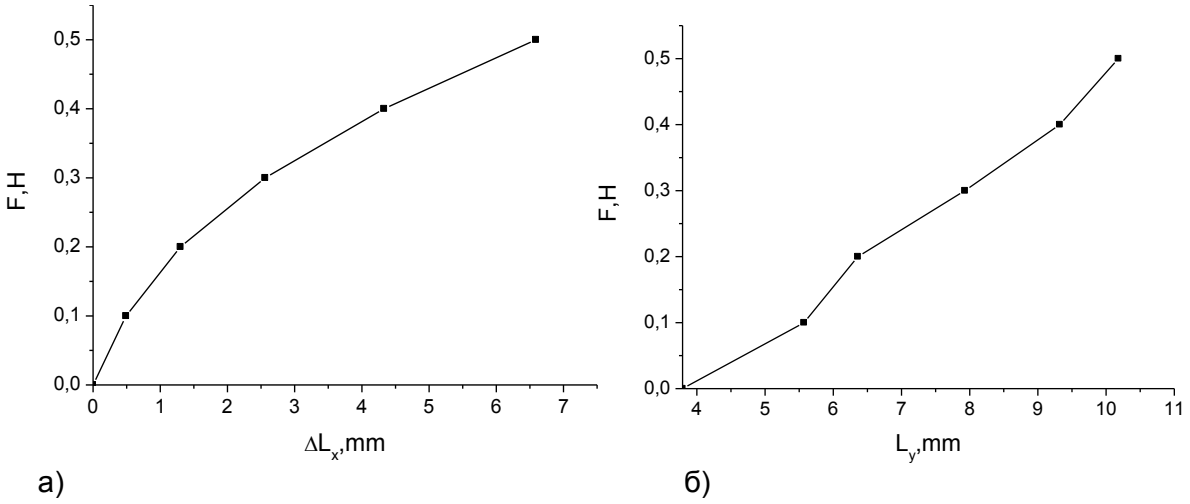


Рисунок 18– Перемещение боковой части спирали «Юнона Био-Т» в результате горизонтального сжатия с силой 0,48 Н

Численные расчеты по формулам 1-14, перемещения боковой части ВМС в результате горизонтального сжатия с силой 0,48 Н в разработанной модели «Юнона Био-Т» (рис.18), показали, что при сжатиине наблюдается дополнительного контакта между ВМС и эндометрием, а вертикальная длина контрацептива увеличивается с 3,85 до 10,45 мм, что обеспечивает оптимальное пространственное расположение контрацептива в полости матки (рис.19).



а) б)

Рисунок 19 – Изменение геометрии ВМС пригоризонтальномсжатии с силой 0,48Н: а) горизонтальное смещение боковой части ВМС; б) вертикальныйразмерплечика ВМС

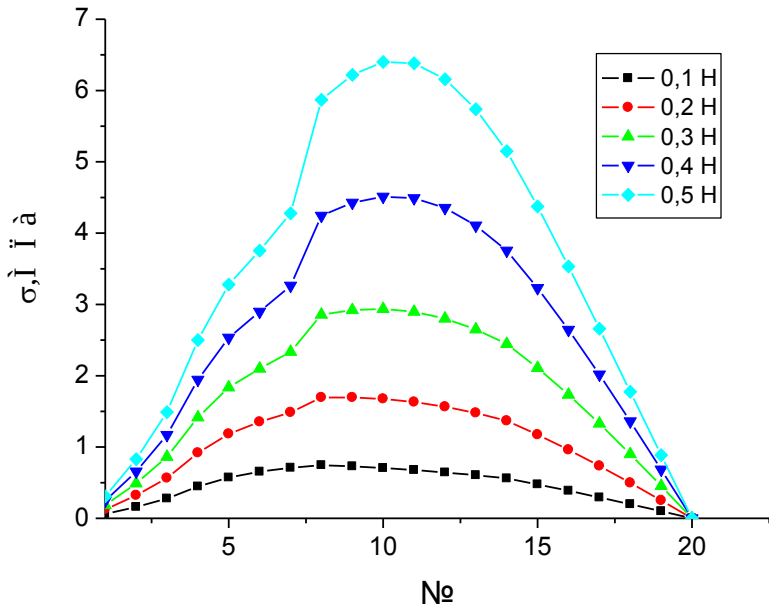


Рисунок 20 – Распределение напряжения вдоль плечика ВМС пригоризонтальном сжатии с силой 0,48 Н

Установлено(рис.20), что распределение напряжения при одноосном сжатии не равномерное, при этом максимальные значения напряжения находятсяв верхней части плечика.

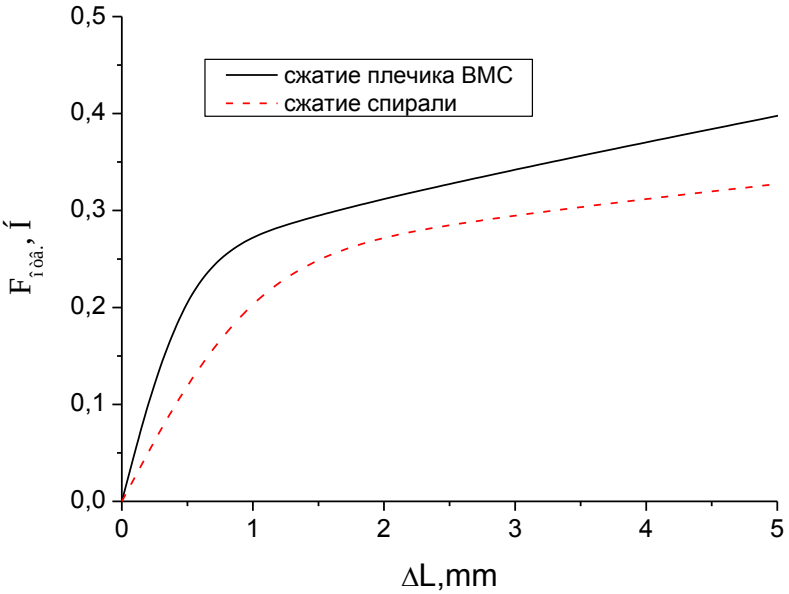


Рисунок 21 – Усилие,действующее со стороны спирали «Юнона Био-Т»на эндометрий при сжатии с горизонтальной силой 0,48 Н

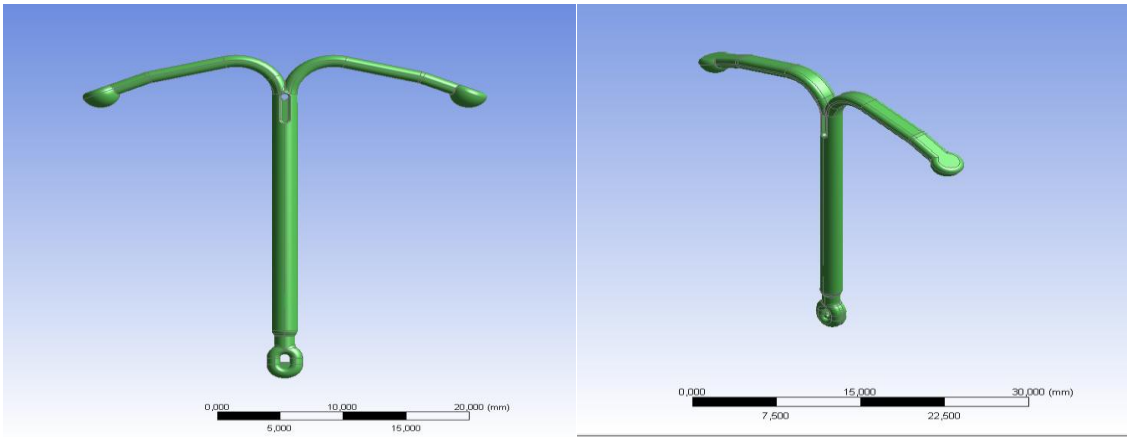
Расчеты поведения ВМС «Юнона Био-Т» с учетом силы трения покоя (рис.21) показали, что ответная сила, действующая со стороны ВМС на эндометрийпри сжатии плечика от 0,5 до 3,5 мм и сжатии спирали в диапазоне от 1,5 до 5 мм находится в диапазоне 0,25-0,35 Н,что соответствует оптимальным значениям усилия, которое определенопри проведениииклинических испытаний.

Моделирование распределения напряжений в спирали «Юнона Био-Т» при нахождении контрацептива в системе доставки

При хранении и транспортировке внутриматочные спирали помещают в систему доставки, которая представляет собой полую трубку.Необходимым условиемнахождения ВМС в системе доставки является сохранение спиралью упругих свойств, для этого необходимо, чтобы механическиенапряжения, возникающие при заправкеи нахождении спирали в системе доставки, не достигали пластической области.

Моделирование распределения напряжения вдоль внутриматочной спирали «Юнона Био-Т» при нахождении ее в системе доставки осуществляли в программном комплексе AnsysWorkbench 15.0.

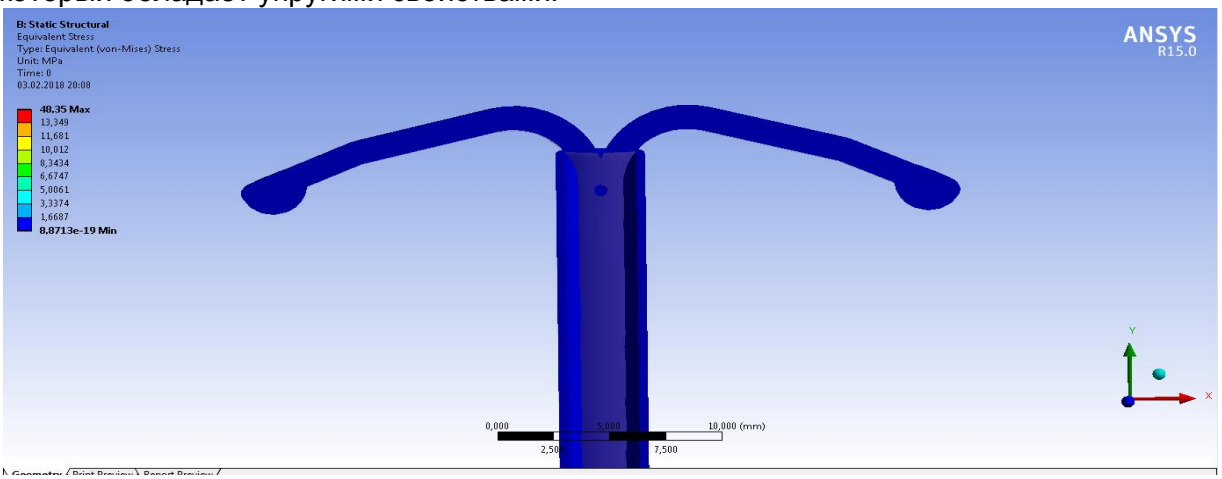
При моделировании задавали свойства материала, а именно: плотность, коэффициент Пуассона, модуль Юнга (для ПВД модуль Юнга находится в диапазоне 100-300 МПа, при моделировании использовали максимальное значение модуля Юнга) (рис.22).



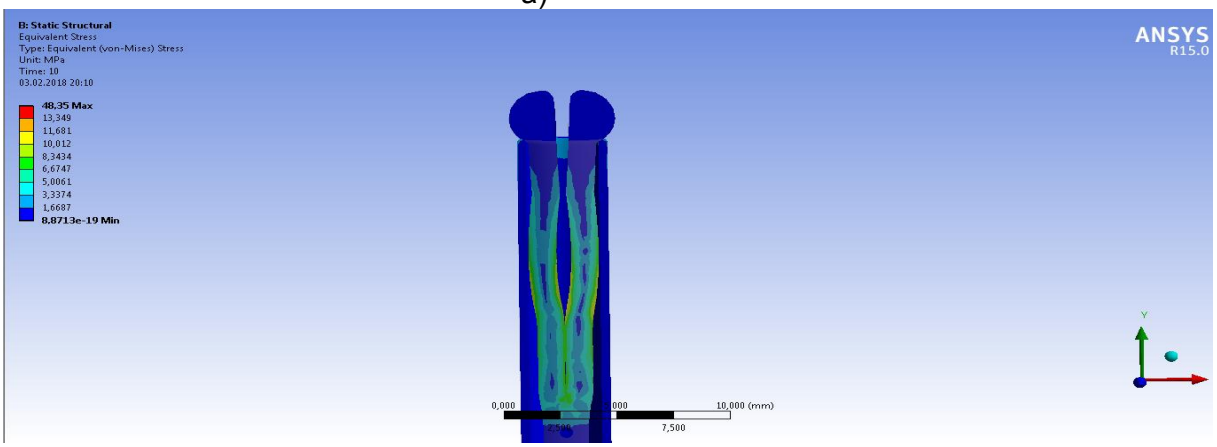
а) б)

Рисунок 22– 3D модель спирали «Юнона Био-Т»: а) вид спереди б) изометрия

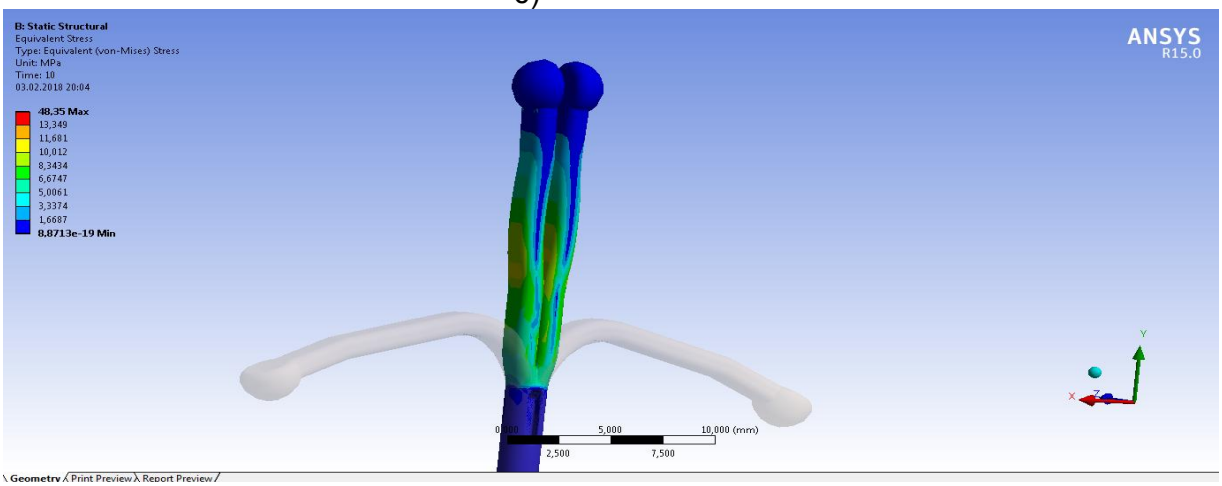
Моделирование осуществляли в прочностном анализе StaticStructural.При моделировании задавали жесткую фиксацию вертикального стержня якоря. Контакт между системой доставки и спиралью задавали без трения и обновляли каждую итерацию, в качестве формулировки данного контакта использовали AugmentedLagrange, в качестве метода проецирование по нормали с контактными элементами. При настройке решателя учитывали большие перемещения (LargeDeflection), так как спираль изготовлена из полиэтилена высокого давления, который обладает упругими свойствами.



а)



б)



в)

Рисунок 23– Распределения напряжение вдоль ВМС «Юнона Био-Т» при нахождении ее в системе доставки: а) до заправки; б,в) после заправки

Результаты моделирования (рис.23) показали, что напряжения, которые возникают в спирали «Юнона Био-Т» при нахождении контрацептива в системе доставке находятся в упругой области (максимальное напряжение в спирали не достигает 11 МПа),следовательноона полностьювосстанавливает упругую деформацию при изъятии.

Экспериментальное исследование механическогоповедения спирали «Юнона Био-Т» при горизонтальном сжатии

На основании теоретических исследований разработан внутриматочный контрацептив «Юнона Био-Т», якорь которого имеет оригинальную форму с оптимальными механическими характеристиками. Данный контрацептив изготовлен из полиэтилена высокого давления, вокруг вертикального стержня которого обвита медная оплетка площадью 380 мм^2. На конце стержня ВМС располагается петля для крепления двух бесцветных трансцервикальных нитей. Длина якоря 33,5 мм, ширина 31,5 мм. Боковые плечики заканчиваются специально вогнутыми оливами для обеспечения стабильного контакта с эндометрием (рис.24).

Рисунок 24–Вид внутриматочной спирали «Юнона Био-Т»

Экспериментальное исследование прочностных характеристик разработанной ВМС проводили на специальной установке позволяющей фиксировать ответное усилие со стороны спирали при горизонтальном сжатии.

В результате экспериментальных исследований установлено, что при горизонтальном сжатии ВМСответное усилие действующее со стороны спирали в начале (при смещении вдоль горизонтальной оси на 0,5 мм) резко возрастает до 0,32 Н, при дальнейшем сжатии контрацептива, ответное усилие снижается до 0,28 Н и остается на данном уровне при сжатии вплоть до 3 мм (рис.25).

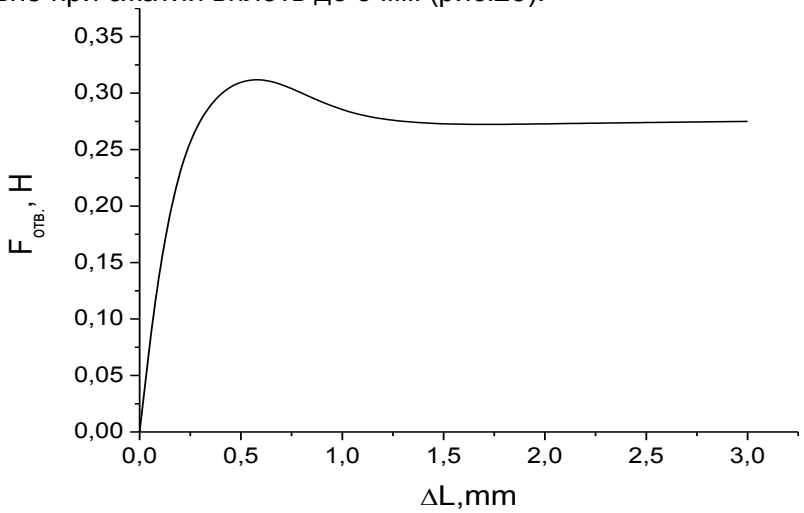


Рисунок 25 –Зависимость ответного усилиядействующеесо стороны ВМС на эндометрий от перемещениябоковой части при горизонтальном сжатии

Таким образом, отличительной особенностью разработанной ВМС «Юнона Био-Т» является обеспечение постоянного, оптимального, не зависящего от сокращений матки, усилия в местах контакта плечиков контрацептива и эндометрия. Величина данного усилия (0,25-0,35 Н) определена при экспериментальных исследованиях, подтвержденных клиническими результатами, которые получены при сравнительном изучении эффективности и приемлемости наиболее распространенных в Республике Беларусь зарубежных моделей современных медикаментозных внутриматочных контрацептивов. Оригинальная форма якоря «Юнона Био-Т», в первую очередь плечиков и угла их расхождения, обеспечивает оптимальное пространственное расположение контрацептива в полости матки (высокое стояние спирали и его прижатие к дну матки при физиологических сокращениях).

Заключение

Получены выражения позволяющие выполнить нелинейный расчет перемещения полимерных стержней (имеющих округлую форму), а также нормальные напряжения возникающие в сечении ВМС при горизонтальном сжатии контрацептива. В результате расчетов спиралей Т-образной формы с различными геометрическими размерами выявлены основные закономерности, влияющие на основные механические свойства контрацептива, такие как: жесткость, ответное усилие действующее на эндометрий, перемещение вдоль горизонтальной и вертикальной оси. В результате теоретических исследований спроектирована ВМС«Юнона Био-Т», обеспечивающая постоянное усилие (0,25-0,28 Н) со стороны ВМС на эндометрий при горизонтальном сжатии спирали вплоть до 4 мм. По результатам клинико-экспериментальных исследований ВМС, в клинической практике данный уровень усилия определен, как оптимальный. За счет своей формы разработанная модель ВМС обеспечивает оптимальное положение контрацептива относительно дна матки, а боковые плечики заканчивающиеся специально вогнутыми оливами стабильный контакт с эндометрием.

В программном комплексе AnsysWorkbench 15.0 смоделировано распределение напряжений вдоль спирали при нахождении ее в системе доставки. Установлено, что возникающие нормальные напряжения находятся в упругой области (максимальное напряжение в спирали не достигает 11 МПа), не допуская, таким образом, пластического деформирования спирали при ее хранении и транспортировки.

Литература

1. Iain A.K. Comparative performance of tree types of IUDs in the United States // Analysis of intrauterine contraception. – Amsterdam. – 1975. – P.3–16.

2. Tietze C., Lewit S. Comparison of the Copper T and loop D: A research report // Studies in Family Planning. – 1972. – V.3. – №3.–P.227–278.

3. Журавлев, Ю.В. Сравнительное изучение эффективности внутриматочных контрацептивов типа петли Липпеса / Ю.В. Журавлев, Л.Ю. Машинец // Здравоохранение Белоруссии. – 1991. – №4. – С.49–51.

4. World Health Organization. Task force on intrauterine devices for fertility regulation. The Alza T IPCS 52 a longer acting progesterone IUD: safety and efficacy compared to the TCu 220C and Multiload 250 in two randomized multicenter trials // Clinical reproduction and fertility. – 1983. – V.2. – №1.– P.99–108.

5.World Health Organization. Task force on intrauterine devices for fertility regulation. IUD insertion following spontaneous abortion. A clinical trial of the TCu 220C, Lippes Loop D and Copper 7// Studies in family planning. – 1983. – V14. – P.109–114.
6. Hutarea, H. The acceptability of the copper 7, multiload 250 and copper T220 C intrauterine devices / H.Hutarea et. all.//Contraceptive delivery systems. – 1984. – V.5.– №1. – P.11–16.
7. World Health Organization. Special programme of research development and research training in human reproduction // Intrauterine devices. – Geneva. – 1984. – P.40–44.
8. Алипов В.И., Корхов В.В. Противозачаточные средства. – Л., 1985. – 232 с.
9. Внутриматочные средства и их роль в планировании семьи. – Офсетная публикация ВОЗ. – Женева, 1985. – №75.– 46 с.
10. Lao-Guand-Wang Development of a new method of insertion of IUDs //Contraception. – 1982. – V.25. – №4. – P.405–420.
11. Хонина, А.А. Внутриматочная контрацепция (обзор литературы) / А.А. Хонина, В.С. Орлова // МРЖ, Акуш. игин. – 1982. – №9. – С.1–6.
12.Мануилова И.А. Современные контрацептивные средства. – М., 1993. – 200 с.
13. Беляев Н.М. Сопротивление материалов. – М.,1965. – 856 с.

Глава 7 ТЕХНОЛОГИИ СИНТЕЗА АЛМАЗОАБРАЗИВНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С ГИБРИДНЫМИ СВЯЗУЮЩИМИ

Бабич В.Е.[1,2], Якубовская С.В.[3]

[1] Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь,
[2] Университет гражданской защиты МЧС Беларуси, г. Минск, Беларусь,
[3] Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь

Традиционно основными методами улучшения физико-механических, эксплуатационных характеристик композиционных материалов является усложнение их состава, модифицирование их структуры либо сочетание обоих методов. Изменение структуры композиционных материалов на макро-, микро-, наномасштабных уровнях позволяет кардинально изменять физико-механические и прочностные характеристики материалов.

Анализ современных направлений исследований в области создания абразивных композиционных материалов на основе карбидов кремния и бора, алмаза, кубического нитрида бора показывает, что в основном объём публикаций посвящен процессам получения наноразмерных частиц и получения материалов на их основе методами горячего прессования и спекания. Основными решаемыми проблемами являются: агломерация наноразмерных частиц; неконтролируемое межфазное взаимодействие при спекании и горячем прессовании. Указанные проблемы усугубляются тем, что введение связующих (матричных материалов) даже в наноразмерной форме в дисперсные наноразмерные системы не приводит к равномерному их распределению по поверхности частиц основной фазы. Причинами этого являются либо отсутствие взаимодействия между компонентами либо, наоборот, интенсивное взаимодействие компонентов.

Научный подход, осуществленный в данной работе, заключается в формировании на поверхности ультрадисперсных частиц карбидов кремния (бора) вязких пленок связующих, полимеризующихся или кристаллизующихся при последующих термической или термомеханической обработке с образованием объёмного каркаса оксидного либо оксидно-органического связующего.

Ранее в ходе выполнения данной работы было установлено, что прекурсоры связующих на основе водорастворимой формы силиката натрия смачивают поверхности ультрадисперсных частиц карбида кремния, нитрида бора, металлов при 345-675 К, образуя на их поверхности устойчивые вязкие пленки. Полимеризация (контактное взаимодействие между компонентами) пленок в зависимости от их состава протекает в результате образования гидроксильных (при 345-365К) или гидроксильно-эпоксидиановых связей в присутствии эпоксидной смолы либо образование связей Si-O-Si (в присутствии борфторидов натрия, калия) при 575-675 К.

Варьирование состава прекурсоров и режимов термической или термомеханической обработки позволяет изменять физико-механические характеристики прослоек связующего, пористую структуру получаемых гибридных материалов и придавать им требуемый уровень абразивной способности. Управление абразивной способностью материала осуществляется за счет изменения концентрации наполнителя, а также за счет изменения степени полимеризации органических связующих.

Выполнение данного этапа проекта позволит детализировать механизмы полимеризации неорганических (оксидных) и органо-неорганических полимеров в тонких пленках ультрадисперсных систем, установить механизмы структурно-фазовых превращений при термообработке ультрадисперсных систем карбид кремния (бора) – неорганический (оксидный) полимер, карбид кремния (бора) - неорганический (оксидный) полимер – металл, разработать новые матричные материалы для абразивного и алмазоабразивного инструмента. В результате выполнения проекта будут разработаны гибридные абразивные материалы с твердостью 50-100 HRB для обработки сверхтвердых материалов, закаленной стали, твердых сплавов, разработаны варианты технологических процессов изготовления

абразивного инструмента с низкими температурами (345-675 К) термической и термомеханической обработки.

Исследование влияния температуры отверждения на микроструктуру и физико-механические характеристики связующего

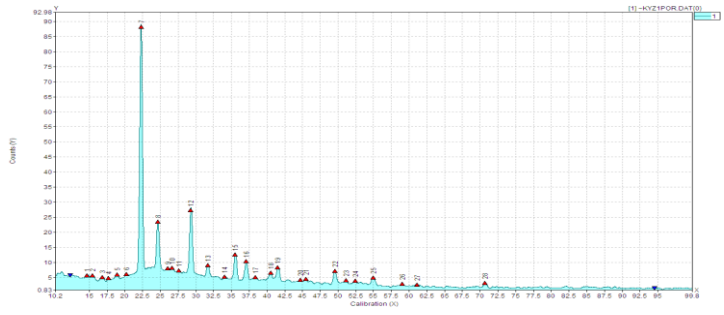
Образованию жидкой фазы при нагреве оксидных (оксид-гидроксидных) стекол предшествует переход в вязко-пластичное состояние [1]. Температурный интервал, в котором происходит образование жидкой фазы, в зависимости от состава стекол, достигает десятков градусов [2]. В отличие от случая оксидных стекол, нагрев гидроксидных стекол после перехода их в жидкое состояние, приводит к их дегидратации и переходу либо в вязко-пластичное (с образованием суспензии), либо в твердое состояние. В области температур, больших температуры перехода в вязко-пластичное состояние оксидного стекла, переход оксид-гидроксидного стекла в оксидное протекает в жидкой фазе.

Температура (температурный интервал), при которой происходит переход оксид-гидроксидного стекла в оксидное, будет определять не только структуру композиционных материалов, но и их прочностные характеристики.

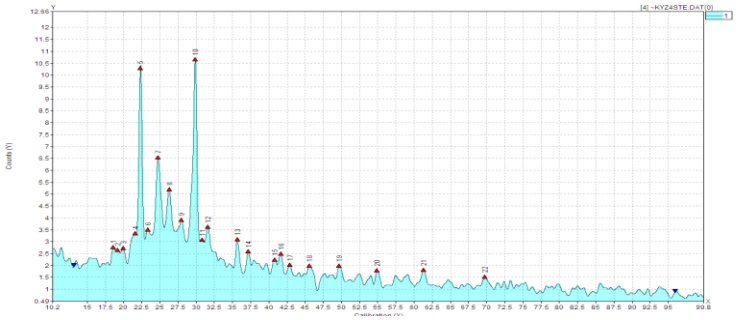
Целью исследования является установление влияния температуры отверждения (перехода оксид-гидроксидного стекла в оксидное в твердом состоянии) на его микроструктуру и физико-механические характеристики связующего.

Объектами исследования являлись стекла на основе базовой системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5. В качестве добавок использовали фторид натрия (флюс), оксид кремния (0,01 моля).

Оксид-гидроксидные стекла получали дегидратацией расплава из соответствующих дигидроортофосфатов при 600 К в течение 1, 2 часов. Содержание химически связанной воды определялось по изменению массы стекла после нагрева при 700 К в течение 1 часа. Для определения температуры перехода оксид-гидроксидного стекла в оксидное оксид-гидроксидные стекла нагревали при 600, 640, 680, 720 К в течение 1 часа, а затем переводили в жидкое состояние нагревом при 975 К и закаляли охлаждением на медной пластинке. Нагрев оксид-гидроксидных стекол сопровождается их переходом в вязко-пластичное состояние, дегидратацией и образованием частично кристаллизованных стекол (рисунок 1).



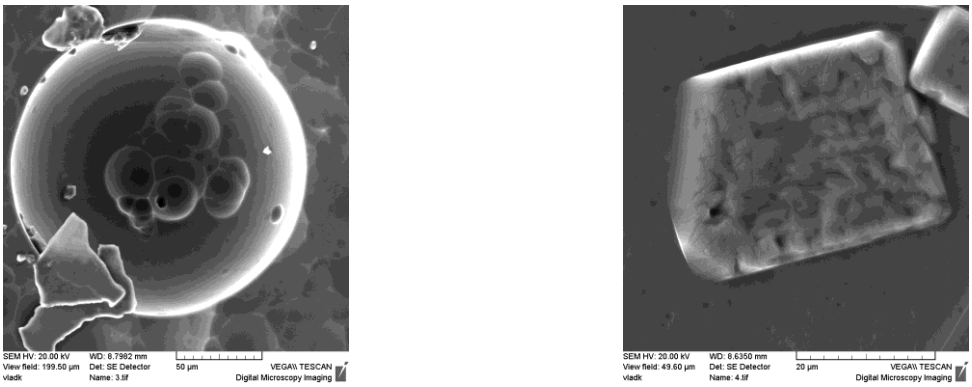
а



б

Рисунок 1 – Рентгенограммы оксид-гидроксидных стекол системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после нагрева при 600 (а) и 640 К (б)

Микроструктура стекол представляет собой аморфную матрицу, в которой расположены частицы кристаллических фаз (рисунок 2).



а б

Рисунок 2 – Микроструктура оксид-гидроксидных стекол системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после нагрева при 600 (а) и 640 К (б)

Увеличение температуры нагрева стекла до 680 К приводит к увеличению доли кристаллических фаз в аморфной (стеклообразной) матрице (рисунок 3).

Переход оксид-гидроксидных стекол (5 мас. % H_2O) в оксидные при 600, 640, 680 К протекает с образованием кристаллической и аморфной фаз. Кристаллическая фаза представляет собой метафосфаты на основе цинка, магния, легированные калием и натрием, аморфная обогащена калием и натрием (таблица 1, рисунок 4).

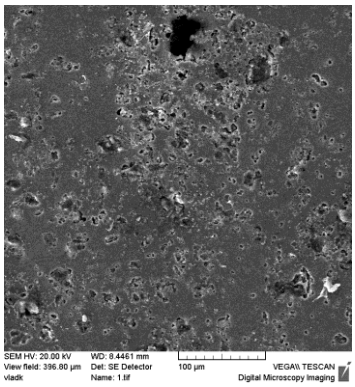


Рисунок 3 – Микроструктура оксид-гидроксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после нагрева при 680 К

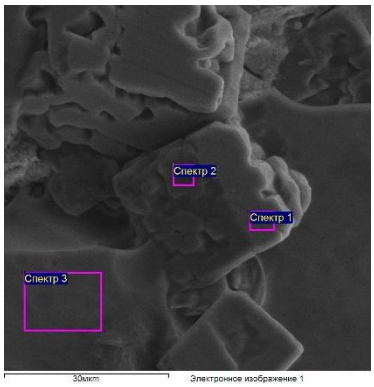


Рисунок 4 – Микроструктура оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 (5 мас. % H_2O). Нагрев оксид-гидроксидного стекла при 640 К

Таблица 1 – Химический состав структурных элементов оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 (5 мас. % H_2O). Нагрев оксид-гидроксидного стекла при 640 К

Элемент	O	F	Na	Mg	P	K	Zn	Итого
C_1, мас. %	45,60	-	10,24	5,76	33,13	-	5,27	100,00
C_2, мас. %	57,65	1,94	-	3,67	29,25	-	7,48	100,00
C_3, мас. %	45,40	3,06	15,71	-	29,09	3,92	2,81	100,00

Микротвердость оксидных стекол, полученных нагревом гидроксидных стекол с 5 мас. % химически связанной воды, слабо зависит от температуры нагрева. Микротвердость оксидных стекол после нагрева при 600, 640, 685 К составляет 11,9; 13,2; 14,7 ГПа, соответственно.

Образование кристаллических фаз отмечается и при нагреве оксид-гидроксидных стекол с 2,1 мас. % химически связанной воды (рисунок 5, таблица 2).

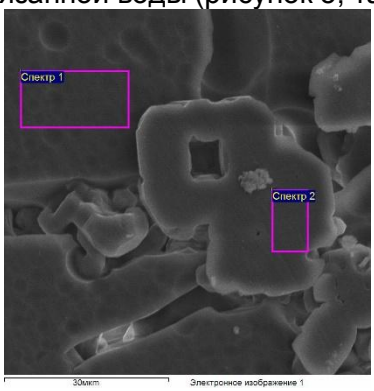


Рисунок 5 – Микроструктура оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 (2,1 мас. % H_2O). Нагрев оксид-гидроксидного стекла при 640 К

Таблица 2 – Химический состав структурных элементов оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 (2,1 мас. % H_2O). Нагрев оксид-гидроксидного стекла при 640 К

Элемент	O	F	Na	Mg	P	K	Zn	Итого
C_1, мас. %	32,62	1,37	12,14	2,29	30,51	3,75	17,32	100,00
C_2, мас. %	33,91	1,94	6,95	4,42	32,24	5,15	15,38	100,00

Нагрев оксид-гидроксидного стекла при более высоких температурах (685-700 К) гомогенизирует структуру стекла: содержание кристаллических фаз снижается (рисунок 6).

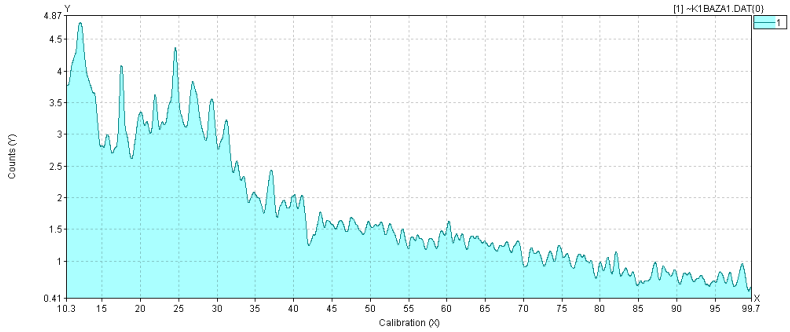


Рисунок 6 – Рентгенограмма оксид-гидроксидного стекла (2,1 мас. % химически связанной H_2O) системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после нагрева при 685 К в течение 1 часа

Микротвердость оксидных стекол, полученных нагревом гидроксидных стекол с 2,1 мас. % химически связанной воды при 600, 640, 685 К, составляет 13,6; 14,9; 16,8 ГПа, соответственно. Изменения микротвердости стекол, в зависимости от содержания химически связанной воды и температуры нагрева, обусловлены изменением микроструктуры и зависят от доли фаз в кристаллическом состоянии, размеров и морфологии частиц этих фаз, пористости слитка стекла. Формирование гетерогенной структуры оксидного стекла приводит к изменению концентрации цинка, магния в аморфной и кристаллической фазах (рисунок 6). Увеличение концентрации цинка, магния в кристаллических фазах снижает температуру перехода в вязко-пластичное, жидкое состояние. Последующий нагрев стекла с подобной микроструктурой приводит к образованию суспензий в температурной области существования жидкой фазы. Более тугоплавкие полифосфаты (на основе цинка, магния) не растворяются в расплаве и при его охлаждении сохраняются в структуре стекла (рисунок 7).

Гомогенизация расплава и формирование однородной структуры стекла происходит при длительных выдержках либо при увеличении температуры расплава (рисунок 8).

В отличие от стекол с большим (от 5 мас. %) содержанием химически связанной воды нагрев оксидных стекол, полученных из прекурсора, оксидного стекла с 2,1 мас. % химически связанной воды приводит к растворению кристаллических метафосфатов и формированию при охлаждении расплава стекла с гомогенной структурой (рисунок 9, таблица 3).

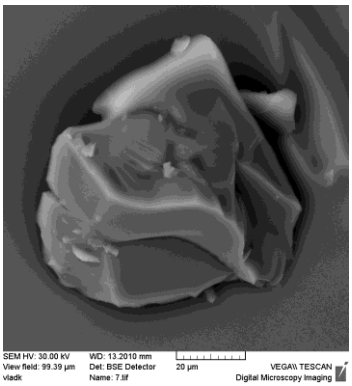


Рисунок 7 – Микроструктура оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после нагрева при 975 К в течение 1 часа. Прекурсор – оксид-гидроксидное стекло с 5 мас. % химически связанной H_2O, нагрев при 640 К

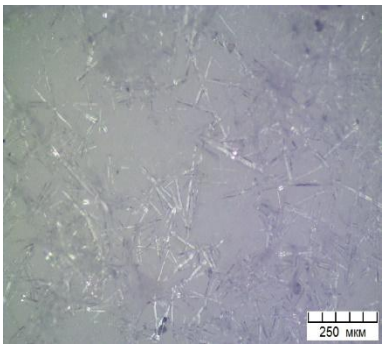


Рисунок 8 – Микроструктура оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после нагрева при 975 К в течение 4 часов. Прекурсор – оксид-гидроксидное стекло с 5 мас. % химически связанной H_2O, нагрев при 640 К

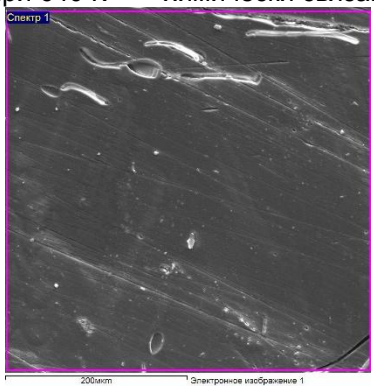


Рисунок 9 – Микроструктура оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после плавления при 975 К, выдержка в течение 1 часа. Прекурсор – оксид-гидроксидное стекло с 2,1 мас. % химически связанной H_2O, нагрев при 685 К

Характер взаимодействия травителя с поверхностью стекла показывает на различия в составе соседних участков (рисунок 9).

Таблица 3 – Химический состав оксидного стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 после плавления при 975 К, выдержка в течение 1 часа. Прекурсор – оксид-гидроксидное стекло с 2,1 мас. % химически связанной H_2O, нагрев при 685 К

Элемент	O	Na	Mg	P	K	Zn	Итого
C_1, мас. %	40,42	13,46	0,30	30,14	4,18	11,49	100,00

Неоднородность по составу участков стекла обусловлена локальными изменениями состава при растворении частиц кристаллических полифосфатов. Дегидратация гидроксидных стекол с 2,1 мас. % химически связанной воды (сопровождающаяся отверждением) в области температур 685-700 К, в отличие от

стекол с большим содержанием химически связанной воды (5 мас. % H_2O) формирует структуры оксидных стекол с меньшим количеством частиц кристаллической фазы. Размеры этих частиц меньше, чем в стеклах с большим содержанием химически связанной воды. Повышение температуры нагрева гидроксидных стекол интенсифицирует процессы дегидратации, снижает размеры частиц кристаллических фаз. Следствием этого является гомогенизация состава и структуры стекол, формирующихся при высокотемпературном (975 К) нагреве прекурсоров.

Исследование влияния термообработки на микроструктуру и физико-механические характеристики связки

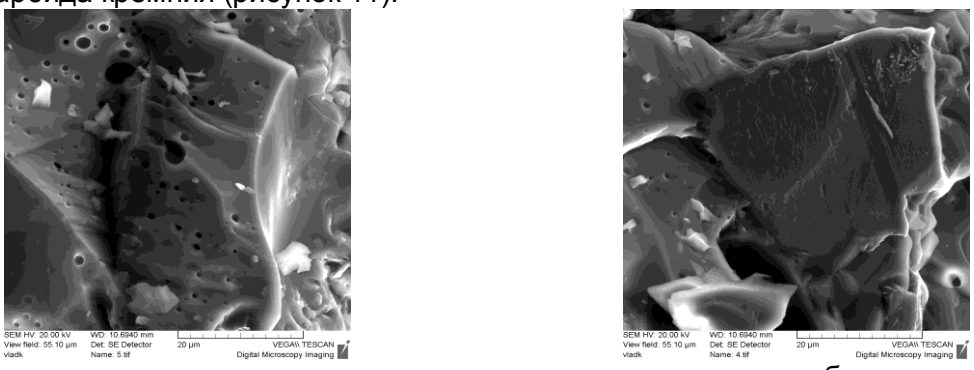
Особенности процесса получения композиционных материалов с керамическими матрицами на основе оксид-гидроксидного стекла, являющегося прекурсором связующего – оксидного стекла, является низкая температура образования жидкой фазы, затем (при повышении температуры) ее перевод в твердое состояние, и лишь затем (при дальнейшем повышении температуры) снова в жидкое. Последняя операция должна гомогенизировать состав стекла в пленках на поверхности наполнителей. Температурный интервал протекания этого процесса представляет собой оптимальный температурный режим спекания композиционного материала.

Объектами исследования являлись композиционные материалы систем карбид кремния – стекло, карбид бора – стекло. Концентрацию связующего – оксидного стекла – варьировали в интервале 15; 20; 30 об. %, температуру спекания варьировали от 775 до 875 К. Композиционные материалы получали в форме дисков диаметром 30 мм и высотой 6 мм. Прессование брикетов из шихты наполнитель – стекло (гидроксидное) проводили по схеме «до упора». Расчетная плотность брикета составляла 75 отн. %.

Микроструктура композиционных материалов карбид бора – стекло, карбид кремния – стекло представляет собой каркас из частиц наполнителя и прослоек стекла между ними. Пленки стекла присутствуют и на поверхности частиц наполнителей (рисунок 10).

После отжига при 775 К в течение 1 часа на поверхности пленки стекла присутствуют поры и частицы с иной морфологией поверхности, чем окружающие участки стекла. Увеличение температуры отжига до 875 К снижает число пор и частиц иных фаз на поверхности пленки (рисунок 10). Микроструктура композиционного материала карбид бора – стекло (30 об. %) представляет собой совокупность частиц карбида бора, расположенных в оболочках стекла. Стекло в форме прослоек между частицами карбида бора и пленок на их поверхности формирует объемную сеть, в которой расположены частицы карбида бора (рисунок 10).

В отличие от стекол на основе прекурсора с 5 мас. % химически связанной воды, стекло, прекурсором которого является гидроксидное стекло с 2,1 мас. % H_2O, с меньшим содержанием воды, формирует при отжигах композиционных материалов сплошные пленки как на поверхности частиц карбида бора, так и на поверхности частиц карбида кремния (рисунок 11).

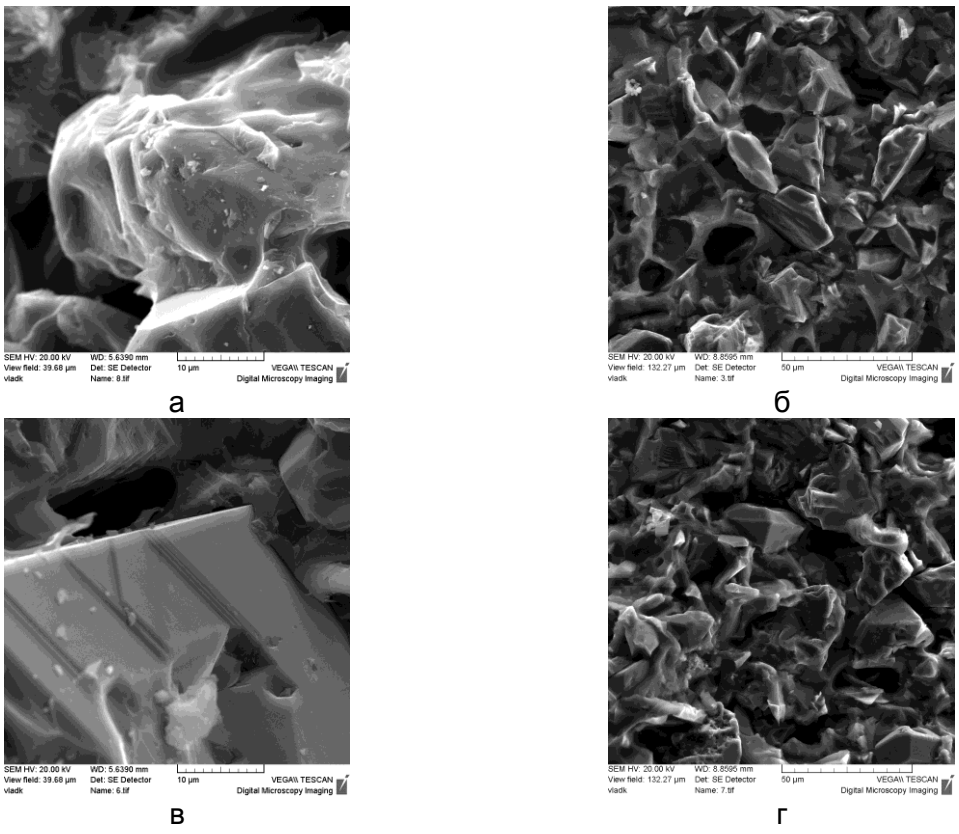


а б

а – температура спекания 775 К;б – температура спекания 875 К

Рисунок 10 – Морфология поверхностей разрушения композиционных материалов карбид бора – стекло (30 об. %). Длительность спекания 1 час. Прекурсор стекла гидроксидное стекло с 5 мас. % химически связанной воды

Снижение концентрации стекла в композиционных материалах до 20 об. % изменяет микроструктуру композиционных материалов и не влияет на морфологию поверхности пленок стекла на частицах наполнителей (рисунок 12). Снижение объемного содержания стекла в композиционном материале при прочих равных условиях отверждения (685 К, 1 час) увеличивает содержание пор в композиционном материале и изменяет его микроструктуру. Пленки стекла присутствуют, в основном, на поверхности частиц. Структура композиционного материала представляет собой каркас из частиц наполнителя (карбида кремния), объединенных прослойками стекла в местах контакта. Пространства в местах множественных стыков между частицами карбида кремния не заполнены (рисунок 12).

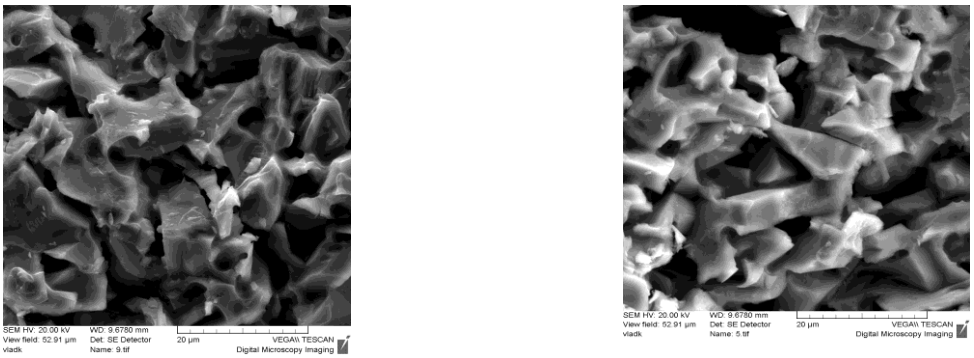


а, б – температура отжига 775 К;в, г – температура отжига 875 К

Рисунок 11 – Морфология поверхностей разрушения композиционных материалов карбид бора – стекло (а, в), карбид кремния – стекло (б, г). Длительность спекания 1 час. Прекурсор стекла – гидроксидное стекло с 2,1 мас. % химически связанной воды. Содержание стекла в композиционном материале 20 об. %

Снижение объемного содержания стекла не приводит к заметному уменьшению толщины пленок на частицах карбида кремния: косвенным подтверждением этого является растворение частиц полифосфатов в стекле (пленке расплава стекла) при увеличении температуры отжига с 775 до 875 К (рисунок 12).

Подобные изменения микроструктуры при снижении объемного содержания стекла отмечаются и в композиционном материале карбид бора – стекло (20 об. % стекла). Снижение объемного содержания стекла увеличивает пористость композиционного материала, слабо влияя на толщину пленки стекла на частицах карбида бора (рисунок 13).



а б

а – температура отжига 775 К;б – температура отжига 875 К

Рисунок 12 – Морфология поверхностей разрушения композиционных материалов карбид кремния – стекло. Длительность спекания 1 час. Прекурсор – гидроксидное стекло с 5 мас. % химически связанной воды. Содержание стекла в композиционном материале 20 об. %

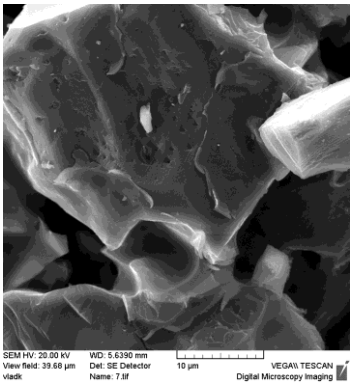


Рисунок 13 – Морфология поверхностей разрушения композиционных материалов карбид кремния – стекло. Температура спекания 875 К, длительность спекания 1 час. Прекурсор – гидроксидное стекло с 5 мас. % воды. Содержание стекла в композиционном материале 20 об. %

Отжиг композиционных материалов систем карбид бора – оксидное стекло, карбид кремния – оксидное стекло при 775, 875 К сглаживает микрорельеф на поверхности пленок стекла (рисунки 12, 13).

Сглаживание микрорельефов на поверхности пленок стекла происходит вследствие растворения (плавление-растворение) частиц полифосфатов, однако выдержка массивного образца стекла при 875 К приводит к частичной кристаллизации (рисунок 14).

При 875 К стекло находится в вязком состоянии, поэтому одной из причин выделения кристаллических фаз является низкая скорость растворения кристаллических частиц в оксидном расплаве. В отличие от нагрева массивного образца стекла, в брикете стекло присутствует в виде порошка, т.е. размол фритты частично гомогенизирует состав стекла, снижая размеры частиц кристаллических фаз вследствие дробления.

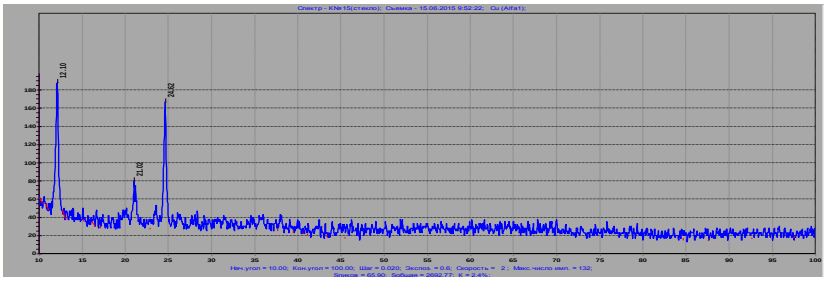


Рисунок 14 – Рентгенограмма стекла системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5 (прекурсор – гидроксидное стекло с 2,1 мас. % химически связанной воды) после отжига при 875 К в течение 1 часа

В отличие от фритты оксид-гидроксидного стекла, плавление порошка в композиционном материале протекает в условиях быстрого увеличения температуры расплава, что способствует растворению частиц кристаллических фаз. Косвенным свидетельством отсутствия значительных количеств частиц кристаллических фаз в пленках стекла в композиционных материалах являются близкие значения показателей твердости композиционных материалов при увеличении длительности процесса спекания. Твердость связки карбид кремния – стекло (20 об. %) после спекания при 775 К в течение 0,5; 1; 2; 3 часов составляет 35; 46; 43; 45 ГПа, соответственно. Спекание связки при 875 К в течение 0,5; 1; 2; 3 часов сопровождается незначительным повышением твердости композиционных материалов до 53; 55; 53; 56 HRB, соответственно.

Однако, спекание связок системы карбид кремния – стекло (30 об. %) при 775 и 875 К приводит к повышению показателей твердости при увеличении времени спекания. Твердость связки карбид кремния – стекло (30 об. %) после спекания в течение 0,5; 1; 2; 3 часов при 775 К составляет 43; 47; 47; 47 HRB, соответственно. После спекания в течение 0,5; 1; 2; 3 часов при 875 К твердость композиционных материалов увеличивается до 54; 77; 82; 80 HRB, соответственно. Повышение твердости связок карбид кремния – стекло (30 об. %) с увеличением температуры и длительности спекания может быть связано со снижением вязкости оксидного расплава и повышением площади контактных мостиков между частицами карбида кремния. Подобная закономерность отмечается и при спекании связок карбид бора – стекло (30 об. %).

После спекания в течение 0,5; 1; 2; 3 часов при 775 К твердость связок составляет 44; 48; 48; 50 HRB, соответственно. Увеличение температуры спекания до 875 К привело к повышению твердости до 67; 76; 76; 79 HRB, соответственно. Подобный характер изменения твердости композиционных материалов карбид бора – стекло показывает, что увеличение твердости композиционных материалов обусловлено несколькими эффектами. Спекание композиционных материалов при повышенных (775, 875 К) температурах интенсифицирует процессы превращения гидроксидных стекол в оксидные. Следствием этого является снижение размеров частиц кристаллических фаз. Интенсификация процессов перехода гидроксидного стекла в оксидные повышает давление паров воды в поровых каналах и способствует растеканию расплава по поровым каналам. Этот процесс коррелирует с увеличением твердости композиционным материалом после 0,5 часов спекания. Последующее увеличение длительности спекания не приводит к снижению твердости композиционных материалов, что может быть связано с отсутствием развития процесса кристаллизации в пленках стекла. Некоторое увеличение твердости композиционных материалов при увеличении длительности их спекания обусловлено гомогенизацией состава пленок стекла на поверхности частиц карбида кремния и карбида бора и растеканием расплава в поровых каналах. Основной эффект спекания заключается в гомогенизации состава стекла, что снижает их химическую активность, которая проявляется во взаимодействии с парами воды, присутствующими в атмосфере.

Исследование влияния наполнителей на микроструктуру и физико-химические свойства связки

Основными и наиболее распространенными наполнителями в алмазоабразивных композиционных материалах являются карбид бора и карбид кремния. Помимо них, в композиционные материалы вводятся и иные ингредиенты. В качестве наполнителей, в зависимости от эксплуатационных требований, предъявляемых к инструменту, в связку композиционных материалов вводят гексагональный нитрид бора, графит, фторид кальция, карбид вольфрама и т.д. Введение наполнителей в связующее, как метод изменения физико-механических характеристик связки и эксплуатационных характеристик инструмента, не разработан.

Объектами исследования являлись связующее и связка на основе оксидных стекол. В качестве наполнителей использовали коллоидный диоксид кремния и фенолформальдегидную смолу.

Идея исследования, помимо определения физико-механических свойств связки, заключается в возможности изменения химического состава стекла на стадии перехода гидроксидного стекла в оксидное при взаимодействии оксидного расплава с коллоидным диоксидом кремния и применения фенолформальдегидной смолы в качестве технологического связующего и компонента связки. Введение коллоидного диоксида кремния в количестве 0,5-3 мас. % в стекло осуществляли из суспензии на основе дигидрофосфатов металлов, входящих в состав стекла, и диоксида кремния. В суспензию при нагревании вводили оставшуюся часть шихты из дигидрофосфатов и нагревали до 550-575 К. Фенолформальдегидную смолу вводили в порошок оксид-гидроксидного стекла в виде раствора в этиловом спирте, концентрация фенолформальдегидной смолы в растворе составляла 5 мас. %.

Введение пирогенного диоксида кремния в оксидное стекло через его прекурсор не приводит к существенному изменению его микроструктуры. Изменение микроструктуры оксидного стекла при введении в него коллоидного диоксида кремния проявляется при образовании агломератов, которые представляют собой сгустки коллоидного диоксида кремния с большим содержанием диоксида кремния, чем окружающее стекло (рисунок 15).

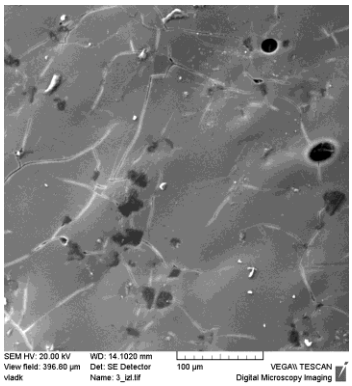


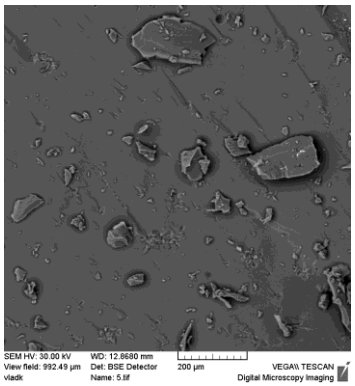
Рисунок 15 – Микроструктура оксидного стекла. Концентрация коллоидного диоксида кремния 3 мас. %. Температура отжига 775 К, длительность отжига 1 час.

Введение в гидроксидное стекло коллоидного диоксида кремния в количестве 0,5-1 мас. % не влияет на процессы превращения гидроксидного стекла в оксидное. Термообработка при 640 Кгидроксидного стекла, содержащего большое (5 мас. %) количество химически связанной воды, так же как и в стекле, не содержащем коллоидного диоксида кремния, приводит к образованию в стеклообразной (аморфной) матрице частиц кристаллических фаз (рисунок 16, таблица 4).

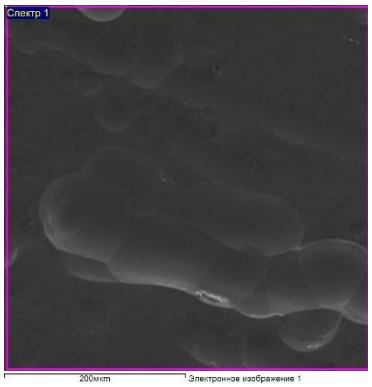
Таблица 4 – Элементный состав оксидного стекла после термообработки

Элемент	O	Na	Si	P	K	Zn	Итого
C_1, мас. %	42,96	12,73	0,51	28,84	4,24	10,73	100,00

Однако, агломераты с большим содержанием диоксида кремния, чем окружающая матрица, устойчивы при нагреве оксидного стекла до высоких (875, 975 К) температур (рисунок 17).

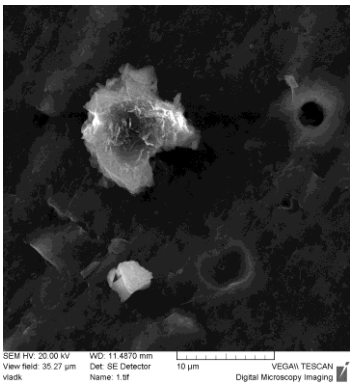


а

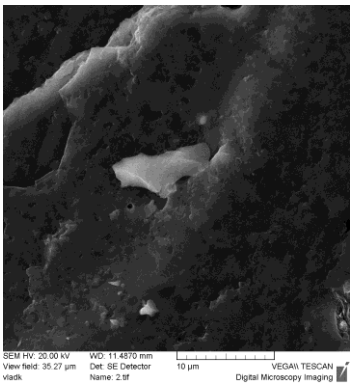


б

Рисунок 16 – Микроструктуры связок (стекло системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5-SiO_2) после отжига при 775 К. Содержание связанной воды, мас. %: а – 5,0; б – 2,1



а

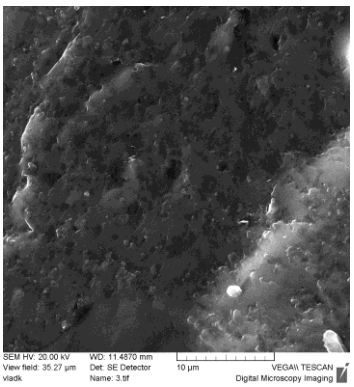


б

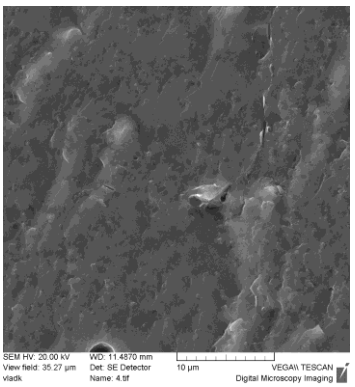
а – концентрация коллоидного диоксида кремния 2 мас. %;
б – концентрация коллоидного диоксида кремния 3 мас. %

Рисунок 17 – Микроструктура оксидных стекол после отжига при температуре 875 К (а) и 975 К в течение 1 часа

Микроструктура частиц, присутствующих в стеклянной матрице, показывает, что частицы состоят из диоксида кремния и прослоек стекла (рисунок 17 а). Образование таких частиц не связано с процессами превращения гидроксидного стекла в оксидное в результате термообработок. Основная часть коллоидного диоксида кремния присутствует в стеклянной матрице в виде ультрадисперсных и дисперсных (0,1-0,3 мкм) частиц (рисунок 18).



а



б

а – длительность спекания 1 час;б – длительность спекания 2 часа

Рисунок 18 – Микроструктура оксидных стекол после отжигов при температуре 775 К. Концентрация коллоидного диоксида кремния в стекле 2 мас. %

Микротвердость оксидного стекла при введении коллоидного диоксида кремния возрастает в области концентраций коллоидного диоксида кремния в стекле в пределах 0,5-2 мас. % с 14,8 ГПа при концентрации коллоидного диоксида кремния 0,5 мас. % до 17,2; 19,1; 18,2 ГПа при концентрации коллоидного диоксида кремния 1; 1,5; 2 мас. %, соответственно. Увеличение содержания диоксида кремния в оксидном стекле до 3; 5; 8 мас. % приводит к снижению его микротвердости до 16,2; 13,1; 8,7 ГПа, соответственно. Твердость связок карбид кремния – стекло (30 об. %) с содержанием коллоидного диоксида кремния 0,5; 1; 1,5; 2 мас. % после их спекания при температуре 875 К в течение 1 часа составляет 63; 69; 73; 74 HRB, соответственно. Подобная закономерность отмечается и при введении коллоидного диоксида кремния в связку карбид бора – стекло (30 об. %).

Твердость связок карбид бора – оксидное стекло (30 об. %) – диоксид кремния возрастает в области концентраций диоксида кремния 0,5-2,0 мас. %. При концентрациях диоксида кремния в связке 0,5; 1; 1,5; 2,0 мас. % твердость связок составляет 59; 67; 70; 74 HRB, соответственно. Увеличение содержания диоксида кремния в связке до 3; 5; 8 мас. % приводит к снижению твердости связок с 74 HRB при 2 мас. % диоксида кремния до 60; 51; 36 HRB, соответственно.

Одной из причин снижения твердости связок системы карбид бора – стекло – диоксид кремния при повышенных концентрациях (3,5-8 мас. %) диоксида кремния является повышение хрупкости связующего (стекла). Кроме того, диоксид кремния присутствует в расплаве стекла и в области температур спекания образуется новое связующее (суспензия) на основе оксидного стекла и частиц диоксида кремния, которая должна смачивать поверхность частиц наполнителя и алмаза, а затем растекаться по поверхности как наполнителя, так и алмаза. (Диоксид кремния выполняет функцию наполнителя для связующего, но не для связки). Суспензия оксидное стекло – диоксид кремния при концентрациях диоксида кремния 3,5-8 мас. % имеет повышенную вязкость и не заполняет свободные пространства в областях множественных стыков между частицами наполнителя (рисунок 19).

Образование трещин и пор на поверхности связки при ее охлаждении также является причиной снижения твердости связки (рисунок 19). В отличие от диоксида кремния фенолформальдегидная смола способна отверждаться при 400-425 К [3].

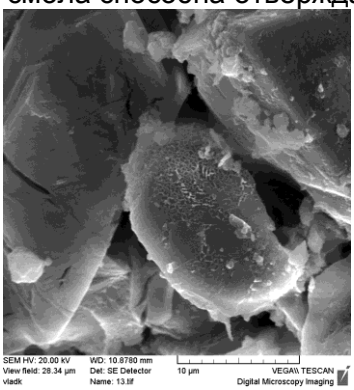


Рисунок 19 – Морфология поверхности разрушения спека связки карбид бора – оксидное стекло (30 об. %) – диоксид кремния. Температура спекания 975 К, длительность спекания 1 час. Содержание диоксида кремния в связке 8,1 мас. %

В температурной области 620-675 К, когда оксидное стекло находится в вязко-пластичном, вязком состоянии, фенолформальдегидная смола полимеризована и присутствует в оксидном расплаве в твердом состоянии. Следствием этого является увеличение вязкости образующейся суспензии стекло-полимер. Однако, использование фенолформальдегидной смолы в качестве технологического связующего позволяет повысить прочность алмазосодержащего брикета при изготовлении алмазоабразивного инструмента с керамическими связками.

Спекание шихты гидроксидное (оксидное) стекло – фенолформальдегидная смола при температуре 435 К и давлении 20 МПа приводит к формированию

композиционного материала стекло – полимер (5 об. %). Разрушение композиционного материала происходит по границам раздела полимер-стекло и стекло-стекло (рисунок 20).

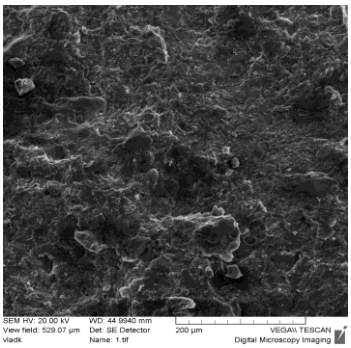


Рисунок 20 – Морфология поверхности разрушения композиционного материала стекло – фенолформальдегидная смола. Температура спекания 435 К, давление горячего прессования 20 МПа

Спекание брикетов из композиционного материала стекло – фенолформальдегидная смола в области температур вязко-пластичного состояния стекла (665-675 К) повышает их твердость (таблица 5).

Таблица 5 – Влияние длительности спекания на твердость композиционного материала оксидное стекло – фенолформальдегидная смола. Температура спекания 665 К

Длительность спекания, минуты	0	5	10	20	30	40	60
Твердость, HRB	31	27	36	49	51	50	47

Микроструктура композиционного материала, спеченного при 465 К в течение 30 минут, представляет собой совокупность частично оплавленных частиц стекла, между которыми расположены пленки полимера (рисунок 21).

Увеличение твердости связующего при спекании в области температур, превышающих температуру деструкции фенолформальдегидной смолы, может быть связано со следующим. Отжиг при 655 К приводит к формированию контактов стекло-стекло, которые более являются прочными, чем контакты полимер-стекло. Термодеструкция полимера и снижение его прочностных характеристик обусловлена его окислением. В оксилном связующем полимер изолирован от атмосферы. Полимер в стеклянной матрице играет роль «пор», то есть участков разрыва сплошности связующего. Однако, в отличие от пор, полимер может связывать соседние частицы стекла в единое целое.

В связке карбид бора – стекло (30 об. %) – полимер (5 об. %) после спекания при температуре 675 К и давлении 10 МПа прослойка полимера не отличается от стекла (рисунок 22).

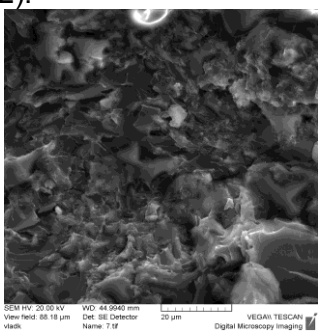


Рисунок 21 – Морфология поверхности разрушения композиционного материала стекло – полимер (5 об. %). Температура спекания 465 К, длительность спекания 30 минут

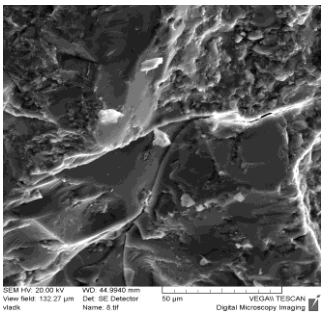


Рисунок 22 – Морфология поверхности разрушения связки карбид бора – стекло (30 об. %) – полимер (5 об. %). Температура спекания 675 К, давление горячего прессования 10 МПа

Твердость связок системы карбид бора – стекло (30 об. %) – полимер (5 об. %), спеченных при температуре 675 К и давлении горячего прессования 10 МПа, не зависит от длительности спекания в диапазоне выдержек 10; 20; 30; 40 минут. После спекания в течение 30 минут твердость связки достигает 78 ГПа. Характер изменения твердости связок, их микроструктуры при введении коллоидного диоксида кремния и фенолформальдегидной смолы показывает, что функции наполнителя могут быть расширены. При разработке алмазосодержащих композиционных материалов наполнители вводятся в шихту из связующего и сверхтвердого материала, вследствие чего концентрация наполнителя, его дисперность ограничены концентрацией связующего и размерами частиц сверхтвердого материала [4]. В случае введения ультрадисперсных частиц (коллоидного диоксида кремния) в шихту, резкое увеличение площади контактов диоксид кремния – связующее, диоксид кремния – сверхтвердый материал, а также увеличение числа контактов диоксид кремния – диоксид кремния приводит к снижению прочности композиционного материала.

Введение ультрадисперсного наполнителя в связующее позволяет, благодаря химическому взаимодействию, изменять его состав и распределять его в связующем. Следствием этого является повышение твердости связующего и, как следствие, связки. Влияние полимера на физико-механические характеристики связки проявляется в меньшей степени, чем влияние коллоидного диоксида кремния. Однако, фенолформальдегидная смола как наполнитель позволяет повысить прочность алмазосодержащего компонента после холодного прессования, а после спекания частицы полимера играют роль пор, влияя на производительность и качество алмазоабразивной обработки.

Исследование влияния состава, структуры алмазосодержащих композиционных материалов на режущую способность инструмента при обработке поликристаллических сверхтвердых материалов

Одной из особенностей алмазоабразивного инструмента является непрерывный износ матрицы (связки) алмазосодержащего композиционного материала, который и обеспечивает его эксплуатационные характеристики. При обработке сверхтвердых композиционных материалов на основе алмаза или кубического нитрида бора, твердость которых близка к твердости алмаза, режущая способность алмазоабразивного инструмента может обеспечиваться только за счет более быстрого износа связки, чем это необходимо при обработке менее твердых материалов, например, твердых сплавов [5-7]. В то же время, только быстрый износ связки не обеспечивает эффективной обработки поликристаллических композиционных материалов. Другим необходимым условием повышения режущей способности алмазосодержащих композиционных материалов является прочное закрепление алмазных зерен в матрице. Эти противоречивые требования к алмазосодержащему композиционному материалу (его структуре и составу) реализуются в структурах, одним из элементов которых являются поры.

Объектами исследования являлись композиционные материалы систем карбид кремния – алмаз – стекло и карбид бора – алмаз – стекло. В качестве алмаза использовали алмазные порошки марки АС-6 фракций 60/50 мкм. Концентрация стекла (связующего) в алмазосодержащих композиционных материалах составляла 20, 30 об. %, пористость – 20, 30, 40 об. %. В качестве поликристаллических сверхтвердых материалов использовались АРС-3 фракции 2000/1000 мкм и спеки АСПК (карбонадо) диаметром 3000 мкм. Режущая способность алмазоабразивного инструмента с композиционными материалами карбид кремния (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %) с пористостью 20, 30, 40 об. % при обработке АРС-3 составила 0,06; 0,018; 0,031 мг/мин, соответственно. Режущая способность алмазосодержащего композиционного материала с 20 об. % стекла и пористостью 20, 30, 40 об. % составила 0,06; 0,015; 0,011 мг/мин, соответственно.

Морфология поверхности алмазосодержащего композиционного материала карбид кремния (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %) с пористостью 30 об.

% после шлифования сверхтвердого композиционного материала АРС-3 представляет собой сглаженные участки матрицы, на которых присутствуют алмазные зерна (и частицы карбида кремния), вершины которых выступают над матрицей, и участки, на которых алмазные зерна выступают над матрицей. Рельеф на этих участках формируют частицы карбида кремния, выступающие над порами и связующим (рисунок 32).

Подобные микрорельефы формируются и на поверхности композиционных материалов карбид бора (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %) с пористостью композиционного материала 20, 30 об. % и композиционного материала карбид кремния (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %) с пористостью композиционного материала 20 об. % (рисунок 24).

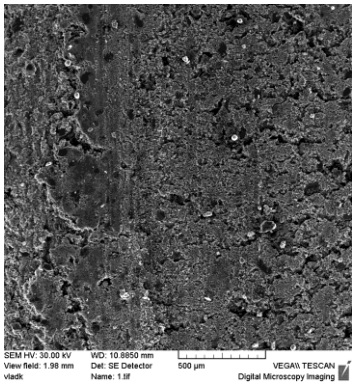


Рисунок 23 – Морфология поверхности износа композиционного материала карбид бора (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %). Пористость композиционного материала 30 об. %. Шлифование поликристалла АРС-3 при давлении 0,15 МПа

Рисунок 24 – Морфология поверхности износа композиционного материала карбид кремния (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %). Пористость композиционного материала 30 об. %. Шлифование поликристалла АРС-3 при давлении 0,15 МПа

После шлифования поликристаллов АРС-3 инструментом, оснащенным композиционным материалом карбид кремния (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %) с пористостью композиционного материала 40 об. % на поверхности композиционного материала формируется развитый микрорельеф, образованный частицами карбида кремния, зернами алмаза, выступающими из связки (рисунок 25).

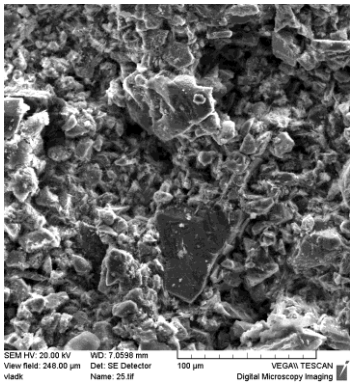
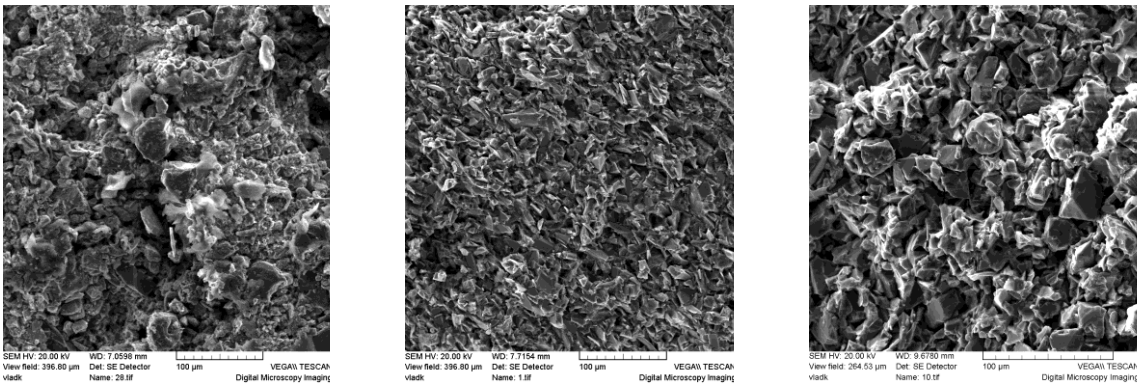


Рисунок 25 – Морфология поверхности износа композиционного материала карбид кремния (35 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (30 об. %). Пористость композиционного материала 40 об. %. Шлифование поликристалла АРС-3 при давлении 0,15 МПа

Развитый микрорельеф на поверхности композиционного материала, площадки износа на поверхности алмазных зерен, а также сколы на поверхности алмазных зерен и частиц карбида кремния показывают, что в процессе шлифования поликристалла

АРС-3 связки накапливаются, одновременно с изнашиванием алмазных зерен (рисунок 25). Подобные развитые микрорельефы формируются и на поверхности композиционных материалов карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %) с 20, 30, 40 об. % пористостью (рисунок 26).

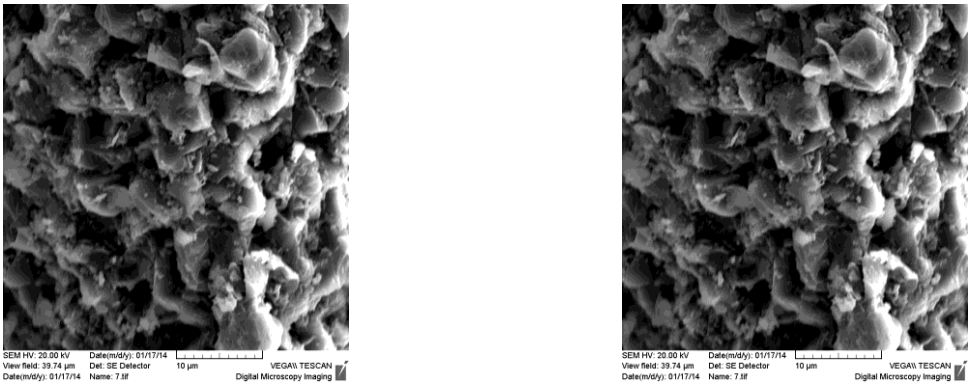


а б в

а – пористость композиционного материала 20 об. %;
б – пористость композиционного материала 30 об. %;
в – пористость композиционного материала 40 об. %

Рисунок 26 – Морфология поверхности износа композиционного материала карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %). Шлифование поликристалла АРС-3 при давлении 0,15 МПа

Воздействие алмазосодержащих композиционных материалов на поликристаллы АРС-3 формирует на поверхности последних микрорельефы, морфология которых отражает механизмы фрикционного взаимодействия материалов при шлифовании (рисунок 27).



а б

а – пористость композиционного материала 20 об. %;
б – пористость композиционного материала 40 об. %

Рисунок 27 – Морфология поверхности износа поликристалла АРС-3 после шлифования его композиционным материалом карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %). Давление шлифования 0,15 МПа

В отличие от поликристаллов алмаза марки АРС-3, обработка поликристаллов алмаза марки АСПК (карбонадо) алмазосодержащим композиционным материалом карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %) протекает более интенсивно. Режущая способность алмазосодержащих композиционных материалов с пористостью 20, 30, 40 об. % составляет 0,1; 0,16; 0,14 мг/мин, соответственно.

Рельефы, образующиеся на поверхности алмазосодержащих композиционных материалов после обработки поликристаллов алмаза марки АСПК (карбонадо) подобны микрорельефам после обработки спеков АРС-3 (рисунки 25, 28).

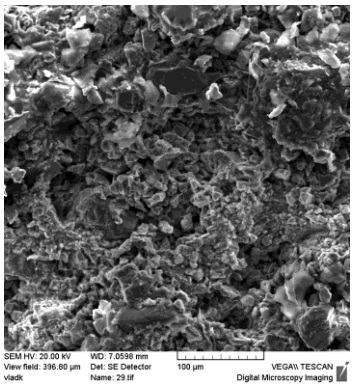
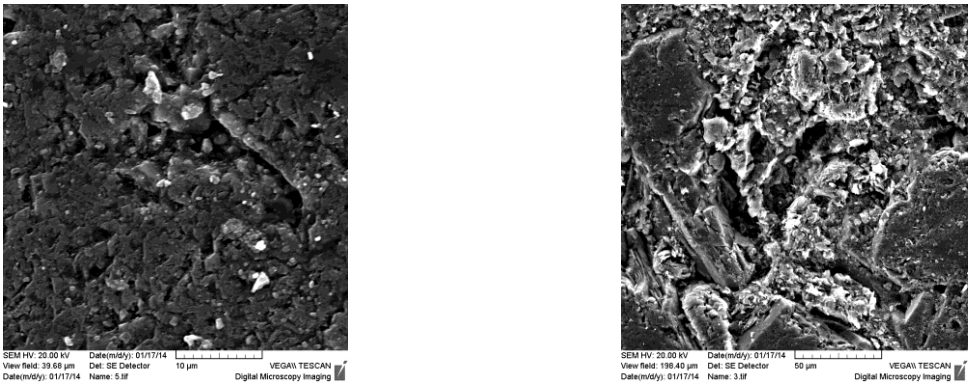


Рисунок 28 – Морфология поверхности износа композиционного материала карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %) с пористостью 40 об. % после шлифования поликристалла АСПК (карбонадо) при давлении 0,15 МПа

Микрорельефы на поверхностях износа поликристаллов АСПК имеют иную морфологию, чем поверхности износа спеков АРС-3 (рисунок 29).



а б

а – пористость композиционного материала 20 об. %;
б – пористость композиционного материала 40 об. %

Рисунок 29 – Морфология поверхности износа поликристалла АСПК (карбонадо) после шлифования его композиционным материалом карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %). Давление шлифования 0,15 МПа

Шлифование поликристаллов АСПК композиционным материалом карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %) сопровождается образованием на поверхности поликристаллов микрорельефов, морфология которых определяется пористостью обрабатывающего материала (рисунок 38). После шлифования поликристалла композиционным материалом с пористостью 20 об. % на поверхности поликристалла образуется плоский микрорельеф, состояший из совокупности углублений различной формы и глубины, располагающихся преимущественно по границам кристаллитов (рисунок 29). Шлифование поликристалла композиционным материалом с пористостью 40 об. % формирует на поверхности поликристалла более грубый микрорельеф, представляющий собой совокупность отдельных кристаллитов с плоскими вершинами и кристаллитов, вершины которых состоят из множества сглаженных выступов (рисунок 29, б).

Микрорельефы, образующиеся при шлифовании сверхтвердого материала АРС-3 композиционными материалами карбид кремния (45 об. %) – алмаз (35 об. %) – стекло (20 об. %) с 20 и 40 об. % пор, представляют собой множество выступов, образованных алмазными зернами, и впадин между ними. Различия между рельефами поверхности сверхтвердых материалов после шлифования композиционными материалами с 20 и 40 об. % пор проявляются в сглаженных вершинах зерен на поверхности сверхтвердого материала, шлифованного композиционным материалом с

20 об. % пор (рисунок 27). На вершинах алмазных зерен сверхтвердого материала после шлифования его композиционным материалом с 40 об. % пор присутствуют сколы различной формы (рисунок 27 а).

Характер изменения режущей способности композиционных материалов системы карбид кремния – алмаз – связующее в зависимости от содержания в них связующего и пористости дает основания полагать, что, при прочих равных условиях шлифования, увеличение пористости композиционных материалов (в пределах 20-40 об. %) приводит к повышению их режущей способности. Помимо этого, увеличение пористости алмазосодержащих материалов (от 20 до 40 об. %) изменяет морфологию поверхности износа сверхтвердых композиционных материалов. Эти изменения морфологии поверхностей износа – скалывание вершин зерен алмаза в АРС-3, разрушение кристаллитов в поликристалле карбонадо – косвенно указывают на большую интенсивность воздействия алмазосодержащих композиционных материалов, содержащих 40 об. % пор. На это прямо указывают и значения режущей способности композиционных материалов.

Увеличение значений режущей способности композиционных материалов системы карбид кремния – алмаз – связующее (30 об. %) отмечается во всем интервале изменения пористости (20, 30, 40 об. %) и, следовательно, изменения структуры композиционного материала. В композиционных материалах системы карбид кремния – алмаз – связующее (20 об. %) увеличение значений режущей способности отмечается при переходе от 20 к 30 об. % пор. Последующее увеличение пористости композиционного материала приводит к снижению режущей способности инструмента, оснащенного композиционным материалом, как при обработке АРС-3, так и при шлифовании АСПК.

Структуры композиционных материалов системы карбид кремния – алмаз – связующее с 20 и 30 об. % связующего и 40 об. % пор подобны. Различия заключаются в толщине пленок стекла на частицах наполнителя и алмаза, что приводит к снижению твердости композиционных материалов. Следствием этого является изменение механизма контактного взаимодействия алмазосодержащего композиционного материала с поверхностью обрабатываемых материалов (АРС-3, карбонадо).

Воздействия динамических нагрузок на поверхность алмазосодержащего композиционного материала в зоне фрикционного контакта со сверхтвердым материалом приводят к разрушению контактных мостиков карбид кремния – стекло – карбид кремния и алмаз – стекло – карбид кремния и выкрашиванию алмазных зерен из связки. В то же время, разрушение связки и выкрашивание частиц карбида кремния снижает прочность закрепления алмазных зерен в связке. Алмазные зерна выкрашиваются из связки до наступления полного разрушения режущих вершин и кромок. Следствием этого является снижение режущей способности алмазосодержащего композиционного материала.

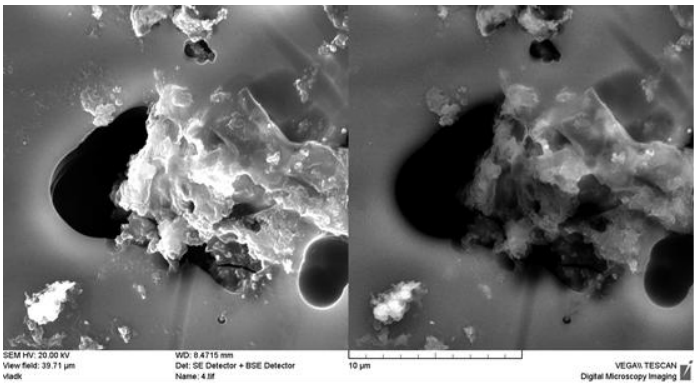
Наименьших значений режущая способность алмазосодержащих композиционных материалов достигает при содержании связующего 30 об. % и пористости 20 об. %. Снижение, как и повышение, пористости изменяет структуру алмазосодержащих композиционных материалов. При 20 об. % пористости и 30 об. % связующего структура композиционного материала представляет собой матрицу из частиц карбида кремния, объединенных прослойками стекла, поры (и стекло) находятся в областях множественных стыков между частицами алмаза и карбида кремния.

Восстановление режущей способности алмазосодержащего композиционного материала происходит преимущественно по механизму абразивного изнашивания матрицы, а не хрупкого разрушения, как это имеет место в алмазосодержащем композиционном материале с 40 об. % пористостью и другим типом структуры. Влияние состава и структуры алмазосодержащих композиционных материалов на режущую способность заключается в изменении механизма восстановления режущей

способности при изменении структуры, а также состава, алмазосодержащего композиционного материала.

Исследование микроструктуры оксид-полимерных связующих

Согласно полученным экспериментальным данным (рисунок 30), введение фенолформальдегидной смолы в оксидное стекло приводит к формированию структуры, представляющей собой матрицу на основе стекла и включений фенолформальдегидной смолы.



а б

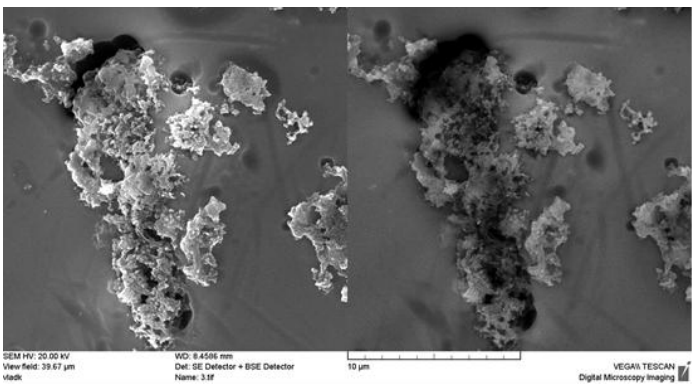
а – съемка в отраженном излучении;
б – сьемка в характеристическом электронном излучении.

Рисунок 30 – Микроструктура оксид-полимерного связующего. Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем 15 об. %.Температура спекания 675 К

Уменьшение содержания полимера в стеклянной матрице менее 15 мас. % не приводит к существенному изменению микроструктуры оксид-полимерного связующего (рисунок 31).

Как видно из рисунков 30, 31, микроструктура оксид-полимерных связующих, формирующихся при спекании компонентов в области высоких температур (625-675 К), слабо зависит от концентрации полимера при ее увеличении до 15 мас. % в стеклянной матрице. Однако более высокая концентрация полимера в шихте стекло–полимер приводит к формированию менее выраженных гетерогенных структур матрицы, чем в случае связующих с меньшей концентрацией полимера (рисунок 32).

Характерным структурным элементом оксид–полимерного связующего является присутствие в стеклянной матрице частиц иных фаз. Содержание этих частиц в стеклянной матрице увеличивается при увеличении концентрации полимера в шихте. По данным рентгенофазового анализа эти частицы являются кристаллическими фазами на основе цинка, натрия, калия (рисунки 33, 34).



а б

а – съемка в отраженном излучении;
б – сьемка в характеристическом электронном излучении.

Рисунок 31 – Микроструктура оксид-полимерного связующего. Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем 6 об. %. Температура спекания 675 К

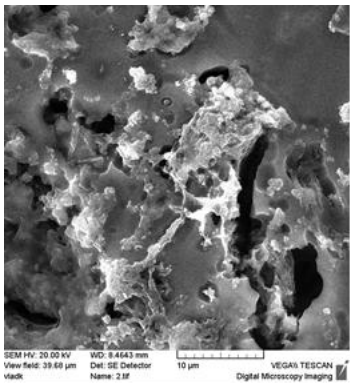


Рисунок 32 – Микроструктура оксид-полимерного связующего. Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем 20 об. %. Температура спекания 675 К

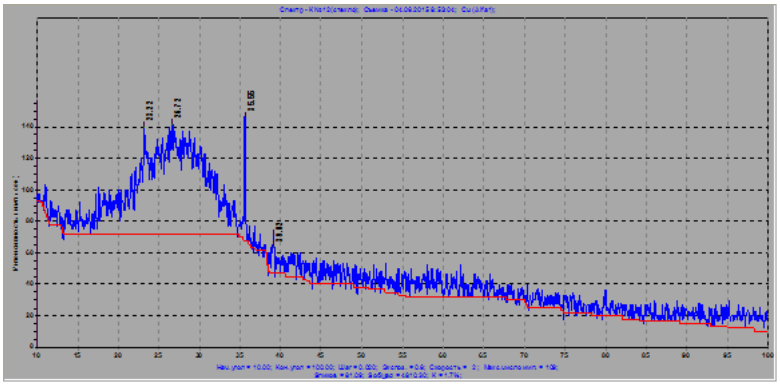


Рисунок 33 – Дифрактограмма оксид-полимерного связующего. Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем 6 об. %. Температура спекания 675 К

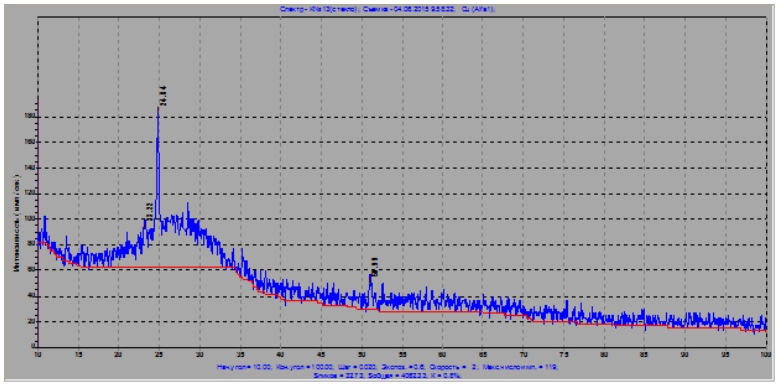


Рисунок 34 – Дифрактограмма оксид-полимерного связующего. Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем 15 об. %. Температура спекания 675 К

При концентрации полимера в оксид-полимерном связующем 6 об. % связующее представляет собой аморфную фазу. Содержания кристаллических фаз невелико (рисунок 33).

Связующее с большим содержанием полимера (15 об. %) представляет собой матрицу на основе частиц кристаллических фаз, полимера, обьединенных прослойками аморфной фазы.Снижение температуры спекания шихты прекурсор стекла–фенолформальдегидная смола (при одинаковой концентрации связующего) не приводит к существенным изменениям микроструктуры связующего (рисунок 34).

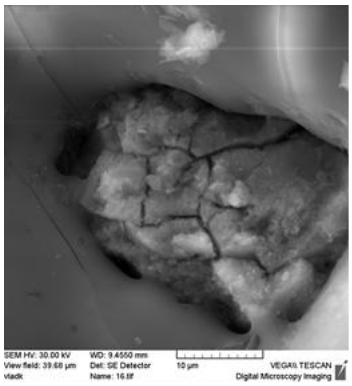


Рисунок 35 – Микроструктура оксид-полимерного связующего. Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем 6 об. %. Температура спекания 430 К

Микроструктура оксид-полимерного связующего, влияние концентрации полимера в связующем, морфология поверхности частиц связующего показывают, что частицы полимера в связующем имеют сложное строение. Частицы полимера, присутствующие в связующем, полученном спеканием шихты в области высоких температур (625–675 К), представляют собой не частично деструктированный полимер, а компакты из частиц полимера и стекла (рисунки 30-32). Частицы кристаллических фаз также содержат прослойки полимера (рисунки 31,32).

Морфология кристаллических частиц присутствующих в стеклянной (аморфной) матрице вместе с частицами полимера, увеличение обьемного содержания таких частиц при увеличении концентрации полимера в шихте свидетельствует, что введение в шихту полимера влияет на процесс формирования оксидного связующего. Дегидратация прекурсора стекла (дигидрофосфатов цинка, алюминия, натрия, калия) сопровождается выделением воды и вспениванием. В температурном интервале 575–675 К полимер находится в расплаве в твердом состоянии и его частицы захватывают газовые пузырьки, образуя агломераты с газовыми пузырьками, и с расплавом дигидрофосфатов металлов (гидроксидными стеклами). Следствием этого является формирование агломератов полимер–стекло с прослойками стекла иного состава, чем окружающая их стеклянная матрица (рисунок 36).

Рисунок 36 – Микроструктура оксид-полимерного связующего. Концентрацияфенолформальдегидной смолы в связующем 6 об. %. Температура спекания 600 К

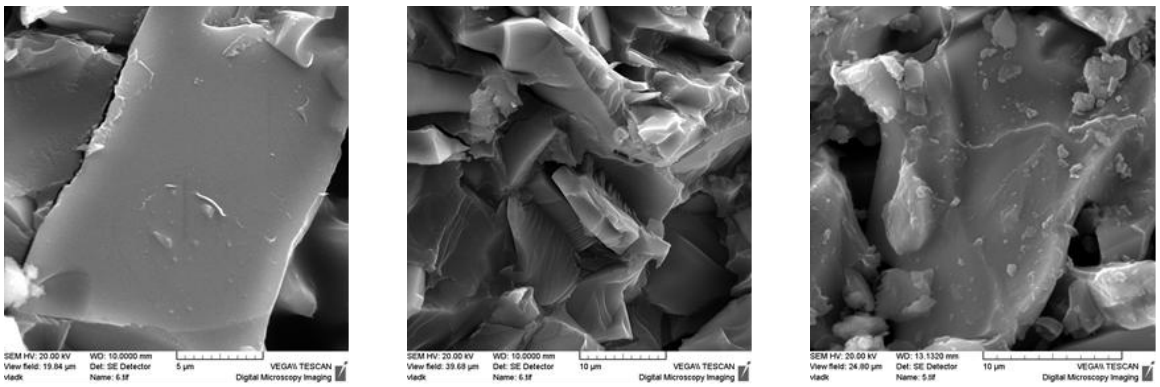
Таким образом, микроструктура оксид-полимерных связующих определяется концентрацией полимера в шихте и температурой спекания связующего.

При концентрации полимера в шихте 6–15 об. % и температуре спекания 575–625 К структура связующего представляет собой стеклянную (аморфную) матрицу, в которой расположены частицы полимера и кристаллических фаз. Содержание частиц кристаллических фаз в связующем при прочих равных условиях зависит от концентрации фенолформальдегидной смолы в шихте. Спекание шихты при 625–675 К

приводит к формированию в связующем агломератов, представляющих собой частично деструктированную полимерную матрицу, в которой располагаются прослойки стекла.

Исследование влияния концентрации компонентов связующего на микроструктуру композиционных материалов на основе карбида бора

Согласно полученным экспериментальным данным (рисунок 37), спекание шихты карбид бора–оксид-полимерное связующее приводит к формирования композиционных материалов, структура которых зависит от концентрации стекла в оксид-полимерном связующем.



а б в

Концентрация стекла в оксид-полимерном связующем, об. %: а – 5; б – 10; в – 20.
Рисунок 37 – Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–оксид-полимерное связующее.Температура спекания 600 К

Характер изменения микроструктуры композиционных материалов карбид бора–оксид-полимерное связующее в зависимости от концентрации стекла в полимере показывает, что увеличение содержания стекла в полимерной матрице приводит к увеличению числа контактов стекло–карбид бора (рисунок 37).

Частицы стекла присутствуют в структуре композиционного материала в виде индивидуальных частиц. Частицы стекла, которые контактируют с поверхностью частиц карбида бора, образуют с ними конгломераты (рисунок 37 в). Фенолформальдегидная смола присутствует в виде пленок на поверхности частиц карбида бора и между частицами карбида бора (рисунок 37 б, в).

Повышение температуры спекания композиционных материалов приводит к изменению морфологии частиц оксидного стекла. Оксидное стекло присутствует в композиционном материале преимущественно в форме пленок и округлых частиц (рисунок 38).

При спекании шихты карбид бора–связующее в интервале температур 625–675 К связующее представляет собой агломерат из частиц оксидного стекла и фенолформальдегидной смолы (рисунок 39).

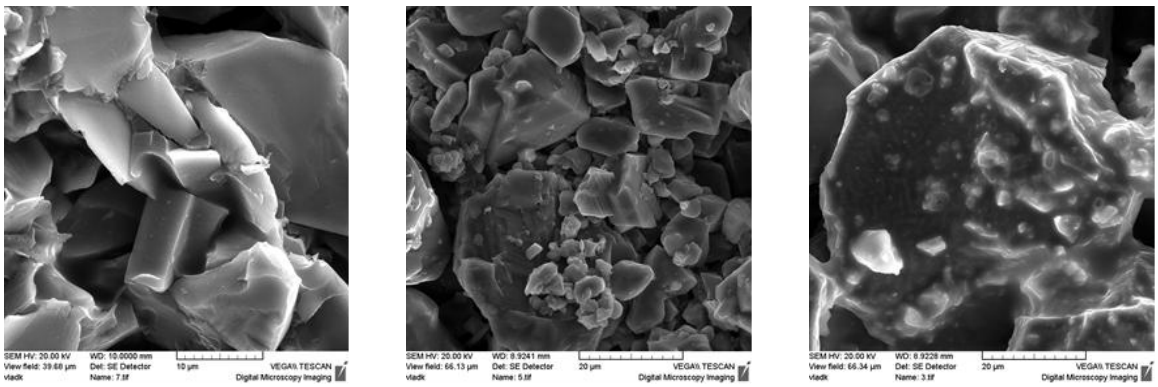
Оксидное стекло образует пленки на поверхности частиц карбид бора, часть оксидного стекла присутствует на поверхности частиц карбида бора в форме округлых частиц (рисунок 39 а).

Увеличение объемного содержания в фенолформальдегидной смоле оксидного стекла (до 20%) приводит к формированию в процессе спекания связующего представляющего собой смесь из частиц фенолформальдегидной смолы и стекла (рисунок 39 б).

В области концентрации стекла в связующем 5-10 об. % в структуре композиционных материалов присутствуют как частицы стекла, так и прослойки фенолформальдегидной смолы. Контактные мостики с частицами карбида бора формируют как частицы стекла, так и прослойки фенолформальдегидной смолы.

При концентрации стекла в связующем 20 об. % в структуре композиционного материала наряду с отдельными компонентами (стеклом и формальдегидной смолой) присутствуют агломераты состоящие из частиц смолы и оксидного стекла (рисунок 39).

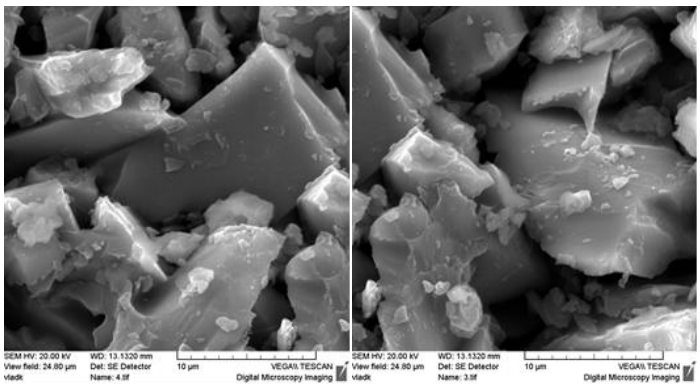
Структура композиционных материалов карбид бора–оксид-полимерное связующее с концентраций фенолформальдегидной смолы 10, 20 об. %, полученных спеканием шихты при 625–675 К, представляет собой каркас из частиц карбида бора, обьединенных прослойками связующего (рисунок 40).



а б в

Концентрация стекла в оксид-полимерном связующем, об. %: а – 5; б – 10; в – 20.

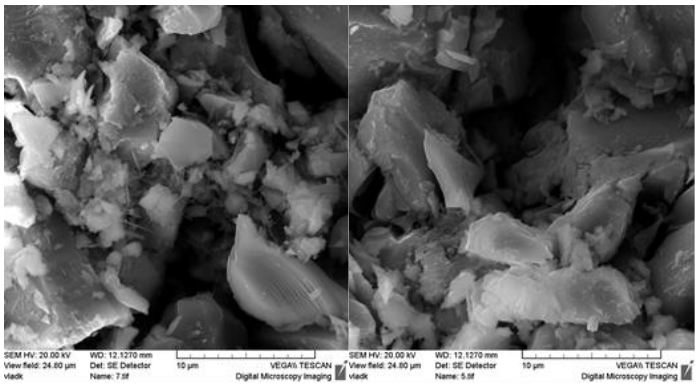
Рисунок 38 – Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–связующее.Температура спекания 675 К



а б

Концентрация стекла в оксид-полимерном связующем, об. %: а – 10; б – 20.

Рисунок 39– Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–связующее. Температура спекания 625 К, длительность спекания 0,5 ч



а б

Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем, об. %: а – 10; б – 20.

Рисунок 40 – Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–связующее. Температура спекания 675 К, длительность спекания 0,5 ч

В отличие от связующего на основе фенолформальдегидной смолы оксид-полимерные связующие имеют гомогенное строение. Присутствие индивидуальных частиц фенолформальдегидной смолы в композиционных материалах не отмечается. Это свидетельствует о том, что в процессе спекания шихты частицы фенолформальдегидной смолы взаимодействуют с прекурсором стекла и образуют композиции, представляющие собой частицы фенолформальдегидной смолы пропитанной стеклом (рисунок 40).

Заключение

Изучено влияние температуры отверждения и температуры отжига на микроструктуру и физико-механические характеристики связующего и связки композиционного материала карбид кремния (бора) – легкоплавкое стекло системы Na_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5, в том числе с добавлением диоксида кремния на стадии изготовления прекурсора.

Показано, что увеличение температуры отверждения с 400 до 685 К при максимальной (5 мас. %) концентрации химически связанной воды приводит к формированию связующего с гетерогенной структурой, представляющей собой стеклянную (аморфную) матрицу с ультрадисперсными частицами кристаллических фаз на основе полифосфата цинка, при минимальной (2,1 мас. %) концентрации воды при отверждении формируются гомогенные аморфные связующие. Микротвердость связующих при увеличении температуры отверждения возрастает с 12 ГПа при 400 К (5 мас. % химически связанной воды) до 15 ГПа при 685 К и с 13 до 17 ГПа при 685 К для стекол с 2,1 мас. % воды.

Отжиг связующих (с 5 мас. % воды) при 785 и 825 К приводит к их кристаллизации и снижению микротвердости до 10-12 ГПа. Микротвердость связующего с 2,1 мас. % воды после отжига при 725 К составляет 17 ГПа и не изменяется в интервале времен отжига 0,5-2,0 часа. Термообработка связок (30 об. % связующего) при 775-825 К сопровождается увеличением твердости с 47 HRB до 62 HRB.

Введение в прекурсор связующего – пирогенного диоксида кремния (1-3 мас. %) не приводит к изменению его структуры. Микротвердость оксидного стекла возрастает с 15 до 19 ГПа. Твердость связки (30 об. % связующего) возрастает до 73-78 HRB. В области концентраций пирогенного диоксида кремния 5-8 мас. % микротвердость снижается до 9-11 ГПа, твердость связки снижается до 60-52 HRB.

Введение диоксида кремния в ультрадисперсной форме изменяет микроструктуру связующего: диоксид кремния присутствует в виде агломератов диоксид кремния – стекло размером 0,5-2,0 мкм. Твердость связки при концентрации диоксида кремния 1-3 мас. % достигает 68-75 HRB, а при концентрации 6 мас. % – 83 HRB. Установлено, что увеличение микротвердости связующего и твердости связки обусловлено растворением пирогенного диоксида кремния в прекурсоре стекла.

Показано, что формирование аморфной фазы при снижении содержания химически связанной воды в связующем подавляет зарождение и рост кристаллов полифосфатов цинка и стабилизирует комплексно-легированный полифосфат цинка, то есть уплотнение связующих при 400-685 К не приводит к изменению их структуры. Установлено протекание процесса низкотемпературного растворения диоксида кремния в оксид-гидроксидном расплаве, что позволяет изменить состав связующего в процессе спекания композиционного материала. Этот факт позволяет существенно снизить температуру спекания (горячего уплотнения) при изготовлении алмазоабразивного инструмента.

Установлено формирование трех типов структур композиционных материалов в зависимости от концентрации связующего: каркаса из частиц карбида кремния и прослоек связующего в местах множественных стыков частиц; объемного каркаса из частиц карбида кремния (карбида бора) и прослоек связующего между ними; матрицы из связующего, в которой расположены не связанные друг с другом частицы карбида кремния (карбида бора). Максимальное значение режущей способности (0,024-0,012 кар/мин) при обработке сверхтвердого материала обеспечивают структуры I-го, II-го типов.

Список использованных источников

1 Епифанов, В.И. Технология обработки алмазов в бриллианты [Текст] / В.И. Епифанов, А.Я. Песина, Л.В. Зыков. – 4-е изд. – М.: Высшая школа. – 1987. – 335 с.

2 Семенова-Тян-Шанская, А.С. Взаимосвязь микротвердости и износа алмаза в различных кристаллографических направлениях [Текст] / А.С. Семенова-Тян-Шанская // Алмазы. – 1972. – № 8. – С. 12–13.

3 Рабинович, В.А. Краткий химический справочник [Текст] / В.А. Рабинович, З.Я. Хавин. – Л. – Химия. – 1991. – С. 248-256.

4 Верещагин, В.А. Композиционные материалы и покрытия [Текст] / В.А. Верещагин, В.В. Журавлев. Мн.: Навука і тэхніка. – 1991. – 208 с.

5 Семенова-Тян-Шанская, А.С. Исследования сопротивления алмаза износу при шлифовании [Текст] / А.С. Семенова-Тян-Шанская // Новые направления развития алмазной обработки. – М.: Труды ВНИИАлмаз. – 1981. – С. 19–24.

6 Качалов, Н.Н. О закономерностях процесса шлифования некоторых кристаллических материалов [Текст] / Н.Н. Качалов, Л.Ф. Григорьев // Инженерно-физический журнал. – 1960 (3). – № 1. – С. 35–40.

7. Бичем, К.Д. Прикладные вопросы вязкости разрушения [Текст] / К.Д. Бичем, Р.М. Пеллу. – Пер. с англ. – М.: Мир. – 1968. – С. 311–345.

Глава 8 ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ИНДУКЦИОННОЙ ПАЙКИ ДЕТАЛЕЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПРИПОЕВ

Вегера И.И., Кузей А.М., Цыкунов П.Ю.
Физико-технический институт НАН Беларуси,
Г. Минск, Республика Беларусь

Введение

Пайка, как способ соединения деталей между собой, получил широкое распространение в промышленности. Наряду со сваркой, пайка позволяет создавать неразъемные соединения. При этом следует учитывать возможность формирования твердых растворов в системах сталь – сталь и твердый сплав – сталь. Основным требованием, предъявляемым к процессу пайки, минимальный перегрев материала детали. Т. е. нагрев припоя и детали должен по возможности быть равномерным и с минимальным перепадом температур по глубине [1]. Выполнение данных требований при пайке деталей в установках индукционного нагрева с использованием немагнитных припоев достаточно проблематично, т.к. нагрев припоя происходит за счет конвекции от нагреваемых деталей, а число источников тепла в самом припое невелико. Использование флюсов с температурой плавления 650 – 750 К значительно повышает скорость нагрева припоя в шве, что обусловлено конвекцией суспензии под действием магнитодинамических сил, создаваемых электромагнитным полем индуктора [1, 2, 5].

Ключевые особенности процесса индукционной пайки

Основным преимуществом индукционной пайки является высокая скорость нагрева и возможность локализации источников тепла в шве. В то же время использование индуктора в качестве источника тепла требует выполнения определенных условий. В работе [3] автором отмечается необходимость учета смачиваемости поверхностей пайки припоем, а также анализ диаграмм состояния материалов деталей и припоя, если таковые существуют. Эти факторы влияют на время выдержки, необходимое для полного расплавления и растекания припоя по зоне пайки.

Автором работы [4] описана технология высокочастотной монтажной пайки. Описаны особенности индукционных паяльных установок с учетом унификации. Так, например, пайка деталей с использованием припоя, обладающего низким удельным электросопротивлением. При необходимости нагрева такого припоя, частота электромагнитного поля должна быть на уровне 440 кГц и низкой мощностью нагрева до 15 кВт. В работе также представлены примеры высокочастотной пайки с использованием флюсов, где производится нагрев, как припоя, так и паяемых деталей и отмечается важность равномерного нагрева обоих.

В работе [5] автором описаны особенности безфлюсовой индукционной пайки труб в стык. Пайка тонкостенных труб проводится при высокой частоте более 200кГц с потребляемой мощностью преобразователя 25кВт до рабочей температуры 1430К. Пайка изделий с толщиной стенки 3 – 5 мм должна проводится при длительной выдержке и в аргоновой атмосфере для обеспечения полного растекания припоя по всей величине зазора. Высокая частота, низкая мощность и повышенное время выдержки необходимы для исключения деформации паяемых деталей и соединения.

При пайке изделий, оси которых расположены, к примеру, перпендикулярно, необходимо учитывать распределение температуры и электромагнитного поля в зоне нагрева для обеспечения симметричного нагрева. Для таких случаев рекомендуется использовать индукторы сложного профиля. Подобное решение предложено автором работы [6]. На рисунке 1 представлено распределение тока по поверхности одновиткового индуктора сложного профиля.

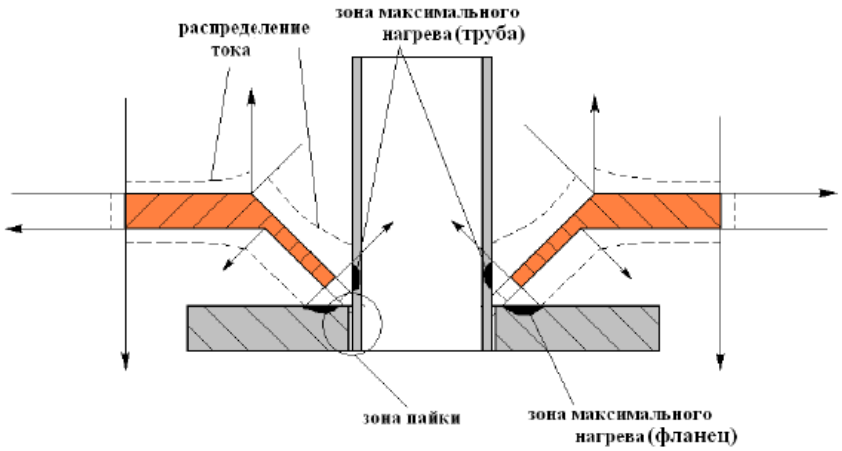


Рисунок 1 – Распределение тока по поверхностям одновиткового индуктора сложного профиля [6]

Локализация источников тепла в зоне плавки позволяет достичь необходимой симметрии для обеспечения высокого качества шва.

Помимо различных тепловых режимов нагрева на качество паяного соединения существенное влияние оказывает сам припой. Формирование прослойки из припоя между соединяемыми поверхностями протекает под слоем флюса, который обеспечивает смачивание и растекание расплава по поверхности. Флюс не только растворяет оксидные пленки на соединяемых поверхностях и предохраняет их от окисления, но и снижает поверхностное натяжение на границе поверхность – расплав (припоя). Как правило, припой представляет собой легкоплавкий сплав на основе алюминия, меди, никеля и т.д. с легирующими элементами, снижающими поверхностное натяжение образующими при взаимодействии с атмосферой легкоплавкие оксиды [7, 8, 9]. Оксиды вместе с флюсами разделяют припой и паяемые поверхности, что обеспечивает растекание расплава.

Усложнение состава припоя для усиления его специальных свойств (жидкотекучести, макропрочности, самофлюсуемости) в ряде случаев сопряжено с технологическими сложностями их получения металлургическими методами. Методы порошковой металлургии (механическое легирование) позволяют получать композиты аналогичных по составу припоев, в том числе многокомпонентных. В этом случае припой будет образовываться в процессе пайки [10].

На основании вышеописанного можно сформулировать цели и задачи исследований, представленных в данной работе:

– исследование процессов, протекающихпри индукционном нагреве под пайку;
– исследование свойств композитных припоев;
– моделирование температурных режимов.

Методика эксперимента.

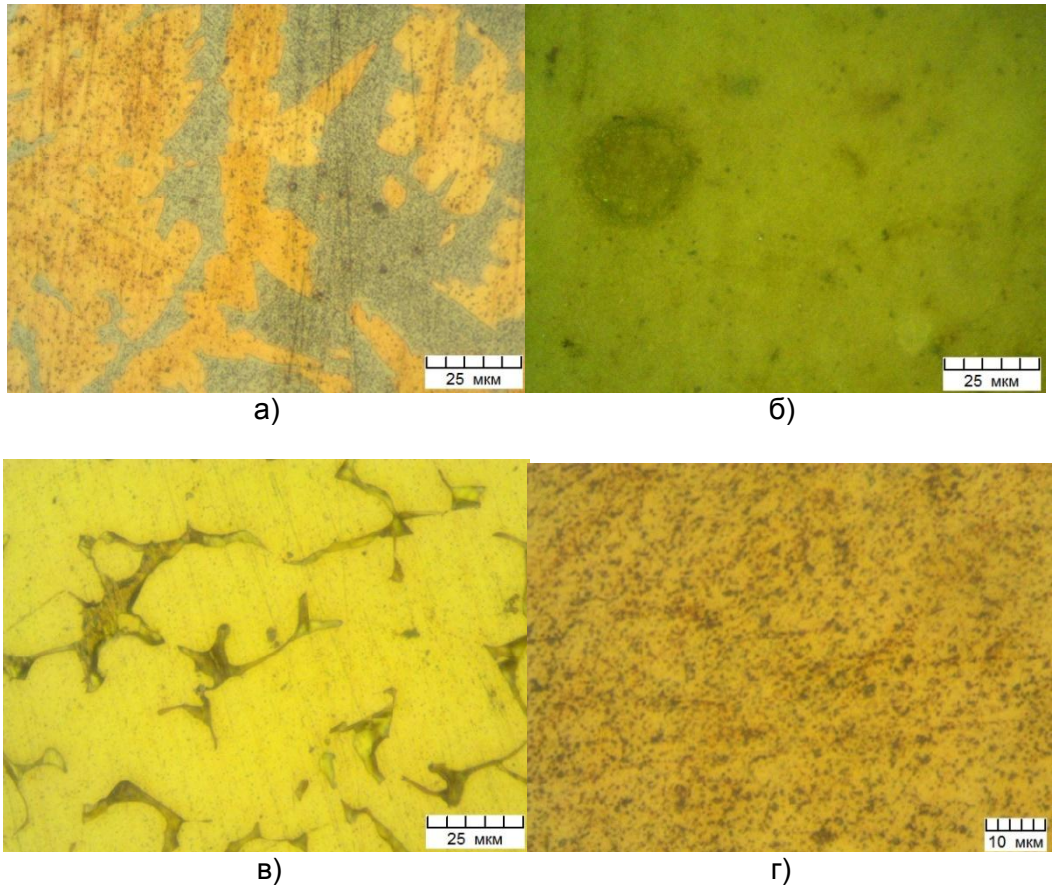
В качестве припоев использована композиция(прекурсор припоя)Cu – TiH_2(5% масс) в форме порошка фракции 20 мкм, полученного механическим легированием и шихту порошков Cu – TiH_2 и латуни Л62 фракции 100/80 мкм, взятых в соотношении один к одному.

В качестве флюса использовали солевую эвтектику KBF_4 – $Na_2B_4O_7$ с температурой плавления 650 К. Из порошков припоя и флюса готовили пасту на основе 10% масс раствора канифоли в этиловом спирте, которую наносили на паяемую поверхность (сталь). Моделирование тепловых и электромагнитных процессов производилось в программе UNIVERSAL 2D с перерасчетом свойств припоя, согласно долям присутствующих в нем соединений. Нагрев производился с помощью индукционной установки с силой тока индуктора до 2000 А и частотой до 70

кГц. После плавления припоя, образцы охлаждали в воде. Микроструктуру припоев выявляли травлением в 15% масс растворе хлористого железа.

Результаты экспериментов и их обсуждение

Нагрев композиции Cu – TiH_2 до температуры пайки 1200 – 1230 К сопровождается плавлением флюса с образованием суспензии на основе частиц композиции и оксид-бор-фторидного расплава. При достижении температуры 1175 – 1225 К начинается плавление частиц композиции и образование мелких капель расплава, которые по мере увеличения длительности выдержки сливаются и образуют слой расплава на поверхности стальной подложки. Этот процесс сопровождается газовыделением и отдельными вспышками под поверхностью флюса. Микроструктура сплава (припоя), образующегося после охлаждения расплава зависит от длительности выдержки (рис. 2)



а) б)

в) г)

Рисунок 2 – Микроструктура сплава Cu – 5%массTi и Cu – Zn

Длительность нагрева составляет: рис. 2, а – 42 сек; б, в – 44 сек; г – 48 сек. Температура пайки: а, б, г – 1154 К, в –1225 К. Параметры нагрева: частота тока индуктора 66 кГц, сила тока 1000 А, форма индуктора – «улитка» для повышения концентрации поля в зоне пайки.

После 42 сек нагрева, микроструктура сплава представляет собой зерна α-твердого раствора титана в меди, среди которых расположены частицы иной фазы (рис. 2, а). При меньшей длительности нагрева – микроструктура припоя неоднородная и представляет собой дендриты α-твердого раствора с большой концентрацией титана (рис. 2, а и б)

Увеличение длительности выдержки гомогенизирует микроструктуру припоя, снижает размеры зерен α-твердого раствора. Размеры зерен α-твердого раствора в припое Cu – (5%масс)Ti составляет 2 – 4 мкм, а в припое Cu – Zn (латунь марки Л62) – 25 – 50 мкм (рис. 2, г).

Нагрев шихты из композита Cu – TiH_2 и медно-цинкового сплава при 1225 К также как и композицияCu – TiH_2сопровождается образованием суспензии из металлических частиц и оксид-бор-фторидного расплава. Образование расплава (капель) отмечается после 42 секунды нагрева (рис. 3). Микроструктура образующегося припоя отличается от структур припоев Cu – TiH_2 и Л62.

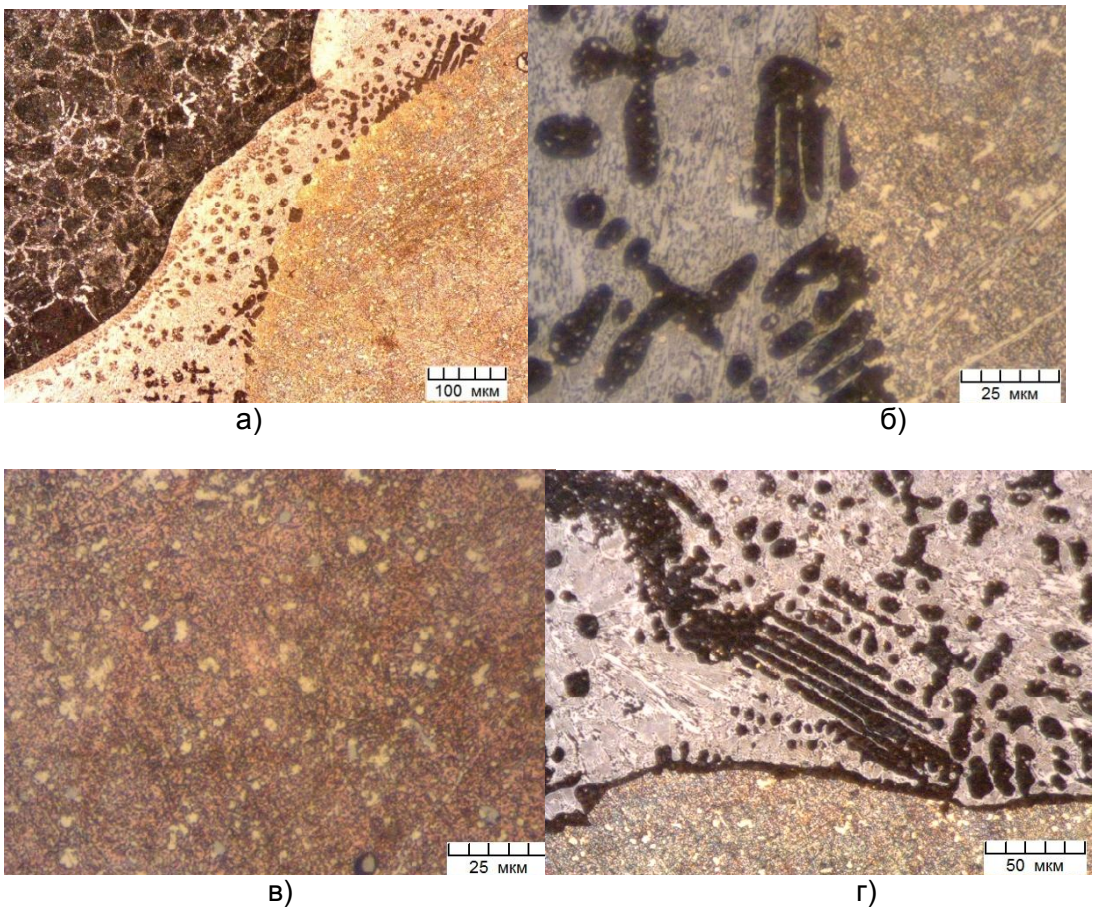


Рисунок 3 – Микроструктура припоя медь-цинк-титан

Температура пайки 1225 К, длительность нагрева 48 сек. На рисунке 3 представлены следующие изображения: а – микроструктура слоя припоя; б, в – микроструктуры составляющих слоя; г – микроструктура границы раздела.

Образующийся после охлаждения расплава припой имеет слоистое строение. Первый слой расположен на границе раздела с деталью и представляет собой зерна α-твердого раствора на основе меди на фоне которых расположены дендриты разветвленной и округлой формы. Структура третьего слоя представляет собой зерна α-твердого раствора на основе меди, размерами 1 – 3 мкм на фоне которых расположены более крупные зерна α-твердого раствора с иной концентрацией легирующих элементов (рис. 3, в). На границе между этими слоями расположена зона, структура которой (и состав) по морфологическим признакам подобна дендритам во втором слое (рис. 3, б и г).

Характер изменения микроструктуры припоя Cu – TiH_2(5% масс) при увеличении длительности нагрева показывает, что образование расплава при температурах, меньших чем температура плавления меди (1360 К) обусловлено взаимодействием компонентов в композиции Cu – TiH_2. При полном взаимодействии компонентов, образующийся сплав имеет температуру плавления приблизительно 1300 К. Однако в структуре сплава вне зависимости от длительности нагрева присутствуют дисперсные (0,5 – 1 мкм) частицы иной фазы (рис. 3, б) Эти частицы представляют собой продукты

термодеструкции гидрида титана. Неполное растворение гидрида титана должно снизить концентрацию титана в меди и повысить температуру плавления сплава медь – титан. Тем не менее образование капель расплава отмечается при температуре 1225 К, что свидетельствует о достаточно высокой (7 – 10% масс) концентрации титана в меди. Присутствие частиц титана в расплаве может быть связано со структурой композиции Cu – TiH_2, полученной механическим легированием. Частицы гидрида титана, расположенные в медной матрице имеют различные размеры. Более крупные из них не успевают раствориться в меди при выбранных режимах нагрева.

Присутствием ультрадисперсных (0,1 – 0,3 мкм) частиц титана в расплаве в расплаве может объясняться образование мелкозернистой структуры припоя: частицы титана, являются центрами кристаллизации и одновременно создают ветвление зерен α-твердого раствора, т.е. обеспечивает дендритный характер кристаллизации (рис. 1, в и г).

Образование припоя при нагреве шихты (Cu – TiH_2) – (Cu – Zn) носит более сложный характер. Из-за различий в размерах частиц после образования суспензии из оксид-бор-фторидного расплава и частиц композитов припоя под действием магнитодинамических и гравитационных сил, частицы латуни образуют слой по поверхности стальной подложки, а композицияCu – TiH_2 находятся в расплаве флюса над ним. Поэтому первым образуется медно-цинковый расплав, а затем по мере термодеструкции гидрида титана – медно-титановый расплав. Контакт медно-титанового расплава со стальной подложкой сопровождается растворением меди и приводит к формированию переходного слоя иного состава, что и исходный компонент припоя (рис. 3, а).

По мере термодеструкции гидрида титана, происходит образование и медно-титанового расплава. На первом этапе в этом слое из-за различий в составе частиц композиции Cu – TiH_2 образуется суспензия на основе медно-титанового расплава и частиц медно-титанового сплава с меньшей концентрацией титана. Об этом свидетельствует микроструктура сплава (рис. 3, в). Образующаяся слоистая структура из медно-цинкового расплаваи медно–титановой суспензии (эмульсии) достаточно устойчива. В интервале длительности нагрева 40 – 44 секунды происходит лишь частичное ее разрушение под действием магнитодинамических сил (рис. 3, г). Устойчивость такой системы обусловлена характером воздействия электромагнитного поля, медно-цинковым и медно-титановым расплавами, а также длительностью процесса термодеструкции гидрида титана, режимами нагрева.

При моделировании индукционного нагрева под пайку необходимо учитывать тот факт, что припои на основе меди являются хорошими проводниками. Их удельное электросопротивление слишком мало. Это снижает количество выделяемой теплоты при прохождении через низ электрического тока, индуцируемого электромагнитным полем индуктора.

Одной из сложных с технической точки зрения технологий индукционной пайки, является пайка штуцеров расширительных бачков гидравлических систем. В данном случает пайка деталей осуществляется под прямым углом, а толщина спаиваемых деталей различна. В результате данных различий первостепенную роль в получении качественного герметичного соединения начинают играть процессы равномерного распределения температурных и электромагнитных полей по сечению спаиваемых деталей. Так, например, в результате больших градиентов температур в зоне пайки может произойти перегрев или даже прожег тонколистового материала бачка, что ведет к браку изделия в целом. В свете этого моделирование температурных и электромагнитных полей возникающих в процессе индукционной пайки является важнейшей задачей решаемой при разработке новых технологий создания герметичных соединений.

При моделировании процесса индукционного нагрев штуцера расширительного бачка под пайку можно рассматривать с двух позиций:

1. Нагрев электромагнитным полем только штуцера в зоне пайки. Нагрев припоя производится за счет теплопроводности от штуцера и стенки бачка.

2. Одновременный нагрев электромагнитным полем штуцера, стенки бачка и припоя.

Отмеченная ранее необходимость выбора оптимального режима нагрева с целью выполнения условий по достаточной термодеструкции гидрида титана для выравнивания состава по сечению, а также недопущения вытекания припоя под действием магнитодинамических сил. В ходе экспериментов выполнен анализ температурных полей и энергетических параметров индукционной пайки цилиндрического штуцера, и плоской стенки с использованием латунного припоя с добавлением композита Cu – TiH_2.

Общая схема расположения деталей в индукторе представлена на рисунке 4.

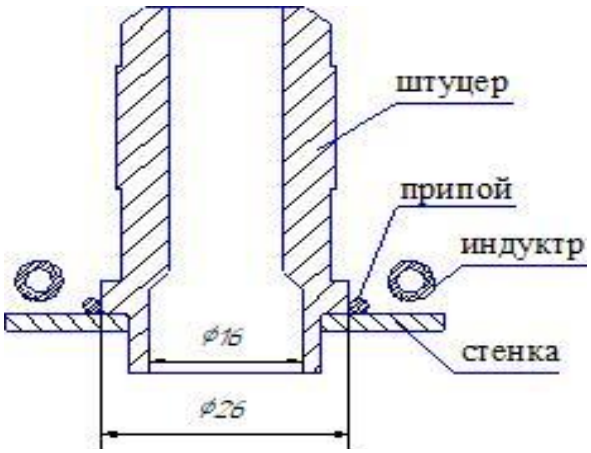
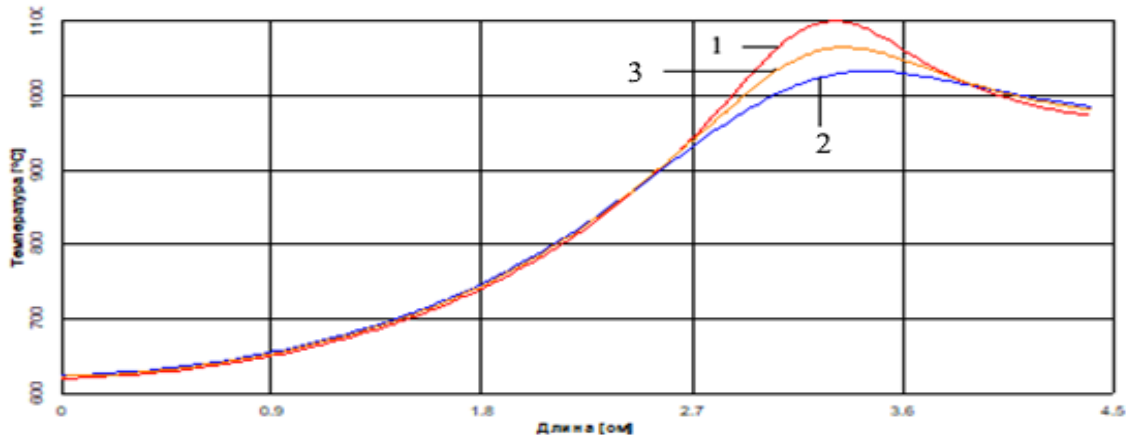


Рисунок 4 – Расположение витка индуктора и припоя

Для упрощения задачи принят за расчётный диаметр стопорной части штуцера 26 мм. Возможные режимы нагрева с расположением края витка индуктора на расстоянии от бачка в 1,5 мм. Конечная температура нагрева штуцера должна быть достаточно высокой для расплавления припоя. Температуру плавления латуни примем 950 °С.

При моделировании индукционного нагрева можно оперировать следующими основными величинами: сила тока (мощность, напряжение) индуктора, частота магнитного поля индуктора, величина воздушного зазора. Различные комбинации значений этих величин в значительной мере влияют на конечное время нагрева. На рисунках 5 – 7 представлены результаты расчета времени нагрева штуцера при частоте поля 66 кГц, силе тока 500 А и оптимальном воздушном зазоре 1 мм.



1 – температура на поверхности, 2 – температура в центре, 3 – средняя температура

Рисунок 5 – График распределения температуры по длине штуцера

Полная энергия Ен, затрачиваемая на нагрев штуцера в указанном режиме, составляет 0,0316 кВт·ч, потери энергии на конвекцию и излучение 0,00322 кВт·ч. Напряжение Uc = 10 В.

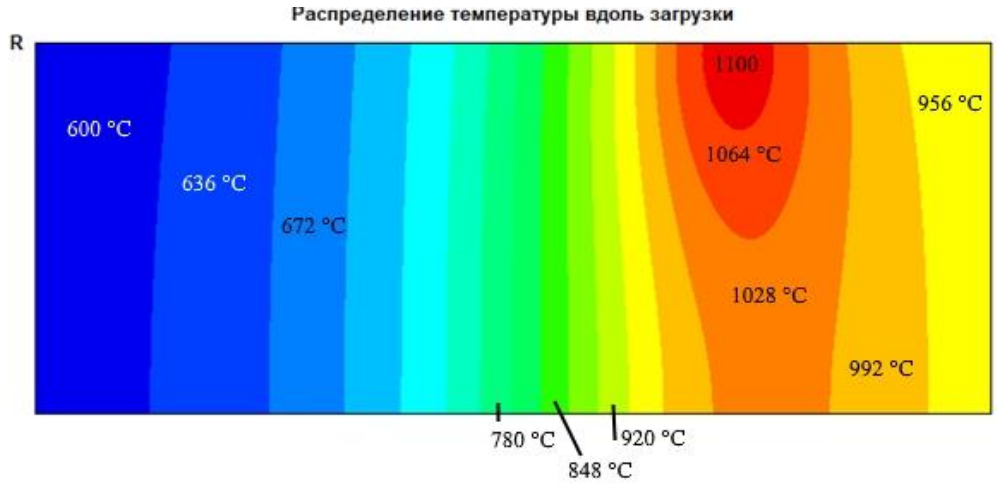


Рисунок 6 – Температурное поле штуцера по сечению

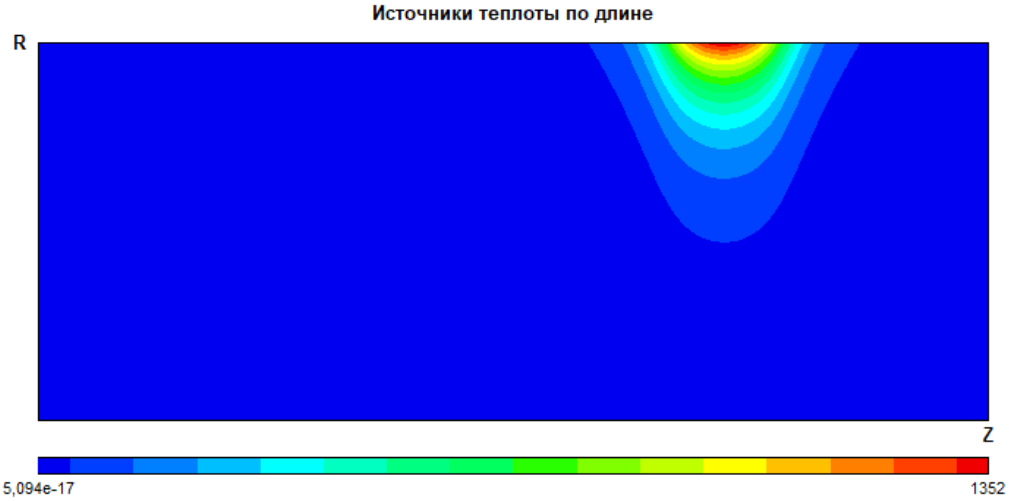
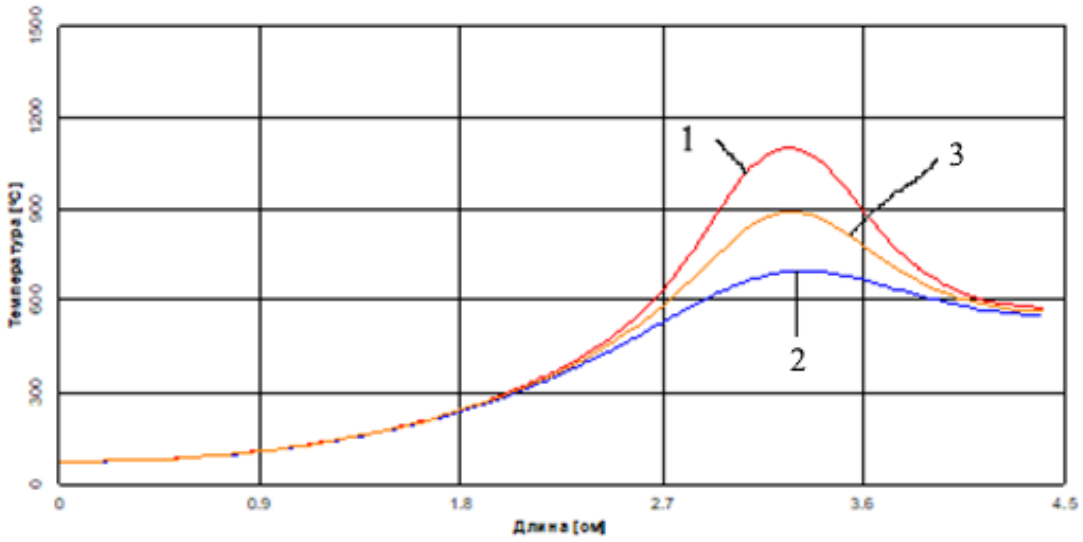
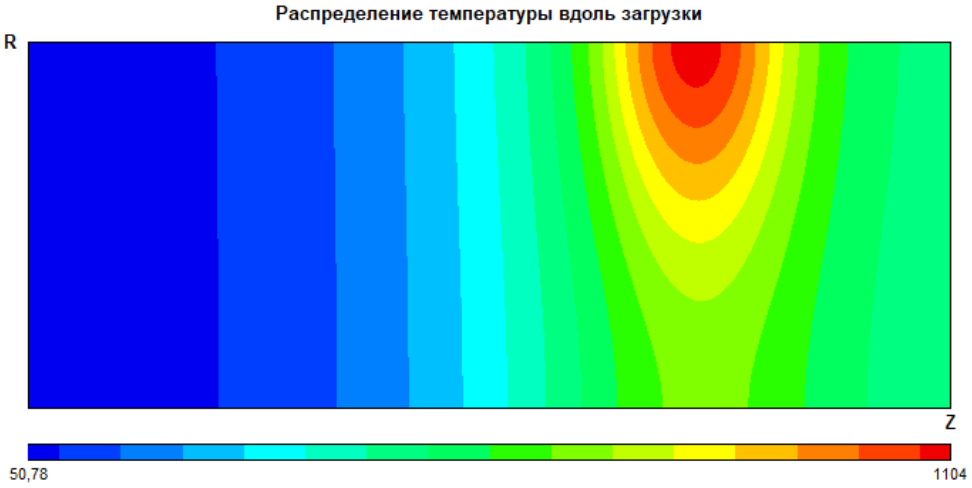


Рисунок 7 – Интенсивность электромагнитного поля в штуцере

Расчетное время нагрева при данных параметрах составляет 108,1 секунд. Уменьшить время нагрева возможно с помощью увеличения силы тока. На рисунке 8 представлено температурное поле штуцера после нагрева током 1000 А.

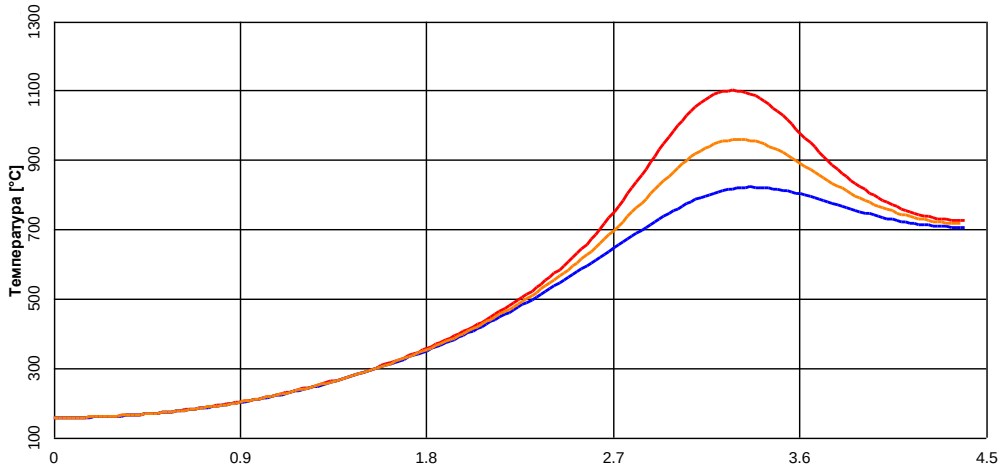




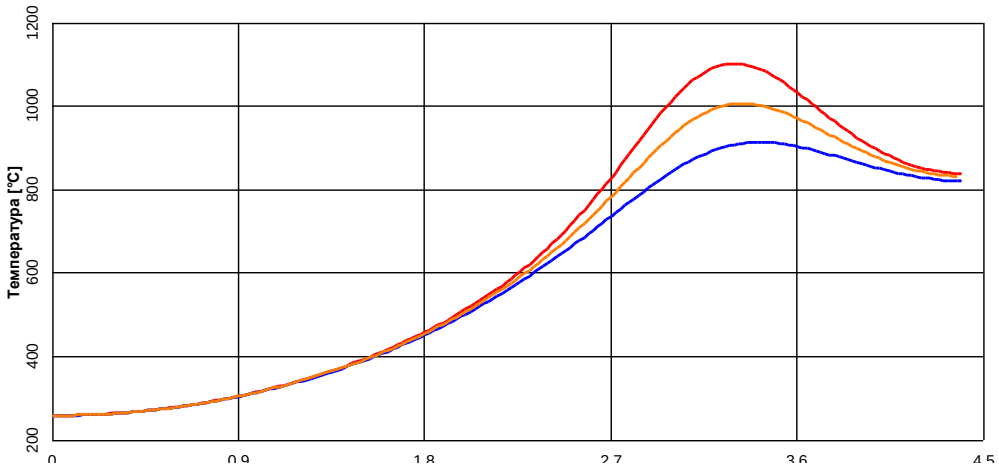
1 – температура на поверхности, 2 – температура в центре, 3 – средняя температура
затраченная энергия 0,0192 кВт·ч, среднее напряжение 12 В, время нагрева 12 с.

Рисунок 8 – Температурное поле штуцера при нагреве током 1000 А

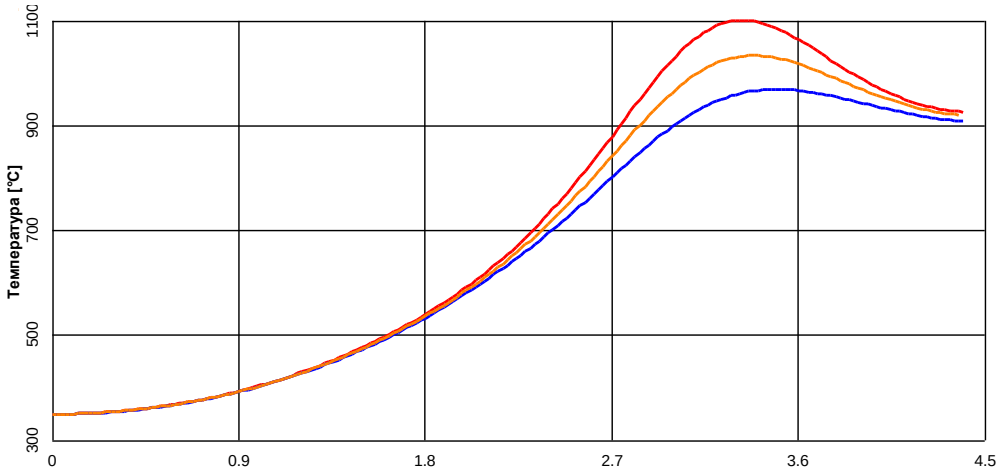
Из рисунка видно, что такой режим нагрева приводит к значительному температурному перепаду как по длинне, так и по диаметру. Это может привести к деформации штуцера. Снизить температурный перепад возможно путем увеличения воздушного зазора между витком индуктора и штуцером. На рисунке 9 представлены результаты нагрева штуцера при величине зазора 2, 3 и 4 мм.



а)



б)



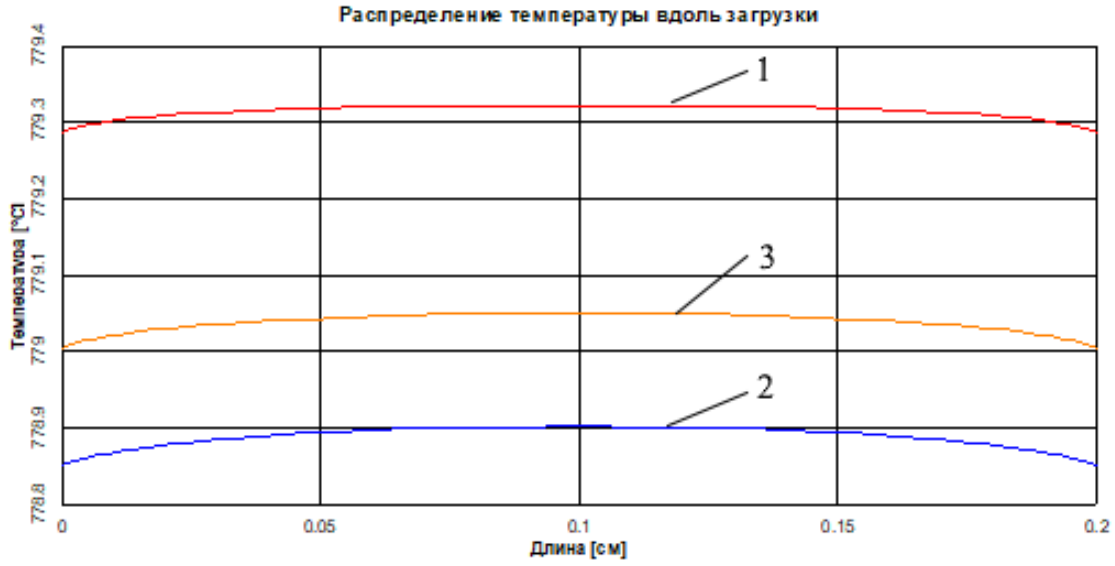
в)

а – величина зазора 2 мм, t = 13,2 с, Ен = 0,0245 кВт·ч, Uс = 14 В;
б – величина зазора 3 мм, t = 19,6 с, Ен = 0,0311 кВт·ч, Uс = 15 В;
в – величина зазора 4 мм, t = 26,2 с, Ен = 0,0366 кВт·ч, Uс = 16 В

Рисунок 9 – Результаты нагрева штуцера при различной величине воздушного зазора

Из полученных результатов следует, что увеличение воздушного зазора в значительной мере способствует равномерному распространению тепла в объеме штуцера, причем энергия, затраченная на нагрев растет незначительно.

Нагрев кольца припоя происходит несколько иначе. За счет низкого удельного сопротивления, высоких теплоемкости и теплопроводности ток, протекающий в нем, будет нагревать не столь эффективно, как в случае стали. На рисунке 10показан результат нагрева кольца с частотой индуктора 66 кГц, силой тока 1000 А и минимальным воздушным зазором в 1 мм.



1 – температура на поверхности, 2 – температура в центре, 3 – средняя температура

Рисунок 10 – Температурное поле кольца припоя. Время нагрева 100 с.

Очевидно, что время нагрева несоизмеримо выше, нежели у стали с такими же параметрами индуктора. Можно повысить силу тока до конструктивно выполнимых 1800 А. Также с повышением частоты магнитного поля, вырастет плотности источников теплоты в скин-слое. На рисунке 11 показаны температурные поля кольца при нагреве высокой частотой 125 кГц. Время нагрева составляет 15 секунд.

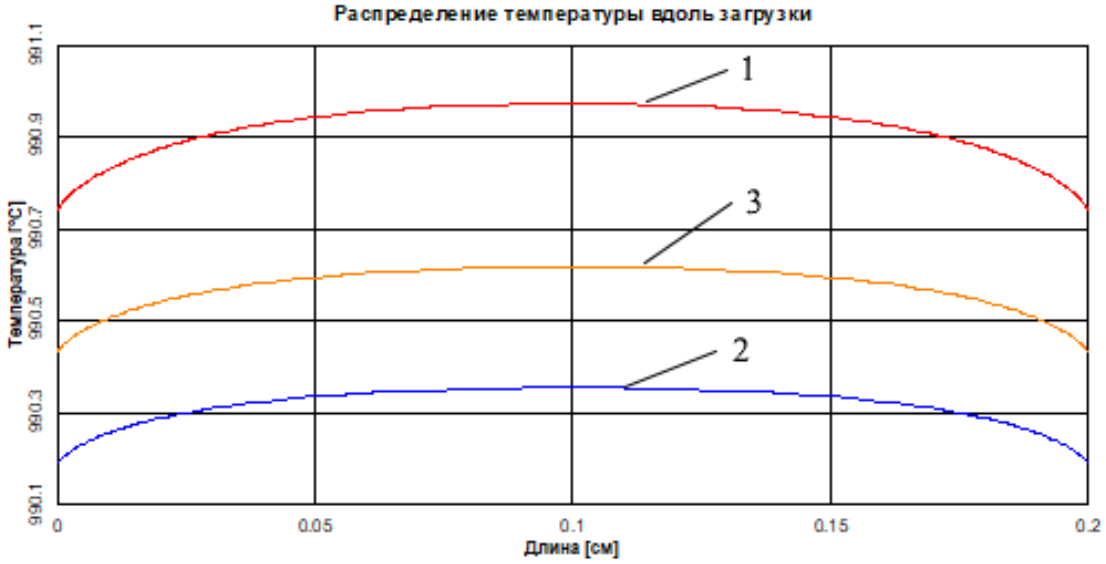
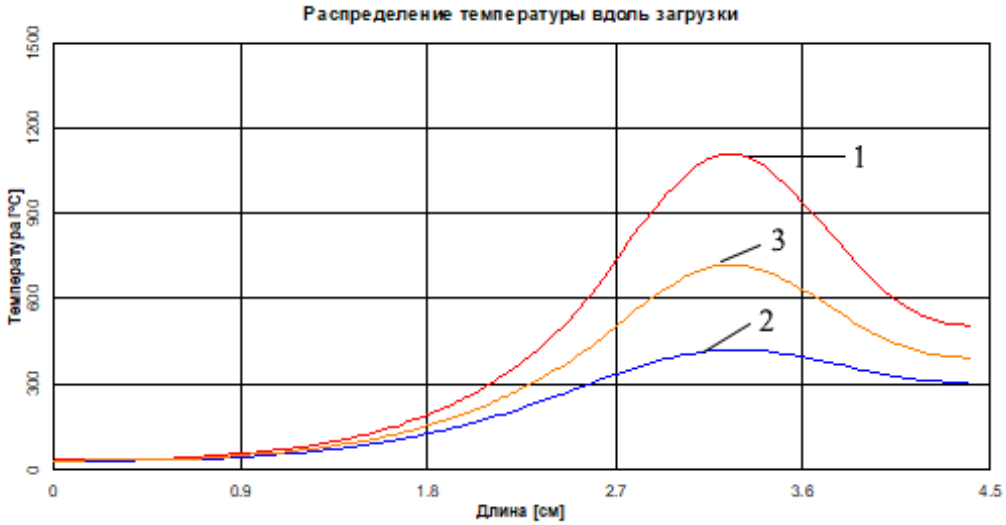


Рисунок 11 – Температурное поле кольца припоя при высокочастотном нагреве 125 кГц и силе тока 1800 А

Из рисунка 11 видно, что нагрев кольца на повышенной частоте вполне возможен. В тоже время нагрев материала штуцера при таких параметрах происходит несколько иначе. Высокое значение частоты поля приводит к снижению толщины скин-слоя. Из-за повышенной интенсивности тепловыделения в поверхностном слое и фиксированной величины теплопроводности материала имеет место рост температурного перепада по сечению. На рисунке 12 представлены результаты нагрева штуцера при параметрах индуктора, аналогичных нагрева припоя под плавку.



1 – температура на поверхности, 2 – температура в центре, 3 – средняя температура

Рисунок 12 – Температурное поле штуцера при нагреве с параметрами, аналогичными нагреву припоя

Такой режим нагрева стальных изделий применяется, как правило, для поверхностной закалки. Температурный перепад в данном случае составляет 600°С в зоне нагрева, что недопустимо для столь небольшой детали.

Исходя из проведенных исследований можно выделить следующие рекомендации для формирования необходимого режима нагрева под индукционную пайку:

1. В связи с тем, что нагрев припоя происходит гораздо медленнее, нежели нагрев штуцера и стенки бачка, следует рассматривать нагрев только штуцера и бачка. Нагрев и плавка припоя производится преимущественно за счет тепла, выделяемого в материале штуцера.

2. Важно учитывать величину зазора между витком индуктора и материалом загрузки. Чем ближе виток к загрузке, тем локальнее область нагрева и тем больше времени требуется на распространение тепла по всему объему. Увеличение зазора приводит к росту зоны нагрева, но и повышает потери при передаче энергии от индуктора к загрузке.

3. При расчете конечного времени нагрева под пайку рекомендуется оперировать силой тока индуктора, нежели частотой электромагнитного поля.

Одним из основных преимуществ использования композитного припоя является сниженная подверженность магнитодинамическим воздействиям в сравнении с пластинчатыми припоями. Известно, что металлы под действием электромагнитного поля подвержены намагничиванию. В следствии чего при достаточно высокой частоте и напряженности электромагнитного поля возникает явление магнитолевитации, что приводит к смещению пластины, что наглядно продемонстрировано на рисунке 13.

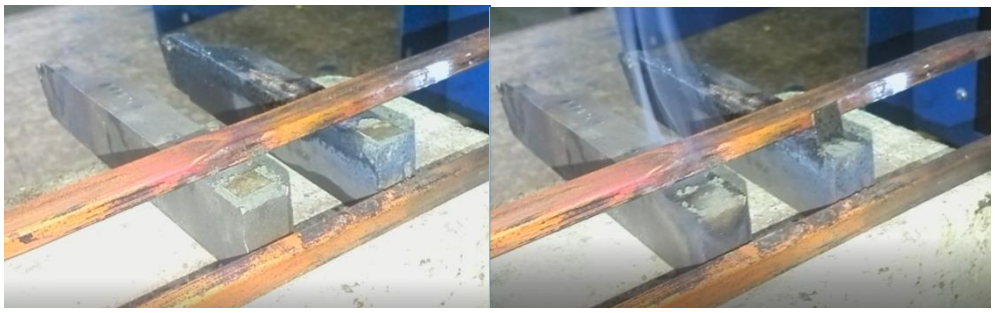
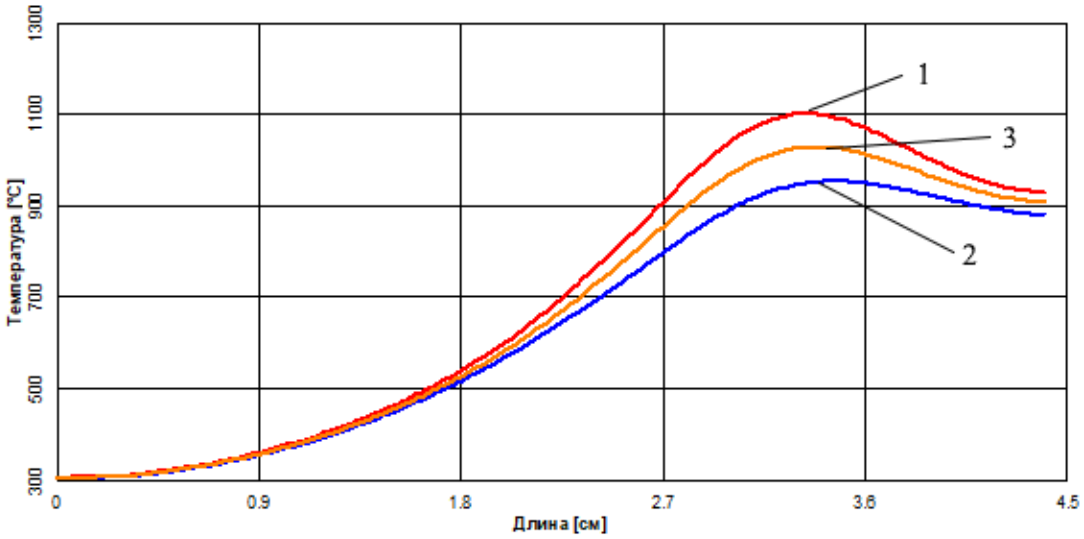


Рисунок 13 – Отрыв пластины припоя от основы резца

В то же время магнитодинамические силы, наводимые электромагнитным полем индуктора, в припое оказывают положительный эффект. Исходя из данных условий разработан оптимальный режим нагрева штуцера и стенки в индукторе, разработанном для этих целей в ФТИ НАН Беларуси. Пайку штуцера и бачка проводили с помощью одновиткового индуктора при рабочей частоте 66 кГц, ток индуктора составлял 1800 А, воздушный зазор между витком индуктора и поверхностью штуцера находился в пределе 4 - 5 мм. При данных параметрах установки время нагрева составляет 18,5 с, потребляемая мощность Ен = 0,0369 кВт·ч, потери на излучение и конвекцию 0,000824 кВт·ч. На рисунках 14 – 17 представлены результаты нагрева штуцера.



1 – температура на поверхности, 2 – температура в центре, 3 – средняя температура
Рисунок 14 – График распределения температуры по сечению штуцера

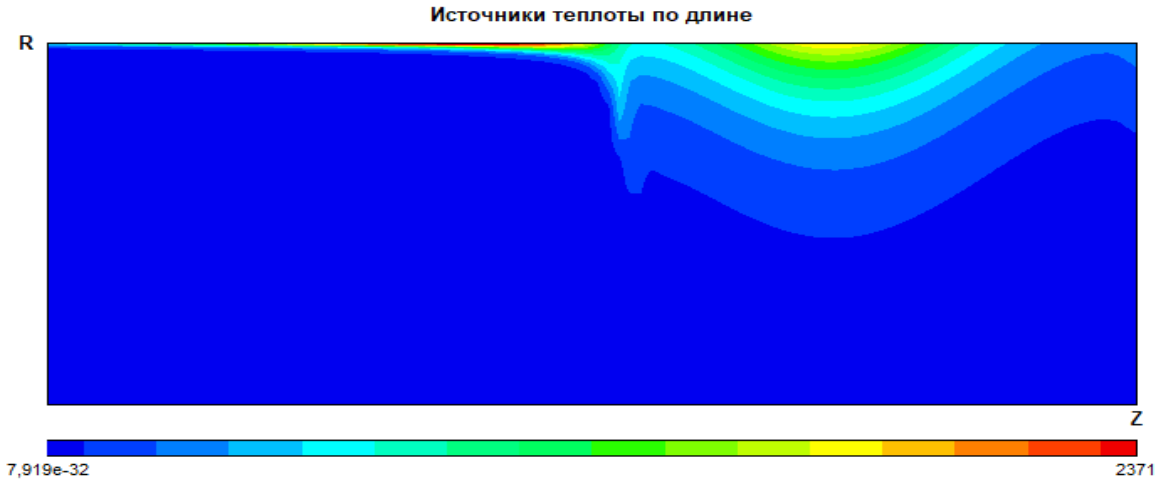


Рисунок 15 – График распределения температурного поля по сечению штуцера

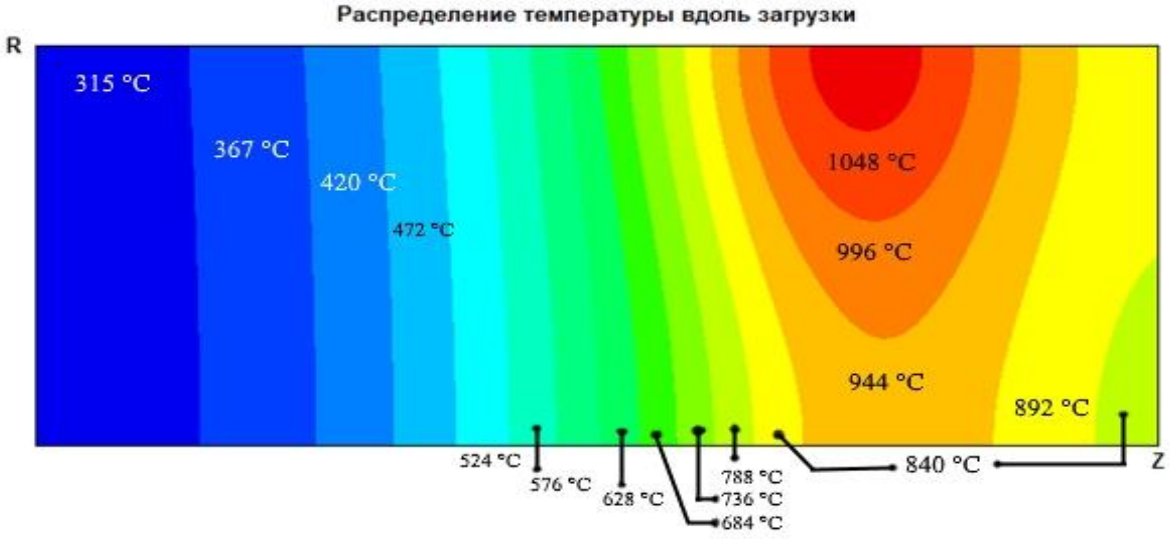


Рисунок 16 – График распределения температурного поля по сечению штуцера

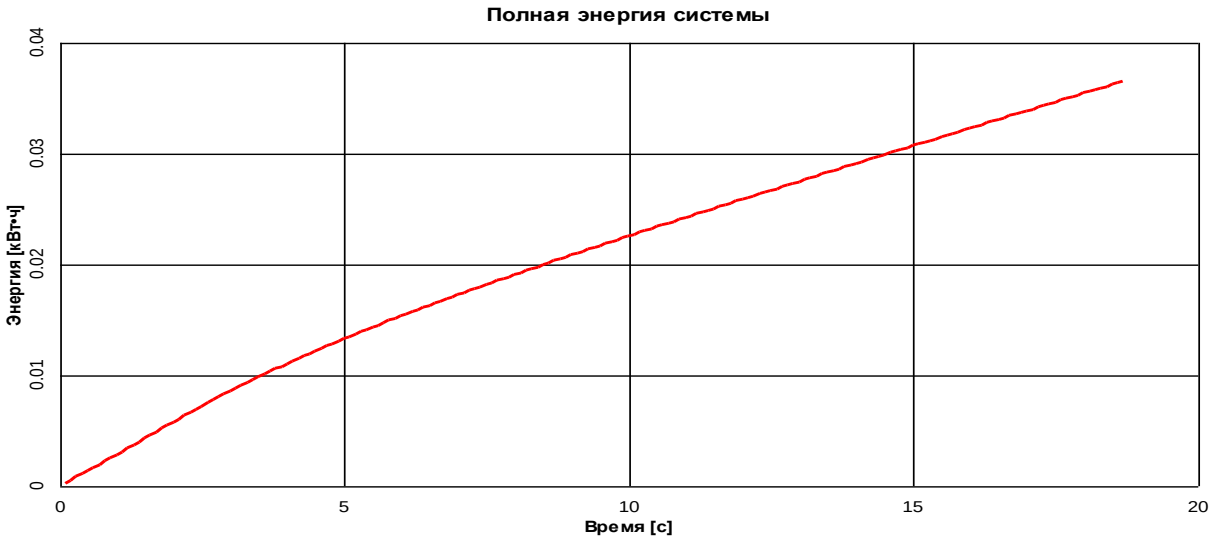


Рисунок 17 – График потребления энергии в процессе нагрева

Разработанная установка прошла промышленную апробацию на ОАО «Борисовский завод Автогидроусилитель» при пайке расширительных бачков.

Заключение

Использование описанных композиций в качестве припоев позволяет заменить многослойные пластинки и расширить технологические возможности процессов пайки: варьировать величину зазора, компенсировать неравномерность нагрева системы подложка–припой–флюс–деталь, поддерживать достаточно высокую скорость пайки на средних частотах не допуская кипение припоя, поддерживая при этом необходимую структуру шва.

Список литературы:

1. Лашко С. В. Пайка металлов / С. В. Лашко, Н. Ф. Лашко – М.: Машиностроение, 1988. – 376 с.
2. Петрунин И. Е. Пайка металлов / И. Е. Петрунин, С. Н. Лоцманов, Г. А. Николаев – М.: Металлургия, 1973. – 280 с.
3. Бузуев А. Н. Разработка системы индукционного нагрева многослойных тел / А. Н. Бузуев, В. П. Купцов // Вестн. Самар. гос. технич. ун-та. Сер. Технич. науки. – 2005. – № 37. – С. 26–29.
4. Ланин В. Л. Высокочастотная конструкционная и монтажная пайка / В. Ланин // Технологии в электронной промышленности. – 2009. – № 6 (34). – С. 23–27.
5. Чулков Е. И. Пайка высокотемпературным припоем трубопроводов из стали 12х18н10т в защитной атмосфере с применением локального индукционного нагрева / Е. И. Чулков, М. А. Иванов, Е. А. Белова, А. Н. Афанасьев-Ходыкин, В. С. Рыльников // Новости материаловедения. Наука и техника. – 2014. – № 5. – С. 10.
6. Злобин С. К. Особенности производства волноводно-распределительных трактов антенно-фидерных устройств космических аппаратов / С. К. Злобин, М. М. Михнев, В. Д. Лаптенок, А. Н. Бочаров, Б Б. Долгополов // Сибирский журнал науки и технологий. – 2013. – № 6 (52). – С. 196–201.
7. Карабанов В. В. Припои для пайки металлов / В. В. Карабанов, И. О. Борохов // Сборочно-сварочные работы. Пайка. – 2011. – № 6. – С. 39 – 45.
8. Баженов В. Е. Изучение кристаллизационных процессов при пайке меди медно-фосфорным припоем с целью управления структурой паяного шва / В. Е. Баженов, И. Н. Пашков, М. В. Пикунов // Литейное производство. – 2012. – № 4. – С. 35 – 40.
9. Карабанов В. В. Пайка меди и ее сплавов / В. В. Карабанов, И. О. Борохов // Сборочно-сварочные работы. Пайка. – 2013. – № 3. – С. 6 – 20.
10. Соколов Е. Г. Влияние олова на структуру и твердость металлических связок алмазных инструментов, полученных композиционной пайкой // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2015. – № 3. С. 62 – 67

.

Глава 9 ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРНЫХ, ДЕФОРМАЦИОННЫХ И ЭНЕРГОСИЛОВЫХ ПАРАМЕТРОВ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТРУБНОЙ СТАЛИ

[1]Краснов М.Л., [2]Платов С.И., [3]Урцев Н.В.
[1]ПАО «ММК» г. Магнитогорск, Россия
[2]ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им Г.И. Носова», г. Магнитогорск, Россия psipsi@mail.ru
[3]ООО «АУСФЕРР» » г. Магнитогорск, Россия

Введение

В настоящее время основная тенденция черной металлургии – сокращение легирования и достижение требуемых свойств изделий за счет более точного манипулирования структурой материала. Вместе с тем, реализация заданных структурных состояний требует жестко регламентированной термомеханической обработки материала. Такой подход удешевляет продукцию, однако предъявляет высокие требования как к гибкости управления термомеханическими режимами, так и к диапазону возможностей оборудования.

Получение заданных свойств продукции на толстолистовом широкополосном стане горячей прокатки в значительной степени определяется термическими и деформационными режимами [1-22, 29-33].

Соблюдение температур конца прокатки и условий ускоренного охлаждения при производстве стали рядовых конструкционных марок чаще всего является достаточным условием для соответствия свойств изделия требованиям заказчика. Однако для ряда качественных сталей, в частности, для трубных, важно соблюдать термомеханические режимы на всей линии стана. Так, например, формирование требуемого размера зерна аустенита и выделение карбонитридов ниобия и ванадия требуют строгого соблюдения температурных режимов и режимов обжатия.

Наиболее экономически эффективным средством проектирования и управления процессом формирования структуры проката является расчет динамики температурного поля изделия [35]. Формирование математической модели, обеспечивающей количественное согласие результатов расчета с реальностью, требует построения теплового баланса на линии стана горячей прокатки. Практически единственной термодинамической характеристикой, которую можно измерить на линии стана горячей прокатки, является температура поверхности полосы. Существующие ограничения, накладываемые технологией, не позволяют использовать возможности пирометрии в полной мере. Так, в большинстве случаев прямое измерение температуры металла затруднено, а зачастую невозможно или неинформативно. В результате контроль над соблюдением технологии ведется лишь на некоторых участках стана, в то время как формирование структурного состояния происходит практически на всех стадиях производства в результате протекания разнородных по физической сущности процессов.

Для увеличения ударной вязкости и улучшения качества поверхности применяется контролируемая низкотемпературная прокатка. При контролируемой низкотемпературной прокатке в режиме прокатки широко используются паузы. Применение регулируемого междеформационного охлаждения позволяет приблизиться в чистовом блоке деформаций к режимам контролируемой прокатки, термомеханической обработки и двухфазной прокатки, которые существенно расширяют возможности стана в получении высоких потребительских свойств продукции.

Прокатка высокопрочных низколегированных сталей при низкой температуре металла сопряжена с высоким сопротивлением деформации и, следовательно, с высокими значениями давления металла на валки и крутящих моментов, воспринимаемыми прокатной клетью [23-33]. Характеристики прокатной клети толстолистового стана 5000 позволяют прокатывать металл при высоких нагрузках.

Цель работы - исследование возможности прокатного оборудования толстолистового стана 5000 по достижению температурных и деформационных режимов, позволяющих получить требуемые свойства конечной продукции за счет обеспечения рациональной траектории охлаждения. Построена математическая модель изменения термического состояния металла, проведены экспериментальные исследования технологических параметров прокатки.

Информационное обеспечение математической модели изменения термического состояния металла

Система технологического анализа стана оперирует двумя основными электронными документами, содержащими технологическую информацию о прокатке [34]. Для контроля достоверности входящих в паспорта данных применялась информация, сохраняемая в базе данных первого уровня системы АСУ ТП. Эта информация является исходной, формируются обработкой данных первого уровня на основе специализированных алгоритмов

Основной исходной информацией для модели является тайминг изменения граничных условий.

В базе данных первого уровня регистрируется информация системы слежения за металлом. Регистрируется зависимость координаты головной части металла от времени для каждой находящейся на линии стана единице проката.

Технология и оборудование толстолистового стана 5000 ПАО «ММК

В настоящем разделе рассматривается оборудование и технические характеристики стана, влияющие на термическое состояние проката.

На рис.1 приведена упрощенная схема расположения оборудования стана.

В каждой из печей слябы перемещаются в два ряда, всего для 2-х печей имеется четыре ряда. При выгрузке, в зависимости от ряда, сляб может попасть в четыре координаты, в соответствии с положением осей выгрузки. Слябы, выгруженные из разных рядов, имеют разное время транспортировки до установки гидросбива и, соответственно, разные тепловые потери.

При гидросбиве поверхность металла очищается от окалины, которую взламывает высоконапорная струя воды. При взаимодействии с металлом вода охлаждает его поверхность.

Прошедший через зону гидросбива металл транспортируется к клети, в которой прокатывается реверсивно в рамках первой фазы прокатки. При этом при каждом проходе подкат контактирует с холодным валком, отдавая ему некоторое количество тепла. Между обжатиями металл остывает в основном за счет излучения с поверхности.

При прокатке на части проходов включаются гидросбивы. Они увеличивают потери тепла прокатом.

Поскольку участки на голове и хвосте проката имеют разные относительные тепловые потери, на прокате образуется температурный клин. Реверсивная прокатка снижает этот эффект. Между некоторыми проходами прокат разворачивается на поворотных столах, что также приводит к уменьшению суммарно накопленного температурного клина. Для соблюдения термических режимов контролируемой прокатки металл «подстуживается» выдержкой на рольганге.

По завершении чистовой фазы прокатки металл, через установку предварительной правки, транспортируется к установке ускоренного охлаждения (УО).

Установка ускоренного охлаждения состоит из двух участков: спрейерного и ламинарного. При прохождении металла через них формируется фазово-структурное состояние проката.

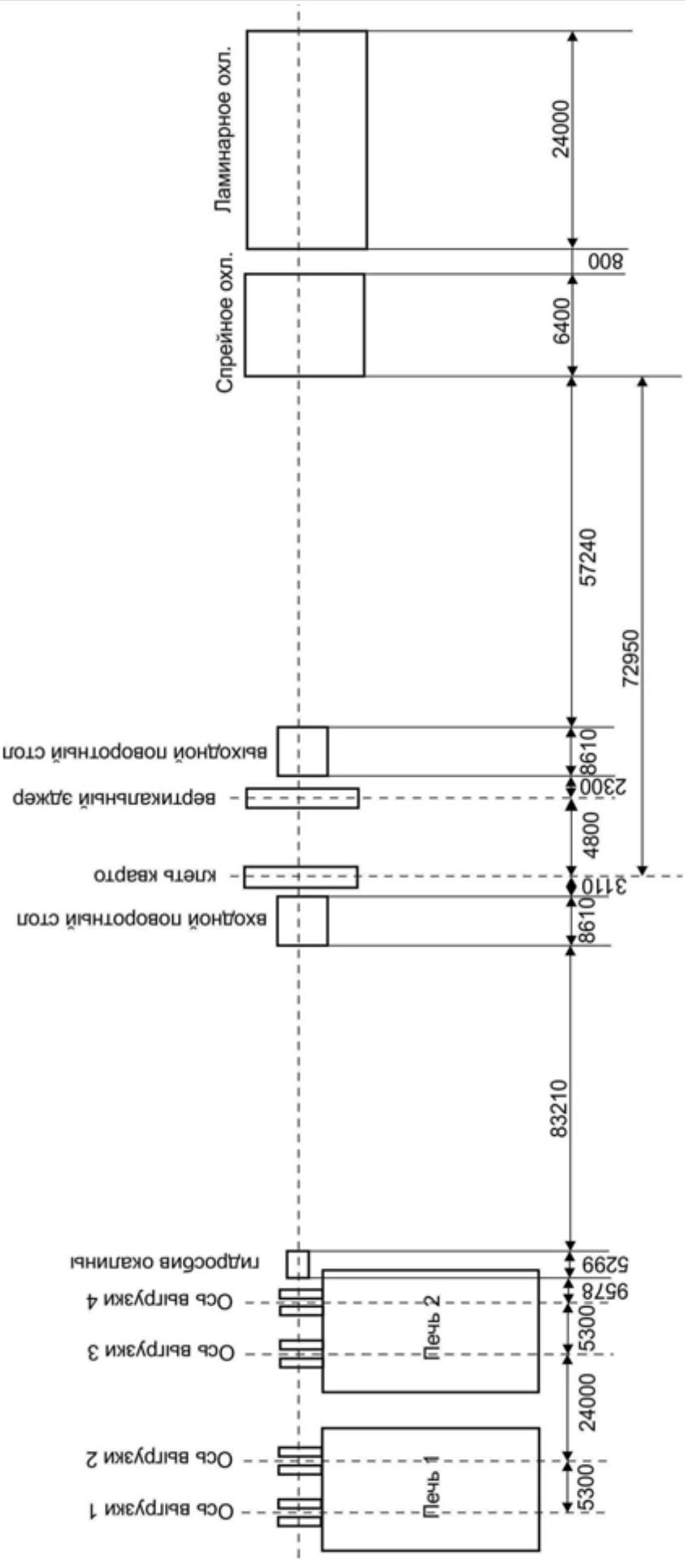


Рисунок 1 - Схема расположения оборудования толстолистового стана 5000

Модель температурного состояния полосы на при прокатке на стане горячей прокатки

В технологии горячей прокатки положительный вклад в тепловое состояние прокатываемой полосы оказывают объемные энерговыделения при пластической деформации и фазовых превращениях. Свой вклад вносит и окалина, так как её наличие приводит к снижению тепловых потерь. При взаимодействии полосы с роликами и валками тепловые потери определяются теплопередачей. Этот тепловой поток имеет высокую мощность, однако доля площади полосы, в каждый момент контактирующая с роликом, мала (рис. 2).

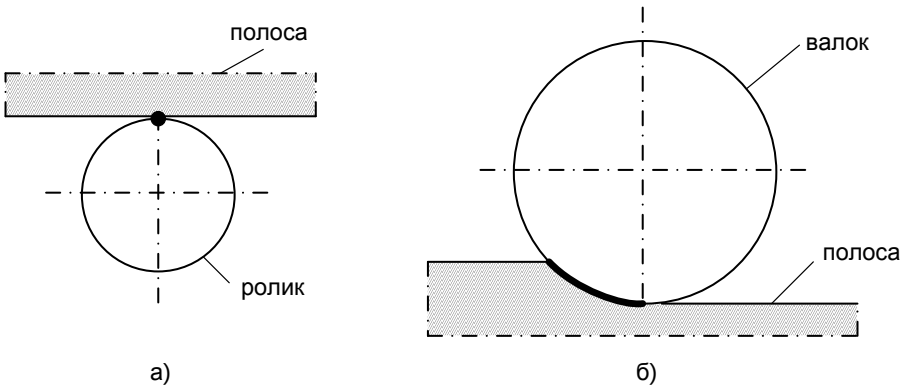


Рисунок 2 – Взаимодействие ролика и валка с поверхностью полосы

Оценить величину энерговыделения при пластической деформации можно, составив табличную модель по экспериментальным данным. В самом деле, регистрируя ток и напряжение привода, можно определить его мощность. С точностью до коэффициента полезного действия (КПД) привода клети эта мощность равна мощности, затрачиваемой на деформацию, и, в конечном счете, разогрев металла.

Для определения тепловых потерь стальной полосы в устройствах гидросбива, межклетевого и ускоренного охлаждения необходимо рассмотреть физику процессов при струйном охлаждении. Общим механизмом в рассматриваемых установках является взаимодействие высоконапорной струи жидкости с поверхностью горячего металла. Отличия лишь в геометрии и расположении сопел, а также величине гидродинамического напора струй.

Если не ограничивать приток тепла к участку поверхности, на который попадает вода, она будет нагрета до температуры кипения и испарится. При этом давление пара на участке взаимодействия воды с металлом будет невелико, т.к. область кипения с боков ничем не ограничена и есть возможность удаления пара. Это означает, что практически вся вода провзаимодействует с поверхностью металла – струя снимет все тепло, которое способна снять.

Величина теплового потока при радиационном охлаждении определяется законом Стефана-Больцмана. На линии стана охлаждение поверхности полосы радиационным механизмом происходит всегда за исключением случаев, когда поверхность металла контактирует с роликами или валками.

В большинстве случаев (особенно при невысоких скоростях металла) влиянием конвективной теплоотдачи можно пренебречь.

В работе с помощью предложенных механизмов дана оценка потерь тепла полосой для всех факторов, действующих на стане горячей прокатки. Результаты расчетно-экспериментального сведения теплового баланса приведены в табл. 1 [35].

Таблица 1 – Тепловой баланс при прокатке на широкополосном листовом стане

Факторы:	Суммарный вклад в тепловое состояние полосы (на 1кг)		
	%	°С	кДж
Общие тепловые потери	100	-500	300
Влияние печной окалины	+1,6	+8	+4,8
Суммарное тепловыделение при обжатии	+8,2	+41	+24,6
Суммарные тепловые потерина нагрев валков	-11,2	-56	-33,6
Суммарные потери на гидросбивах	-6	-30	-18
Суммарные потери на межклетевом охлаждении	-12,2	-61	-36,6
Суммарные потери на установке ускоренного охлаждения	-50	-250	-150
Суммарное тепловыделение при фазовых превращениях	+26	+130	+80
Суммарные радиационные потери	-56	-280	-168
Суммарные конвективные потери	-0,6	менее 5	-3
Суммарные кондуктивные потери при контакте с рольгангом	-0,6	менее 5	-3

Таким образом, оценка всех основных «каналов» потерь тепла при производстве горячекатаного листа показала, что основным «каналом» теплоотдачи является излучение. Необходимо учитывать потери на гидросбивах, кондуктивный теплообмен с валками и объемные энерговыделения при пластической деформации и фазовых превращениях. Слабое влияние на результат оказывают конвективная теплоотдача, кондуктивные потери при контакте с рольгангом и влияние окалины. В большинстве случаев ими можно пренебречь.

Методика расчета энерговыделения при пластической деформации включает расчет следующих параметров (табл. 2).

Таблица 2 - Параметры для расчета энерговыделения при пластической деформации металла на стане 5000 и результаты определения роста температуры

N	Температура T	Момент прокатки M	Скорость прокатки v	Толщина заготовки s	Массовый расход m	Рост температуры ΔT
1	1020	3037	1,6	278,37	15806,9	0,87
2	1008	2664	2,5	264,33	23452,6	0,807
3	1005	2696	2,46	248,66	21709,3	0,86
4	994	2916	2,5	232,77	20652,5	1,00
5	984	2866	2,45	216,31	18808,2	1,06
6	984	3024	2,5	199,67	17715,7	1,21
7	879	2017	2,5	189,45	16808,9	0,85
8	874	2624	2,5	178,57	15843,6	1,18
9	817	2598	2,5	168,46	14946,6	1,23
10	868	2664	2,5	158,91	14099,2	1,34
11	872	4854	2,5	150,48	13351,3	2,58
12	867	4897	2,48	141,63	12465,5	2,77
13	867	4941	2,5	132,57	11762,2	2,98
14	865	5053	2,49	123,37	10902,2	3,282

15	866	5034	2,5	113,99	10113,7	3,54
16	865	5033	2,48	104,53	9200,2	3,86
17	868	4911	2,5	95	8428,8	4,14
18	869	4901	2,9	85,66	8816,2	4,58
19	874	4697	3,4	76,49	9229,7	4,92
20	876	4630	3,7	67,49	8862,3	5,49
21	883	4232	4,03	59,3	8481,3	5,71
22	884	3966	4,3	52,01	7937,0	6,110
23	888	3655	4,48	45,23	7191,3	6,47
24	871	3175	4,9	39,42	6855,1	6,45
25	889	2989	5,02	34,29	6109,0	6,98
26	868	2786	5,64	29,92	5988,8	7,46
27	892	2549	5,64	26,3	5264,3	7,77

Время контакта металла с валком τ, с

$$\tau = \frac{L}{v}, \tag{1}$$

где L – длина очага пластической деформации,
v – скорость прокатки.

Поток массы металла через клеть m, кг/с

$$m = h \cdot B \cdot v \cdot \gamma, \tag{2}$$

где h – толщина заготовки на выходе из валков,
B – ширина полосы,
γ – удельный вес стали.

Удельное энерговыделение Q, Дж/кг

$$Q = c \cdot m \cdot \Delta t,$$

где c – теплоемкость,
Δt – прирост температуры.

Разогрев при пластической деформации Δt, °С

$$\Delta t = \frac{Q \cdot \tau}{c \cdot m}. \tag{3}$$

Рост температуры заготовки по проходам представлен на рис. 3

Рисунок 3 - Рост температуры заготовки за счет энерговыделения при пластической деформации металла.

Энерговыделение при фазовых превращениях в стали

При выводе кинетических уравнений модели тепловыделения при фазовых превращениях в стали сначала формировалось уравнение микрокинетики, описывающее движение фазовой границы единичного зерна фазы, затем осуществлялся переход к сплошной среде. При выводе уравнений неравновесность предполагалась малой, что, по-видимому, практически всегда справедливо при промышленном производстве. Тепловой эффект фазового превращения в некотором объеме пропорционален изменению массы фазы [35]:

$$Q = \theta \cdot \Delta M = \theta \cdot M_0 \cdot \Delta\eta \,, \qquad (4)$$

где θ – удельный тепловой эффект,

M_0 – масса выделенного объема,

Δη – изменение массовой доли фазы в объеме.

Использование существующей модели тепловыделения при фазовых превращениях в стали позволит обеспечить хорошую сходимость результатов расчета с показаниями пирометров при промышленных применениях.

Результаты опытных прокаток

С целью исследования регулируемого междеформационного охлаждения в чистовом блоке деформаций, режимов контролируемой прокатки, термомеханической обработки и двухфазной прокатки, которые существенно расширяют возможности стана в получении высоких потребительских свойств продукции, проведены опытные прокатки слябов из трубной стали. Химический состав стали приведен в табл. 3.

Таблица 3 - Химический состав плавки, масс. %

C	Si	Mn	S	P	Ni	Cu	V	Ti	Nb	Mo	Sn
0.06	0.08	1.69	0.002	0.006	0.21	0.13	0.003	0.017	0.054	0.144	0.003

Слябы прокатаны по пяти опытным режимам. Дефомационные параметры прокатки по режиму 1 приведены в табл. 4, 5, а технологические режимы опытных прокаток в табл. 6.

Таблица 4 - Деформационные параметры черновой прокатки при прокатке сляба по режиму 1

Темпер.	Скорость прокатки	Абс. обжатие	Длит. прокатки в ОД	Длит. прокатки	Длит. паузы после прохода	Степень деформ.	Скорость деформ.
T, °C	V, м/с	Δh, мм	т, с	т_пр, с	т_п, с	ξ	ϑ, $с^{-1}$
1036	1,60	21,33	0,071	1,42	24,07	0,071	1,00
1006	2,50	14,31	0,037	1,00	7,27	0,051	1,38
982	2,46	15,49	0,039	1,00	10,24	0,059	1,49
958	2,50	16,11	0,039	1,17	8,65	0,065	1,64
968	2,45	16,33	0,041	0,01	8,94	0,070	1,73
977	2,50	16,81	0,040	1,35	535,96	0,078	1,93

Таблица 5 - Деформационные параметры чистовой прокатки при прокатке сляба по режиму 1

Темпер.	Скорость прокатки	Абс. обжатие	Длина ОД	Длит. прокатки	Длит. паузы после прохода	Степень деформ.	Скорость деформ.
T, °C	V, м/с	Δh, мм	lx, мм	т_пр, с	т_п, с	ξ	ϑ, 1/с
885	2,50	10,33	79,05	1,46	9,42	0,052	1,64
868	2,50	10,71	80,50	1,53	7,76	0,057	1,76
876	2,50	10,02	77,86	1,62	9,40	0,056	1,80
884	2,50	9,64	76,37	1,72	19,48	0,057	1,87
887	2,48	8,44	71,46	1,83	10,03	0,053	1,84
889	2,50	8,79	72,92	1,07	8,96	0,058	2,00
870	2,49	9,03	73,91	1,14	9,77	0,064	2,15
851	2,50	9,27	74,89	1,21	6,50	0,070	2,33
874	2,48	9,41	75,45	1,31	8,81	0,076	2,51
896	2,50	9,50	75,81	1,41	7,03	0,083	2,75
899	2,90	9,52	75,89	1,32	8,99	0,091	3,48
901	2,50	9,34	75,17	1,69	7,69	0,098	3,27
907	3,40	9,17	74,48	1,37	8,76	0,107	4,89
913	3,70	8,99	73,75	1,41	7,39	0,118	5,90
913	4,03	8,20	70,43	1,47	6,51	0,122	6,95
912	4,30	7,30	66,46	1,57	7,28	0,123	7,97
916	4,48	6,84	64,33	1,71	7,65	0,132	9,17
920	4,90	5,79	59,19	1,80	6,64	0,128	10,62
913	5,02	5,10	55,55	2,02	6,63	0,130	11,72
915	5,64	4,31	51,06	2,06	6,55	0,126	13,91
918	5,64	3,65	46,99	2,36	27,45	0,122	14,64

Длину очага деформации L_x определяли как:

$$L_x = \sqrt{R \cdot \Delta h}\,, \tag{5}$$

где R – радиус рабочего валка (605 мм),

Δh - абсолютное обжатие, мм.

Степень деформации ξ находили из зависимости

$$\xi = \frac{\Delta h}{h_0}\,, \tag{6}$$

где h_0 - толщина раската перед проходом, мм.

Скорость деформации ϑ рассчитывали, используя формулу:

$$\vartheta = \frac{\xi \cdot V}{L_x}\,, \tag{7}$$

где *V* - скорость прокатки, м/с.

Таблица 6 - Технологические режимы опытных прокаток

Номер режима	Номер раската	Температура, Паспорт, °С	Температура, уровень 1, °С	Время УО, уровень 1, с	Скорость раската в УО, план, м/с
1	19112	922	918	41	1,9
2	19111	844	853	34	1,9
3	19121	838	831	62	1.0
4	19122	760	764	34	1,9
5	19131	770	780	61	1,0

Ширина прокатанного листа 4300 - 4500 мм, обрез кромок - 70 мм с каждой стороны.

Температурные и временные параметры экспериментальных режимов прокатки

Температурные и временные режимы опытных прокаток на толстолистовом стане 5000, начиная с выдачи металла из печи и заканчивая выходом его из линии ускоренного охлаждения, представлены в табл. 7 и рис. 4.

Таблица 7 - Температурно-временные режимы опытных прокаток

Операция	Температура поверхности проката, °С		Длительность, с
	Начало	Конец	
Режим 1			
Нагрев	15	1178	4452
Рольганг 1			85,45
Черновая прокатка	1036	977	63,40
МДП			534,57
Чистовая прокатка	885	918	177,55
Рольганг 2			26,27
УО	867	679	40,08
Режим 2			
Нагрев	15	1172	4285
Рольганг 1			105,99
Черновая прокатка	1045	984	66,23
МДП			1198,77
Чистовая прокатка	799	853	178,87
Рольганг 2			27,08

Операция	Температура поверхности проката, °С		Длительность, с
УО	805	637	33,59
	Начало	Конец	
Режим 3			
Нагрев	15	1172	4328
Рольганг 1			85,49
Черновая прокатка	1025	969	60,55
МДП			1112,83
Чистовая прокатка	800	831	185,83
Рольганг 2			36,04
УО	777	602	61,60
Режим 4			
Нагрев	15	1177	4597
Рольганг1			80,35
Черновая прокатка	1037	990	63,30
МДП			1662,60
Чистовая прокатка	748	764	337,35
Рольганг2			26,53
УО	740	548	33,62
Режим 5			
Нагрев	15	1175	5331
Рольганг 1			80,62
Черновая прокатка	1044	992	61
МДП			1716
Чистовая прокатка	742	780	200
Рольганг 2			32,19
УО	736	521	60,5

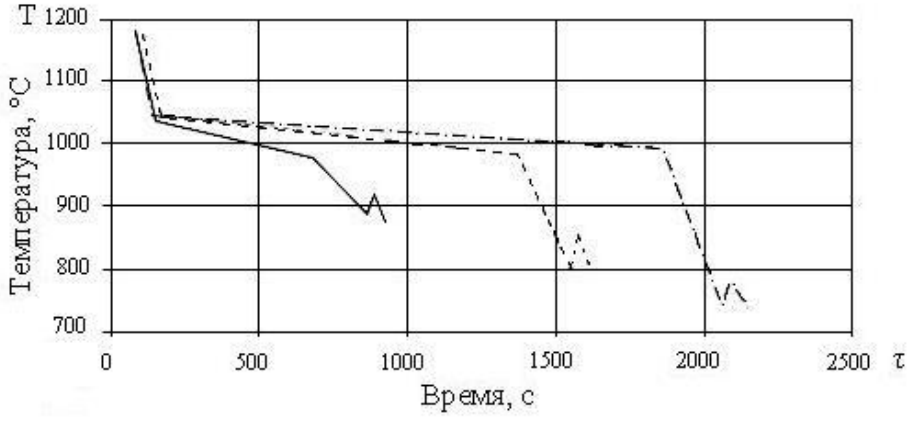


Рисунок 4 - Температурно-временные режимы опытных прокаток (__Режим 1, - -Режим 2, -··-Режим 4)

Проведено исследование скорости охлаждения на пяти условно выделенных участках прокатного стана (табл 8, рис. 5).

Таблица 8 - Скорости охлаждения поверхности заготовки (°С/с) на отдельных участках прокатного стана

№	n	Режим 1	Режим 2	Режим 5
1	Рольганг 1	-1,66082	-1,19811	-1,62531
2	Черновая прокатка	-0,9306	-0,92145	-0,85246
3	Междеформационная пауза	-0,17209	-0,1543	-0,1456
4	Чистовая прокатка	0,185811	0,301676	0,19
5	Рольганг 2	1,59696	-1,77778	-1,375

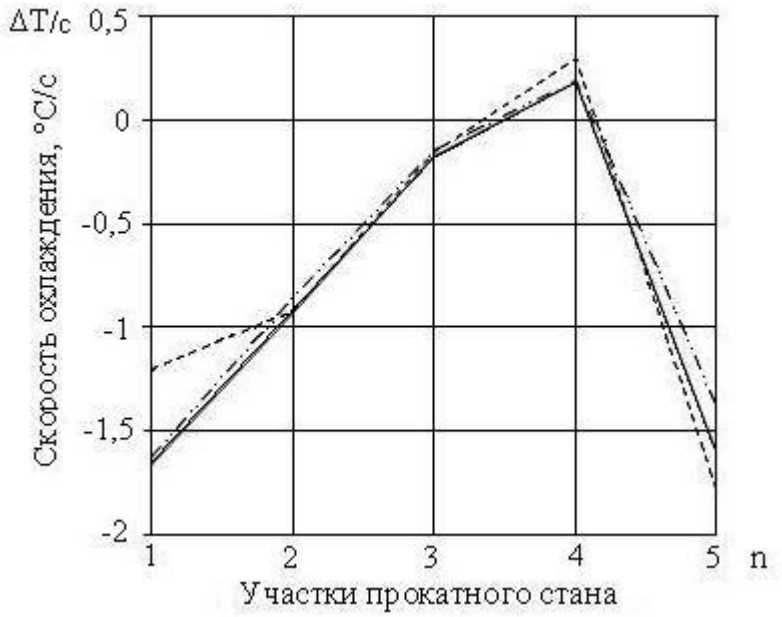


Рисунок 5 - Скорости охлаждения поверхности заготовки (°С/с) на отдельных (1-5,табл 8)участках прокатного стана (––Режим 1, Режим - - -2, -···-Режим 3)

Исследование скоростей охлаждения показало, что максимальная скорость охлаждения -1,6°С/с имеет место при выдержке на рольгангах 1 и 2. На стадии междеформационной паузы скорость охлаждения заготовки – минимальна и составляет -0,15°С/с. Скорости охлаждения при черновой и чистовой прокатках существенно отличаются: при черновой прокатке скорость охлаждения составляет -0,94°С/с, а при чистовой прокатке скорость охлаждения меняет знак, величина ее +0,19°С/с.

Это обстоятельство можно объяснить тем, что на этапе междеформационной паузы и на этапе чистовой прокатки в металле заготовки в интервале температур 900-700°С происходит полиморфное превращение, сопровождающееся выделением значительного количества тепла.

Изменение температуры в процессе прокатки слябов из трубной стали

Представляет интерес изменение температуры на стадии чистовой прокатки. Наблюдается рост температуры за счет энерговыделения при пластической деформации металла и теплового эффекта фазового превращения (рис. 6).

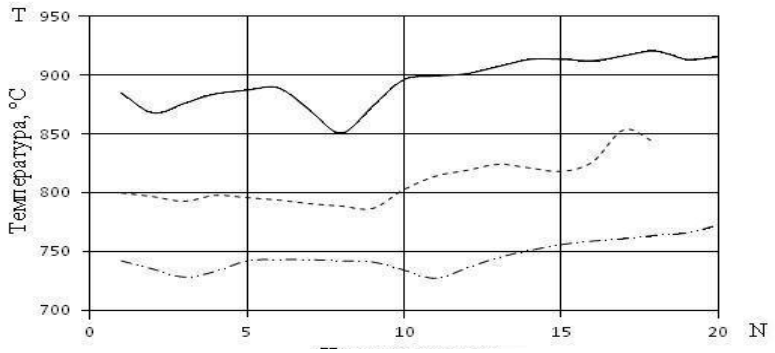


Рисунок 6 - Изменение температуры на стадии чистовой прокатки
(–––Режим 1, – – –Режим 2, – ··–Режим 3)

На стадии черновой прокатки, которая протекает при температурах выше температуры фазового превращения, наблюдается устойчивое снижение температуры раската (рис. 7).

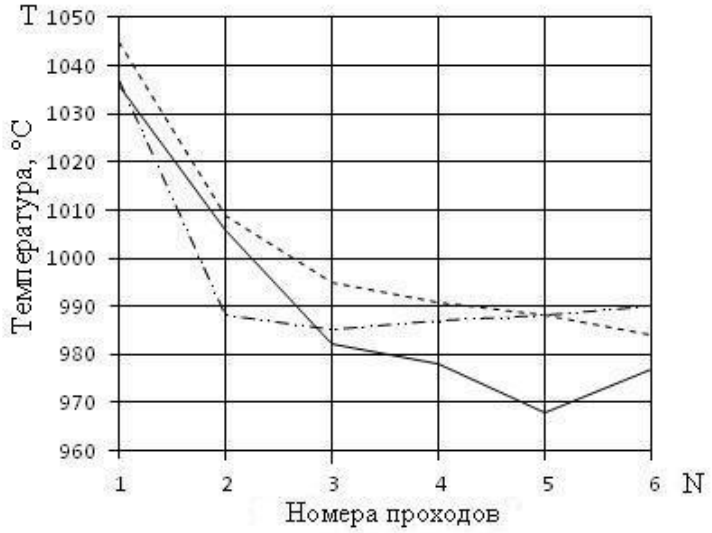


Рисунок 7 - Изменение температуры на стадии черновой прокатки
(––Режим 1, – –Режим 2, –··–Режим 3)

Механические свойства готового проката

Механические свойства готового проката приведены в табл. 9. Лучший комплекс потребительских свойств показывает лист, прокатанный по режиму №3, отличающегося от режима №2 сниженной скоростью перемещения в линии УО.

Таблица 9 - Механические свойства прокатанных листов

Режим	Расположение на листе	Предел текучести, $\sigma_{т0,2}$, Н/мм^2	Временное сопротивление, $\sigma_в$, Н/мм^2	Относительное удлинение		$\sigma_{T0,2}/\sigma_B$	ИПГ-20*, %	Ударная вязкость, KCU^{-60} Дж/см^2	Ударная вязкость, KCV^{-40} Дж/см^2
				δ_5, %	$\delta_р$, %				
1	Голова	496	572	24,5	10,5	0,88	19	321;256;326	284;301; 219
1	Середина	477	559	27,0	11,5	0,85	14;13	256;291;225	296;259; 314
1	Хвост	486	567	27,0	12,5	0,86	22;24	371;246;291	268;300; 334
2	Голова	526	637	23,0	10,5	0,83	90;90	378;373;386	376;280; 357
2	Середина	559	614	23,5	11,0	0,91	90;95	379;400;378	347;380; 370
2	Хвост	559	615	25,0	10,5	0,91	95;95	385;375;380	344;341; 354
3	Голова	540	681	23,5	10,0	0,79	100; 100	387;377;365	404;394; 401
3	Середина	553	679	25,0	11,0	0,81	95;95	374;389;343	378;389; 385
3	Хвост	551	643	21,5	10,0	0,86	95;95	405;432;430	395;358; 382
4	Голова	545	611	21,5	10,0	0,89	90;90	349;390;349	245;315; 301
4	Середина	534	597	24,5	11,0	0,89	95;95	366;380;379	339;304; 305
4	Хвост	532	585	22,0	10,0	0,91	95;85; 90	355;332;344	382;290; 283
5	Голова	543	660	21,5	10,0	0,82	95;95	334;385;325	353;359; 304
5	Середина	554	655	23,5	10,0	0,85	95	354;347;324	325;332; 368
5	Хвост	577	621	21,5	10,0	0,93	85;85	358;340;386	328;302; 288

* Испытание на ударный изгиб по ГОСТ 30456-97

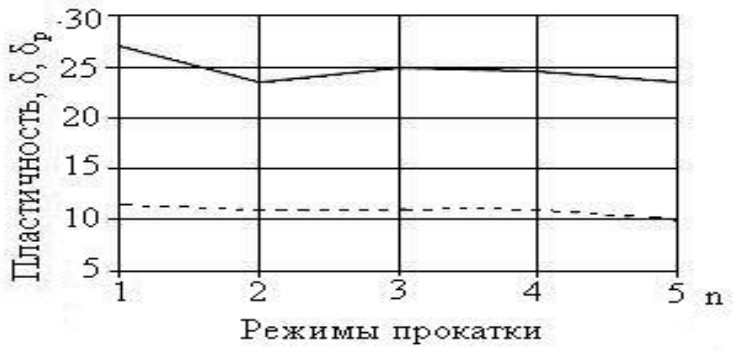


Рисунок 8 - Изменение пластичности готового проката (относительного удлинения и равномерного относительного удлинения) для пяти режимов прокатки (—δ, - - -$\delta_р$)

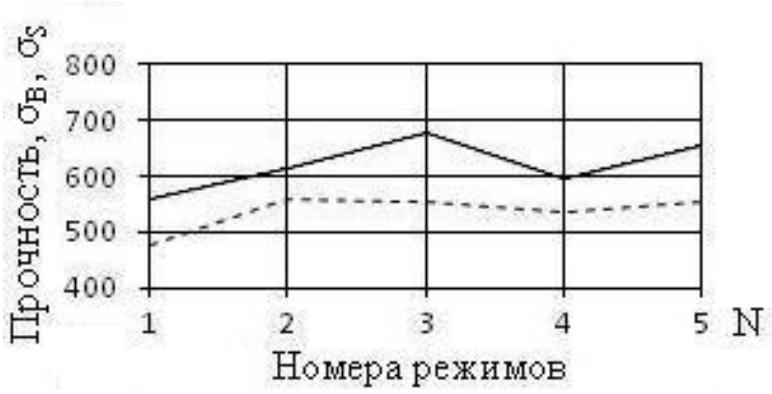


Рисунок 9 - Изменение прочности готового проката (предела текучести и временного сопротивления разрыву) для пяти режимов прокатки (—σ_B , - - -σ_S)

Рисунок 10 - Изменение ударной вязкости готового проката для пяти режимов прокатки (— KCU^{-60}, - - - KCV^{-40})

Заключение

В настоящее время при производстве рядового сортамента станов горячей прокатки принято нормировать только технологию ускоренного охлаждения проката. При этом мало используется распределение скоростей и обжатий, межклетевого охлаждения и т.д. Такая ситуация неприемлема при производстве качественных, особенно легированных сталей, в частности, трубных, процессы структурообразования в которых протекают практически на всех участках стана.

Исследованы возможности прокатного оборудования толстолистового стана 5000 по достижению температурных и деформационных режимов, позволяющих получить требуемые свойства конечной продукции за счет обеспечения рациональной траектории охлаждения. Проведена серия опытных прокаток 5-и слябов до конечной толщины 27 мм. Для проведения дальнейших исследований от каждого прокатанного листа отобрано образцы. Определены механические свойства и проведена аттестация структурного состояния указанных объемов готового проката.

Исследование скоростей охлаждения показало, что максимальная скорость охлаждения 1,6 °С/с имеет место при выдержке на рольгангах 1 и 2. На стадии междеформационной паузы скорость охлаждения заготовки минимальна и составляет 0,15 °С/с. Скорости охлаждения при черновой и чистовой прокатках существенно отличаются: при черновой прокатке скорость охлаждения составляет 0,94 °С/с, а при чистовой прокатке скорость охлаждения меняет знак, величина ее -0,19 °С/с.

Наблюдается рост температуры на стадии черновой прокатки за счет энерговыделения при пластической деформации металла и теплового эффекта фазового превращения.

Показано, что наилучшим комплексом потребительских свойств обладает лист, прокатанный по режиму 3. Температура поверхности при окончании второй фазы прокатки 831 °С; скорость транспортировки по линии ускоренного охлаждения 1.0 м/с; температура поверхности при выходе из линии ускоренного охлаждения 600 °С. По сравнению с другими режимами лист, прокатанный по режиму 3, демонстрирует

наибольшую среднюю твердость слоев, расположенных на осевой линии проката, и характеризуется повышенной хладостойкости.

Разработаны основные режимы прокатки низколегированной трубной марки стали, включающие в себя скоростные и деформационные режимы прокатки, обжатия в клетях, схему межклетевого спрейерного и ламинарного охлаждений. При опытной прокатке достигнуты необходимые температурные режимы и, как следствие, повышено качество листа.

Список литературы:

1. Хабибулин, Д.М. Моделирование процессов охлаждения катанки / Д.М. Хабибулин, С.А. Морозов, А.В. Капцан, В.Н. Урцев // Совершенствование технологии в ОАО "ММК": Сб. трудов Центральной лаборатории ОАО "ММК". - Вып. 6. – Магнитогорск. - 2002. - С. 336-345.

2. Виер, И.В. Математическое моделирование температурных полей в рабочих валках стана горячей прокатки / И.В. Виер, А.В. Козюлина, С.А. Муриков // Фазовые и структурные превращения в сталях: Сб. науч. тр., вып. 2. Под ред. В.Н. Урцева. - Магнитогорск. - 2002. - С. 374-384.

3. Урцев, В.Н. Математическое моделирование процесса охлаждения металла при мелкосортной прокатке / В.Н. Урцев, С.И. Платов, С.А. Муриков и др. // Труды Шестого конгресса прокатчиков (г. Липецк, 18 - 21 октября 2005 г.). - Т.1. - М. - 2005. - С. 342-344.

4. Шмаков, А.В. Разработка и анализ температурных режимов толстолистовой прокатки с использованием математического моделирования процесса / А.В. Шмаков, В.М. Салганик, С.В. Денисов, Д.О. Пустовойтов // Сборник докладов XVIII Международной научно-технической конференции «ТРУБЫ-2010», Челябинск, 13-15 сентября 2010.

5. Salganik, V. Plate rolling modeling at mill 5000 of OJSC " Magnitogorsk Iron and Steel" for analysis and optimization of temperature rates / V. Salganik, A. Shmakov, A. Pesin, D. Pustovoytov // Proceedings of the 10th International Conference on Numerical Methods in Industrial Forming Processes NUMI-FORM 2010, Pohang, Republic of Korea, June 13-17, 2010. - P. 602- 606.

6. Салганик, В.М. Моделирование процесса контролируемой прокатки трубной заготовки в условиях стана 5000 ОАО «ММК» / В.М. Салганик, А.В. Шмаков, Д.О. Пустовойтов // Сборник трудов VIII Международного конгресса прокатчиков. - Магнитогорск. 11-15 октября 2010.

7. Муриков, С.А. Математическая модель термообработки изделия в условиях протекания фазовых переходов / С.А. Муриков, В.Н. Урцев, Ю.Н. Горностырев, А.В. Шмаков // Фазовые и структурные превращения в сталях: Сб. науч. тр., вып. 6. Под ред. В.Н. Урцева. - Магнитогорск: МГТУ им. Носова. - 2010. - С. 397-407.

8. Гареев, А.Р. Разработка программного комплекса для расчета термического состояния металла на линии стана горячей прокатки // А.Р. Гареев, А.В. Шмаков, С.А.Муриков, В.Н. Урцев, Д.Х. Девятов // Металлург. - 2011. - №12. - С. 82-86.

9. Шмаков, А.В. Комплексное моделирование технологии контролируемой прокатки трубной заготовки на основе моделирования температурных условий процесса / А.В. Шмаков, В.М. Салганик, С.В. Денисов, А.Р. Гареев, Д.О. Пустовойтов // Сталь. - 2012. - №2. - С. 42-46.

10. Гареев, А.Р. Математическое описание взаимодействия струи воды с горячим металлом / А.Р. Гареев, А.В. Шмаков, С.А. Муриков, В.Н. Урцев, Д.Х. Девятов // Теплотехника и информатика в образовании, науке и производстве: Материалы 1 Всерос. науч.-практ. конф. - Екатеринбург: УрФИ. - 2012. - С. 32-36.

11. Gareev, A. R. Creation of a software package for calculating the thermal state of metal in a hot-rolling-mill line / A. R. Gareev, A. V. Shmakov, S. A. Murikov, V. N. Urtsev, D. Kh. Devyatov. // Metallurgist: Springer New York Consultants BureaulSSN: March 2012. - V.55. - Issue 11-12. - PP 935-940.

12. Гареев, А.Р. Баланс тепла подката на широкополосном стане горячей прокатки / А.Р. Гареев, С.А.Муриков, С.И. Платов, В.Н. Урцев, А.В. Шмаков // Моделирование и развитие процессов обработки металлов давлением: международный сб. науч. тр. под. ред. В.М. Салганика. - Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск, гос. техн. ун-та им Г.И.Носова. - 2014. - С. 250-258.

13. Гареев, А.Р. Исследование возможностей прокатного оборудования по достижению термических режимов на примере ШСГП 2000 ОАО «ММК» / А.Р. Гареев, С.А. Муриков, С.И. Платов, В.Н. Урцев, А.В. Шмаков // Фундаментальные и прикладные исследования в современном мире: Материалы X международной науч.-практ. конф. - Санкт-Петербург: Изд-во Стратегия будущего. - 2015. - Том №1. - С. 30-34.

14. Гареев, А.Р. Расчет термомеханических режимов и практических настроек ШСГП при опытных прокатках сложного сортамента / А.Р. Гареев, С.А. Муриков, С.И. Платов, В.Н. Урцев, А.В. Шмаков // Производство проката. - 2015. - №5. - С. 14-17.

15. Гареев, А.Р. Исследование возможностей прокатного оборудования по достижению термических режимов на примере ШСГП 2000 ОАО «ММК» / А.Р. Гареев, С.А. Муриков, С.И. Платов // Фундаментальные и прикладные исследования в современном мире. - 2015. - №10-1. - С. 30-34.

16. Платов, С.И. Совершенствование охлаждения катанки на стане 150 ОАО "БМК" / С.И. Платов, В.А. Некит, Н.Н. Огарков, О.С. Железков // Современная металлургия нового тысячелетия: сб. науч. тр. II междунар. науч.-практ. конф.. - 2016. - С. 206-210.

17. Платов, С.И. Improving the controlled cooling after wire rod rolling in the finishing block of stands / С.И. Платов, Н.Н. Огарков, В.А. Некит // Materials Engineering and Technologies for Production and Processing II Editors: A.A. Radionov, G.G. Mikhailov, D.A. Vinnik. - 2016. - С. 620-624.

18. Платов, С.И. Повышение качества горячекатаного сортового арматурного проката из низко- и среднеуглеродистых марок стали за счет выбора оптимальных термомеханических режимов обработки / С.И. Платов, А.В. Ярославцев, К.С. Тумбасов, К.К. Ярославцева // Производство проката. - 2016. - №10. - С. 21-25.

19. Платов, С.И. Исследование технологии ускоренного охлаждения катанки на проволочном стане / С.И. Платов, В.А. Некит, Н.Н. Огарков, О.С. Железков // Обработка сплошных и слоистых материалов. - 2016. - №2(45). - С. 45-48.

20. Гареев, А.Р. Анализ и экспериментальная верификация модели тепловыделения при фазовых превращениях / А.Р.Гареев, С.А.Муриков, С.И. Платов, В.Н. Урцев, А.В. Шмаков // Производство проката. - 2015. - №2. - С. 30-34.

21. Гареев, А.Р. Разработка математической модели тепловыделения при фазовых превращениях для промышленного применения / А.Р. Гареев, С.А. Муриков, С.И. Платов, В.Н. Урцев, А.В. Шмаков // Производство проката. - 2014. - №7. - С. 20-26.

22. Гареев, А.Р. Баланс тепла подката на широкополосном стане горячей прокатки / А.Р. Гареев, С.А. Муриков, С.И. Платов, В.Н. Урцев, А.В. Шмаков, В.М. Гиниятуллина // Моделирование и развитие процессов ОМД. - 2014. - №20. - С. 250-258.

23. Патент на полезную модель Устройство для распыления жидкости // RUS 110663 14.06.2011 / С.И. Платов, Р.Р. Дёма, Д.А. Кувшинов.

24. Платов, С.И. Волочение катанки и проволоки с регламентируемым микрорельефом поверхности / С.И. Платов, Д.В. Терентьев, С.А. Морозов // Производство проката. - 2002. - №4. - С. 27-28.

25. Патент на изобретение. Способ производства холоднокатаных полос из сверхнизкоуглеродистой стали // RUS 2212457 04.06.2002 / В.Н. Урцев, Д.М. Хабибулин, А.В. Капцан, С.И. Платов, С.Н. Воронков.

26. Платов, С.И. Разработка рациональных режимов подачи технологической смазки на опорные валки клетей чистовой группы станов горячей прокатки / С.И. Платов, Р.Р. Дема, М.В. Харченко, А.В. Ярославцев, С.В. Дубовский, С.В. Михайлицын // Моделирование и развитие процессов ОМД. - 2011. - №1. - С. 20-24.

27. Анцупов, В.П. Повышение стойкости гидроцилиндров уравновешивания прокатных валков / В.П. Анцупов, С.И. Платов, В.И. Кадошников, А.А. Баженов, Р.Р. Дема // Процессы и оборудование металлургического производства. – Магнитогорск. - 2004. - С. 86-89.

28. Платов, С.И. Разработка и внедрение технологии охлаждения прокатных валков с целью повышения их эксплуатационных характеристик на широкополосном стане 2000 ОАО «ММК» / С.И. Платов, Р.Р. Дема, С.И. Лукьянов // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. - 2012. - №2. - С. 100-101.

29. Essadiqi, E. Effect of deformation on ferrite nucleation and growth in a plain carbon and micro alloyed steels / E. Essadiqi, J.J. Jonas // Metal. Trans. - V.20A. – 1989. – PP. 987-998.

30. Lange, W.E. The kinetics of ferrite nucleation at austenite grain boundaries in Fe-C alloys / W.E. Lange, M. Enomoto, H.I. Aaronson // Metallurgical transactions. - V.19A. – 1988. - PP. 427-440.

31. Pikkering, F.B. Physical Metallurgy and the Design of Steel // Applied Science Pub. London. - 1983.

32. Morozov, A. Mathematikal modeling of plastik deformation process in section rolling / A. Morozov, B. Nikiforov, V. Salganik, A. Pesin, S. Platov, E. Trahtengertz // Pceeding of the 7th international conference on numerical methods in industrial forming process/ Simulation of Materials Processing Theory, Methods and Applications. Numiform. – 2001. - Toyohashi, Japan.

33. Урцев, В.Н. Формирование структуры и механических свойств сталей. Серия «Сталь». Структура и свойства». Под ред. Академика Рашникова В.Ф. / В.Н. Урцев, В.Ф. Рашников, А.А. Морозов, А.В. Капцан, М.Ф. Сафронов, Ю.Н. Горностырев, В.Л. Корнилов // Магнитогорск. – 1998. - 158 с.

34. Капцан, Ф.В. Система управления технологией на базе хранилища технологических данных / Ф.В. Капцан, А.В. Фомичев, А.О. Пронин, А.А. Вознесенский // Совершенствование технологии в ОАО «ММК»: Сб. тр. Центральной лаб. ОАО «ММК». Вып.10. – Магнитогорск. – 2006. - С. 378-389.

35. Гареев, А.Р. Совершенствование термомеханических режимов деформирования непрерывнолитых слябов и конструкции линии охлаждения ШСГП с целью повышения качества продукции // Дисс. на соиск. ученой степени канд. техн. наук. – Магнитогорск. - 2015. - 136 с.

Глава 10 ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ФОРМИРОВАНИЯ ДОМЕННОЙ, КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУР И СВОЙСТВ В Fe-Si, Fe-Si-B СПЛАВАХ И МАГНИТОПРОВОДАХ ПРИ ТЕРМОМАГНИТНЫХ И ЛАЗЕРНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ

Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н.
Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Российская федерация: *pudov@imp.uran.ru; drago@imp.uran.ru*

Введение

Электротехническая анизотропная холоднокатаная (трансформаторная) сталь (АЭС) является одним из наиболее важных материалов и широко применяется в электротехнической промышленности. Она представляет собой сплав на основе железа с 3% кремния, содержащий некоторое количество химических элементов, необходимых по технологии её изготовления. АЭС с ребровой кристаллографической текстурой (110)[001] служит для производства и преобразования электроэнергии и является основной частью электрогенераторов, силовых и распределительных трансформаторов, двигателей, магнитострикторов. Мировое производство электротехнической стали достигает 5 миллионов тон в год, в том числе в нашей стране 350 тыс. тонн анизотропной электротехнической стали. Её качество определяет уровень рабочих характеристик электрооборудования и энерговооружённость страны в целом. В электрических линиях при многокаскадной передаче электроэнергии к потребителям потери энергии при перемагничивании магнитопроводов составляют около 4% от всей вырабатываемой электроэнергии. Отметим, что повышение физических характеристик материала позволяет также существенно уменьшить и габариты машин, трансформаторов со значительной экономией дефицитных материалов.

Поэтому повышение качества АЭС, улучшение её основных характеристик – снижение магнитных потерь ($P_{1.7/50}$), повышение магнитной индукции в средних и высоких магнитных полях (B_{800} и B_{2500}) и создание новых высокопроницаемых анизотропных сталей высших марок является **актуальной задачей** отрасли чёрной металлургии. Над этой проблемой улучшения электромагнитных и других физических свойств АЭС интенсивно работают во многих лабораториях мира. К настоящему времени традиционные металлургические методы улучшения свойств стали за счёт оптимизации основного химического состава, уменьшения количества вредных примесей и величины неоднородных напряжений, размера кристаллического зерна, толщины и плоскостности ленты практически исчерпаны. На новом этапе производства материала повышение магнитных характеристик связано исключительно с исследованием деформационных состояний, формированием локальных микроструктур, оптимизацией и управлением динамикой магнитных доменов в ферромагнитных материалах и изделиях. В этом направлении в России коллективом авторов обсуждаемой работы выполнен за последние годы большой объём исследований и технических разработок по обоснованию принципов и путей улучшения свойств материала, определению условий и режимов механических, термохимических, высокоэнергетических воздействий на разных этапах современного производства АЭС. Они включают процессы горячеей и холодной прокатки, рекристаллизационных отжигов сплава на основе Fe-3%Si, нанесение электроизоляционного покрытия на поверхность ленты, повышение её плоскостности и одноосной магнитной анизотропии, деформационное дробление основных полосовых 180° магнитных доменов и термостабилизацию созданных оптимальных электромагнитных свойств.

Для получения лучших магнитных свойств магнитомягкого материала, которым и является АЭС, – малых магнитных потерь при большой плотности магнитного потока, основным требованием является, во-первых, увеличение числа границ полосовых магнитных доменов, активное движение которых и обеспечивает перемагничивание материала. Во-вторых, необходимо уменьшение объёма замыкающих доменов,

состоящих в основном из доменов с поперечной ориентацией намагниченности, и препятствующих движению границ основных полосовых доменов. В-третьих, намагниченность и границы полосовых доменов следует ориентировать вдоль одной оси, в направлении будущего приложенного магнитного поля в изделии. А также, в-четвёртых, – сужать полосовые домены, что обеспечит, при задаваемой частоте перемагничивания, уменьшение скорости движения их границ при перемагничивании, и, следовательно, уменьшит и потери энергии на возникающие при этом вихревые токи (их энергия пропорциональна квадрату скорости движения границ!). То есть нужны узкие, одноосно ориентированные полосовые домены (при максимальной чистоте материала от вредных примесей, немагнитных включений).

Для выполнения этих условий, прежде всего, необходимо создание высокой степени совершенства одноосной (ребровой) кристаллической текстуры (110)[001] с небольшим углом отклонения намагниченности от плоскости ленты стали (со средним, по кристаллическим зёрнам, углом β~2°), приводящим к сужению полосовых доменов, практическому отсутствию замыкающих доменов и к **минимуму магнитных потерь** [1–4]. В случае меньшей величины угла β – малы магнитные поля рассеяния над поверхностью ленты и потому аномально широки полосовые домены и велики потери. При большей величине этого угла и росте полей рассеяния – возникает множество замыкающих доменов, снижающих магнитные поля рассеяния и магнитостатическую энергию образца, но «тормозящих» движение полосовых доменов, и потери вновь возрастают.

Полное удаление замыкающих доменов в уже высоко текстурованном материале можно обеспечить приложением продольных растягивающих напряжений, что исключает объём поперечно намагниченных замыкающих доменов и сужает продольные полосовые домены [5–7]. Необходимое сужение полосовых доменов, можно обеспечить введением узких деформированных зон, создающих магнитные поля рассеяния и расположенных поперёк оси текстуры стальной ленты с промежутками меньшими, чем размеры зёрен [8–10].

Обеспечение высокой подвижности доменных границ, особенно необходимой в динамических условиях перемагничивания электротехнических материалов, требует повышения однородности, упорядочения их атомной структуры, уменьшения неоднородных внутренних напряжений, количества вредных примесей и включений [11,12].

Практическая реализация этих давно известных принципов и отыскание новых путей получения необходимой структуры и текстуры АЭС очень затруднительна. На решение этих проблем направлены усилия многих учёных-магнитологов заводских лабораторий металлургических предприятий и научно-исследовательских институтов, в том числе авторов обсуждаемой работы, выполненной за последние годы на лентах магнитомягких материалов – аморфных сплавов на основе кремнистого железа и АЭС разных марок. Эти перспективные решения реализованы путём механических (МО), термических (ТО), термомагнитных (ТМО), локальных деформационных (например, лазерных) обработок, нанесением магнитоактивных (растягивающих металл) неорганических электроизоляционных покрытий (ЭИП), и другими видами воздействий [13–18].

Анализ методов обработки магнитомягких материалов

Для исследований использовали ленты анизотропных электротехнических сталей (сплав Fe-3%Si с ребровой кристаллографической текстурой (110)[001]) различных марок 3406–3409 заводского изготовления (ГОСТ 21427.1–83.) рис.1. Размеры традиционных Эпштейновских образцов составляли 280х30х0,05–0,35 мм. Монокристаллы АЭС с различной кристаллографической ориентацией поверхности типа (110) и (100) имели размеры 120х5–10х0,05–0,5 мм. Ленты магнитомягких аморфных сплавов на основе железа составов $Fe_{78}Ni_1Si_9B_{12}$ (2НСР), $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{81}Si_4B_{13}C_2$ имели ширину 5 мм и толщину 0,02 мм. А в качестве изделий использовали различные трансформаторные магнитопроводы тороидального и

шихтованного видов. Магнитные потери $P_{B/f}$ – при индукции B (Тл) и частоте перемагничивания f (Гц), а также индукции B_{100} и B_{800} (в магнитных полях 100 и 800 А/м) измеряли на магнитоизмерительной установке МК-4Э, изготовленной ЗАО «НПО Интротест». Относительная погрешность измерений для доверительной вероятности 0,95 не превышала для индукции ±2%, для удельных магнитных потерь ±4%. Магнитную доменную структуру наблюдали с помощью метода порошковых суспензий и магнитооптического эффекта Керра.

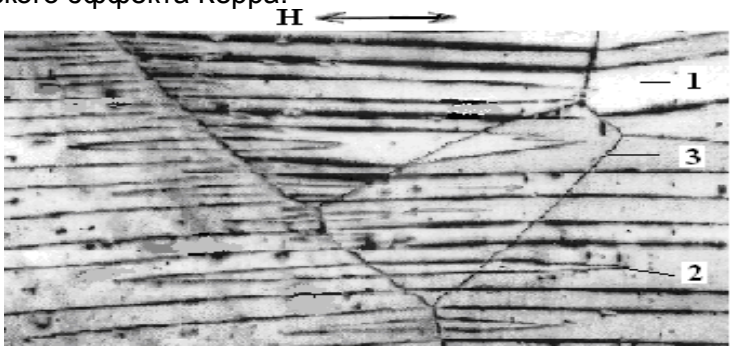


Рисунок 1 - Трансполикристаллитная структура 180-градусных широких полосовых (1) и клиновидных замыкающих (2) магнитных доменов, переходящих через границы зерен (3) сплава Fe-3% Si с кристаллографической текстурой (110)[001].

Растяжение поликристаллической ленты в производственных условиях осуществляют за счёт электроизоляционных магнитоактивных (растягивающих металл) неорганических покрытий, создающих плоскостную деформацию материала [7]. Магнитоактивные электроизоляционные покрытия были разработаны на основе бор содержащих магний-фосфатов [19–21], обладающих малым коэффициентом термического расширения (менее КТР сплава Fe-3%Si, равного $13 \cdot 10^{-6}$ K^{-1}). Эти покрытия на ленты сплавов наносили методами растворной керамики при повышенных температурах, в результате чего в процессе охлаждения композита металл-керамика создавали растягивающие напряжения в поверхностных слоях металла. Использовали также наносимые методом вакуумного плазменного осаждения наиболее тонкие покрытия из оксидов или нитридов (например, TiN), обладающих высокой адгезией к металлу. Применение методов позволяет снизить ширину основных полосовых 180° доменов и объем замыкающих структур, содержащих поперечно намагниченные 90° домены, препятствующие движению границ основных доменов при перемагничивании материала.

Локальную лазерную обработку (ЛЛО) материала проводили при использовании электро-ионизационного импульсно-периодического CO_2-лазера (λ=10,6 мкм) с постоянной регенерацией газа, прерывистым или непрерывным (используя цилиндрическую линзу) формированием участков лазерного воздействия на всей ширине ленты электротехнической стали или аморфных сплавов [16,22]. Локальное лазерное облучение поверхности готовой поликристаллической текстурованной стали и бескристаллитных аморфных лент с одноосной магнитной анизотропией проводили в виде узких (0,2 мм шириной) зон (барьеров) поперёк оси текстуры с различными промежутками между зонами лазерного воздействия, меньшими размера зерен. Данный метод позволяет создавать локальные магнитные поля рассеяния, уменьшать среднюю ширину основных полосовых 180° доменов в 2–4 раза, а также растягивать основной объём материала в межзонных промежутках.

Влияние метода термомагнитной обработки (ТМО) изучали в условиях нагрева, повышающего активность процессов диффузии атомов в постоянных магнитных полях, создающих одноосную магнитную анизотропию в материале, дополнительно к естественной кристаллографической анизотропии [23,24]. ТМО также выполняли в переменных магнитных полях, обеспечивающих не только повышение одноосной магнитной анизотропии, но и дестабилизацию магнитных доменов и их границ, а также значительное снижение ширины полосовых доменов, увеличивающееся с ростом

частоты действующего магнитного поля при обработке. В последнем случае улучшение магнитных свойств достигали не только вдоль направления магнитного поля, приложенного при обработке, как это имело место в постоянных магнитных полях, но одновременно и по всем другим направлениям в плоскости ленты [17,18].

Результаты экспериментов и их обсуждение

На разных этапах исследования эти методы применялись прежде всего к монокристаллическим материалам, где ожидалось получение весомых результатов с наиболее простой интерпретацией. При механическом растяжении монокристальных образцов с различной ориентацией поверхности, близкой к (110), вдоль оси текстур было получено значительное уменьшение магнитных потерь $P_{1,7/50}$ (при индукции 1,7 Тл, частоте перемагничивания 50 Гц) на 22–34% [5,6].

В производственных условиях при изготовлении прокатной поликристаллической ленты механическое растяжение, например, для снятия её рулонной кривизны, приводит к меньшему эффекту снижения магнитных потерь по причине неоднородности структуры широкой ленты электротехнической стали (рис. 2).

Из этого рисунка можно видеть, что растяжение электротехнической анизотропной ленты уменьшает коэрцитивную силу в 1,5 раза и магнитные потери на 8–10%, но приводит к необходимости значительного увеличения намагничивающих полей. Последнее связано с затруднениями перестройки доменной структуры при перемагничивании из-за снижения участия в этом процессе доменов, с направлениями намагниченности, отличными от ближайших к продольному растяжению, приложенному вдоль оси текстуры, направления [001] прокатки ленты.

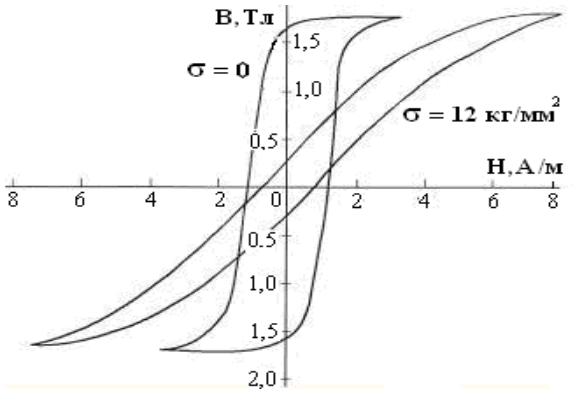


Рисунок 2 - Изменение формы петли магнитного гистерезиса при растяжении ленты трансформаторной стали марки 3407.

Условие постоянного растяжения электротехнической ленты обеспечивали созданием плоскостной деформации её поверхностных слоёв [7] магнитоактивными покрытиями, например, борсодержащими магний-фосфатными [13,19–21], толщиной ~2 мкм, с коэффициентами теплового линейного расширения (КТЛР) $(4–6)\cdot10^{-6}$ K^{-1}, меньшими, чем у стали $(13\cdot10^{-6}$ $K^{-1})$ [25]. Для наиболее тонких лент, в частности лент с аморфной структурой, использовали покрытия, наносимые путём плазменного вакуумного осаждения при высокой адгезии их к металлам. Они были синтезированы на основе оксидов или нитридов, например, TiN или CrO.

В тонких лентах стали (толщиной 80 мкм) и аморфных лентах сплава Fe-Si-B (толщиной 20 мкм) для магнитных потерь $P_{1,0/400}$ и $P_{0,3/5000}$ соответственно в результате нанесения покрытий было получено уменьшение магнитных потерь не более 15% [26]. Это связано прежде всего с плоскостным видом растягивающих напряжений, содержащих наряду с продольными также и поперечные составляющие воздействия¸ а

также с упругими свойствами самого покрытия и его малой толщиной, ограниченной требованиями высоких коэффициентов заполнения многослойного магнитопровода магнитным материалом. Важна и адгезия покрытия к металлу, определяющая сцепление между слоями металл-покрытие, а следовательно и эффективную величину действующих растяжений.

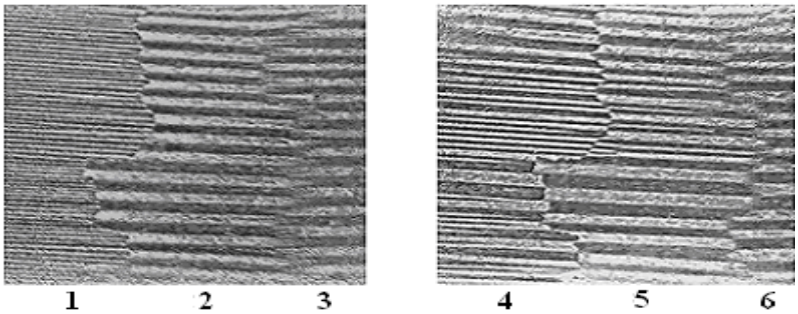


Рисунок 3 - Неоднородное изменение ширины доменов при удалении покрытия.
1–3 – зерна с покрытием; 4–6 – покрытие удалено.

На рис. 3 показано, что нанесение магнитоактивных, растягивающих покрытий существенно снижает ширину полосовых доменов в зёрнах только левой части образца и практически не влияет на размеры доменов в его правой части, где адгезия мала.

Другой вид обработки трансформаторных сталей, связанный с лазерным формированием поперечно ориентированных магнитоструктурных барьеров в виде узких зон, отличающихся по структуре от основного материала, даёт более высокий результат, чем при растяжении [5,6]. На этих зонах сосредоточиваются магнитные заряды и создаются локальные магнитные поля рассеяния, которые приводят к повышению плотности полосовых 180° доменов в 3–4 раза (рис. 4), и, соответственно, уменьшаются вихретоковые магнитные потери на 25–40%.

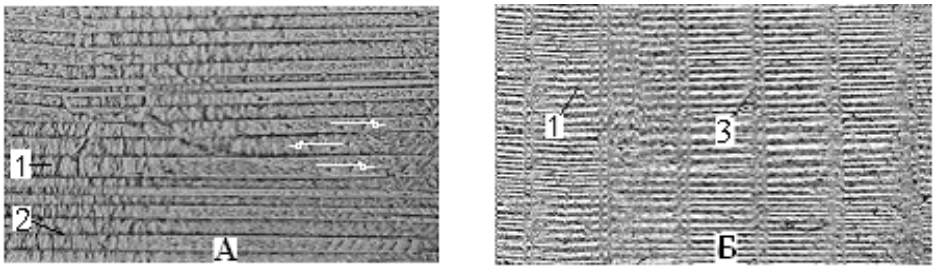


Рисунок 4 - Доменная структура электротехнической стали.
(А) до ЛО: 1–180° полосовые домены; 2–граница между доменами.
(Б) после ЛО: 1–измельченные домены; 3–зона ЛО; ↑– направление намагниченности доменов [001].

В условиях оптимального режима обработки – удельная плотность энергии облучения U=0,6 Дж/см^2, ширина зоны термического воздействия 0,2 мм, межзонные промежутки 5 мм, в аморфной ленты $Fe_{81}Si_7B_{12}$ при толщине 20 мкм и скорости движения ленты 0,5 м/с получено снижение магнитных потерь $P_{1,0/400}$ на 20%, по сравнению с магнитными потерями в исходном отожженном состоянии ленты [27]. В образцах трансформаторной стали марки 3408 толщиной 0,3 мм снижение полных магнитных потерь по характеристикам $P_{1,5/50}$ и $P_{1,7/50}$ составило 14% и 9% соответственно [28]. С приближением её толщины к оптимальной величине 0,18 мм и совершенства её текстуры к оптимальной ребровой (110)[001] (B_{800}~1,95–1,98 Тл),

снижение магнитных потерь оказывается более значительным и по характеристике $P_{1,5/50}$ может достигать 20% [29].

Величина эффекта снижения магнитных потерь, достигаемая после ЛЛО стали, существенно зависит от степени совершенства её кристаллографической текстуры. Например, как выявлено на монокристальных полосках сплава Fe–3%Si с кристаллографической ориентацией, близкой к (110)[001], она резко уменьшалась от max 45 до min 13% при возрастании от 1 до 3,5° угла отклонения β осей легчайшего намагничивания зерен от плоскости образца (рис. 5).

При лазерной обработке следует учитывать отражательную способность металлических лент, в частности существенно различающаяся на двух поверхностях у аморфных сплавов, изготовленных методом спиннингования – закалки расплава на поверхности вращающегося вала.

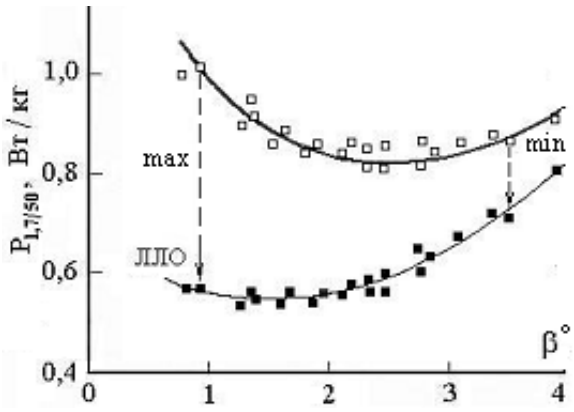


Рисунок 5 - Зависимость эффекта снижения магнитных потерь $P_{1,7/50}$ монокристаллов сплава Fe-3% Si при ЛЛО от величины угла β отклонения их осей легчайшего намагничивания от плоскости образца.

Аналогичные зоны локальной деформации на поверхности лент магнитомягких поликристаллических и аморфных сплавов создавали механическим скрайбированием, а также и локальным изгибом лент магнитомягких сплавов. Сравнение результатов, полученных этими методами, с результатами ЛЛО материалов показали большую эффективность и технологичность последней. В частности, на сталях средних марок 3407 после скрайбирования или лазерной обработки снижение магнитных потерь составляло 12 и 16% соответственно [30].

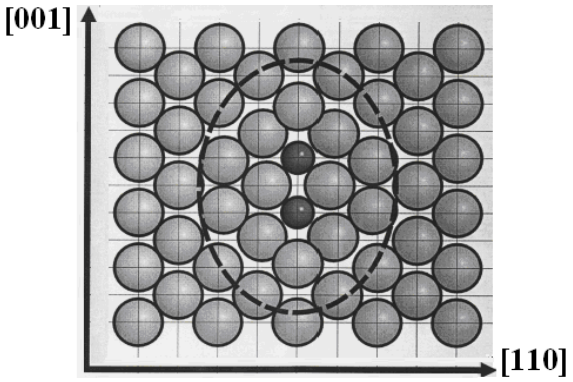


Рисунок 6 - Анизотропный кластер в сечении плоскостью (110) кристаллической решётки сплава Fe-3%Si.В центре группы атомов Fe – пара атомов Si.

Эффективным воздействием на структуру магнитомягких материалов и сплавов является также термомагнитная обработка [17,18]. При этом для обеднённого кремнием сплава Fe–3%Si в постоянном магнитном поле индуцируется дополнительная одноосная магнитная анизотропия за счет образования в решётке α-Fe вкраплений кластеров с B2 атомным упорядочением пар примесных атомов Si–Si, окружённых **растянутыми** ячейками Fe-ОЦК матрицы (рис.6) [12]. Анизотропная форма кластеров, более протяжённых вдоль оси лёгкого намагничивания [001], ближайшей к направлению поля, приводит к соответствующей перестройке доменной структуры и к снижению магнитных потерь. Снижение $P_{1,7/50}$ изменяется от 9 до 30% в зависимости от ориентации магнитного поля – вдоль или поперёк оси текстуры [17]. При этом начальная и максимальная магнитные проницаемости увеличиваются в 1,4 и 7 раз соответственно [17].

Более эффективно применение ТМО в переменном магнитном поле, которое позволяет не только повышать одноосную магнитную анизотропию, но и дестабилизирует движение доменов и их границ. При этом с ростом частоты значительно увеличивается и число магнитных доменов, что ведет к снижению магнитных потерь.

На рис.7 представлена зависимость относительного изменения магнитных потерь ΔP/P % (изменение потерь после ТМО с частотой изменения магнитного поля 80 кГц, по отношению к потерям, измеренным после отжига без поля) от частоты поля при измерении уже обработанных образцов, например, сплава $Fe_{81}Si_7B_{12}$ [31]. Видно, что во всем исследованном диапазоне частот перемагничивания (400 Гц–40 кГц) ~ТМО в переменном поле дает существенно больший эффект снижения потерь, по сравнению с =ТМО в постоянном поле, а начальная магнитная проницаемость увеличивается втрое (с 3500 до 10800 ед.[31]).

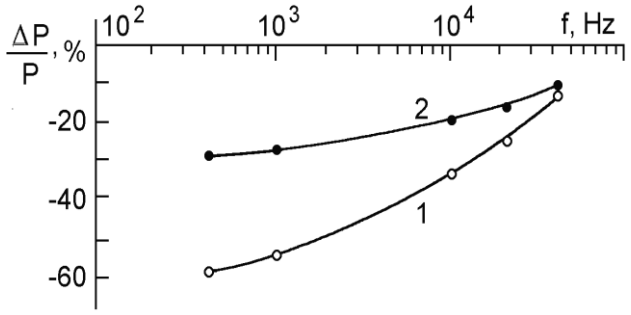


Рисунок 7 - Частотная зависимость относительного изменения магнитных потерь, измеренных при индукции 0,5 Тл в тороидальных и ленточных образцах аморфного сплава $Fe_{81}Si_7B_{12}$ после ТМО в переменном (1) и постоянном (2) магнитных полях.

С применением комплексной ТМО+ЛЛО обработок на вышеуказанных образцах были получены высокие результаты [32], в частности, вдоль оси текстуры стали (оси легкого намагничивания), вдоль которой в основном используется её перемагничивание в магнитопроводах, снижение потерь $P_{1,5/50}$ достигало 22–27% (в исходном состоянии образцы имели характеристику B_{2500} равную 1,92–1,94 Тл). Причем эффект от применения самой ЛЛО составлял 8–15%. Абсолютная величина магнитных потерь после различных обработок представлена в таблице 1.

Таблица 1 - Уровень полных магнитных потерь $P_{1,5/50}$ и их составляющих – гистерезисных $P_г$ и вихретоковых $P_в$ (Вт/кг) при амплитуде индукции 1,5 Тл и частоте перемагничивания 50 Гц в стали Fe-3%Si, после различных обработок, включая комплексную.

Магнитные потери Вт/кг	Обработки				
	Исх	~ТМО	ЛЛО	~ТМО+ЛЛО	ΔP/P %
$P_{1,5/50}$	0,68	0,58	0,54	0,50	-26
$P_г$	0,24	0,21	0,26	0,25	+ 4
$P_в$	0,44	0,37	0,29	0,25	-43

В образцах аморфной ленты был получен более высокий результат снижения магнитных потерь, составляющий 30–35% (табл. 2), по сравнению со стальными образцами, что обусловлено меньшей толщиной ленты и большей шириной её доменов в исходном состоянии [27].

Таблица 2 – Магнитные свойства аморфного сплава $Fe_{81}Si_4B_{13}C_2$ после различных обработок.

Обработки	μ_0	μ_{max}	H_c, А/м	B_r, Тл	$P_{1,0/400}$, Вт/кг
Отжиг без Н	3500	65000	5	0,77	2,1
МО в Н=	4600 (30%)	150000 (130%)	4,0(-20%)	0,91 (18%)	1,7(-17%)
МО в Н~	6000 (70%)	280000 (330%)	2,3 (-54%)	0,85(10%)	1,5(-29%)
ТМО+ЛЛО	4800 (37%)	180000 (177%)	3,2 (-36%)	0,56 (-17%)	1,3(-38%)

В скобках даны в процентах изменения магнитных характеристик материала от их исходных величин (в состоянии после отжига).

Таким образом, экспериментально обнаружен эффект значительного снижения магнитных потерь при комплексной обработке (~ТМО+ЛЛО), за счет усиления магнитной одноосной анизотропии и дробления доменов трёхосных и аморфных материалов термомагнитной обработкой в переменном магнитном поле и лазерным облучением. Эффект также связан с дестабилизацией границ магнитных доменов при их движении в процессе перемагничивания материала.

При исследовании образцов выявлено существование оптимальной плотности энергии облучения лазером (приводящей к минимуму магнитных потерь на вихревые токи $P_в$) и ее вариаций по длине образцов (~10%), связанных с нестабильностью излучения, различием физико-механических свойств стали и состоянием её поверхности. Условная плотность энергии облучения U определялась по формуле [16]:

$$U = E\eta/vL,$$

где E–мощность лазерного излучения (Вт); η–относительный коэффициент поглощения; v–скорость сканирования лазерного луча (см/с); L–расстояние между соседними магнитоструктурными барьерами (см).

Например, для образцов АЭС с текстурным параметром B_{2500}=1,94 Тл и толщиной 0,3–0,5 экспериментально опробована оптимальная величина плотности энергии облучения, соответствующая U=2 Дж/см^2

Поскольку полученные результаты выявили существенную зависимость от управляемых характеристик лазерного излучения и физико-механических параметров материала (толщины, неоднородности структуры, интервала межзонных участков и отражательной способности поверхности образцов), то возникает необходимость в контроле оптимальных условий обработки. В особенности, когда идет речь о производимых материалах в виде лент и рулонов.

Среди опробованных физических методов неразрушающего контроля наиболее эффективным в условиях движения обрабатываемой ленты оказался вариант с использованием феррозондового метода и на его основе разработанной для этой цели специальной аппаратуры [33, 34]..

Физическая суть его применения связана с тем, что вблизи поверхности обработанных лазером образцов наблюдаются магнитные поля рассеяния периодической структуры, напряжённость которых зависит от интенсивности проводимой лазерной обработки. По результатам измерения напряженности поля рассеяния от зон лазерной обработки, можно управлять интенсивностью лазерного облучения.

Практическая реализация феррозондового метода связана с обнаруженной корреляцией (рис. 8) между изменениями магнитных потерь $P_{1,7/50}$ (при амплитуде B ~1,7 Тл и частоте f~50 Гц) и снижением магнитной индукции B_{100} (индукция в поле 100 А/м), соответствующим увеличению магнитного поля рассеяния H_p в зонах лазерного воздействия, при управлении плотностью энергии излучения CO_2–лазера.

Рисунок 8 - Зависимость величины магнитной индукции B_{100} и снижения магнитных потерь $P_{1,7/50}$ от интенсивности локального лазерного воздействия [34].

Минимуму магнитных потерь в материале соответствует некоторое определенное снижение индукции (рис. 8). В обрабатываемом образце трансформаторной стали поддержание максимума снижения магнитных потерь при воздействии ЛЛО обеспечивается сохранением оптимальной амплитуды сигнала, возникающего на магниточувствительных элементах (МЧЭ) 1 и 2 (размерами 0,1х2,5 мм) феррозондового датчика при прохождении вблизи них полей рассеяния H_p от зон лазерного воздействия (рис.9). При исследовании магниточувствительные элементы датчика размещались вертикально на высоте 1 мм над лентой 3 трансформаторной стали толщиной 0,3 мм. Причем элементы 1 и 2 располагались друг за другом вдоль длинной стороны образца посредине его ширины на расстоянии 2 мм один от друга. Способ их соединения позволил измерять горизонтальный градиент вертикальной составляющей магнитного поля рассеяния H_p областей спонтанной намагниченности в зонах воздействия ЛЛО стали, четко выявляя её интенсивность.

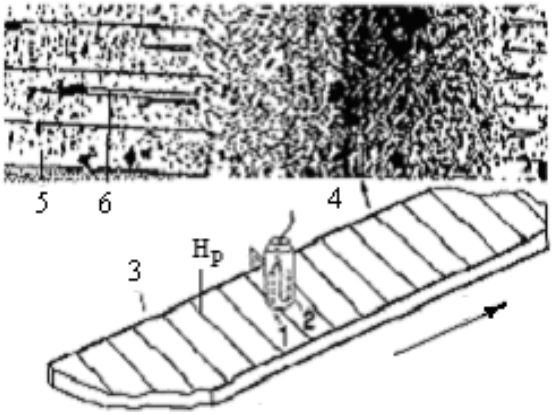


Рисунок 9 - Положение МЧЭ (1, 2) феррозондового датчика над образцом Fe–Si стали (3); Зоны ЛЛО (4) и формирующиеся вблизи 180° полосовые(5) и клиновидные замыкающие домены-зародыши перемагничивания (6); H_p – магнитное поле рассеяния в зоне воздействия ЛЛО.

Магнитные домены и термостабилизация зон ЛЛО

В лентах Fe-Si стали после введения лазером слабомагнитных частиц, предварительно нанесенных на их поверхность (рис.10,Б), или после локального изгиба (рис.11,А), механического скрайбирования резцом (рис.11,Б), а затем подвергнутых высокотемпературной термической обработке, происходит релаксация неоднородных напряжений. Эти напряжения возникли от локальных механических или тепловых лазерных деформаций и от введенных частиц с иным, чем у стали, коэффициентом теплового расширения. В результате уменьшается ширина зон, занятых полосами скольжения (рис.10Б и 11А), объём комплексов из замыкающих призматических (рис.11Б) и каплевидных доменов (рис.11А) с внутриобъёмными 90° частями вблизи зон, а также возрастает одноосная продольная анизотропия. При этом на неоднородностях намагниченности вблизи введёных слабомагнитных частиц, субструктурных границ и боковых сторон деформированных зон остаются магнитные поля рассеяния.

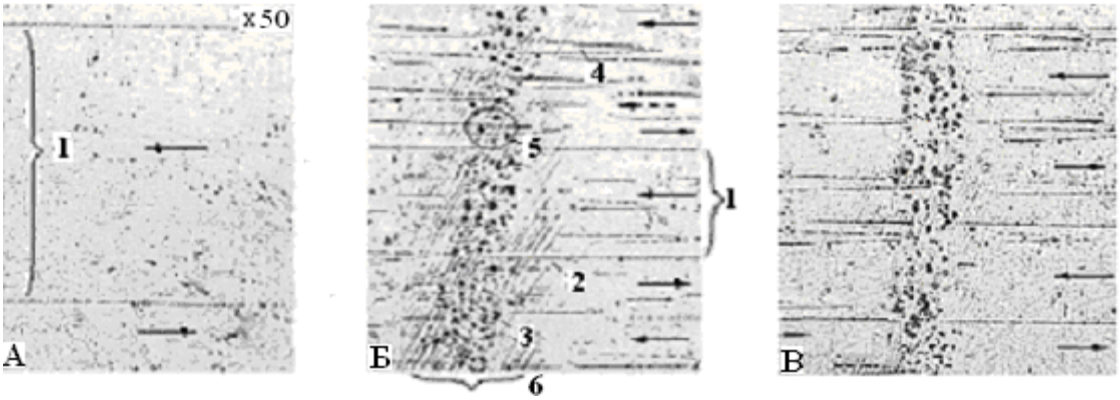


Рисунок 10 - Доменная структура образца электротехнической стали до и после ЛЛО: А–ширина основного полосового 180° домена до ЛЛО (1); Б–доменная структура после воздействия ЛЛО и примесных веществ – дефектов (1), полосы скольжения плоскостей кристаллической решетки (2) в зоне термической деформации (сжатия) образца (6), примесные вещества – дефекты (3), замыкающие 90° домены (4) вблизи зон ЛЛО, область с малым количеством примесных веществ (5);
В–доменная структура после 700°С отжига, удалившего полосы скольжения. ← - направление намагниченности основных полосовых доменов.

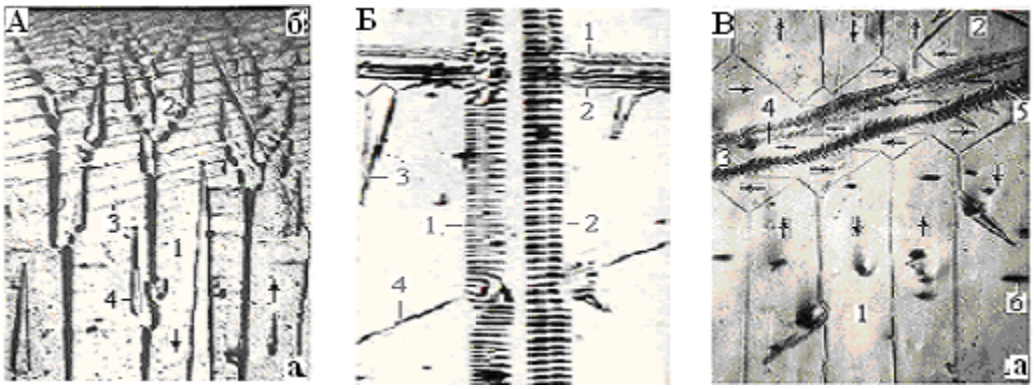


Рисунок 11- А–структура полосовых 180° доменов (1) типа а, переходящая в комплексы треугольных замыкающих доменов (2) поперечной намагниченности (структура типа б-с) в деформированной лазером зоне с полосами скольжения (3) на поверхности типа (110) кристалла Fe-3%Si, замыкающие каплевидные и клиновидные домены (4) связанные с границами 180° доменов (1);
Б–ряды малых замыкающих доменов типа а (1) и (2) на растянутых боковых участках продольно и поперечно расположенных линий скрайбирования на участке поверхности кубической ориентации (100) сплава Fe-3%Si, 3-клиновидные домены обратной намагниченности, замыкающие магнитный поток пар призматических доменов вблизи деформированных скрайбированием участков зерна; В–структура полосовых 180° доменов типа а (1) с намагниченностью по оси [001], переходящая в комплексы треугольных (призматических) замыкающих 90° доменов (2) с поперечной намагниченностью по оси [010] в деформированной скрайбированием зоне (3) с поперечно ориентированными 180° доменами (4), цепочки мелких замыкающих субобластей (доменов) (5) на боковых краях деформированной зоны с поперечной ориентацией намагниченности по оси [001] размагниченного кристалла типа (100) после его отжига при 700° С; полосы магнитного насыщения (6);
← - направление намагниченности доменов.

Поэтому в межзонных промежутках, существенно меньших по сравнению с величиной зёрен, происходит дробление основных 180° полосовых доменов (1) с продольной намагниченностью по оси [001], ширина которых уменьшается в 2–3 раза (рис.10А,Б). Магнитный поток основных доменов (3) замыкается через домены (2) с поперечной намагниченностью вблизи зон деформации (1,2) (рис.11Б). Это и приводит к уменьшению скоростей движения границ полосовых доменов, а следовательно, и к уменьшению вихретоковых и полных магнитных потерь в лентах стали. На боковых краях деформированных зон (1,2) могут возникать цепочки мелких доменов с намагниченностью, ориентированной по оси растяжения [100], перпендикулярной длине царапин (рис.11Б).

После комбинированной обработки образцов (ЛЛО+ТМО) именно вблизи боковых участков зон деформации, где возникают наибольшие размагничивающие поля, в процессе перемагничивания при снижении напряжённости намагничивающего поля от поля насыщения возникают мелкие поперечно намагниченные замыкающие доменов, снижая магнитостатическую энергию образца. При дальнейшем снижении напряжённости поля, для замыкания их магнитных потоков, возникают клиновидные 180° домены обратной намагниченности (рис.11В), переходящие в основные полосовые домены. Внутри основных доменов вблизи локальных дефектов-включений формируются отдельные замыкающие субобласти (домены), снижающие в этих участках рост магнитостатической энергии кристалла (рис.11Б, справа).

Обнаружено, что зоны деформации могут являться не только источниками зарождения доменов типа 1, 2, 3 при перемагничивании, но и вызывать задержку роста клиновидных зародышей перемагничивания, ранее возникших вблизи наиболее активных дефектов с большими магнитными полями рассеяния, например, на краях

образца или на межзёренных границах наиболее взаимно разориентированных зёрен [8].

В целом, за счёт дробления основных полосовых доменов лазером или механическим скрайбированием и перехода зародышей новых клиновидных доменов в основные домены, который происходит вблизи зон деформации при перемагничивании, обеспечивают существенное возрастание числа активных доменных границ, снижение их скоростей движения и величины полных магнитных потерь на 12–14% (табл. 3) за счет их вихретоковой составляющей.

Комплексное воздействие ЛЛО или скрайбирования, а также расплава частиц порошковых дефектов и последующего отжига образцов (400° С-1 час) в переменном магнитном поле (1,4 кА/м) изменяет магнитную структуру стали (рис.8) и снижает магнитные потери на 16–19% (табл. 3). Сохраняется и большая доля этого эффекта снижения потерь (13%) при нагреве стали до 700°С, в то время как, при обычной ЛЛО эффект в два раза меньше (7%).

Таблица 3 - Магнитные потери и их изменение после скрайбирования и ЛЛО стали марки 3407и аморфной ленты $Fe_{81}Si_4B_{13}C_2$ с последующим отжигом

Сплавы; покрытие	Свойство	Магнитные потери (W/kg) и их изменение (%) при состояниях			
		Исх.	ЛЛО	Скраб.	ЛЛО+ТМО
Fe-3%Si, покрытие Mg–P–B	$P_{1.7/50}$, W/kg	1.18	1.01	1.10	0.99
	Изменение, %	-	13.5	7	16
термоусиленное в зоне ЛЛО	$P_{1.7/50}$, W/kg	1.16	0.97	-	0.94
	Изменение,%	-	16	-	19
Аморфная лента	$P_{1/400,}$ W/kg	1.60	1.25	-	1.11
	Изменение,%	-	19	-	31

В случае повышения удельной мощности лазерного облучения от 2,0 до 2,8 кВт/см^2, выполняемого с учётом большей толщины ленты стали, в магнитной структуре типа А с широкими полосовыми доменами (1) и 180° границами (2) формируется больший объем замыкающих доменов (3) со структурой типа б-с [35] (вверху рис.11А) и полосы скольжения. В этой структуре, границы внутриобъемных 90° доменов и призматических доменов (3), замыкающих их магнитный поток вблизи поверхности, ориентированы по кристаллографическим направлениям типа [111] при толщине ленты 0,50–0,35 мм (см. объёмную схему на рис. 14) или – по направлениям типа [110] в более тонких лентах толщиной ~0.2 мм. Увеличение объёмов деформированных зон и 90° доменов при росте удельной мощности лазерного излучения, например, до 72 и 106 кВт/см^2 в области частот перемагничивания 20–500 Гц, приводит к скачкообразному движению участков доменных границ и катастрофическому росту магнитных потерь на 30 и 60% соответственно [36,37].

Аналогичным образом и увеличение угла наклона оси легчайшего намагничивания [001] относительно поверхности кристаллов (угол β), определяющего плотность замыкающих каплевидных доменов, возникающих для снижения магнитостатической энергии образца [2, 38], также увеличивает задержки движения доменных границ и магнитные потери при перемагничивании, а также приводит к нежелательному снижению магнитной индукции образца. Поэтому требуется повышение текстуры стали до оптимальной степени совершенства и оптимизация мощности лазерного облучения с учётом условий обработки.

Подбор химического состава внедряемых слабомагнитных дефектов с большим отличием их коэффициентов теплового расширения от КТР сплава и повышение доли этих примесных дефектов внедрения в зонах лазерного воздействия в стали с оптимальной текстурой (угол в ~2,5–3,0°, B_{800} ~1,93 Тл) позволяют достигать снижения магнитных потерь на 20–25% [39]. При этом эффект локальной лазерной обработки

сохраняется до больших температур при последующем отжиге, необходимом, например, при снятии краевого наклепа в элементах трансформаторного магнитопровода.

В ленте из аморфного сплава $Fe_{81}Si_4B_{13}C_2$ создание поперечно ориентированных зон со структурой, изменённой лазерным воздействием или скрайбированием, также существенно снижает магнитные потери. При глубине воздействия ~7–9 мкм и межзонными промежутками 3–5 мм, снижение магнитных потерь, например, $P_{1/400}$ составляет 12–16%. Применение уже комбинированного воздействия в условиях создания поперечных зон при ЛЛО и отжиге в высокочастотном магнитном поле напряженностью ~0,8 кА/м и частотой 50–60 кГц, позволяет в ленте сплава снизить магнитные потери $P_{1/400}$ практически на треть (от 1.60 до 1.11 Вт/кг, см. табл. 3), коэрцитивную силу в 1.5–2 раза раз и повысить начальную и максимальную магнитные проницаемости в 3–4 раза (μ_{max} от 65000 до 280000 отн. ед.) [31]. Однако при изготовлении трансформаторных магнитопроводов из такой ленты, магнитные свойства существенно ухудшаются из-за появления напряжений в ленте от её изгиба.

Значительные напряжения возникают и в пластинчатых элементах шихтованных магнитопроводов, в результате их вырезки из готовой ленты стали и сборки в стопу. Поэтому требуется улучшать магнитные свойства и в изделиях.

Шихтованные магнитопроводы

Как показывают исследования, в пластинчатых элементах вблизи зоны лазерного воздействия возникают области пластической деформации. Такого рода деформация формирует сжимающие напряжения, перпендикулярные этим зонам, а межу зонами – растягивающие напряжения. В результате обрабатываемая поверхность оказывается вогнутой. Это связано с тем, что на данной поверхности ленты чередуются сжимающие и растягивающие напряжения, а на противоположной стороне ленты присутствуют только растягивающие напряжения. Таким образом, формирование данного изгиба может приводить к существенному росту магнитных потерь при сборке магнитопроводов.

Для исследований и улучшения свойств использовали пластинчатые изделия, аналогичные промышленным штампованным элементам для магнитопроводов однофазных стержневых трансформаторов малой мощности (~14VA). Магнитопроводы собирали из отдельных пластинчатых ярем и стержневых П-образных элементов (рис.12), выполненных из тонколистовой электротехнической стали (сплав Fe-3%Si с ребровой кристаллографической текстурой (110)[001]) марки 3408 [40], приготовленной по известной технологии [22] .

Магнитные потери $P_{B/f}$ при индукции B (Тл) и частоте перемагничивания f (Гц) в этих отдельных элементах и магнитопроводе в целом измеряли в установке МК-4Э для образцов малой массы, в замкнутой магнитной цепи. Относительная погрешность измерений для доверительной вероятности 0,95 не превышала ±2% для индукции и ±4% – для удельных магнитных потерь. Магнитную доменную структуру наблюдали с помощью методов магнитопорошковых суспензий.

Для улучшения электромагнитных свойств прямоугольных пластинчатых ярем и стержневых П–образных элементов шихтованных магнитопроводов после их штамповки из рулонной ленты стали подвергали отжигу для снятия краевых напряжений при температуре 700–800°С в течение 60–20 минут и медленно охлаждали до 20°С, при одновременном нанесении магнитоактивного электроизоляционного покрытия на основе магний-фосфатов. После этого измеряли исходные магнитные характеристики элементов.

Затем на отдельных прямоугольных пластинах-ярмах магнитопровода и на стержневых частях П-образных элементов, ориентированных вдоль прокатки, поперек направления прокатки наносили зоны локального лазерного воздействия по всей длине этих пластин, для стали с крупным зерном 15–50 мм с интервалом 5–3 мм, с

мелким зерном 5–15 мм – с интервалом 15–5 мм. В местах сочленения отдельных пластин ярма и стержней лазерное воздействие осуществляли ступенчато, формируя угловой фронт под углом 45° к направлению прокатки пластин. На ярмах П–образной части магнитопровода, наносили зоны локального лазерного воздействия вдоль направления прокатки (рис.12).

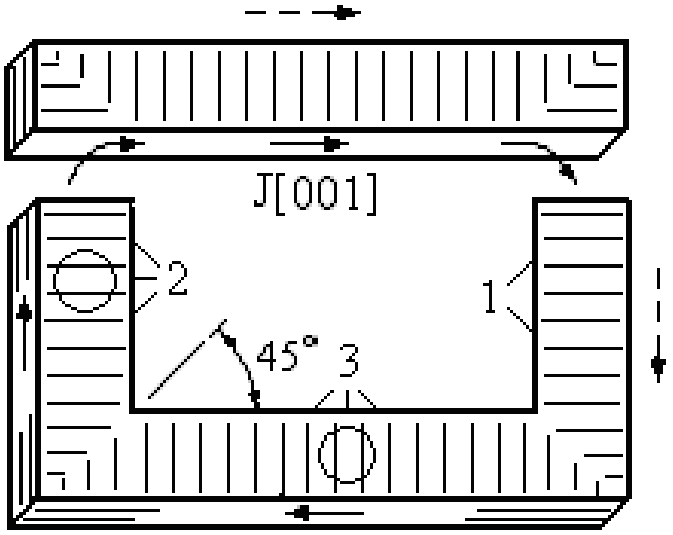
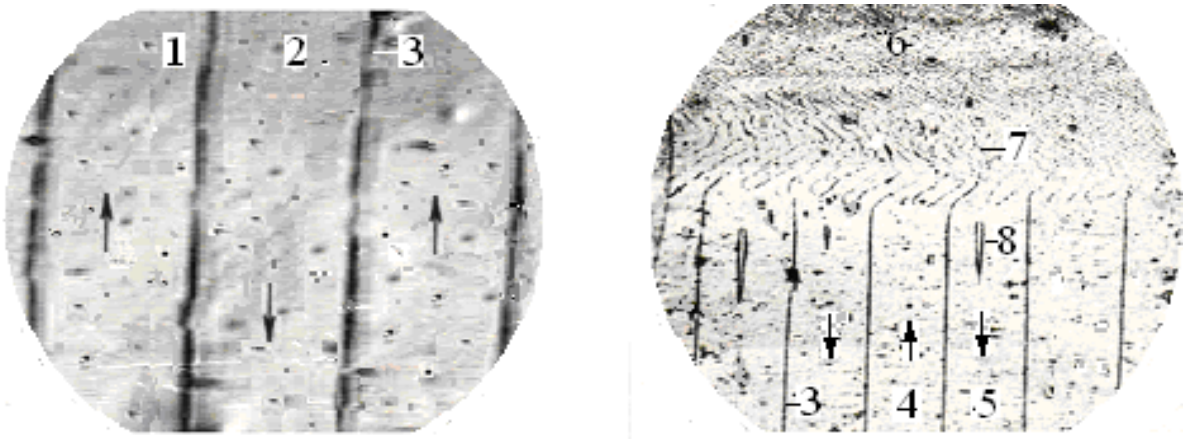


Рисунок 12- Схема оптимального формирования деформационных зон лазерного воздействия в пластинчатых отдельных ярмах и стержневых П-образных элементах шихтованного стержневого магнитопровода. – – → – направление прокатки [001] анизотропной электротехнической стали; 1–деформационные зоны лазерного воздействия; 2–участки элемента с ориентацией вдоль прокатки; 3–участки элемента с ориентацией поперек прокатки.

Далее формировали пакет замкнутого магнитопровода, укладывая концы пластин встык друг к другу под углом 90° в каждом слое и в последующем слое в нахлёстку к предыдущему слою, перекрывая стыки между пластинами. Причем зоны лазерного воздействия на трансформаторной стали больших толщин (0,3–0,8 мм) и с крупным зерном дополнительно наносили и на обратной стороне пластин. В собранном магнитопроводе измеряли магнитные потери и до, и после ЛЛО.

Физическая основа обработки отдельных элементов и в целом стержневого магнитопровода заключается в уменьшении ширины доменов, которое обеспечивает снижение скоростей движения их границ при перемагничивании и, следовательно, величину вихретоковых магнитных потерь. Эту задачу решали путём нанесения неорганического электроизоляционного покрытия с малым коэффициентом теплового линейного расширения ~$6\cdot10^{-6}$ град$^{-1}$, существенно меньшим КТЛР стали ($13\cdot10^{-6}$ град$^{-1}$ [25]), что создавало плоскостное растяжение металла с преобладанием, вследствие анизотропии его магнитоупругих констант, продольной составляющей ~0,6–0,8 кг/мм^2 и уменьшение ширины доменов, и магнитных потерь.

Создание на элементах в соответствующих направлениях (рис.12) узких зон ЛЛО (зона 6, рис.13Б) с магнитными полями рассеяния и промежутками ~5 мм, меньшими размера кристаллитов, а также растягивающих напряжений в этих промежутках [29,41–43], далее уменьшало ширину полосовых 180° доменов. Уменьшению размеров доменов способствует и возникновение вблизи деформированных зон клиновидных замыкающих доменов – зародышей перемагничивания (домены 8, рис. 13Б).



А Б

Рисунок 13. Фрагменты участков 2 (рис.12) до (А) и после (Б) лазерного воздействия с наведенной продольной магнитной анизотропией от лазерной деформации х30. А, Б – 1, 2, 4, 5 основные полосовые 180° домены структуры типа А; → – направление намагниченности доменов [001]; 3 – граница между доменами; 6 – зона лазерного воздействия; 7 – полосы скольжения и примыкающие к ним 180° домены (3, 4), и отдельные клиновидные замыкающие180° домены – зародыши перемагничивания (8). Рисунки получены с помощью магнитопорошковой суспензии.

При этом в пластинах шихтованного магнитопровода из магнитомягких сплавов с острой ребровой текстурой (110)[001] и большими размерами кристаллитов ширина доменов уменьшалась вдвое: от D=0,66 до 0,34 мм (домены 1, 2, рис. 13А перестраиваются в домены 4, 5 рис. 13Б).

Следовательно, уменьшаются и скорости движения доменных границ 3 при заданной частоте перемагничивания, и вихретоковая составляющая магнитных потерь, но лишь **в полтора** раза. Этот экспериментально полученный результат оказался существенно меньше предсказываемого теорией [44,45] четырёхкратного снижения магнитных потерь на вихревые токи. Это связано с нарушением однородной структуры кристаллитов в зонах тепловой лазерной деформации и в прилегающих к ним участках, где образуются полосы скольжения и области повышенной плотности дислокаций (участок 7, рис. 13Б). Задержки и скачкообразное движение доменных границ при взаимодействии с дефектами кристаллической решетки увеличивают среднюю скорость движения границ и вихревую составляющую магнитных потерь. При этом возрастает и гистерезисная составляющая магнитных потерь.

Такой обработке подвергали пластины магнитопровода (рис. 12), которые ориентированы **вдоль** направления прокатки стали, то есть пластины отдельных ярем и стержней из П-образных элементов.

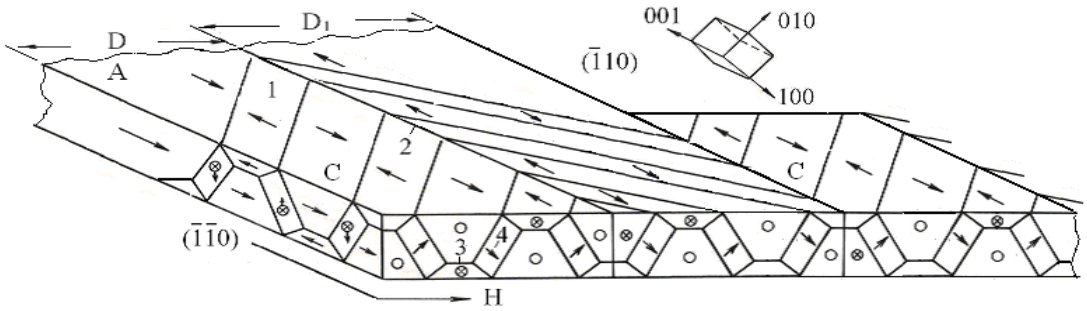


Рисунок 14 - Схема формирования объемной доменной структуры в угловых участках пластинчатых элементов шихтованного магнитопровода, имеющих ребровую (110) [001] ориентацию поверхности. Н–направление намагничивающего поля трансформатора за время П\2; → – ориентация намагниченности поверхностных замыкающих доменов (1), намагниченных вдоль и против направления легчайшего намагничивания [001], внутренних доменов (4) намагниченных вдоль направлений легкого намагничивания [010] и [100]; ⊗ – проекции намагниченностей внутренних доменов (4) на боковую плоскость кристаллита $(\bar{1}\,\bar{1}\,0)$; 2–граница между основными полосовыми180° доменами шириной D; 3–внутренняя граница между замыкающими доменами двух поверхностей пластинчатого элемента.

В участках П-образных элементов, соединяющих пластины стержней и имеющих ориентацию **поперёк** направления прокатки (участки 3, рис. 12) нанесение вдоль оси текстуры [001] зон деформации вызывает появление растягивающих напряжений, ориентированных **поперёк** оси текстуры. Это растяжение изменяет продольную магнитную анизотропию на **двухосную** поперечную, вызывая перестройку исходных основных полосовых 180° доменов шириной D из структуры А, с намагниченностью и границами, параллельными продольной оси [001], в структуру типа С [35], с поверхностными замыкающими доменами (1), намагниченными вдоль и против направления легчайшего намагничивания [001], и внутриобъемными 90° доменами (4), намагниченными поперечно, вдоль двух других осей легкого намагничивания [010] и [100]. Объёмная схема доменной структуры представлена на рис. 14. Движение границ внутриобъёмных доменов (4) этой структуры и обеспечивает перемагничивание магнитопровода в этих участках путем смещения границ доменов.

Следовательно, после лазерной обработки и в этих участках магнитопровода основная намагниченность доменов ориентирована вдоль осей легкого намагничивания (вдоль рёбер куба) и процесс перемагничивания совершается энергетически малозатратным механизмом смещения доменных границ, а не более трудным процессом вращения намагниченности в исходной магнитной структуре.

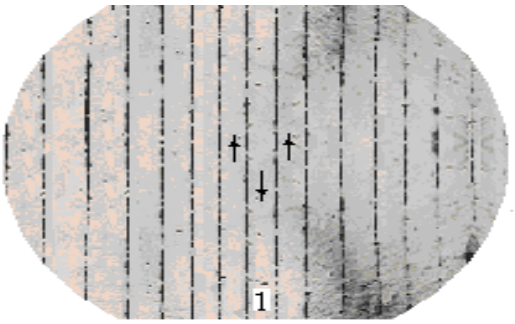


Рисунок 15 - Доменная структура типа А из основных 180° полосовых доменов (1) в стержневой части магнитопровода после комплексного воздействия ЛЛО и ТМО. х12.

Значительная доля магнитных потерь в магнитопроводе связана также с тем, что и в угловых участках замкнутого П-образного магнитопровода магнитный поток отклоняется от направления прокатки, то есть направления лёгкого намагничивания [001]. В этих участках эффективный способ уменьшения магнитных потерь магнитопроводов также связан с формированием в них, под действием ступенчато упорядоченных локальных деформаций (см. рис.12), новой доменной структуры типа С, аналогично участку 3 рис.12. Комплекс 90° доменов этой структуры с намагниченностью, ориентированной под углом 45° к поверхности пластин, и в этих угловых участках магнитопровода обеспечивает прохождение магнитного потока по направлениям легкого намагничивания, то есть с меньшими магнитными потерями энергии.

Рассмотренное выше изменение ширины доменов и расположение намагниченности в различных участках магнитопровода при задаваемой ориентации растягивающих напряжений обусловлено положительным знаком магнитострикции стали. Сформированная ориентация магнитного потока во всех участках магнитопровода только вдоль направлений легкого намагничивания, обеспечивает повышение магнитной индукции в заданном магнитном поле и полностью компенсирует её снижение, вызванное нарушением кристаллической решетки лазером в узких зонах и вблизи зон [46].

Отметим, что снижение вихретоковых потерь за счёт измельчения полосовых доменов лазерным облучением сопровождается нарушением кристаллической решетки вблизи зон лазерного воздействия и ростом гистерезисной составляющей магнитных потерь. Поэтому при локальной лазерной обработке следует находить оптимальный энергетический режим, узость зон деформации и оптимальные промежутки между ними.

Эффект снижения магнитных потерь, достигаемый в магнитопроводе после ЛЛО, составляет 9–14%, что и заметно компенсирует рост потерь, возникающих при сборке обычных элементов в магнитопровод. В сталях больших толщин (0,3–0,8 мм) этот эффект можно увеличить за счёт нанесения зон лазерного воздействия и на обратной стороне пластин (табл. 4).

Термическая или термомагнитная обработка магнитопровода [47,48], проводимая после ЛЛО [49], обеспечивает уменьшение объёма деформированных зон и доменов поперечной намагниченности, ссужая 180° полосовые домены (D=0,30 мм, рис.15). Она дополнительно, на 3–5 %, снижает магнитные потери (табл. 4).

Таблица 4 - Изменение полных магнитных потерь стали марки 3408 при создании шихтованного магнитопровода стержневого трансформатора из П-образных стержней и отдельных ярем до и после ЛЛО, ТО и ТМО

п/п	Состояния элементов магнитопровода	Магнитные потери ($P_{1.7/50}$), Вт/кг	Проводимые операции	Изменения $P_{1.7/50}$, %
1	рулонная сталь	1,13	–	–
2	обычный магнитопровод	1,38	1-2	22
3	ЛЛО с одной стороны	1,26	2-3	-9
4	ЛЛО с двух сторон	1,23	2-4	-11
5	ЛЛО + ТО	1,22	2-5	-12
6	ЛЛО + ТМО	1,19	2-6	-14

Толщина пластин 0,27 мм

В лентах стали, зёрна которой имеют двухосную кубическую (100)[001] текстуру, для снижения магнитных потерь требуется более простая ЛЛО. При такой ориентации сразу два предпочтительных направления лёгкого намагничивания – [100] и [010] расположены параллельно поверхности пластин. Это приводит к двум системам полосовых 180° доменов типа А во линейных участках прямоугольного магнитопровода

в целом и к простому переходу магнитного потока из продольного участка в поперечный через 90° доменные границы в угловых его частях (рис. 12Б, 16).

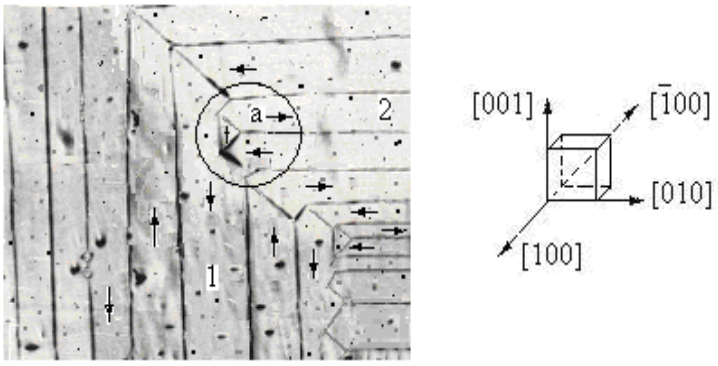


Рисунок 16 - Доменная структура в угловой части элемента магнитопровода, имеющего кубическую ориентацию поверхности (100). x20. ↓ – направление намагниченности основных полосовых 180° доменов.
а–фрагмент перехода структуры широких доменов (1), намагниченных вдоль и против направления [001], в более узкие домены (2), намагниченные вдоль и против направления [010], путем формирования пар смежных доменов (справа) с замыканием локальных магнитных потоков

В пластинчатых элементах такого магнитопровода необходимо нанесение лазером зон тепловой деформации лишь в протяженных участках, измельчая полосовые домены типа А. Процесс перемагничивания в таком магнитопроводе осуществляется поочередным расширением замкнутой цепочки доменов, намагниченных в направлениях по- или против движения часовой стрелки.

Приведённые выше примеры создания локальных зон деформации в магнитомягких сплавах лазерной обработкой наглядно показывают, что введение локальных дефектов атомной или кристаллической структуры может обеспечить значительное снижение магнитных потерь и закрепление положительных эффектов различных физических воздействий на материалы. Вопреки некоторым прежним представлениям об исключительно вредной роли дефектов в ферромагнетиках [50], изучение процессов перемагничивания раскрывает сложную роль микро- и макро-дефектов структуры сплавов в процессах зарождения доменов, движения доменных границ и формирования магнитных, в частности, гистерезисных свойств.

Локальные дефекты структуры и формирование свойств сплавов

При перемагничивании магнитомягких сплавов в процессе снижения напряженности магнитного поля из состояния магнитного насыщения зародыши перемагничивания появляются лишь в неоднородных участках структуры – на поверхности или на смежных границах наиболее взаимно кристаллографически разориентированных зёрен, где отклонение намагниченности от направления внешнего поля создаёт наибольшие магнитные поля рассеяния (рис.17)[51,52]. В процессе движения доменные границы взаимодействуют с локальными дефектами структуры, вызывая задержки и необратимые скачки намагниченности (скачки Баркгаузена) [50–53]. Эти явления увеличивают коэрцитивную силу, гистерезисные и вихретоковые магнитные потери в материалах и снижают технические характеристики изделий из них [38, 40,54].

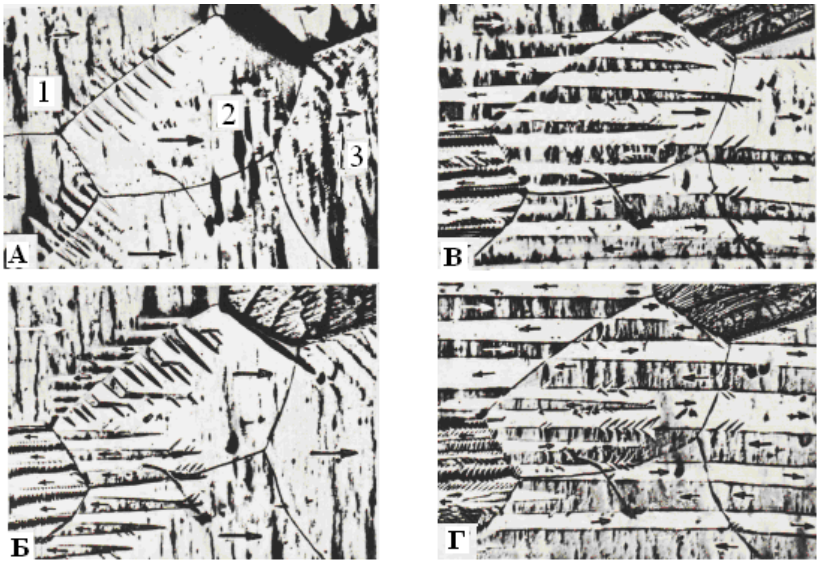


Рисунок 17 - Зарождение доменов на границе взаимно наиболее разориентированных зёрен 1 и 2, и отсутствие зарождения доменов на границе зёрен 2-3 при снижении величины магнитного поля от насыщающего (А – Г).

Неоднородные внутренние напряжения, возникающие при прокатке широких лент рулонной электротехнической стали, а также в процессе роста новых зёрен при рекристаллизационных отжигах лент, приводят к повышенной плотности дислокаций. Скопления дислокаций с наибольшей плотностью сосредоточиваются вблизи границ зёрен (рис.18), искажают вид магнитных доменов, увеличивают объём 90°магнитных фаз с магнитострикционными деформациями решётки кристаллов, изменяют динамику доменных границ при перемагничивании [55, 56].

Показано, что комплексы ячеистых дислокационных структур, возникающих под воздействием напряжений при рекристаллизационном отжиге и во время растяжения ленты для исправления её рулонной кривизны, значительно повышают магнитные потери. Обнаружено различие дислокационной структуры по длине и ширине рулона, связанные с процессами ползучести [57]. Наиболее деформированные участки в ленте стали с повышенной плотностью дислокаций от $5 \cdot 10^3$ до $5 \cdot 10^5$ $см^{-2}$, возникающие вблизи движущихся в процессе рекристаллизации межкристаллитных границ (рис.18), образуют субструктурные блоки, препятствующие движению доменных границ при перемагничивании. Отметим, что

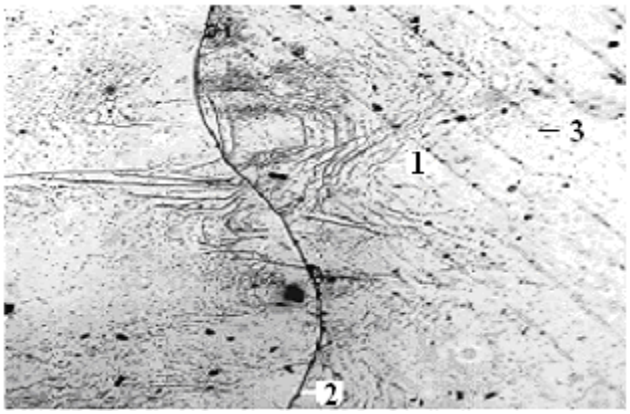


Рисунок 18 - Повышенная плотность дислокаций (1) вблизи межкристаллитной границы (2) и полосы скольжения (3). х6.

краевые участки ленты, где при механической вырезке создаются значительные напряжения и повышенная плотность дислокационных структур (ячеек) могут служить

источниками зарождения новых кристаллитов в процессе вторичной рекристаллизации, изменяя степень совершенства кристаллографической текстуры стали.

Исследования изменений кристаллической структуры и поведения магнитной структуры магнитомягких сплавов и изделий-магнитопроводов при воздействии магнитоактивных покрытий, механических и тепловых лазерных деформаций показали значительный эффект от последующих термических и термомагнитных обработок, повышающих однородность структуры и уровень электромагнитных характеристик магнитомягких материалов [18,31,32,59–60]. Технологические разработки по применению сравнительно малозатратных эффективных воздействий на материалы указывают на перспективность их применений в условиях заводского производства [61–64]. .

Заключение

Таким образом, результаты исследования показывают, что для уменьшения ширины полосовых магнитных доменов и магнитных потерь в анизотропных электротехнических сталях Fe-3%Si способ ЛЛО в настоящее время более эффективен и более применим в условиях заводского производства стали, чем предложенные ранее методы измельчения доменов локальным изгибом или скрайбированием. Выявлены особенности изменения типа и поведения магнитной доменной структуры анизотропных электротехнических сталей и аморфных лент в условиях упорядоченных тепловых деформаций при лазерном облучении и термомагнитной обработке.

Показано, что оптимизация типа, размерных характеристик доменов – и магнитной анизотропии при различной ориентации тепловых деформационных зон в продольных и поперечных (относительно оси текстуры) элементах шихтованных магнитопроводов трансформаторов из сплава Fe-3%Si приводит к уменьшению магнитных потерь на 9–11%, а при использовании последующей термической или термомагнитной обработки – на 14–16%, за счёт снижения вихретоковой составляющей магнитных потерь. В витых сердечниках из тонких лент магнитомягких аморфных сплавов на основе Fe-Si-B предварительные термомагнитная и лазерная обработки ленты приводят к снижению полных магнитных потерь на 18–22%. Представляемая комбинированная обработка магнитопроводов перспективна в решении вопросов энергосбережения при эксплуатации электротехнического оборудования.

Работа выполнена в рамках тем «Магнит» №АААА-А18-118020290129-5, «Диагностика» №АААА-А18-118020690196-3 и проекта УрО РАН №18-10-2-8.

Список литературы:

1. Драгошанский, Ю.Н. Зависимость электромагнитных потерь в монокристаллах кремнистого железа от кристаллографической ориентации их поверхности / Ю.Н. Драгошанский, В.А. Зайкова, Е.Б. Хан, А.З. Векслер // ФММ. – 1972. – Т. 34. – №5. – С. 987–994.

2. Драгошанский, Ю.Н. Влияние совершенства кристаллографической текстуры (110)[001] на величину электромагнитных потерь в трансформаторной стали / Ю.Н. Драгошанский, Н.К. Есина, В.А. Зайкова // ФММ.– 1978. – Т. 45. – №4. – С. 723–728.

3. Takahashi N., Ushigami Y., Yabumoto M. et al. Production of very low core loss grain-oriented silicon steel. – IEEE Trans. Magn. – 1986. – V. 22. – № 5. – P. 490–495.

4. Shilling J.W., Morris W.G., Osborn M.L., Rao P. Orientation dependence of domain wall spacing and losses in 3-percent Si-Fe single crystals. – IEEE Trans. Magn. – 1978. – V. 14. – №3. – P. 104–111.

5. Драгошанский, Ю.Н. Влияние кристаллографической ориентации и упругой деформации на электромагнитные потери монокристаллов Fe-3%Si / Ю.Н.

Драгошанский, В.А.Зайкова, Е.Б. Хан // Труды междунар. конф. по магнетизму «МКМ-73». – 1974. – Т.4. – М.: Наука. – С. 518–522.

6. Yamamoto N., Taguchi S. The effect of tensile stress on total loss of grain- oriented 3% silicon-iron. – II Proceedings conference Soft Magnetic Materials. Cardiff. – 1975. – P. 15–20.

7. Драгошанский, Ю.Н. Влияние плоскостных растяжений на доменную структуру и магнитные свойства кремнистого железа / Ю.Н. Драгошанский, Л.М. Шейко // Известия АН СССР. Серия физическая. – 1985. – Т. 49. – №8.– С. 1568–1572.

8. Драгошанский, Ю.Н. Формирование доменной структуры в магнитноодноосных и магнитнотрёхосных кристаллах: автореф. дис. канд. физ.-мат. наук / Ю.Н. Драгошанский. – Свердл. ИФМ АН СССР. – 1968. – 15 с.

9. Fiedler H.D., Pepperhoff W. Method for reducing loss of sheet metals. – Patent US. №3647575. – 1972.

10. Соколов, Б.К. Влияние характера распределения субструктуры на электромагнитные потери трансформаторной стали / Б.К. Соколов, В.В. Губернаторов, В.А. Зайкова, Ю.Н. Драгошанский // ФММ. – Т. 44. – №3. – С. 517–522.

11. Шур, Я.С. О нарушениях однородности намагниченности в пределах ферромагнитных доменов / Я.С. Шур, А.А. Глазер, Ю.Н. Драгошанский и др. // Известия АН СССР. Серия физическая. – 1964. – Т. 28. – №3. – С. 553–558.

12. Ershov N.V., Chernenkov Yu.P., Lukshina V.A., Fedorov V.I., Sokolov B.K. The structural origin of induced magnetic anisotropy in б-$Fe_{1-x}Si_x$ (x=0.05-0.08) alloys. – Physica B. – 2006. – V. 372. – P. 152–155.

13. Shimanaka H., Matoba I., Ichida T., Kobayashi S., Funahashi T. Development of a grain-oriented silicon steel with low magnetostriction. – Proceedings of conf. SMM-2. Wales, Cardiff. – 1975. – P. 269–274.

14. Драгошанский, Ю.Н. Влияние растягивающих напряжений на магнитные характеристики современной анизотропной электротехнической стали / Ю.Н. Драгошанский, Г.С. Корзунин, В.К. Чистяков и др. // ФММ. – 2006. – Т. 101. – №4. – С. 359–365.

15. Соколов Б.К., Губернаторов В.В., Носков М.М., Золотарев А.И. Способ термообработки электротехнической стали // Авт. свид. СССР –№652230. / Бюл. – 1979. – №10.

16. Соколов, Б.К. Структурные барьеры и снижение магнитных потерь в анизотропных электротехнических сталях / Б.К. Соколов, Ю.Н. Драгошанский // ФММ. – 1991. – №1. – С. 92–102.

17. Шулика, В.В. Об анизотропии эффекта термомагнитной обработки в электротехнических сталях / В.В. Шулика, И.Е. Старцева, В.К. Чистяков, Ю.Н. Драгошанский // ФММ. – 1988. – Т. 66. – №4. – С. 667–673.

18. Драгошанский Ю.Н. Способ высокочастотной термомагнитной обработки магнитомягких материалов // Патент РФ. – №2025504. / Бюл. – 1994. – № 24.

19. Ханжина Т.А., Бамбуров В.Г., Драгошанский Ю.Н. и др. Раствор для нанесения электроизоляционных покрытий на сталь и способ его получения // Авт. свид. СССР. – №1608243. / Бюл. – 1990. – № 43.

20. Ханжина Т.А., Бамбуров В.Г., Драгошанский Ю.Н. и др. Суспензия для получения электроизоляционного покрытия на аморфных электротехнических сплавах // Патент РФ.– № 1680412. –1991.

21. Драгошанский Ю.Н., Ханжина Т.А. Способ изготовления аморфного магнитного материала // Патент РФ. – № 1705407. / Бюл. – 1992. – № 2

22. Соколов, Б.К. Лазерная обработка электротехнических материалов / Ю.Н. Драгошанский, В.В. Шулика, А.П. Потапов // Сталь. – 1996. – №5. – С. 63–66.

23. Грэхем Ч. Термомагнитная обработка. – В.кн.: Магнитные свойства металлов и сплавов. – М.: ИИЛ. – 1961. – С. 374–441.

24. Старцева, И.Е. Индуцированная магнитная анизотропия железо-кремнистых сплавов и её влияние на доменную структуру и магнитные свойства / И.Е. Старцева // Сб. статей. Физические свойства магнитных материалов. – Свердл.: УНЦ АН СССР. – 1982. – С. 15–19.

25. Физические величины. Справочник. Под. ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мейлихова. – М.: Энергоатомиздат. 1991.– 1232 с.

26. Драгошанский, Ю.Н. Новые способы оптимизации магнитной анизотропии электротехнических лент / Ю.Н. Драгошанский, В.В. Шулика, А.П. Потапов // Сталь. – 1996.– №3. – С. 58–61.

27. Dragoshanskii Yu.N., Sokolov B.K., Gubernatorov V.V. et.al. Effect of local laser treatment on core loss in amorphous electrical alloys. – Phys. Met. Metallogr. – 1993. – V.75. – №1. – P. 44–48.

28. Dragoshanskii Yu.N., Gubernatorov V.V., Sokolov B.K. Effect of domain structure inhomogeneities on the magnetic properties of soft magnetic materials. – Phys. Met. Metallogr. – 2001. – V. 92. – Suppl.1. P. 52–56.

29. Nozawa T., Mizogami M., Mogi H., Matsuo Y. Magnetic properties and dynamic domain behavior in grain-oriented 3% Si-Fe. – IEEE Trans. Mag. Magn. – 1996. – V. 32. – №2. – P. 572–589.

30. Пудов, В.И. Перспективы модифицирования структуры Fe-3%Si сплавов в условиях лазерного и скрайбирующего воздействий / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Вестник Тамбовского университета. Естеств. и технич. науки. – 2016. – Т. 21. – №3. С. 970–973.

31. Dragoshanskii Yu.N., Shulika V.V., Potapov A.P., Tiunov V.F. Domain structure and properties of soft magnetic iron-based alloys with different magnetic treatment – Solid State Phenomena. 2011. –V. 168–169. –№4. P. 219–222.

32. Пудов, В.И. Лазерное деформирование и термомагнитная обработка магнитомягких сплавов / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский. // Сборник трудов. 53 Международная научная конференция. / Актуальные проблемы прочности. – Витебск. – 2012. – Ч.1. – С. 228–230.

33. Драгошанский, Ю.Н. Улучшение магнитных свойств анизотропных магнитомягких материалов лазерной обработкой и контроль ее эффективности / Ю.Н. Драгошанский, Б.К. Соколов, В.И. Пудов, Ю.Я. Реутов и др. // Доклады РАН. Серия: техническая физика. – 2003. – Т. 391. – № 1. – С. 44–46.

34. Соколов, Б.К. Оптимизация локальной лазерной обработки электротехнической стали феррозондовым методом / Б.К. Соколов, Ю.Я. Реутов, В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Дефектоскопия. – 2003 – №3. С. 54–61.

35. Жаков, С.В. Доменная структура и процессы намагничивания в трёхосных монокристаллах в поле, приложенном под углом к оси лёгкого намагничивания / С.В. Жаков, Б.Н. Филиппов, Ю.Н. Драгошанский // ФММ. –1979. – Т. –47. –№ 2. –С. 310–318.

36. Пудов, В.И. Эффект примесной термостабилизации зон лазерного воздействия на анизотропные магнитомягкие материалы / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Доклады академии наук. Серия: техническая физика. – 2013. –Т. 453, –№ 2. – С. 159–161. (DOI:10.7868/S0869565213320121).

37. Weidenfeller B., Anhalt M. Effect of laser treatment on high and low duction loss components of grain oriented iron-silicon sheets. – J. Magn. Magn. Mat. 2010. – V. 322. – P. 69–72.

38. Nozawa T., Matsuo Y., Kobayashi H. et al. Magnetic properties and domain structures in domain refined grain-oriented silicon steel (invited). – J. Appl. Phys. 1988, –V. 63, –№ 8.– P. 2966–2970.

39. Пудов, В.И, Магнитная доменная структура и термостабилизация зон лазерного воздействия в магнитомягких материалах / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Физика твердого тела. 2016.– Т. 58, № 2. – С. 252–258.

40. ГОСТ 21427.1–83. Сталь электротехническая холоднокатаная анизотропная тонколистовая. – М.: Госкомстандарт. 1983. С. 1–17.

41. Dragoshanskii Yu.N. Optimization of domain structure and minimization of magnetic losses in anisotropic electrical steels and alloys // Phys. Met. Metallogr. – 2000. – V. 89. Suppl. 1. – P. S73–79.

42. Nozawa T., Matsuo Y., Kobayashi H., Iwayama K., Takahashi N. Magnetic properties and domain structures in domain refined grain-oriented silicon steel. – J. Appl. Phys. – 1988. – V.63. – №8. – P. 2966–2970.

43. Драгошанский, Ю.Н. Возникновение напряжений в электротехнической анизотропной стали в процессе её лазерной обработки / Ю.Н. Драгошанский, Л.С. Каренина, В.Д. Соловей, Р.Б. Пужевич // ФММ. – 2011. – Т.112. – №2. – С. 140–145.

44. Williams H.J., Shockley W., Kittel C. Studies of the propagation velocity of a ferromagnetic domain boundary // Physical Reveal. – 1950. – V.80. – P.1090–1094.

45. Pry R.H., Bean C.P. Calculation of the energy loss in magnetic sheet materials using a domain model // J. Appl. Phys. – 1958. – V. 29. – №3. – P. 532–533.

46. Пудов, В.И. Доменная структура и магнитные потери шихтованных магнитопроводов при лазерной обработке / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // ФММ. – 2015. – Т.116. – №6. – С. 571–576.

47 Драгошанский, Ю.Н. Комплексные термомагнитная и лазерная обработки электротехнических материалов / Ю.Н. Драгошанский, В.И. Пудов, В.В. Губернаторов // ФММ. – 2011. – Т. 111. – №5. – С. 486–492.

48. Пудов, В.И. Формирование магнитной доменной структуры и свойств магнитопроводов в условиях упорядоченных лазерных деформаций / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Доклады академии наук. Серия: техническая физика. – 2017. – Т. 476. – № 1. – С. 26–29.

49. Пудов, В.И. Лазерное воздействие на анизотропные магнитомягкие материалы / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Сб. научных трудов VIII Международной научно-технической конференции / Современные методы и технологии создания и обработки материалов. – Минск: ФТИ НАН Беларуси. – 2013. – Кн. 2. – С. 423–427.

50. Чуйко, Н.М., Трансформаторная сталь / Н.М. Чуйко, Е.И. Мошкевич, А.Т. Перевязко и др. – М.: Металлургия. 1970. – 264 с.

51. Горкунов, Э.С. Эффект Баркгаузена и его использование в структуроскопии ферромагнитных материалов. Роль локальных дефектов ферромагнетиков / Э.С. Горкунов, Ю.Н. Драгошанский // Дефектоскопия. – 1999. – №6. – С. 3–23.

52. Горкунов, Э.С. Эффект Баркгаузена и его использование в структуроскопии ферромагнитных материалов. Роль размера кристаллического зерна / Э.С. Горкунов, Ю.Н. Драгошанский, М. Миховски // Дефектоскопия. – 1999. – №8. – С. 3–25.

53. Горкунов, Э.С. Эффект Баркгаузена и его использование в структуроскопии ферромагнитных материалов. Влияние углерода и легирующих элементов / Э.С. Горкунов, Ю.Н. Драгошанский, М.Миховски // Дефектоскопия. – 1999. – №12. – С. 3–24.
54. Губернаторов, В.В. Влияние механических и термических воздействий на доменную структуру и магнитострикцию магнитомягктих сплавов на основе железа / В.В. Губернаторов, Ю.Н. Драгошанский, Т.С. Сычёва и др. // ФММ. – 2012. – Т.113. – №9. – С. 888–893.
55. Соколов, Б.К. Неоднородность магнитных свойств анизотропной электротехнической стали и особенности дислокационных структур / Б.К. Соколов, Ю.Н. Драгошанский, В.С. Матвеева и др. // Дефектоскопия. – 2004. – №11. – С. 69–78.
56. Горкунов, Э.С. Исследование влияния кристаллографической анизотропии и доменной структуры ферромагнетиков на параметры двойного электромагнитно-акустического преобразования / Э.С.Горкунов, Ю.Н. Драгошанский, М.Н. Соломеин и др. // Дефектоскопия. – 2005. – №4. – С. 207–217.
57. Паркер Э.Р.,Уошбери Дж. Роль границ в явлениях ползучести // Сб. Ползучесть и возврат. – М: Металлургиздат. – 1961. – С. 260 – 290.
58. Драгошанский, Ю.Н. Улучшение магнитной структуры и свойств магнитомягких сплавов при модификации их поверхности / Ю.Н. Драгошанский, В.И. Пудов // Физика и химия обработки материалов. – 2013. – №3. – С. 48–52.
59. Пудов В.И., Перспективность применения аморфно-кристаллических покрытий для магнитомягких сплавов / В.И. Пудов, Ю.Н. Драгошанский // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2013. –№8. – С.44–48.
60. Драгошанский, Ю.Н. Оптимизация деформационными воздействиями структуры и свойств Fe-Si сплавов с разной текстурой / Ю.Н. Драгошанский, В.И. Пудов // Письма о материалах. – 2018. – Т.8. – №1(29). – С. 66–70. DOI: 10.22226/2410-3535-2018-1-66-70
61. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Способ изготовления анизотропной электротехнической стали // Патент РФ №2569260. / Бюл. №32. 2015.
62. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н., Соболев А.С. Способ обработки магнитопровода // Патент РФ №2510661. / Бюл. изобр. №10. 2014
63. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Способ обработки шихтованного магнитопровода броневого трансформатора // Патент РФ№2558370. / Бюл. №22. 2015
64. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Способ обработки шихтованного магнитопровода стержневого трансформатора // Патент №2565239. / Бюл. №29. 2015.

Глава 11 ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИХ ЭКСПЛУАТАЦИОННУЮ СТОЙКОСТЬ ЛИТОГО ИНСТРУМЕНТА И ОСНАСТКИ ИЗ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ

[1]Марукович Е.И., [2]Рудницкий Ф.И.
Институт технологии металлов НАН Беларуси, г. Могилев, Беларусь,
e-mail: maruko46@mail.ru
Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь,
e-mail: stl_minsk@tut.by

Опыт применения литейных технологий при изготовлении литых заготовок из быстрорежущих сталей позволяет с уверенностью выделить ряд преимуществ по сравнению с традиционными методами использования проката и поковок:

- возможность использования собственных отходов инструментального производства (стружка, вышедший из строя инструмент, немерные заготовки проката, металлоабразивный шлам);
- экономия металла за счет максимального уменьшения припусков под механическую обработку при использовании точных методов литья (до 90 %);
- повышение стойкости инструмента путем оптимизации химического состава, технологических факторов изготовления на всех этапах от плавки металла до заливки и термической обработки заготовок с максимальным учетом конкретных условий эксплуатации.

По существу применяемые в настоящее время в мировой практике быстрорежущие стали стандартного состава являются универсальными по комплексу свойств и назначению, поскольку применяются для изготовления инструмента различного назначения (сверла, метчики, зенкеры, фрезы, развертки и др.), испытывающего при эксплуатации, различающиеся по абсолютной величине силовые, тепловые, изнашивающие и др. воздействия. При изготовлении инструмента литьем имеется уникальная возможность, используя в качестве шихтовых материалов отходы стандартных марок сталей, скорректировать в процессе плавки металла его состав, оптимизировать условия кристаллизации. Оптимизация состава и технологических факторов получения литых заготовок позволяет увеличить свойства, имеющие первостепенное значение с точки зрения эксплуатационной стойкости конкретного инструмента и условий его работы (тип инструмента, обрабатываемый материал, режимы резания и др.).

В ряде случаев необходимость в обработке давлением при изготовлении стандартных быстрорежущих сталей ограничивает в их составе наличие таких элементов. как бор, углерод и др., существенно повышающих их твердость, теплостойкость, износостойкость и в результате эксплуатационную стойкость.

Эксплуатационные характеристики изделия в очень большой мере определяются физико-механическими свойствами металла, формирующимися на различных этапах его получения. Так горячая пластическая деформация в технологическом цикле изготовления быстрорежущих сталей предназначена для устранения ледебуритной эвтектики и повышения тем самым их вязкости и пластичности. Однако еще Э.Гудремон утверждал, что структура литой быстрорежущей стали, представленная характерным расположением карбидов по границам зерен является наиболее устойчивой к истиранию [1]. В более поздних работах это предположение нашло экспериментальное подтверждение [2-3].

На кафедре «Машины и технология литейного производства» БНТУ в течение нескольких десятилетий проводятся исследования закономерностей формирования литой структуры инструментальных сталей (быстрорежущих и штамповых) в различных условиях кристаллизации с целью оптимального сочетания триботехнических и прочностных свойств.

В результате проведенных исследований в технологии производства литого инструмента и оснастки задействованы различные методы получения металла:

- индукционная плавка;
- электрошлаковый переплав;
- электрошлаковая тигельная плавка.

Для управления формированием структуры металла и достижения необходимого комплекса физико-механических и эксплуатационных свойств использовано регулирование скорости охлаждения на различных стадиях кристаллизации путем применения материалов литейных форм с различной теплоаккумулирующей способностью в весьма широком интервале скоростей охлаждения от нескольких градусов (формы из стержневых смесей) до нескольких тысяч градусов (охлаждение в жидком азоте) в секунду, а также модифицирование рядом элементов и их сочетаний [4-11].

В соответствии с диаграммами состояния (рис. 1) кристаллизация быстрорежущей стали Р6М5 в равновесных условиях начинается при температурах I430-I435°С с выделения δ-феррита, в котором растворено определенное количество вольфрама, молибдена, хрома и ванадия. Из-за низкой растворимости в δ -феррите углерод ликвирует вглубь расплава. Повышение содержания углерода в расплаве приводит к образованию аустенита по перитектической трехфазной реакции: Ж + Ф = А при температуре 1330°С или 1315°С, а при пониженных температурах - по четырехфазной: Ж + Ф = А + К. Как правило, перитектическая реакция при обычных скоростях охлаждения остается незавершенной, поскольку образующийся при реакции аустенит, располагаясь вокруг кристаллов δ -феррита, прерывает ее.

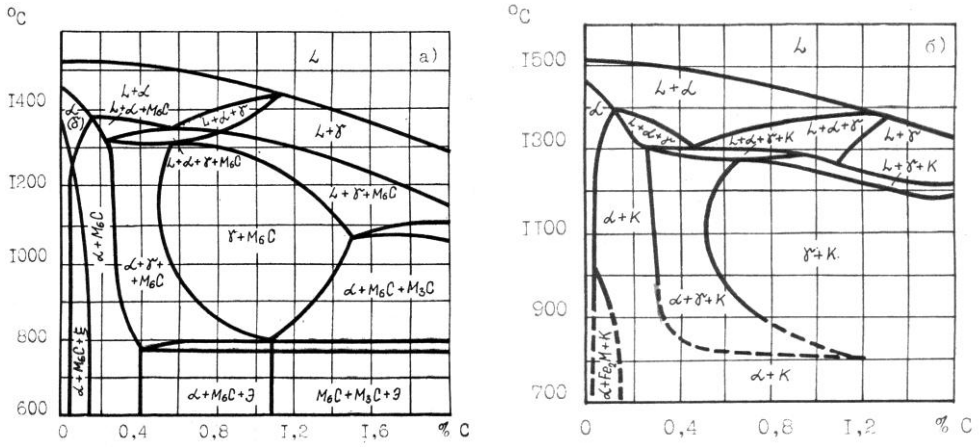


Рисунок 1 - Вертикальные разрезы диаграмм состояния Fe-W-C и Fe-Mo-C для сталей типа Р18 и Р6М5

Перитектическая реакция на границе феррит - аустенит осуществляется за счет перераспределения атомов железа и углерода через междендритный расплав и жидкостные каналы, существующие в кристаллизующемся аустените. После затвердевания жидкости, расположенной по границам этих фаз, дальнейшее превращение возможно только в случае диффузии углерода из жидкости через аустенит к кристаллам δ -феррита. Непрореагировавший раствор по достижении эвтектической концентрации при температуре 1240°С кристаллизуется по реакции: Ж =А + К, а оставшийся δ -феррит распадается на аустенит и карбиды, образуя так называемый δ-эвтектоид. В зависимости от скорости дальнейшего охлаждения и степени легированности аустенит либо превращается в мартенсит, либо происходит его перлитный распад. Возможно образование и промежуточных структурных составляющих. В результате большого количества реакций, протекающих в процессе кристаллизации, для структуры литой быстрорежущей стали характерно одновременное существование следующих структурных составляющих: δ -эвтектоида, аустенита или продуктов его распада, ледебуритной эвтектики.

Наличие ледебуритной эвтектики в значительной степени определяет физико-механические и эксплуатационные свойства инструмента из литой стали –

обеспечивает высокую износостойкость, но способствует повышенной хрупкости, располагаясь вокруг первичных зерен в виде сетки (рисунок 2). Поэтому при разработке технологии получения литых заготовок основной задачей является достижение таких условий охлаждения, при которых формируется разорванная сетка эвтектических карбидов в виде локальных участков (колоний). В этом случае сохранится высокая устойчивость стали к изнашиванию в результате характерного распределения специальных карбидов (соответствие принципу Шарпи) и будет достигнуто повышение ударной вязкости за счет изменения механизма разрушения от межзеренного хрупкого к внутризеренному, более высокой энергоемкости.

Рисунок 2 - Микроструктура (а) и поверхность разрушения (б) литой стали Р6М5. х 5000

Повышенное внимание к формированию первичной структуры весьма важно потому, что сформировавшаяся в результате кристаллизации структура, наследуется и после термической обработки [12]. Расположенные вокруг зерен первичные карбиды очень устойчивы и предотвращают процессы рекристаллизации возможные в отливках из углеродистых конструкционных сталей в результате нормализации, либо в деформированных сталях.

Попытки выравнивания структуры за счет применения высокотемпературного (1280-1320 ˚С) отжига весьма сомнительны, поскольку требуют сложного нагревательного оборудования. К тому же по результатам наших исследований, уже начиная с 1240 ˚С, происходит оплавление границ зерен, в результате которого ударная вязкость литой быстрорежущей стали катастрофически падает.

Современное литейное производство дает возможность управлять формированием структуры стали в процессе плавки (применение активных флюсов при плавке, модифицирование, наложение ультразвуковых колебаний и магнитных полей, применение защитных атмосфер) и на стадии получения инструментальных заготовок. Для этого применимы различные методы: заливка в постоянные формы (металлические и графитовые); в медные кристаллизаторы при полунепрерывной разливке и электрошлаковом переплаве; литье в разовые формы из стержневых смесей (жидкостекольных, химически твердеющих); в оболочковые, керамические по выплавляемым и постоянным моделям (Шоу-процесс, Композайт-Шоу-процесс и др.).

Применяемые методы обеспечивают различные условия кристаллизации: то есть определяют скорость охлаждения на различных этапах затвердевания. В связи с этим весьма важно управлять процессом кристаллизации, влияющим на формирование структуры быстрорежущих сталей: снижать интенсивность охлаждения в интервале температур соответствующих перитектической реакции с целью ее продления и увеличивать скорость охлаждения в процессе формирования эвтектики. В этом случае больше углерода и легирующих элементов будет находиться в твердом

растворе и меньше в карбидной составляющей ледебурита, снижая его общее количество в структуре.

Условия регулирования процесса кристаллизации быстрорежущей стали создаются при использовании формовочных материалов с различными теплофизическими свойствами, модифицировании, изменении температуры предварительного подогрева форм и других технологических факторов.

Теплофизические свойства материалов литейных форм, использованных в работе, приведены в таблице 1. Наибольшей теплоаккумулирующей способностью обладает сталь 30, использованная для изготовления кокиля. Ближе по этому показателю располагается керамическая цирконовая форма при литье по Шоу-процессу. Наименьшие значения коэффициента аккумуляции тепла имеет материал жидкостекольной песчаной формы. Выбранные материалы форм позволяют охватить относительно широкий интервал реализуемых на практике скоростей охлаждения (таблица 2), в которой приведены расчетные и экспериментальные данные об условиях кристаллизации стали Р6М5 при выбранных методах получения отливок. По экспериментальным значениям построены кривые охлаждения и нанесены на диаграмму изотермического распада аустенита стали Р6М5.

Таблица 1 - Теплофизические свойства материалов литейных форм используемых в эксперименте

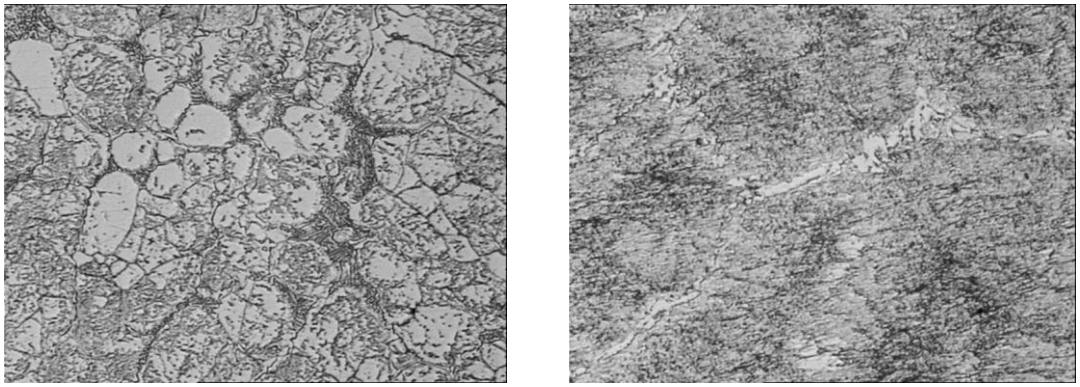
№ пп	Метод литья	Материал форм	Температура формы перед заливкой, ˚С	Коэффициент аккумуляции тепла, В, Вт х $С^{0,5}/м^2$
1.	Литье в кокиль	Сталь 30	300	14500
2	Литье в песчаные формы	Кварцевый песок – 90% Жидкое стекло – 10%	20	1534
3	Литье по постоянным моделям в керамические формы (Шоу-процесс)	Циркон зернистый+циркон пылевидный – 84 % Гидролизованный этилсиликат – 15 % Гель-катализатор -1%	800	1787,3

Таблица 2 - Расчетные и экспериментальные характеристики затвердевания экспериментальной стали

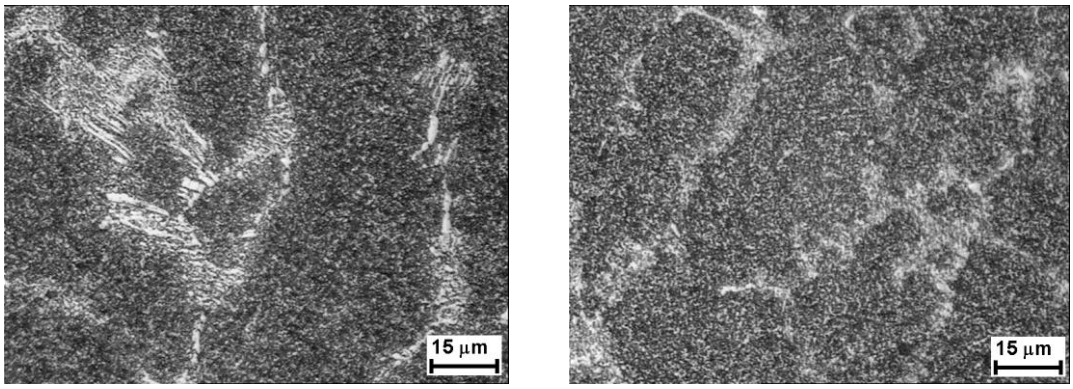
№№ пп	Формы	Время полного затвердевания (расчет)	Время охлаждения слитка до 150 °С, ч (эксперимент)	Скорость охлаждения,°С/с (эксперимент)
1	Металлическая	2	0,25	117
2	Песчаная	45	0,75	14
3	Керамическая	118	1,08	3

Микроструктуры стали во всех исследуемых случаях кристаллизации характеризуются наличием зерен твердого раствора или продуктов его распада (аустенит, мартенсит, бейнит, тросто-сорбит) и ледебуритной эвтектики (рисунок 4). При литье в кокиль реализуется мартенситное превращение и структура представлена мартенситом, остаточным аустенитом и ледебуритной эвтектикой. По мере снижения скорости охлаждения количество остаточного аустенита снижается, наряду с

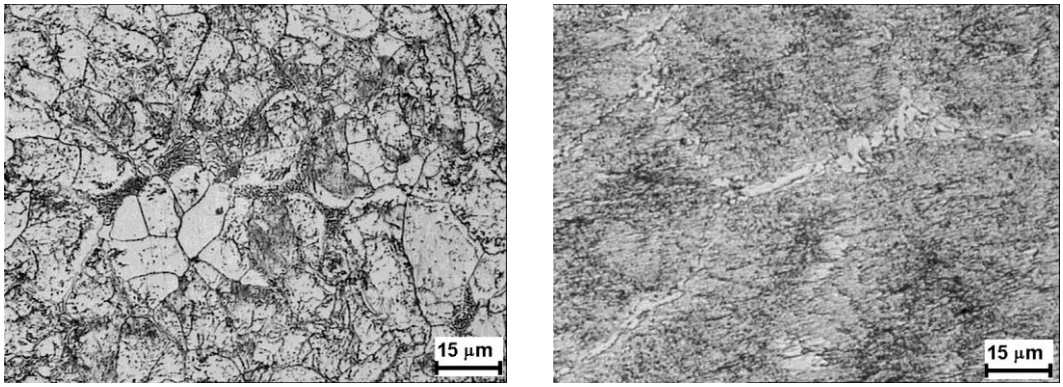
мартенситом появляются бейнит и тросто-сорбит. Первичное зерно укрупняется, эвтектика приобретает более грубое строение.В литом состоянии



После отжига



После закалки и отпуска



1 2

Рисунок 4 - Микроструктура стали Р6М5 после кристаллизации в различных формах (1 – литье в кокиль, 2 – литье в керамические формы). х900

Полученные микроструктуры согласуются с результатами графического совмещения скорости охлаждения стали с линиями диаграммы изотермического распада аустенита (рисунок 5). Судя по ним скорость охлаждения при литье в кокиль выше критической. При других методах литья не исключается частичный распад твердого раствора так как линии, соответствующие скоростям охлаждения экспериментальной стали в песчаных и керамических формах, затрагивают линии температур начала распада аустенита в промежуточном интервале, то есть скорости ниже критических. Содержание остаточного аустенита колеблется от 25 % (литье в кокиль) до 3-10 (литье в песчаные и керамические формы).

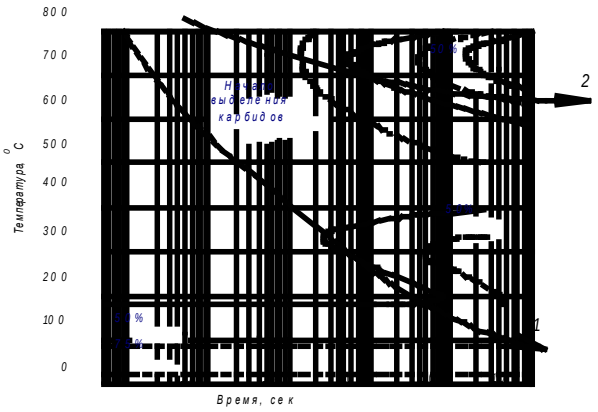


Рисунок 5 - Диаграмма изотермического превращения аустенита в стали Р6М5 (1 - кривая скорости охлаждения при литье в кокиль, 2 - кривая скорости охлаждения при литье в керамическую цирконовую форму)

Свойства стали, полученной различными методами в литом состоянии приведены в таблице 3. Их значения, а также микротвердость свидетельствуют о том, что теплостойкость и твердость стали Р6М5, отлитой в песчаные и керамические формы в большинстве случаев недостаточна для обеспечения инструменту требуемых режущих свойств. Это связано с частичным распадом аустенита в промежуточной области и появлением в структуре бейнита или тросто-сорбита. Поэтому при получении заготовок инструмента без назначения последующей закалки необходимо обеспечить охлаждение со скоростью выше 14 °С/с. Последующий отпуск стали, залитой в песчаные и керамические формы не приводит к достаточному повышению твердости, хотя все же некоторое повышение фиксируется.

Таблица 3 - Свойства стали Р6М5 при использовании различных методов литья

№ п/п	Формы	Аост., %	Микро-твердость матрицы, Н, 0981, МПа	Твердость после литья, HRC	Твердость после отпуска, HRC	Тепло-стой-кость, HRC	КС, кДж/м^2
1	Металлическая	25	8040	65	66	60	50
2	Песчаная	10,5	6150	52	57	45	30
3	Керамическая	3,4	4460	52	56	43	20

В результате традиционного изотермического отжига в стали независимо от способа литья формируется перлитная структура металлической основы. Сетка ледебуритной эвтектики не устраняется, хотя на отдельных участках происходит образование более крупных карбидов в результате колесценции и коагуляции мелких, наименее термодинамически устойчивых. Фазовый состав представлен α - фазой и карбидами МС, M_6C, $M_{23}C_6$.

После полной термической обработки микроструктура литой стали во всех случаях формирования отливки представлена мартенситом, остаточным аустенитом,

ледебуритной эвтектикой и дисперсными карбидами. По свойствам после полной термической обработки зафиксированы следующие результаты. Твердость и теплостойкость практически одинаковы, по износостойкости и ударной вязкости сталь, отлитая в кокиль выше, полученной в песчаных и керамических формах. Повышение ударной вязкости объяснимо большей дисперсностью структурных составляющих: зерна металлической основы, карбидов (рис. 4).

Полученные результаты подтверждают предположение, что условия охлаждения в значительной мере определяют структуру и свойства быстрорежущей стали. Первичная структура наследуется и сохраняется после отжига, закалки и отпуска – операций термической обработки традиционно назначаемых для инструмента из проката. Повышение степени дисперсности структурных составляющих (литье в кокиль) способствует повышению ударной вязкости и износостойкости стали. Для использования заготовок инструмента без последующего отжига и закалки при литье в песчаные и керамические формы требуется применение дополнительных мероприятий для повышения скорости охлаждения (выше 14 °С/с).

В качестве таких мероприятий можно рекомендовать засыпку керамической формы чугунной дробью. Применение такого технологического решения позволяет обеспечить невысокую скорость охлаждения на стадии перитектической реакции и полноту ее превращения для уменьшения количества эвтектической составляющей и ускорить охлаждение при более низких температурах, позволив реализовать мартенситное превращение.

Важнейшим технологическим приемом управления структурообразованием литых инструментальных сталей, обеспечивающим высокую эффективность инструмента, является модифицирование расплава добавками различных элементов. Так в результате исследований, проводимых на кафедре МиТЛП БНТУ и в лаборатории «Материаловедение и технология литейного производства», разработан ряд составов быстрорежущих сталей, предназначенных для изготовления режущего инструмента и технологической оснастки различной номенклатуры и назначения (таблица 4).

Таблица 4 - Свойства литых быстрорежущих сталей

Сталь	Базовая сталь	Элемент/ Элементы	Уд. вязкость, МДж/м2	Твердость, HRC	Теплостой-кость[1], HRC	Износостой-кость[2]
ГОСТ 19265-73	Р6М5	—	0,11	63,0	58,0	1,0
ГОСТ 19265-73	Р6М5К5	—	0,10	65,5	61,0	1,0
А.с. 908927	Р6М5К5	B, Al	0,07	66,5	63,0	1,6
А.с. 914648	Р6М5К5	Bi	0,18	65,5	60,0	1,3
А.с. 1109464	Р6М5К5	Zr, Hf, Cu	0,17	65,5	61,0	1,3
А.с. 1109466	Р6М5	B, Al, Ge, Bi	0,095	66,0	63,0	2,1
А.с. 1113423	Р6М5	B, Ti, Nb, Al, РЗМ	0,14	64,0	59,5	1,6
А.с. 1122743	Р6М5	Ti, Bi	0,19	63,0	58,0	1,5
А.с. 1122746	Р6М5	Sb	0,25	62,5	58,0	1,0
А.с. 1126624	Р6М5	Cd	0,20	64,0	60,5	1,4
А.с. 1457428	Р6М5	Ta, Sb	0,31	63,5	60,0	1,2
А.с. 1463793	Р6М5К5	Nb, Al	0,14	66,0	61,5	1,5
А.с. 1463797	Р6М5	B, Al, Ti, Nb, Bi, Sb	0,20	64,5	61,5	1,3
А.с. 1583462	Р6М5	Sr	0,27	64,0	60,5	1,2

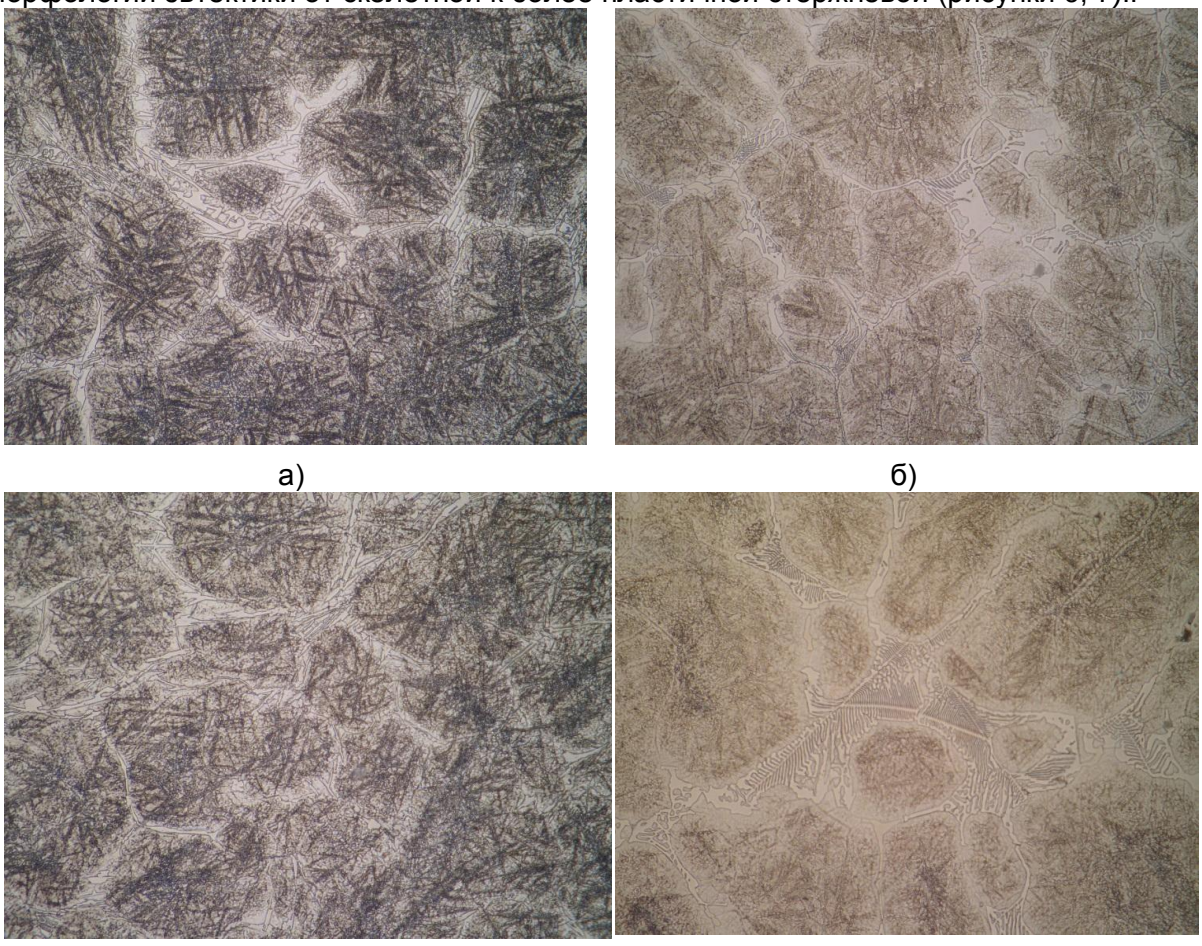
Примечания:

1. Оценивали измерением твердости при 20°С после дополнительного отпуска при 620°С, 4ч.

2. Оценивали путем сравнивания с базовыми сталями, износостойкость которых принималась за единицу.

Модифицирующие элементы проявляют рафинирующее действие, снижая количество неметаллических включений, микролегирующее, упрочняя твердый раствор или образуя дополнительное количество карбидов (первичных и дисперсных) и собственно модифицирующее, заключающееся в измельчении структурных составляющих, перераспределении легирующих элементов между карбидной фазой и твердым раствором.

В последние годы в качестве эффективных модифицирующих добавок в работах использованы наноструктурированные добавки порошка вольфрама, карбида вольфрама и диборида титана. Указанные добавки, обладая размерами входящих в их состав, конгломератов, близкими с размерами формирующихся в расплаве кластеров, позволяют эффективно управлять процессом кристаллизации стали, изменяя длительность протекания перитектической реакции и оказывая избирательное действие на ее структуру [11]. В результате избирательного действия модификаторов обеспечивается возможность уменьшения доли эвтектической составляющей, формирующейся в виде отдельных колоний, а не сетки по границам зерен, изменения морфологии эвтектики от скелетной к более пластичной стержневой (рисунки 6, 7)..

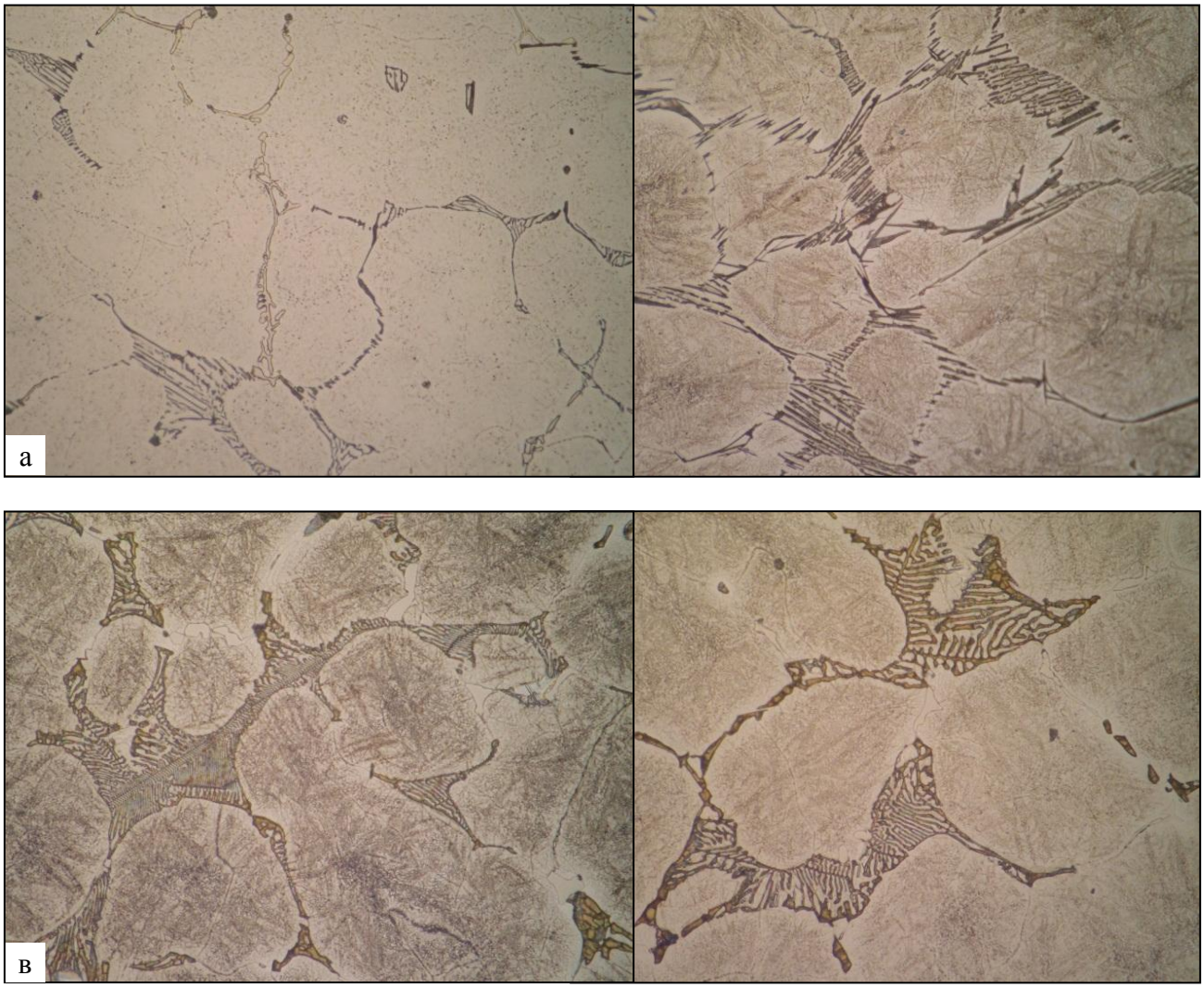


а) б)

в) г)

а) – базового состава, б) – модифицированной ферровольфрамом, в) – модифицированной порошком карбида вольфрама, г) – модифицированной порошком вольфрама,

Рисунок 6 – Микроструктуры литой стали Р6М5.



а) – базового состава, б)– модифицированной ферровольфрамом, в) – модифицированной порошком карбида вольфрама, г) – модифицированной порошком вольфрама,
Рисунок 7 – Морфология эвтектики стали Р6М5, ×400

В результате модифицирующего действия, несмотря на наличие в стали до 6 % вольфрама, в значительных пределах изменяются свойства быстрорежущей стали после пролной термической обработки (таблица 5).

Таблица 5- Свойства экспериментальных сталей

Сталь / плавка	Твердость, HRC	Теплостой-кость[1], HRC	Интенсивность изнашивания[2], $\times 10^6$ кг/ч	Ударная вязкость, МДж/м^2
P6M5 0	63,5	60,0	84	0,050
FeW(0,1) 1/1	64,5	60,0	58	0,090
FeW(0,3) 1/2	64,0	60,5	58	0,070
FeW(0,6) 1/3	64,0	60,5	52	0,065

WC (0,1) 2/1	64,0	60,0	62	0,095
WC (0,3) 2/2	64,0	60,0	59	0,105
WC (0,6) 2/3	64,5	60,0	53	0,085
Wп (0,3) 3/2	63,0	60,5	53	0,070
Wп (0,6) 3/3	63,5	61,0	59	0,075
Wc (0,1) 4/1	64,0	60,0	51	0,100
Wc (0,3) 4/2	63,5	60,5	59	0,110
Wc (0,6) 4/3	64,0	61,0	52	0,080

Примечания – 1) Теплостойкость определяли измерением твердости при комнатной температуре после дополнительного отпуска при 620°С в течение 4 ч.
2) Износостойкость определяли измерением интенсивности изнашивания при сухом трении образца о стальной диск диаметром 0,05 м и толщиной0,003 м из стали 65 при нагрузке 100 Н и скорости вращения диска 880 об/мин (2,3 м/с).

Отсутствие в технологическом цикле изготовления режущего инструмента и технологической оснастки обработки давлением позволяет значительно увеличить в составе быстрорежущей стали углерода, способствующего значительному повышению ее твердости, износостойкости и теплостойкости.

В работе [13] проведено исследование влияния повышенного содержания углерода на структуру и свойства литой быстрорежущей стали Р6М5. Необходимость в проведении такого рода работы была вызвана использованием в качестве шихтовых материалов металлоабразивного шлама, образующегося при шлифовании и затачивании заготовок инструмента. Внедрение такой технологии обеспечивает возможность рециклинга трудноперерабатываемых отходов, содержащих дорогостоящие и дефицитные элементы, предотвратить выброс их в отвалы и сохранить окружающую среду.

Поскольку для увеличения выхода годного металла технологией предусмотрено предварительное восстановление шлама путем смешивания с углеродсодержащими материалами (графит, древесный уголь и др.) весьма вероятна возможность значительного увеличения концентрации углерода в выплавленной стали.

Свойства исследуемых сплавов, приведенные в таблице, свидетельствуют о том, что увеличение содержания углерода способствует значительному возрастанию твердости, теплостойкости и износостойкости, но снижению ударной вязкости (таблица 6).

Таблица 6 - Влияние содержания углерода на основные свойства литой быстрорежущей стали

Сталь	Твердость, HRC	Теплостойкость, 620 °С, 4 ч., HRC	Ударная вязкость, КС, кДж/м^2	Износ, Δ М 10^{-7}, кг/ч
Р6М5	63,0	58,5	90	780
Р6М5 + 1,2 % С	69,0	64,0	20-30	450
Р6М5 + 1,2 % С + модификатор	HRC 70	66,0	100-120	420

Изменение свойств вызвано увеличением количества карбидной составляющей в структуре (рисунки 8, 9). Причем зафиксировано увеличение, как первичных изолированных карбидов, так и сетки ледебуритной эвтектики, вызывающей охрупчивание стали.

Рисунок 8 - Микроструктура немодифицированной стали Р6М5 с повышенным содержанием (2 %) углерода. х 400

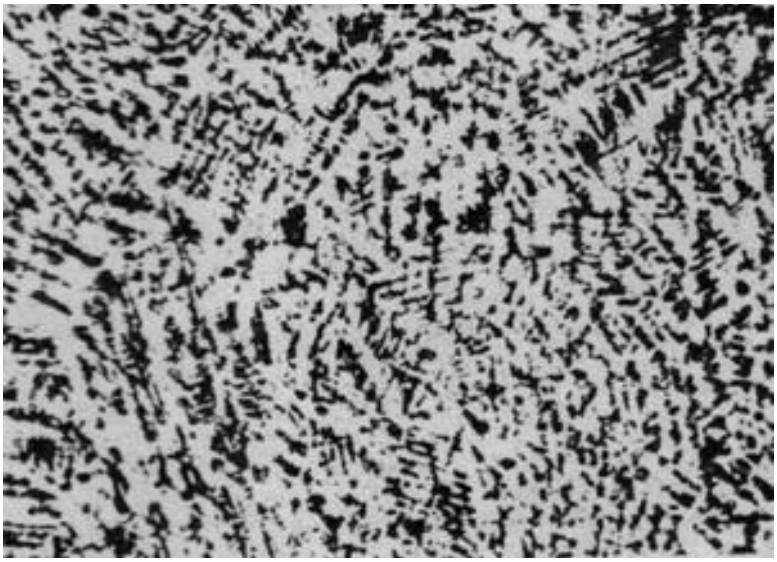


Рисунок 9 - Микроструктура модифицированной стали Р6М5 с повышенным содержанием (2 %) углерода. х 400

Для устранения эффекта охрупчивания в результате повышенного содержания углерода предпринята попытка повышения ударной вязкости за счет модифицирования.

Металлографический анализ образцов исследуемых сталей показывает, что в результате модифицирующего эффекта происходит сильное измельчение первичного зерна. Существенные изменения наблюдаются и в эвтектике. Она приобретает более тонкое, мелкодисперсное строение, местами разорвана и расположена в виде изолированных колоний (рис. 10). Действие модификатора объясняется его

расположением на растущих кристаллах и твердого раствора и карбидной составляющей структуры, что наглядно иллюстрирует рисунок 11. В результате таких изменений в структуре под воздействием модификатора ударная вязкость исследуемой стали существенно повышается. Примечательным является тот факт, что модификатор повышает также теплостойкость и износостойкость литой стали с повышенным содержанием углерода. Это связано, по-видимому, с повышением растворимости углерода и легирующих элементов в твердом растворе и, как следствие, усилением эффекта дисперсионного твердения.

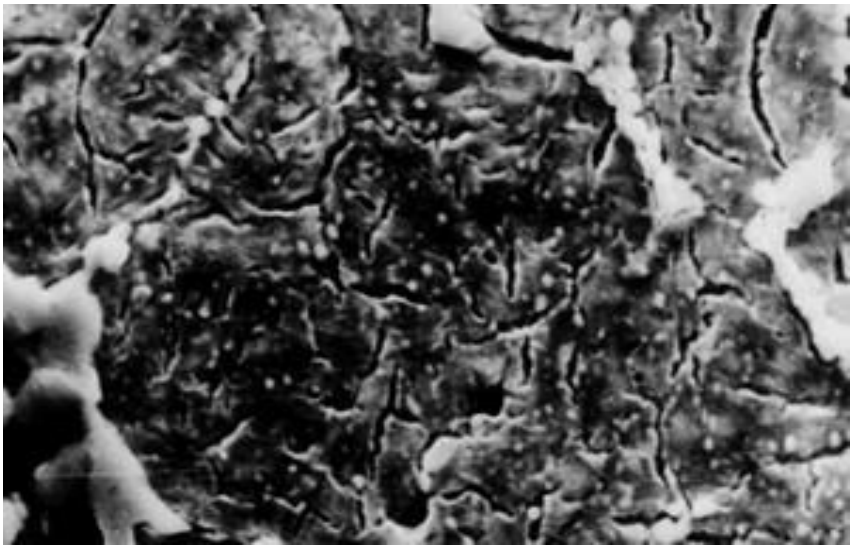


Рисунок 10 - Микроструктура модифицированной быстрорежущей стали с повышенным содержанием углерода после закалки и отпуска. х 2500

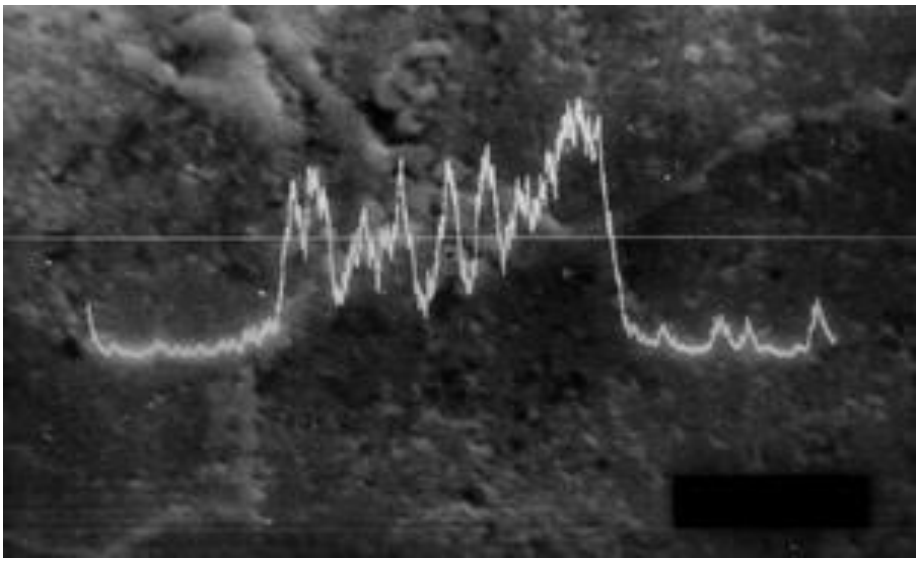


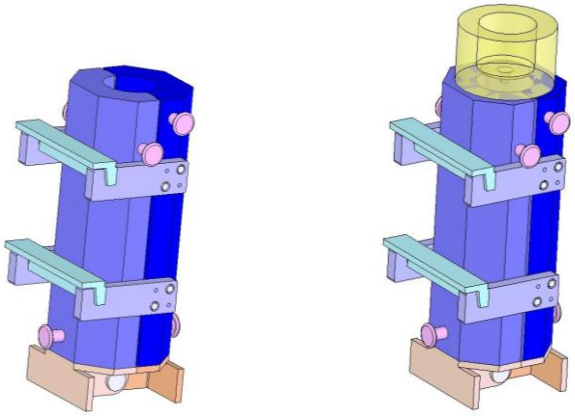
Рисунок 11 - Характер распределения модификатора в структуре литой быстрорежущей стали. х 2500

Высокие показатели твердости, теплостойкости и износостойкости в сочетании с весьма удовлетворительной ударной вязкостью литой быстрорежущей стали с повышенным содержанием углерода позволяют использовать разработанную технологию для изготовления литых заготовок инструмента с минимальными припусками под механическую обработку. Такая сталь может найти эффективное

применении в качестве инструментального материала, по стойкости не уступающего твердым сплавам.

Для промышленного использования предлагаются заготовки круглого и квадратного сечения различной длины, а также фасонные заготовки по размерам максимально приближающимся к размерам готового инструмента. Для обеспечения качественного заполнения формы металлом, предотвращения литейных дефектов (усадочных раковин, пористости и др.) широко используются методы компьютерного моделирования при проектировании оснастки.

В ходе работы для выполнения моделирования литейной технологии получения цилиндрических заготовок из стали Р6М5 (для изготовления фрез) в программном пакете «SolidWorks» была построена 3D модель кокиля, используемого в установке электрошлаковой тигельной плавки (ЭШТП) и кокиля с прибыльной надставкой из химически твердеющей смеси (рисунок 12).

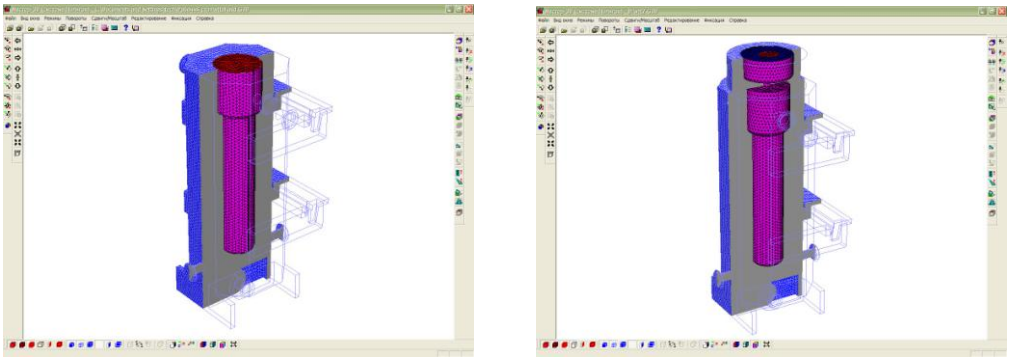


а) б)

а – модель кокиля, б – модель кокиля с прибыльной надставкой

Рисунок 12 - Виртуальная 3D модель кокиля

Для расчетов литейной технологии в пакете «Полигон» построена конечноэлементная модель кокиля с использованием пакета «CosmosDesignStar» (рис. 13).

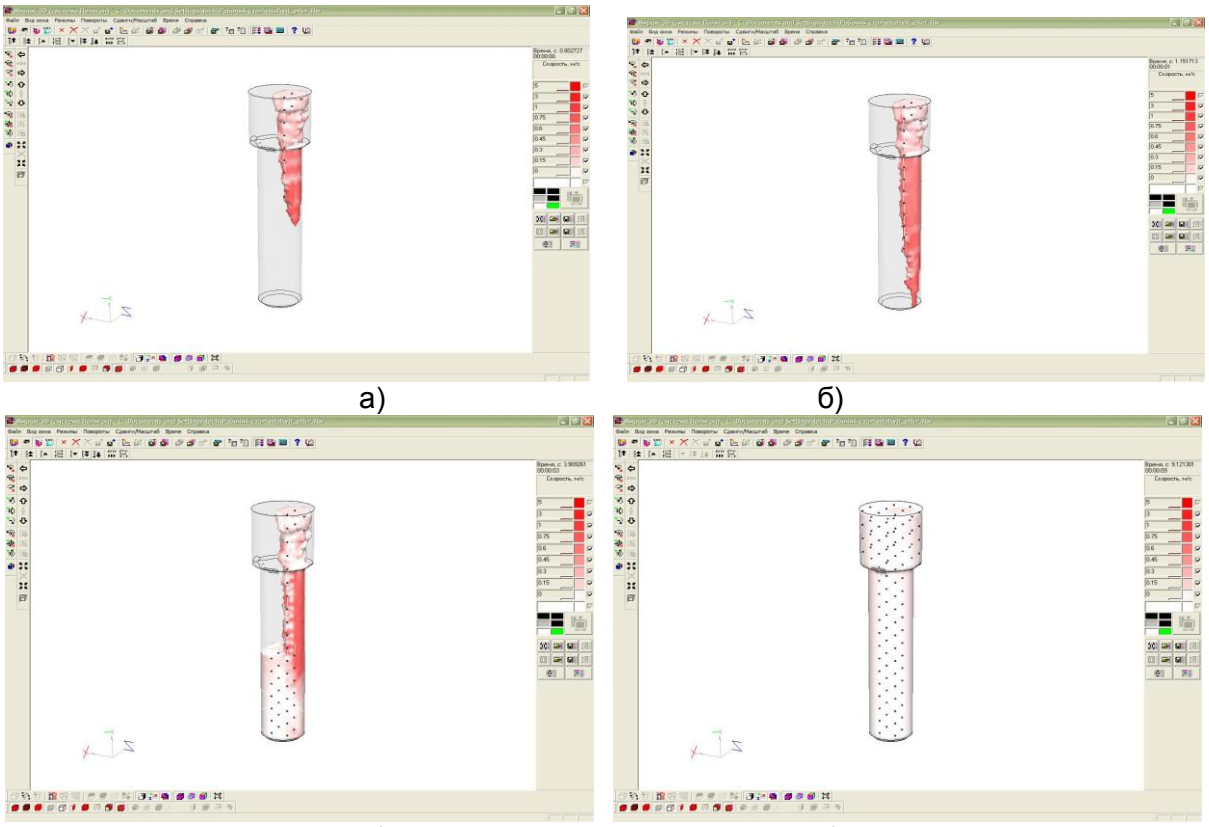


а) б)

а – модель кокиля, б – модель кокиля с прибыльной надставкой

Рисунок 13 - Конечноэлементная модель кокиля

Проведен расчет гидродинамических процессов заполнения кокиля расплавом в модуле «Flow Vision» пакета «Полигон» (рисунок 14).



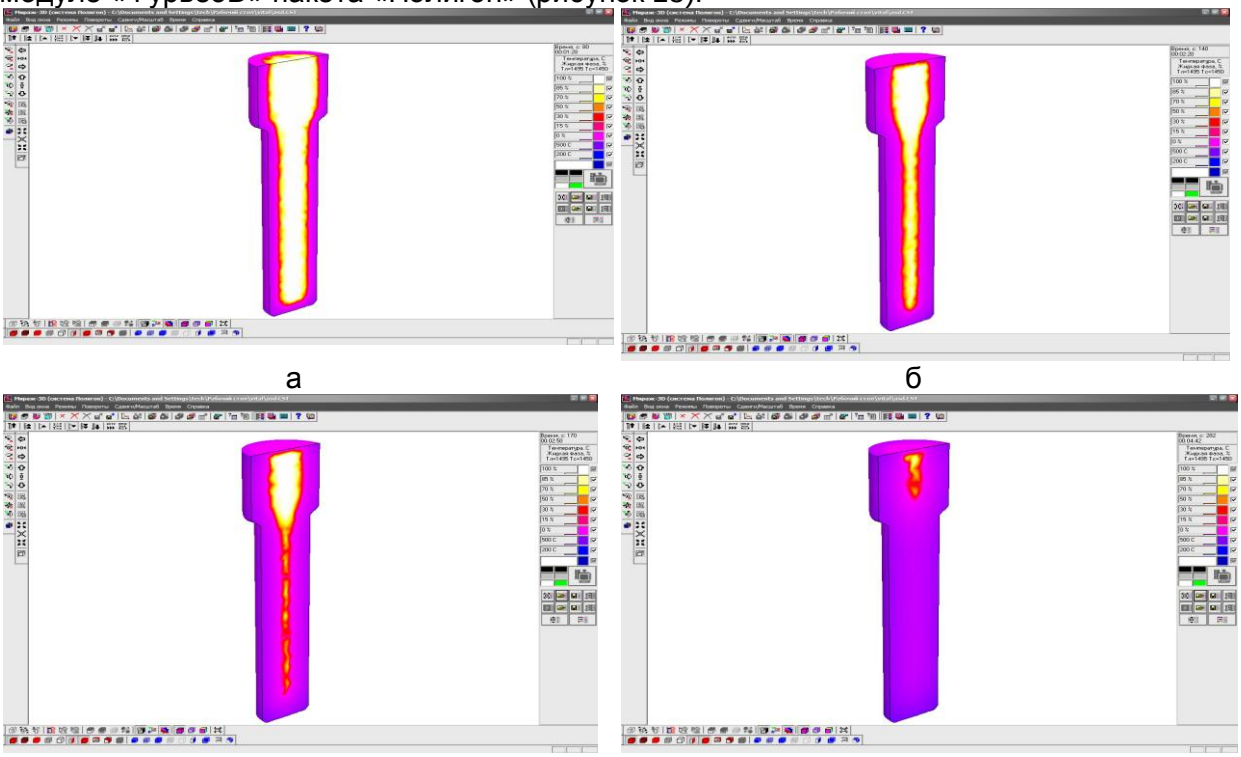
а) б)

в) г)

а – 1секунда, б – 2 секунды, в - 4 секунды, г - 11 секунд

Рисунок 14 - Моделирование процесса заполнения кокиля расплавом

Выполнено моделирование процесса кристаллизации расплава в кокиле в модуле «Фурье3D» пакета «Полигон» (рисунок 15).



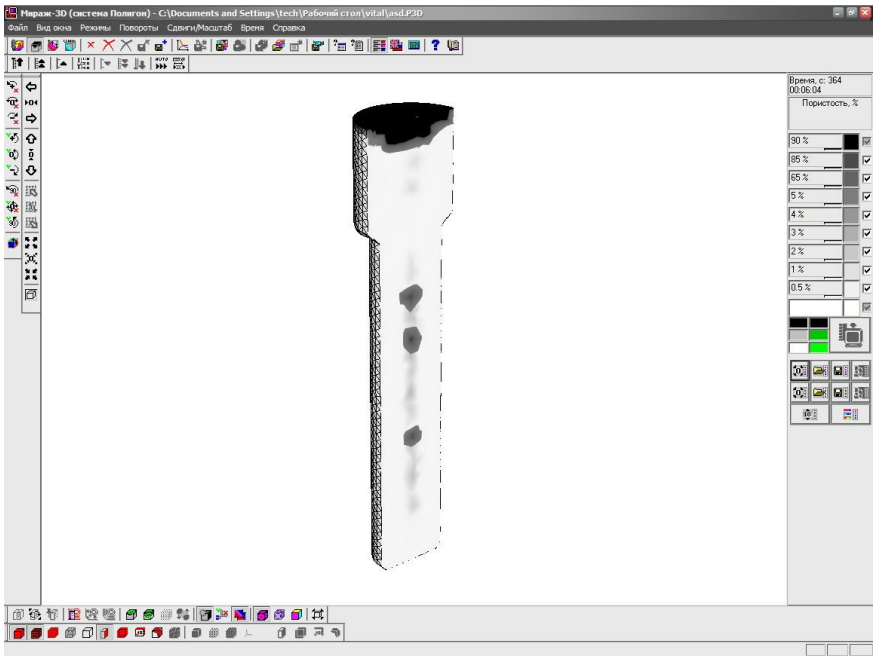
а б

в г

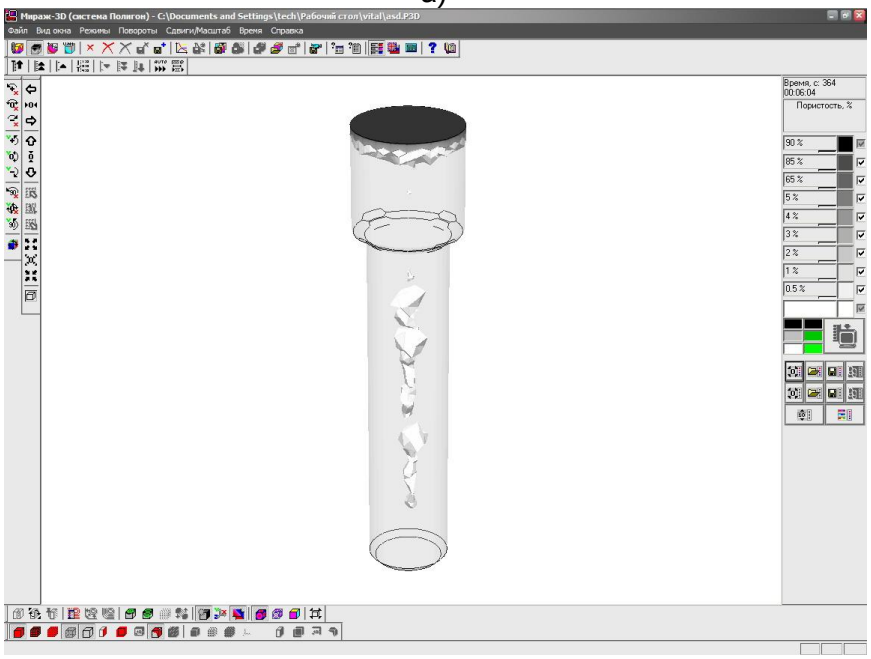
а – 1,5 минуты, б – 3 минуты, в - 4 минуты, г - 6 минут

Рисунок 15 - Моделирование процесса кристаллизации расплава в кокиле

Получена картина усадочных дефектов в объеме отливки образовавшихся в процессе кристаллизации расплава в кокиле (рисунок 16).



а)



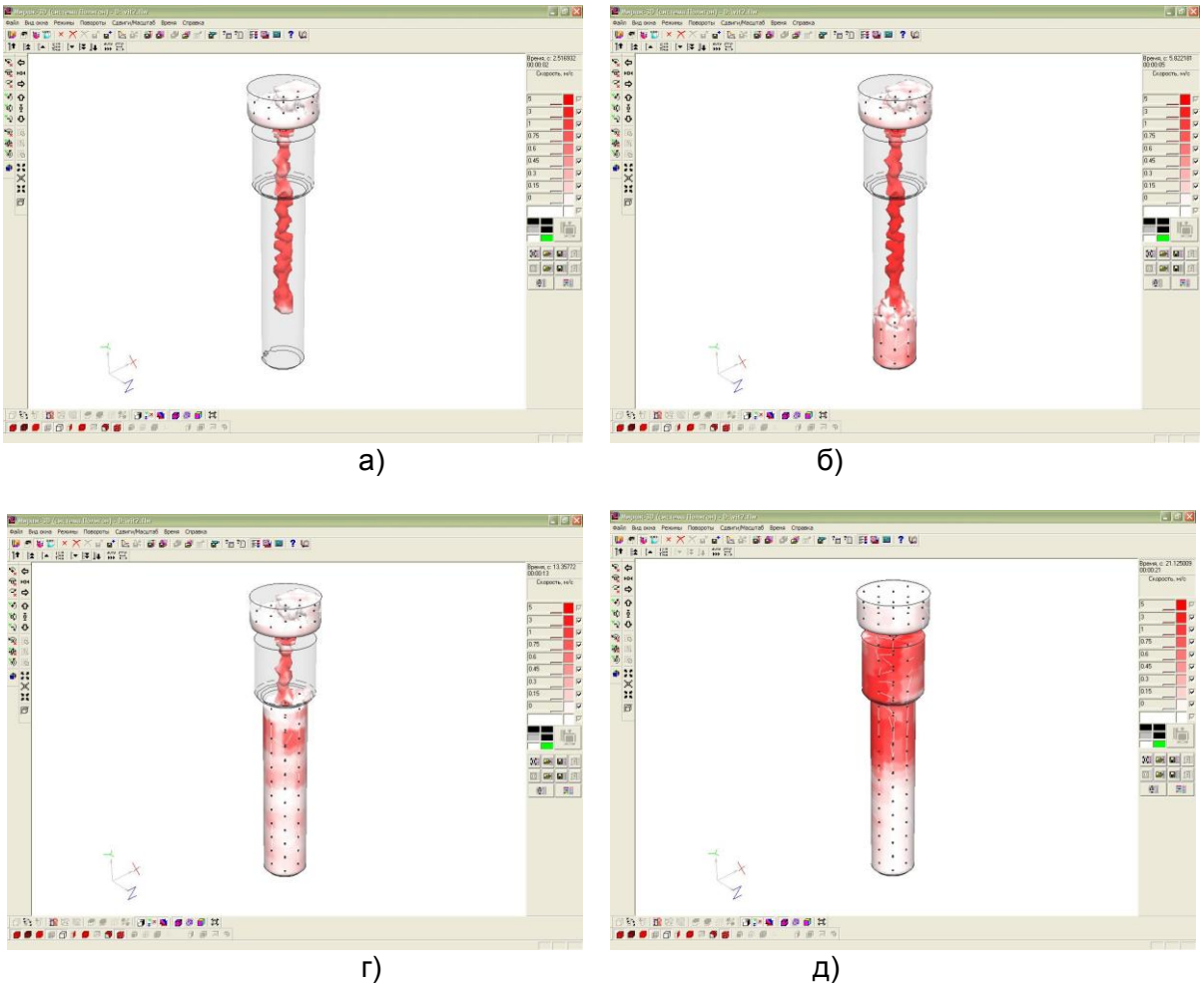
б)

а – в сечение отливки, б – в объеме отливки

Рисунок 16 - Картина усадочных дефектов в отливке

Из результатов моделирования следует, что при выбранной литниковой системе после заполнения формы расплавом и его кристаллизации в теле отливки возможно образование дефектов, что является недопустимым.

Для исправления ситуации с возможным появлением дефектом предложен вариант с использованием прибыльной надставки из стержневой химически твердеющей смеси. Такая надставка вследствие меньшей теплоаккумулирующей способности ее материала может существенно изменить условия затвердевания отливки. Поэтому на втором этапе работы проведен расчет гидродинамических процессов заполнения кокиля с прибыльной надставкой расплавом в модуле «FlowVision» пакета «Полигон» (рисунок 17).

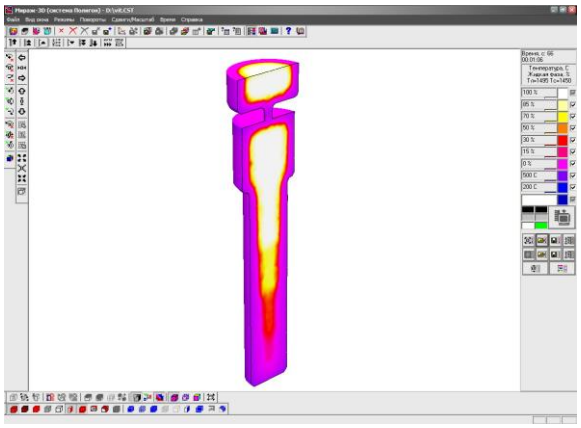


а) б)

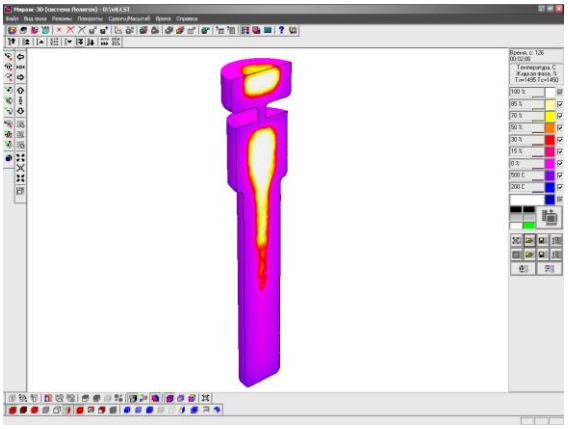
г) д)

а – 2,5 секунды, б – 6 секунд, в - 13 секунд, г - 21 секунда
Рисунок 17 - Моделирование процесса заполнения кокиля с прибыльной надставкой расплавом

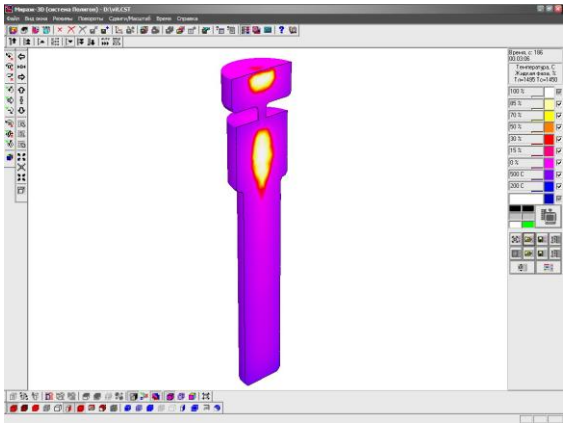
Выполнено моделирование процесса кристаллизации расплава в кокиле с прибыльной надставкой в модуле «Фурье3D» пакета «Полигон» (рисунок 18).



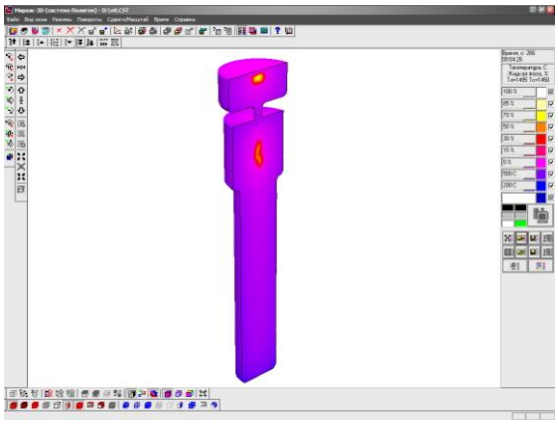
а)



б)



г)

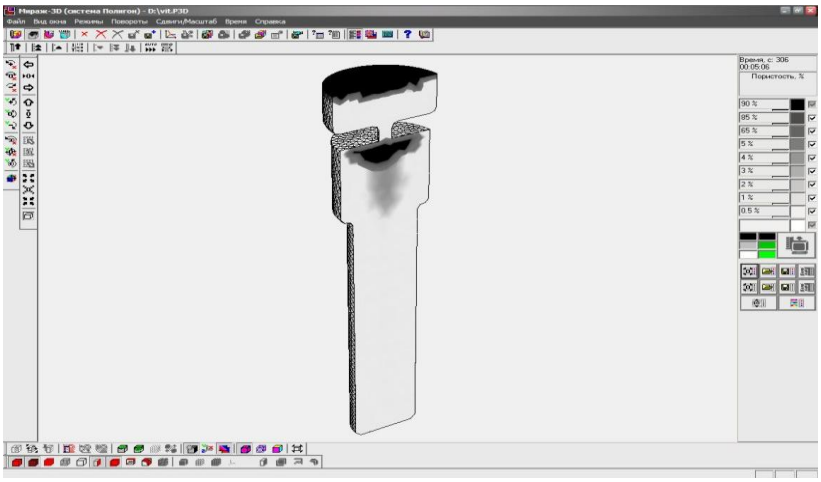


д)

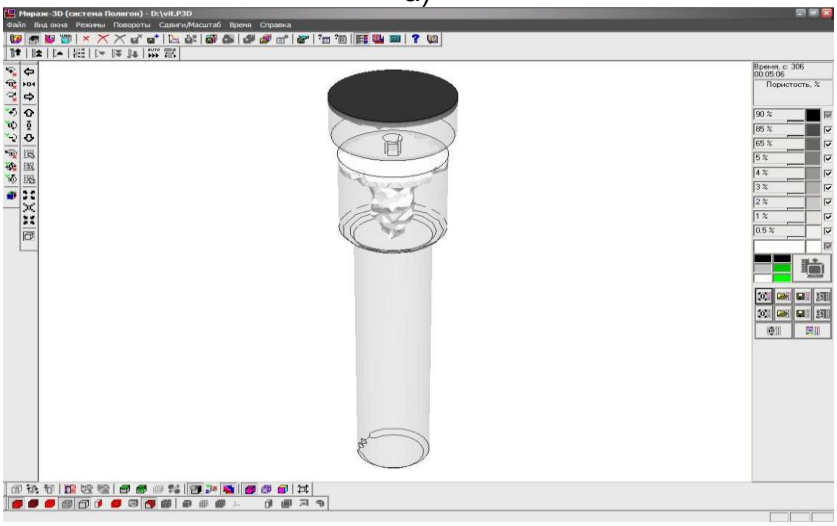
а – 1,5 минуты, б – 3 минуты, в - 4 минуты, г - 5 минут

Рисунок 18 - Моделирование процесса кристаллизации расплава в кокиле с прибыльной надставкой

Получена картина усадочных дефектов в объеме отливки образовавшихся в процессе кристаллизации расплава в кокиле с прибыльной надставкой (рисунок 19).



а)



б)

а – в сечение отливки, б – в объеме отливки

Рисунок 19 - Картина усадочных дефектов в отливке, полученной в кокиле с прибыльной надставкой

Результаты моделирования подтвердили эффективность применения прибыльной надставки для устранения усадочных дефектов в теле отливки.

Стойкостные характеристики инструмента из экспериментальных сталей, полученных в различных условиях кристаллизации, определяли по классической методике в условиях точения стали 45 сборными резцами. Для получения сравнительных данных использовали аналогичный инструмент из проката [4, 14].

Характер изнашивания литых резцов в зависимости от скорости резания и продолжительности работы одинаков независимо от метода из получения. Установлено, что при малых скоростях резания (рис. 20, а) характер изнашивания механический, абразивный. С увеличением продолжительности и увеличением скорости резания появляется «ленточка» (площадка) износа по задней поверхности (рисунок 20, б). При дальнейшем увеличении скорости резания у поверхности износа инструмента наблюдаются вырывы крупных карбидных частиц, которые затем играют

роль абразива и оставляют риски на поверхности инструмента, характерные для абразивного изнашивания.

Начиная со скорости резания V = 60 м/мин, появляется лунка износа по передней поверхности (рисунок 20, в), что является следствием увеличения на ней контактных давлений сходящей стружкой. Начинается процесс адгезионного изнашивания, способствующий образованию нароста. Однако нарост при этом нестабилен.

При увеличении скорости резания до V = 80 м/мин на процесс резания значительное влияние оказывает температурный фактор. Изменяется характер изнашивания: адгезионное становится превалирующим, интенсифицируется процесс наростообразования (рисунок 20, г). В результате больших контактных давлений и высокой температуры резания в прирезцовой поверхности появляется «заторможенный» слой, приводящий к образованию нароста. Последний в значительной мере изменяет условия резания за счет того, что нарост предохраняет режущую кромку от изнашивания в процессе резания, и, как следствие, снижает интенсивность износа инструмента.

Необходимо отметить, что у инструмента из деформированной стали наростообразование отмечено в интервале скоростей резания 25-30 м/мин. Однако в данном случае нарост нестабилен и решающего влияния на условия резания и стойкость инструмента не оказал. Можно полагать, что при выбранных режимах резания и геометрии у резцов из деформированной быстрорежущей стали стабильный нарост образуется при скоростях резания менее 25-30 м/мин.

Таким образом, можно отметить, что превалирующими видами износа у резцов из литой быстрорежущей стали являются абразивно-механический и адгезионный. Характер износа резцов из литой стали, полученной различными методами литья, отличается незначительно. Для исследования влияния структуры инструмента, заготовки которого получены в различных условиях кристаллизации были построены зависимости максимального линейного износа по главной задней поверхности от продолжительности работы в интервале скоростей резания V = 25-100 м/мин (глубина резания t = 0,5 мм; подача s = 0,07 мм/об).

Кривые на рисунке 21 показывают, что во всем исследуемом диапазоне скоростей резания, интенсивность износа резцов из металла, полученного литьем в песчаные формы гораздо выше, чем отлитого в кокиль. Характерным для обоих резцов является наличие наибольшей интенсивности изнашивания при V = 100 м/мин, а наименьшей в зоне скоростей V = 80 м/мин соответствующей процессу наростообразования. У инструмента из деформированной стали в соответствии с рисунком 15 наименьшая интенсивность изнашивания установлена при V = 25 м/мин.

На основании результатов обработки зависимостей для исследуемого диапазона скоростей резания, при установленном критерии износа $h_з$ = 0,3 мм, получены функциональные зависимости стойкости T от скорости резания T = f (V). Построенные кривые стойкости инструмента от скорости резания (рисунок 22), показывают, что для инструмента из деформированной стали зависимости имеют монотонно-убывающий характер. Для литого инструмента характерна немонотонная зависимость с экстремумами, соответствующими наибольшей и наименьшей стойкости при определенных скоростях резания.

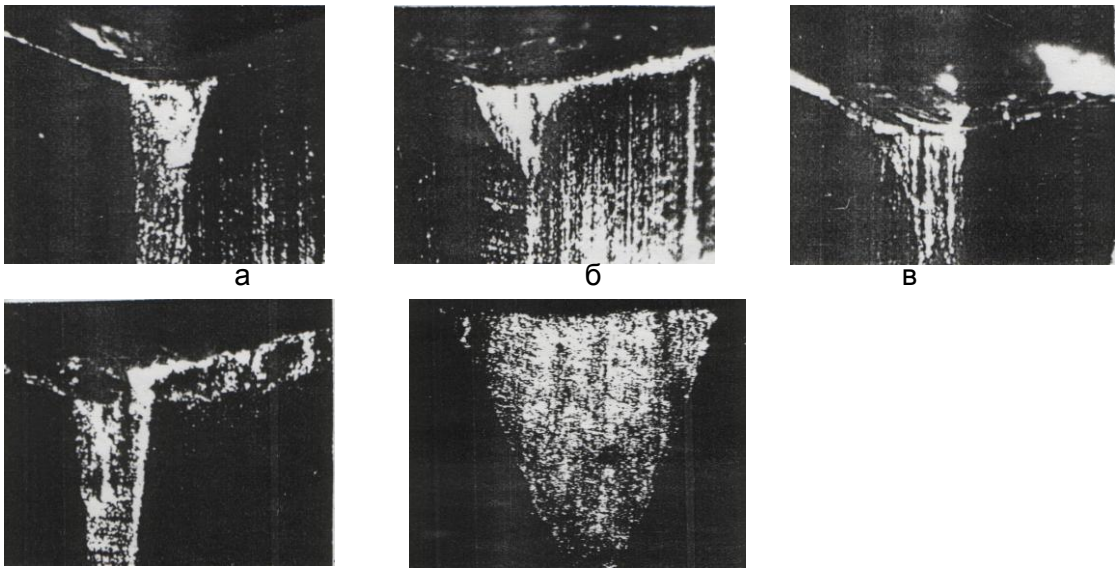


Рисунок 20 – Кинетика износа резцов из литой быстрорежущей стали при различных режимах резания: а – 25 м/мин; б – 40 – м/мин; в – 60 м/мин; г – 80 м/мин; д – 100 м/мин. х 40

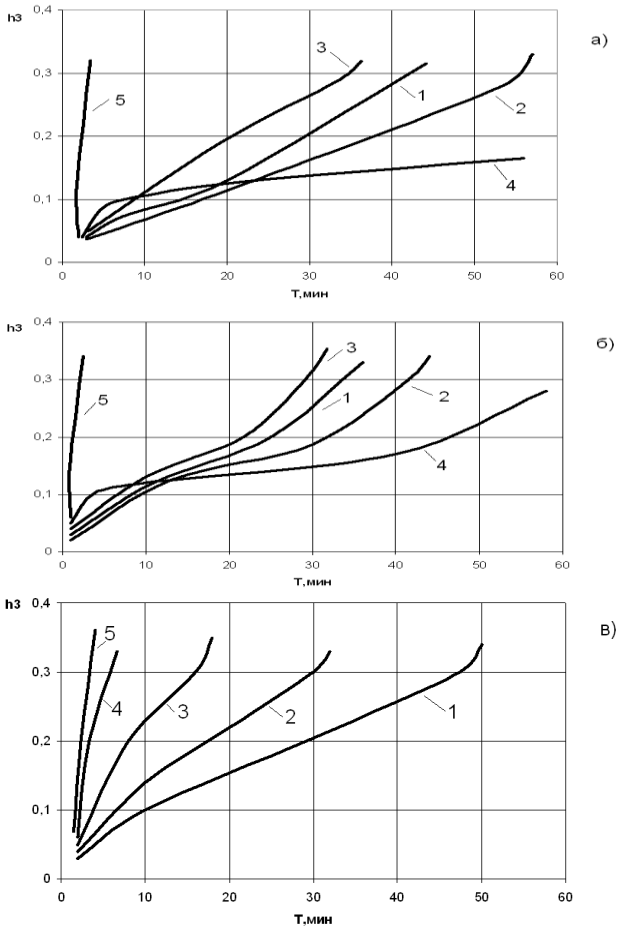


Рисунок 21 – Кривые износа по задней поверхности ($h_з$) в зависимости от продолжительности работы т резцов из быстрорежущее стали, отлитой в кокиль (а), в жидкостекольные песчаные формы (б) и проката (в) при различных скоростях резания

Из анализа стойкостных зависимостей следует, что при относительно низких скоростях резания (V = 25-30 м/мин) инструмент из деформированного металла превосходит по стойкости литой. Этот факт можно объяснить, по-видимому, тем, что при малых скоростях резания при повышенном уровне сил резания, преобладающим видом износа является механический. Наиболее значимой характеристикой металла в таких условиях работы является ударная вязкость. Поэтому более высокую стойкость в указанном диапазоне скоростей обнаруживает инструмент из деформированной стали. Соответственно наименьшая стойкость характерна для инструмента из стали, полученной в условиях медленного охлаждения (литье в песчаные формы) (рисунок 22.).

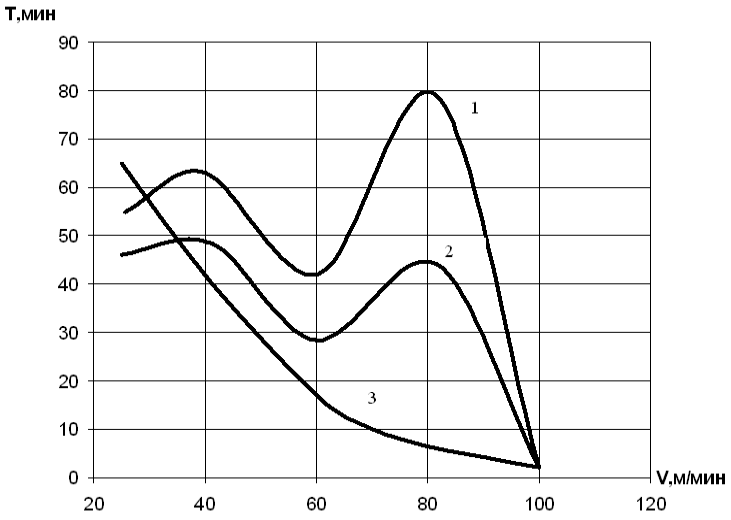


Рисунок 22 – Зависимость стойкости от скорости резания при точении резцами из стали, отлитой в кокиль (1), жидкостекольные песчаные формы (2) и проката (3)

При дальнейшем увеличении скорости резания до 60 м/мин, стойкость литых резцов превышает стойкость резцов из деформированной стали в 1,5-2 раза, в зависимости от использованного метода литья (рисунок 22). С увеличением скорости резания изменяются температурно-силовые условия в зоне резания: повышается температура, снижаются силы резания. На режущую способность в данных условиях работы влияют такие свойства стали, как износостойкость, твердость и теплостойкость. Поскольку эти свойства выше у литого инструмента, они и определяют его повышенную стойкость.

Важно отметить, что во всем диапазоне скоростей резания, стойкость резцов, полученных литьем в кокиль, выше, чем у аналогичных полученных литьем в формы из жидкостекольных песчаных смесей. Это, на наш взгляд, объясняется более благоприятной структурой, обеспечивающей, как повышенную ударную вязкость, так и более высокую теплостойкость вследствие более благоприятных условий кристаллизации.

При достижении скорости резания V = 80 м/мин у резцов из литой стали наблюдается резкое повышение стойкости. Появление максимума при данной скорости характерно для литого инструмента. Как видно из характера расположения стойкостных зависимостей (рисунок 22), высота «пика» определяется структурой литой стали, полученной различными методами литья, наибольшая высота пика соответствует инструменту, полученному литьем в кокиль.

Как установлено многочисленными экспериментальными исследованиями, посвященными изучению процессов, происходящих в зоне резания, наиболее стабильный и максимального размера нарост при резании конструкционных сталей,

образуется при таком значении сил резания, при котором температура в зоне резания достигает 300 °С.

Проведенные стойкостные испытания и анализ кинетики износа инструмента из литой быстрорежущей стали показали, что наиболее стабильный нарост образуется при скорости резания примерно 80 м/мин (при данных режимах резания). Тот факт, что нарост формируется при высоких скоростях резания, не характерных для инструмента из стандартной деформированной стали, позволяет утверждать, что использование инструмента из литой стали, по-видимому, приводит к возникновению несколько иных условий в зоне резания (в частности температурных) в силу особенности ее структуры и свойств.

Исследования по определению температуры в зоне резания показали, что при обработке стали 45 резцами, режущая часть которых была изготовлена из литой быстрорежущей стали, температура в зоне резания ниже, чем при обработке резцами из деформированной стали (рисунок 23). Было выявлено также, что температура в зоне резания зависит от метода получения литых заготовок: при использовании резцов, режущая часть которых была изготовлена литьем в кокиль, температура выше, чем при использовании резцов, полученных литьем в формы из жидкостекольных песчаных смесей.

Таким образом, проведенные эксперименты показали, что в одинаковых условиях работы при использовании резцов из стали Р6М5, полученных литьем в кокиль, в жидкостекольные песчаные формы и из проката, фиксируется различная температура в зоне резания. Следовательно, обнаруживается большая зависимость этой важнейшей характеристики работы инструмента от структуры его материала и технологии изготовления.

Известно, что температура резания определяется тепловым балансом, характеризующим отвод тепла из зоны резания со стружкой, в заготовку и в инструмент, и при одинаковых прочих условиях обработки (режимах, материала, заготовки) зависит от теплопроводности материала инструмента.

В связи с этим было выдвинуто предположение о зависимости теплопроводности материала инструмента от его структуры. Для его подтверждения проведены расчеты значений удельной теплопроводности по экспериментально измеренным значениям электросопротивления. На основании полуэмпирической формулы:

$$\lambda = L^* t/\rho, \quad (1)$$

где t – температура, ρ – удельное электросопротивление, L – число Лоренца. Число Лоренца рассчитывается согласно:

$$L \times 10^{8} = 3{,}05 - 0{,}032 \times 10^{-2} \times t \quad (2)$$

Зависимость, построенная по рассчитанным значениям удельной теплопроводности от температуры нагрева образца (рисунок 24) показывает, что во всем диапазоне температур нагрева, теплопроводность образцов, отлитых в жидкостекольные песчаные формы выше, полученных литьем в кокиль. С повышением температуры различие между значениями теплопроводности исследуемых сталей увеличивается.

Таким образом, полученные данные указывают на существование зависимости теплопроводности быстрорежущей стали от ее структуры, регламентированной методами литья и пластической деформации. Результаты стойкостных испытаний сборных токарных резцов дополнительно подтвердили этот факт.

С целью выявления более полной картины влияния структуры на режущую способность инструмента были проведены стойкостные испытания в начальном периоде резания. Данный способ основан на исследовании периода приработки инструмента, когда отсутствуют изменения условий резания, возникающие при установившемся периоде резания (наростообразование, трансформация структуры, напряжения) и искажающие в какой-то мере реальную картину поведения инструмента.

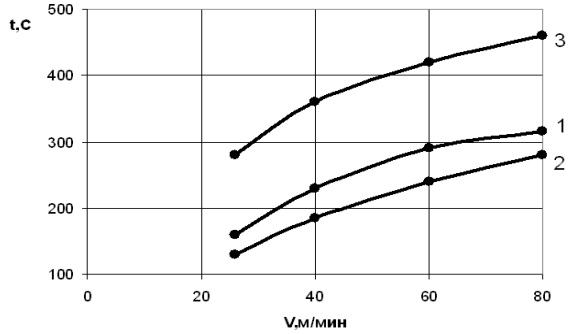


Рисунок 23 – Зависимость температуры в зоне резания от скорости резания резцами из стали, отлитой в кокиль (1), песчаные формы (2) и проката (3)

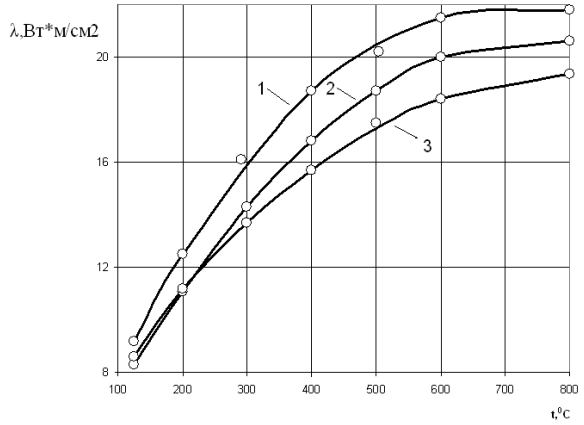


Рисунок 24 – Характер изменения теплопроводности образцов быстрорежущей стали при различной температуре: литье в песчаные формы (1), в кокиль (2), прокат (3)

Полученные результаты в виде стойкостных кривых приведены на рис. 25 откуда видно, что имеют монотонно-убывающий характер. Резцы из стали, полученной литьем в кокиль и имеющие мелкозернистую структуру по стойкости превосходят резцы, имеющие более крупнозернистую структуру, сформированную в результате кристаллизации при меньшей скорости охлаждения.

С целью исследования влияния условий кристаллизации на стойкость инструмента в условиях прерывистого резания были проведены производственные испытания трехсторонних пазовых фрез из литой быстрорежущей стали.

На рисунке 26 представлены стойкостные зависимости испытанных фрез, из которых следует, что фрезы, изготовленные литьем в кокиль, имеют наибольшую стойкость во всем выбранном для испытаний диапазоне скоростей фрезерования по сравнению с деформированными и отлитыми в песчаных формах.

Более высокая стойкость при фрезеровании инструментом, отлитым в кокиль по сравнению с полученным в песчаных формах объясняется более высокой ударной вязкостью в результате повышенных скоростей охлаждения при кристаллизации.

Вместе с тем, хотя по значениям ударной вязкости деформированная сталь превышает отлитую в кокиль стойкость фрез из нее ниже. Следовательно, достигнутый при литье в кокиль уровень ударной вязкости литой стали, значительно превышает требуемый для фрезерного инструмента. Важную роль играет тот фактор, что при литье в кокиль обеспечивается благоприятное сочетание ударной вязкости с другими эксплуатационными свойствами – твердостью, износостойкостью, теплостойкостью, что, безусловно, положительно сказывается на эксплуатационной стойкости инструмента.

Таким образом, использование оптимальных условий кристаллизации при изготовлении литого инструмента, с учетом условий его работы и назначения, является эффективным резервом повышения его эксплуатационной стойкости.

Проведенные исследования также показали, что, несмотря на одинаковый химический состав в сравнении с деформированной, литая быстрорежущая сталь является принципиально отличающимся инструментальным материалом. При использовании инструмента из нее для достижения максимальной эффективности необходима корректировка режимов резания в сторону увеличения скоростей.

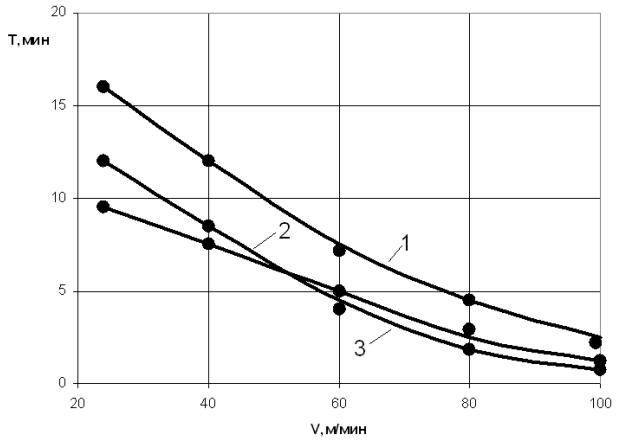


Рисунок 25 – Зависимость стойкости Т от скорости резания резцов из быстрорежущей стали, отлитой в кокиль (1), жидкостекольные песчаные формы (2) и проката (3)

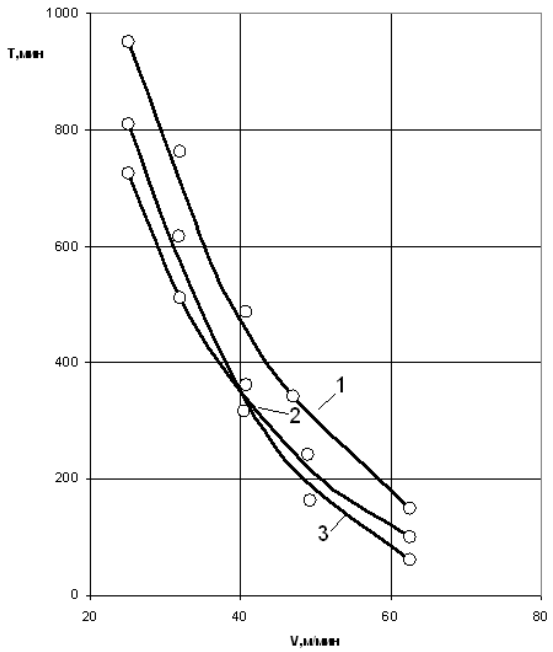


Рисунок 26 – Стойкость фрез из стали, отлитой в кокиль (1), в жидкостекольные песчаные формы (2) и проката (3)

Выводы:

Литые быстрорежущие стали вследствие специфики их структуры и физико-механических свойств являются отдельным классом инструментальных материалов и способны заполнить разрыв между деформированными быстрорежущими сталями и порошковыми материалами (минералокерамическими и твердыми сплавами).

Для обеспечения стабильности качества и эффективности в эксплуатации необходим тщательный подход к условиям формирования их структуры на всех стадиях технологического процесса изготовления от подготовки шихтовых материалов, плавки к окончательной термической обработке и выбору режимов резания [15, 16].

Список литературы:

1. Гудремон Э.А. Специальные стали. 2-е изд. - М.: Металлургия, 1966. - 734 с.
2. Чаус А.С., Рудницкий Ф.И. Влияние условий эксплуатации литого металлорежущего инструмента на особенности его изнашивания и стойкость. Часть 1. Анализ условий работы инструментов// Трение и износ, Том 28. – 2007. - № 5. - С. 449-456.
3. Чаус А.С., Рудницкий Ф.И. Влияние условий эксплуатации литого металлорежущего инструмента на особенности его изнашивания и стойкость. Часть 2. Результаты стойкостных испытаний// Трение и износ. Том 29. – 2008. - № 2. - С. 198-203.
4. Рудницкий Ф.И. Особенности эксплуатации инструмента из литой быстрорежущей стали // Литье и металлургия.-2006.- №. 2, ч. 2. - С. 173-177.
5. Chaus A.S; Rudnitskii F.I. Structure and properties of cast rapidly cooled high-speed steel R6M5//Metal science and heat treatment. - 2003. - 45 (5-6). – P. 157-162.
6. Chaus A.S; Rudnitskii F.I. Crystallization of high-speed steel in graphite mold cooled in liquid nitrogen. Acta Metallurgica Slovaca. Vol. **7**, No 3 (2/2).– P. 208–213.
7. Чаус А.С., Рудницкий Ф.И. Влияние модифицирования на структуру и свойства литых вольфрамомолибденовых быстрорежущих сталей // МиТОМ.–1989.–№2.–С.27-32.
8. Мургаш М., Чаус А.С. Использование магнитного поля при электрошлаковом переплаве стали // ФиХОМ.–1998.–№ 2.–С. 99–107.
9. Чаус А.С., Мургаш М. Кинетика фазовых превращений при кристаллизации быстрорежущей стали в магнитном поле // ФММ.–1998.–Т. 85, № 6.–С. 127–131.
10. Чаус А.С., Рудницкий Ф.И. Структура и свойства литой быстроохлажденной быстрорежущей стали Р6М5 // МиТОМ.–2003.– № 5. – С. 3–7.
11. Рудницкий Ф.И., Николайчик Ю.А., Ермак А.Н. О возможности избирательного модифицирования быстрорежущей стали// Литьё и металлургия. - 2014. - № 1.- С. 50-55.
12. Чаус А.С., Рудницкий Ф.И., Мургаш М. Структурная наследственность и особенности разрушения быстрорежущих сталей // МиТОМ.–1997. - № 2. - С. 9-11.
13. Рудницкий Ф.И. Технология изготовления заготовок литого инструмента из быстрорежущей стали с повышенным содержанием углерода// Литье и металлургия. - 2009. - №. 3. - С. 136-139.
14. Хараев Ю.П. Структура и свойства литого инструмента. - 2004. - Барнаул. - 143 с.
15. Чаус А.С., Легерска М., Рудницкий Ф.И., Константюк А.Н., Рудницкий К.Ф. Перспективы использования быстрорежущих сталей для изготовления литого металлорежущего инструмента. Особенности структуры и свойств литых и деформированных сталей // Литье и металлургия.–2004.–№. 2.–С. 90–97.
16. Чаус А.С., Легерска М., Рудницкий Ф.И., Константюк А.Н., Рудницкий К.Ф. Перспективы использования быстрорежущих сталей для изготовления литого металлорежущего инструмента. Пути улучшения структуры и свойств // Литье и металлургия.–2004.–№. 2.–С. 98–104.

ГЛАВА 12 ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПОКРЫТИЙ ЛИТЕЙНЫХ ФОРМ ПУТЕМ МОДИФИЦИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМИ МАТЕРИАЛАМИ

[1]Марукович Е.И., [2]Николайчик Ю.А.
Институт технологии металлов НАН Беларуси, г. Могилев, Беларусь,
e-mail: maruko46@mail.ru
Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь,
e-mail: foundry@bntu.by

Введение

Различного рода покрытия (например, коррозионно-, термо- и износостойкое, светоотражающие, самоочищающиеся, несмачивающиеся и др.) находят широкое применение в промышленности, а их использование позволяет получить значительный экономический эффект. В связи с этим методы получения покрытий и сегодня являются предметом многих исследований и изобретений. В тоже время, к сожалению, не так много исследований выполняется в области покрытий литейных форм. Однако, их применение при производстве отливок является одним из важнейших условий обеспечения точности и получения высокого качества поверхности литья, особенно точности и качества поверхности внутренних полостей отливки, которые формируются литейными стержнями.Поэтому,большинство литейщиков сходятся во едином мнении, что при прочих равных условиях для обеспечения высокого качества поверхности отливок (практически при любом технологическом способе их изготовления) применение литейных покрытий – одно из самых эффективных средств [1-3].

Анализ процессов в контактной зоне «расплав-литейная форма».

В процессе формирования отливки (заливке формы и ее затвердевании) при контакте расплава с литейной формой или стержнем на границе их раздела протекает широкая гамма физико-химических процессов взаимодействия (теплофизические, термохимические и гидрогазодинамические) природа и кинетика которых определяют формирование свойств отливки, в том числе и качества ее поверхности. В общем плане взаимодействие компонентов в системе «расплав – литейная форма – окружающая атмосфера» определяются перепадом температуры, изменением агрегатного состояния соединений, тепломассопереносом, фазовыми переходами и механическим разрушением материалов. Физико-химические процессы в контактной зоне «расплав-литейная форма» как правило протекают в полной взаимосвязи друг с другом, чаще всего в течении короткого промежутка времени с очень большими скоростями и имеют нестационарный характер.

Анализ показывает, что среди известных теорий и гипотез, которые не только в определенных случаях адекватно отражают природу взаимодействия расплава и литейной формы, но и объясняют первопричины образования дефектов поверхности отливок, необходимо выделить три основополагающих направления [4-8]:

– первое направление связано с изучением термохимических процессов на границе раздела «расплав – литейная форма»;

– второе заключается в исследовании параметров теплообмена между отливкой и литейной формой и связанных с ним физических процессов;

– третье в изучении гидродинамических процессов взаимодействия в контактной зоне «расплав – литейная форма».

К первому направлению необходимо отнести три основные теории: окислительную теорию (включая теорию нулевой зоны и зазора); ориентационного соответствия; промежуточных соединений. Общим в названных теоретических подходах считается то, что природа образования пригара на поверхности отливок из стали и чугуна одинакова, а ключевая его причина – это окислительные процессы, протекающие при заливке. При этом связующим звеном между отливкой и формой являются продукты химических реакций оксидов расплава с материалом литейной формы. Принято считать, что в результате такого химического взаимодействия при высоких температурах образуются комплексные соединения, подобные некоторым природным минералам, которые имеют более низкую температуру плавления, чем

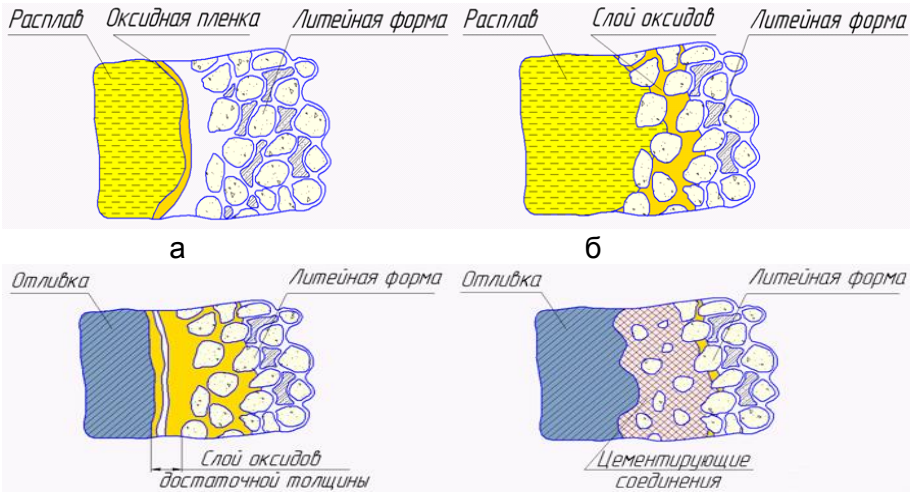
температуры заливки формы железоуглеродистыми сплавами. С точки зрения кристаллохимического строения авторы работ [9–12] установили, что образующиеся промежуточные соединения в процессе затвердевания формируют кристаллические решетки, схожие по параметрам как с металлом отливки, так и с материалом литейной формы. В большинстве случаев промежуточными соединениями являются мета- и ортосиликаты металлов, такие, как метасиликат железа – пироксен ($FeSiO_4$), ортосиликат железа – фаялит (Fe_2SiO_4), а также метасиликат марганца – родонит ($MnSiO_4$) и ортосиликат марганца – тефроит (Mn_2SiO_4). Более того исследователи, которые анализировали прочность сцепления металла с литейной формой, установили, что в процессе термохимического взаимодействия, кроме указанных силикатов, также возможно образование и эвтектик, например, состава $SiO_2 + Fe_2SiO_4$, $FeO + Fe_2SiO_4$, которые значительно повышают прочность пригарных корок.

Необходимо отметить, что на основании вышеописанных теоретических подходов, объясняющих механизм образования пригара, их авторы неразрывно разрабатывали и методы его профилактики, основанные на регулировании окислительных процессов в контактной зоне.Здесь необходимо выделить два различных подхода решения проблемы:

– первый заключается в увеличении степени окисления расплава в процессе взаимодействия с литейной формой, что реализуется путем применения в составах противопригарных покрытий, а также формовочных смесей модифицирующих добавок материалов-окислителей;

– второй основывается на процессе восстановления оксидов расплава, путем создания в контактной зоне «расплав – литейная форма» восстановительной атмосферы.

Оба направления основаны на схеме контактного взаимодействия расплава и литейной формы (рисунок 1.1).



а – этап окисления расплава в период заполнения литейной формы; б – этап фильтрации расплава в капилляры литейной формы; в – этап формирования оксидной пленки; г – этап образования легкоплавких цементирующих соединений типа фаялита

Рисунок 1.1 – Схема многостадийного процесса взаимодействия расплава и литейной формы

Считается, что процесс образования пригара состоит из нескольких этапов: окисление расплава атмосферой литейной формы в период заполнения (рисунок 1.1, а); фильтрация окисленного расплава в капилляры литейной формы (рисунок 1.1, б); образование в контактной зоне «расплав – литейная форма» оксидной пленки (рисунок 1.1, в) и цементирующих соединений (рисунок 1.1, г). Если скорость образования оксидов будет превышать скорость их расхода на образование цементирующих соединений, то на границе раздела формируется зазор (слой оксидов достаточной толщины), по которому пригарная корка легко отделяется от отливки.

Необходимо отметить, что в качестве модификаторов противопригарных покрытий, которые обеспечивают реализацию первого подхода,предлагается использовать соли и оксиды металлов, которые обладают сильными окислительными свойствами (например,перманганат калия ($KMnO_4$), пятиокись ванадия (V_2O_5) в комбинации с сульфатом натрия (Na_2SO_4)).

Для создания восстановительной атмосферы в контактной зоне «расплав – литейная форма» (реализация второго варианта подхода) в первую очередь актуально использование в составах противопригарных покрытий как модификаторов, так и базовых наполнителей, углеродсодержащих материалов, например, аморфного и кристаллического графита, пироуглерода, шунгита. Также известно о применении карбонатов щелочноземельных металлов ($CaCO_3$, $ZnCO_3$), которые, разлагаясь при высокой температуре, образуют значительное количество газообразных продуктов (CO и CO_2), способствующих созданию в контактной зоне «расплав – литейная форма» восстановительной атмосферы.

К наиболее значимому достижению авторов, исследовавших способы управления окислительными процессами в контактной зоне «расплав – литейная форма», следует отнести введение понятия «легкоотделимый пригар» и связанные с ним описания методов его количественной оценки.

При наглядных преимуществах окислительной теории следует отметить, что ей характерны и существенные недостатки. Например, в окислительной теории нет методик расчетов, которые позволили бы определить, каким из путей необходимо идти для получения в контактной зоне «расплав – литейная форма» слоя оксидов железа оптимальной толщины, так как их получение сопряжено с определенными трудностями и зависит от многих факторов (химического состава сплава, температуры заливки, природы модификаторов и других). Частичные ответы на эти вопросы получены рядом авторов, но они носят сугубо эмпирический характер и требуют выявления взаимосвязи друг с другом. Так, например, автор работы [13] приводит эмпирическую зависимость по определению коэффициента диффузии оксидов железа на поверхности кварца:

$$D = 16{,}46\, e^{-\frac{18250}{T}}, \text{ м}^2/\text{с}, \qquad (1.1)$$

где T – температура, К.

Некоторые авторы [10, 13] для оценки толщины образующейся оксидной пленки предлагают использовать уравнение химической реакции первого порядка:

$$\frac{dh}{dt} = K_v C, \qquad (1.2)$$

где h – толщина образующейся оксидной пленки, м;
t – продолжительность окисления, с;
K_v – константа скорости химической реакции окисления;
C – концентрация окислителя, %.

В этом случае толщина оксидной пленки определяется только двумя факторами: скоростью химической реакции окисления и концентрацией модификатора-окислителя.

Очевидно, что приведенные модели, в том числе (1.1), (1.2), необходимо не только обобщать в многокомпонентный комплекс для создания единой модели, но и они должны быть тщательно проверены в реальных условиях, что при огромном числе переменных факторов требует колоссального числа натурных экспериментов и является трудноосуществимым процессом.

С другой стороны, при профилактике пригара,может быть реализован иной подход, который заключается в создании в контактной зоне «расплав – литейная форма» условий, при которых химическое взаимодействие оксидов расплава с материалом литейной формы отсутствует. Это возможно путем создания на поверхности литейной формы прочного защитного слоя в виде противопригарного покрытия, базовый наполнитель которого химически инертен к оксидам расплава.

Для применения в практике литейного производства одними из таких материалов являются минералы системы$A1_2O_3$–SiO_2 (алюмосиликаты).Они являютсяодними из самых распространенных сырьевых материалов в природе и составляют до 50 % массы земной коры [14]. Алюмосиликаты, не содержащие химически связанной кристаллической воды, являются тугоплавкими, термическистойкими соединениями. В связи с этим алюмосиликаты – это самый распространенный сырьевой материал, использующийся для получения огнеупорных изделий и специальной керамики, работающих в самых тяжелых условиях (химически агрессивных средах, при высоких температурах под воздействием статических и динамических нагрузок). Очевидно, что такие условия наиболее сопоставимы с технологией изготовления отливок из железоуглеродистых сплавов.

Применение безводных алюмосикатов в качестве сырья для производства ответственных изделий обусловлено в первую очередь тем, что под воздействием температуры эти материалы склонны к образованию единственного термодинамически устойчивого соединения в системе Al_2O_3–SiO_2[15]– муллита ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$). При высокой огнеупорности муллита 1830 ºС он химически устойчив к различным агрессивным средам, включая расплавы металлов. К сожалению, промышленныхместорождений муллита в настоящее время не разведано, поэтому, в основном, егополучают синтетическим путем при обжиге алюмосиликатов. Известно [16], что муллитовые изделия обладают достаточно высокой механической прочностью при высоких температурах.

Возможность применения муллита как средства профилактики пригара на отливках достаточно интересно не только с точки зрения термохимических процессов контактного взаимодействия расплава и литейной формы, но и теплофизики этих процессов. Так, анализработ авторов, изучавших природу образования пригара именно со стороны теплофизического аспекта, показывает, что к основным факторам образования пригара необходимо отнести деформацию и разрушение литейной формы в период заливки и кристаллизации расплава. Исследователи связывают эту причину с различными теплофизическими процессами (например, ударным характером испарения влаги [7], возникновением нелинейных растягивающих и сжимающих напряжений при расширении кварцевого песка [9] и другими).

Необходимо отметить, что в периоды заливки и кристаллизации расплава противопригарное покрытие, находящееся на поверхности литейной формы, в первую очередь испытывает такую разрушающую нагрузку. В связи с этим защитный противопригарный слой должен обладать достаточной прочностью во всем интервале температур взаимодействия. Очевидно, что сообщение дополнительной прочности поверхностному слою литейной формы при формировании муллита может защитить ее от разрушения при высоких температурах.

Процесс повышения прочности противопригарного покрытия может быть реализован за счет раскрытия возможностей основного компонента – огнеупорного наполнителя. В этом случае высокие температуры взаимодействия в контактной зоне «расплав – литейная форма» будут являться не разрушающим фактором, а выступят в роли необходимых условий для формирования высокотемпературной прочности противопригарного покрытия. Как уже было отмечено,реализация указанного механизма возможна при использовании в противопригарном покрытии огнеупорного наполнителя из класса естественных муллитообразователей (алюмосиликатов).

Следует отметить, что муллит является весьма ценным материалом для современной техники, так как обладает выскоми прочностными свойствами при повышенных температурах, которые обусловлены в первую очередь тем, что в процессе синтеза минерал формирует армирующий каркас в виде нитевидных кристаллов, который сообщает базовой матрице дополнительную механическую прочность. В источниках [16, 17] отмечается, что ударная вязкость армированной нитевидными кристаллами базовой матрицы существенно выше, чем неармированной. Это обусловлено совокупным действием двух механизмов: 1) нитевидные волокна влияют на распределение механических напряжений, уменьшая их концентрацию [16];

2) если даже волокна не смогут предохранить матрицу от растрескивания под действием сильного теплового удара, то они, как минимум, ограничат распространение трещин и предотвратят разрушение конструкции, которая зачастую еще способна работать, несмотря на наличие трещин [16].

Анализ способов синтеза муллита (кристаллизация из расплава, газовой фазы, методы пламенного распыления, совместного осаждения гелей и другие) показывает, что наиболее вероятно реализуемым для противопригарных покрытий является метод твердофазного синтеза [63]. В этом случае формирование муллита возможно из естественного алюмосиликатного муллитообразователя. Этот процесс описывается химической реакцией:

$$3(Al_2O_3 \cdot SiO_2) \rightarrow 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \text{ (муллит)} + SiO_2 \text{ (стеклофаза)}. \quad (1.3)$$

Под действием температуры структура исходного алюмосиликата посредством полиморфных превращений перестраивается в структуру муллита с выделением сводной стеклофазы. Реакция (1.3) характеризует прямой синтез муллита.

Теоретический выход муллита по реакции (1.3) различен и зависит от природы минерала, например для каолинита ($Al_4[Si_4O_{10}](OH)_8$) составляет около 40 % [18]. В связи с этим в технологии огнеупорной керамики известны способы интенсификации получения муллита из алюмосиликатного сырья за счет использования различных добавок-модификаторов, таких, как соли щелочных и щелочноземельных металлов, фториды металлов и других. К наиболее эффективным следует отнести способ введения в состав композиций оксида алюминия, который интенсифицирует выход муллита из алюмосиликата за счет повышения глиноземистого модуля по реакции:

$$2(Al_2O_3 \cdot SiO_2) + Al_2O_3 \rightarrow 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \text{ (муллит)}, \quad (1.4)$$

и связывает высвобождаемую в результате первичного синтеза муллита стеклофазу во вторичный муллит по реакции:

$$2Al_2O_3 + 3SiO_2 \rightarrow 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \text{ (муллит)}. \quad (1.5)$$

Необходимо отметить, что процесс вторичного синтеза муллита при реализации возможного механизма повышения прочности противопригарного покрытия является довольно важным по нескольким причинам. Первая заключается в том, что стеклофаза, выделившаяся в результате реакции (1.3), находится в высокоактивном химическом состоянии, способном к более интенсивному взаимодействию с оксидами расплава, что является одной из причин образования пригара на поверхности отливки. С другой стороны, связывание стеклофазы оксидом алюминия увеличивает суммарную долю образующегося муллита, однако, как показывает анализ, реакция (1.5), как и (1.4), протекает достаточно медленно, что недопустимо для жестких условий контактного взаимодействия расплава и противопригарного покрытия. Поэтому весьма актуальным является вопрос интенсификации процессов муллитообразования за счет использования нового класса материалов – наноструктурированных, которые обладают каталитической и реакционной способностью на несколько порядков выше, чем аналогичные грубодисперсные.

Анализ физико-химических превращений алюмосиликатного наполнителя при нагреве противопригарного покрытия показывает, что наряду с деструктивными процессами возможны и противоположные явления – формирование матрицы муллита игольчатого строения. Такая матрица теоретически будет способна не только образовать дискретную взаимосвязь частиц наполнителя, обеспечив достаточную когезионную прочность противопригарного покрытия при высоких температурах, но и, обладая химическим сродством к основному материалу литейной формы (кварц), создать адгезионную связь покрытия и литейной формы.

Таким образом анализ процессов, происходящих в контактной зоне «расплав – литейная форма» показывает, что одним из эффективных спсобов повышения качества поверхности отливок является создание на поверхности литейной формы высокопрочного эрозионностойкого защитного слоя противопригарного покрытия, изолирующего ее открытые капилляры и предотвращающего фильтрацию в них

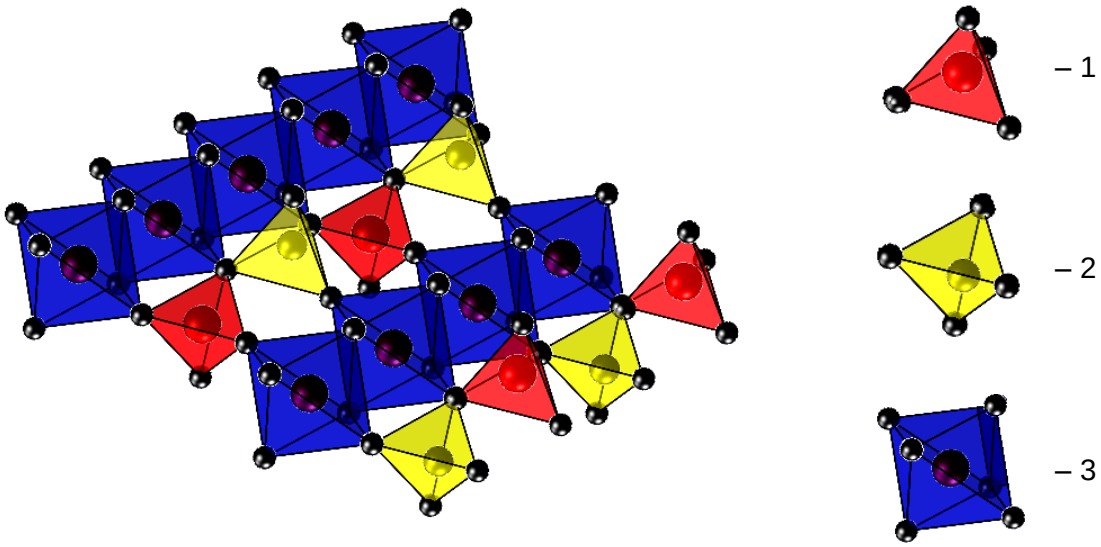
расплава. При этом установлено, что противопригарное покрытие должно обладать высокой термостойкостью, которая может быть обеспечена искусственным синтезом в период контактного взаимодействия расплава и литейной формы муллитоподобных минералов.

Исследование закономерностей формирования структурно-реологических свойств противопригарынх покрытий.

Как уже было отмечено, необходимым условием реализации механизма повышения высокотемпературной прочности является получение в структуре противопригарного покрытия достаточного количества муллита – синтетического материала с термостойкостью, превышающей предельные значения температур заливки железоуглеродистых сплавов.

В процессе анализа работ по твердофазному синтезу муллита [16, 19–23] было выявлено, что механизм его образования достаточно сложный и реализуется на наноуровне, когда кристаллическая структура минерала формируется из химически родственных муллиту прототипов. К таким материалам следует отнести большую группу алюмосиликатных минералов, однако наиболее близкие аналоги могут быть найдены при анализе микроструктуры муллита, которая представляет собой пространственную кристаллическую решетку, состоящую из цепей, образованных октаэдрами кислорода вокруг части ионов алюминия, соединенных ребрами (рисунок 3.1). Другая часть ионов алюминия и ионов кремния образует с кислородом тетраэдры. Известно [16, 20–23], что цепочки октаэдров $[AlO_6]^{9-}$ в структуре муллита расположены параллельно оси С и соединены друг с другом через цепочки тетраэдров $[AlO_4]^{5-}$ и $[SiO_4]^{4-}$. Элементарная ячейка муллита не содержит целого числа атомов кислорода, а октаэдрические вакансии распределены статистически. Определяющим условием формирования кристаллической решетки муллита является то, что алюмокислородные комплексы муллитообразователя должны находиться частично в четвертной и частично в шестерной координации [20].

Из большой группы алюмосиликатных соединений, содержащих в своей структуре комплексы $[AlO_6]^{9-}$, $[AlO_4]^{5-}$, $[SiO_4]^{4-}$, одним из наиболее близких аналогов муллита является природный минерал – дистен-силлиманит.



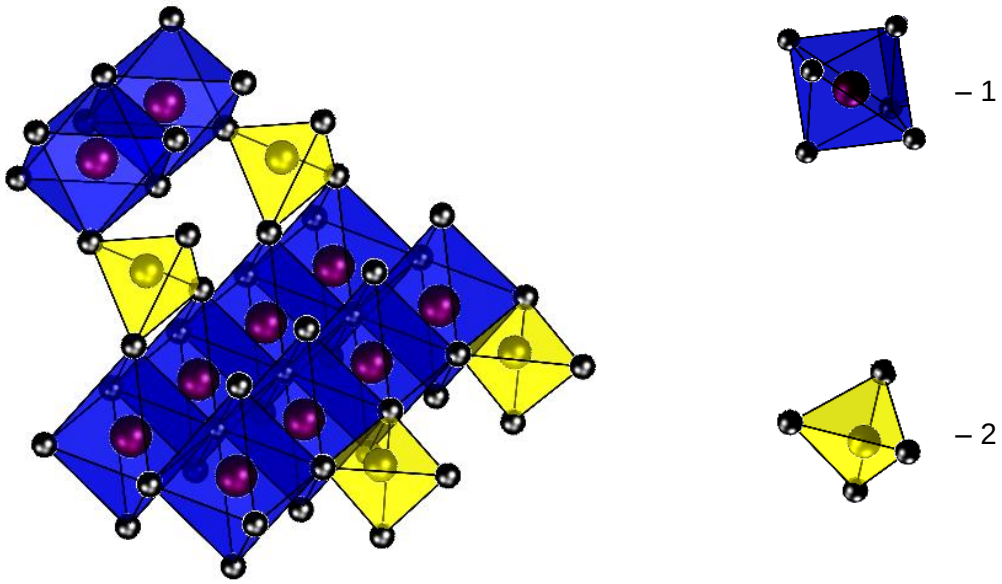
1 – тетраэдр $[AlO_4]^{5-}$; 2 – тетраэдр $[SiO_4]^{4-}$; 3 – октаэдр $[AlO_6]^{9-}$
Рисунок 1.2 – Элемент кристаллической структуры муллита

Анализ физико-химических характеристик дистен-силлиманита показывает, что это комплексное соединение, состоящее из двух минералов: кианита (дистена) и силлиманита. Содержание кианита и силлиманита в минерале различно и зависит от

месторождения. Кианит и силлиманит имеют один и тот же химический состав и являются модификациями одного алюмосиликатного соединения с общей химической формулой $Al_2O_3 \cdot SiO_2$. При названных общих чертах минералы имеют принципиальные отличия в строении кристаллов, что находит прямое отражение в процессе их муллитизации.

Структура силлиманита наиболее близка к структуре муллита (содержит все структурные комплексы муллита), а отличается лишь большей упорядоченностью кристаллической решетки. Образование муллита из силлиманита происходит при плавной дестабилизации структуры силлиманита с выделением SiO_2, что возможно при достаточно высоких температурах (1600–1750 ºС) [24]. Само превращение протекает в объеме зерна силлиманита, а кристаллы муллита образуются мелкими с тончайшими выделениями на них стекловидного вещества [25].

В отличие от силлиманита в основе структуры кианита лежит искаженная плотнейшая кубическая упаковка атомов кислорода со слоями, параллельными плоскости (110) (рисунок 1.3). При этом ионы алюминия занимают только октаэдрические пустоты, а ионы кремния – тетраэдрические. Часть октаэдров $[AlO_6]^{9-}$ формирует цепочки рутилового типа. Другая часть октаэдров находится вне цепочек. Конструкции, составленные из октаэдров, соединяются изолированными тетраэдрами $[SiO_4]^{4-}$. Такая структура кристаллличекой решетки кианита, отличающаяся от структуры муллита (рисунок 1.2) отсутствием тетраэдров $[AlO_4]^{5-}$, определяет более низкую термическую стабильность минерала и возможность замены части тетраэдров $[SiO_4]^{4-}$ на тетраэдры $[AlO_4]^{5-}$.



1 – октаэдр $[AlO_6]^{9-}$; 2 – тетраэдр $[SiO_4]^{4-}$
Рисунок 1.3 – Элемент кристаллической структуры кианита

В связи с этим образование муллита из кианита протекает при более низких температурах (900–1400 ºС), чем из силлиманита, и начинается от поверхности зерна, распространяясь к его центральной части [25]. Процессу характерны две параллельные стадии [26]:

– химическое разложение минерала, в результате чего частично образуются алюмокислородные комплексы с четвертной координацией $[AlO_4]^{5-}$, необходимые для построения кристаллической решетки муллита;

– образование алюмосиликата, имеющего состав муллита, но структуру дефектного силлиманита, которая в итоге за счет стабилизации выделившимся SiO_2 преобразуется в структуру муллита.

Необходимо отметить, что аналогичные процессы протекают и с базовым наполнителем противопригарных покрытий в период взаимодействия с расплавом. Учитывая то, что дистен-силлиманит – широко распространенный высокоогнеупорный материал, актуальным вопросом является возможность повышения его термостойкости при использовании в составах противопригарных покрытий для изготовления отливок из железоуглеродистых сплавов, что возможно за счет регулирования процесса структурообразования в период высокотемпературного взаимодействия с расплавом. На основании изложенных данных видно, что одна из составляющих дистен-силлиманита – минерал кианит – имеет большой потенциал превращений в высокотемпературное соединение, что в свою очередь определяет возможность повышения высокотемпературной прочности противопригарных покрытий.

Как уже было отмечено, образование муллита из кианита протекает на уровне, соизмеримом с параметрами кристаллической решетки, размеры которой сопоставимы с нанометровым диапазоном. В связи с этим, что очевидно, более эффективная интенсификация муллитообразования кианита возможна при воздействии на аналогичном уровне (наноуровне) путем модифицирования материалами, которые способны к активному взаимодействию в параметрах кристаллической решетки,– наноматериалами.

Анализ известных способов интенсификации твердофазного синтеза муллита из кианита [26, 28] показывает, что они направлены на создание условий в зоне реакции, обеспечивающих формирование достаточного количества алюминатных комплексов с четвертной координацией $[AlO_4]^{5-}$, которые необходимы для построения кристаллической решетки муллита.

Необходимо отметить, что один из самых распространенных приемов интенсификации муллитообразования кианита – это модифицирование щелочными минерализаторами [16, 28]. Известно [20], что формирование алюминатных комплексов с четвертной координацией происходит путем преобразования тетраэдров $[SiO_4]^{4-}$ в $[AlO_4]^{5-}$ за счет замены катиона кремния (Si^{4+}) катионом алюминия (Al^{3+}) по механизму изоморфного замещения, что возможно из-за близости ионных радиусов катионов (R_{Si4+} = 0,0042 нм, R_{Al3+} = 0,0051 нм). В этом случае примеси катионов щелочных металлов Me^+ (Na^+, K^+, Li^+) выступают фактором искажения электронной плотности комплекса $[SiO_4]^{4-}$ и являются компенсаторами заряда частично большей электроотрицательности комплекса $[AlO_4]^{5-}$. Этот процесс достаточно трудоемкий и требует большого количества энергии, что сказывается на температурно-временных параметрах образования муллита. Одним из недостатков описанного приема модифицирования является то, что при введении большого количества щелочей процесс образования муллита затрудняется по причине формирования на базе аниона $[SiO_4]^{4-}$ индивидуальных кристаллических решеток легкоплавких соединений, которые так же являются одной из основных причин образования пригара на отливках [2]. Гипотетически такой процесс оказывается более реализуемым, так как при прямом синтезе муллита выделяется избыточное количество SiO_2. В связи с этим применение такого класса модификаторов в составах противопригарных покрытий оказывается крайне нежелательным.

С другой стороны, может быть реализован иной подход, исключающий необходимость применения минерализатов и заключающийся в том, что в зону реакции муллитизации доставляются готовые алюминатные комплексы $[AlO_4]^{5-}$ путем модифицирования материалами, содержащими в своем составе названные структурные единицы.

Анализ кристаллической структуры близких муллиту по химическому составу материалов показывает, что алюминатные комплексы $[AlO_4]^{5-}$ могут быть найдены в структуре оксида алюминия Al_2O_3. Сегодня известны две наиболее широко

распространенные фазы Al_2O_3: корундовая α–Al_2O_3 и шпинель дефектного типа γ–Al_2O_3 [29]. Кристаллическая решетка α–Al_2O_3 представлена только октаэдрическими алюминатными комплексами $[AlO_6]^{9-}$, поэтому такая модификация является довольно стабильной. Трансформация комплексов $[AlO_6]^{9-}$ в $[AlO_4]^{5-}$ протекает лишь при наличии химического катализатора и требует мощного энергетического воздействия [29]. Очевидно, что этим обусловлена высокотемпературная (1600–1700 ºС) и длительная (4–6 ч) термическая обработка шихтовых составов муллитовых огнеупорных изделий, в которых в качестве модификатора используется α–Al_2O_3 [19]. На основании таких данных можно полагать, что применение α–Al_2O_3 в качестве модификатора не даст возможности интенсификации синтеза муллита в противопригарном покрытии, когда условия, необходимые для образования комплексов $[AlO_4]^{5-}$, изначально не могут быть созданы.

В отличие от α–Al_2O_3 кристаллическая структура γ–Al_2O_3 представлена как алюминатными комплексами октаэдрической координации $[AlO_6]^{9-}$, так и тетраэдрическими $[AlO_4]^{5-}$, где катионы алюминия (Al^{3+}) занимают 23 и 1/3 из 16 октаэдрических и 8 тетраэдрических позиций. Такая структура кристаллической решетки определяет более высокую реакционную способность γ–Al_2O_3 [29–31].

Важно отметить, что интенсификация процесса формирования кристаллической решетки муллита при модифицировании γ–Al_2O_3 возможна при активном участии комплексов $[AlO_4]^{5-}$ в процессе синтеза. Это условие может быть реализовано при использовании наноматериалов, в частности нано γ–Al_2O_3. Известно [110–112], что высокая скорость диффузионного обмена реакций с наноматериалами обусловлена тем, что значительная доля атомов, находящихся на поверхности наночастиц, обладает неполным числом связей, что, безусловно, будет способствовать более интенсивному участию комплексов $[AlO_4]^{5-}$ в построении кристаллической решетки муллита.

Теоретически необходимость применения нано γ–Al_2O_3 для интенсификации синтеза муллита в противопригарном покрытии также вытекает из того, что вследствие огромной суммарной удельной поверхности наноматериала в зоне реакции будет обеспечена максимальная площадь соприкосновения между реагентами, что вызовет объемное протекание реакций в противопригарном покрытии. Также благодаря малому размеру частиц реакции синтеза с участием наномодификатора (нано γ–Al_2O_3) будут характеризоваться короткими диффузионными расстояниями и высокими движущими силами, что приведет к снижению температуры синтеза и увеличению скорости реакции. Например, в работе [32] показано, что образование муллита на поверхности кварца при взаимодействии с нано γ–Al_2O_3 эффективным размером около 5 нм протекает со скоростью в сотни раз превышающей значения скорости, характерной для реакций с участием грубодисперсных материалов.

Необходимо отметить, что повышенная каталитическая активность и высокая реакционная способность нано γ–Al_2O_3 порождают другую проблему – низкую стабильность материала в ультрадисперсном состоянии, что вызывает трудности с его хранением и практическим применением.

Сегодня для решения такой проблемы применяют методы, основанные на использовании слабых агрегатированных наноструктур (наноструктурированных порошков), которые содержат в своем строении структурные наноэлементы и при небольшом внешнем воздействии разлагаются на нанообъекты. Известно [33, 34], что нано γ–Al_2O_3 может быть получен пиролитическим разложением одноводного гидроксида алюминия (бемита – AlOOH).

В связи с этим в качестве модификатора противопригарного покрытия в работе использован ноноструктурированный порошок бемита (AlOOH), который получают методом гидротермального окисления промышленных порошков алюминия марки АСД-4, АСД-6 (ТУ 48-5-226-87 [35]), а вкачестве базового наполнителя противопригарных покрытий (мулитообразователя) использован концентрат дистен-силлиманитовый порошкообразный марки КДСП (ТУ У 14-10-017 [27]), который получают путем помола природной руды в пароструйных мельницах. Дисперсионная

среда для приготовления противопригарных покрытий представляла собой водно-спиртовой раствор поливинилацетатной дисперсии.

В результате исследования структурно-реолоических свойствов покрытий установлены зависимости, описывающие изменение их свойств при увеличении концентрации наноструктурированного бемита:

$$\delta = 0{,}0203x^3 - 0{,}1268x^2 + 0{,}2563x + 0{,}5762; \quad (1.6)$$

$$h = -0{,}0031x^3 + 0{,}0212x^2 - 0{,}0723x + 0{,}5312; \quad (1.7)$$

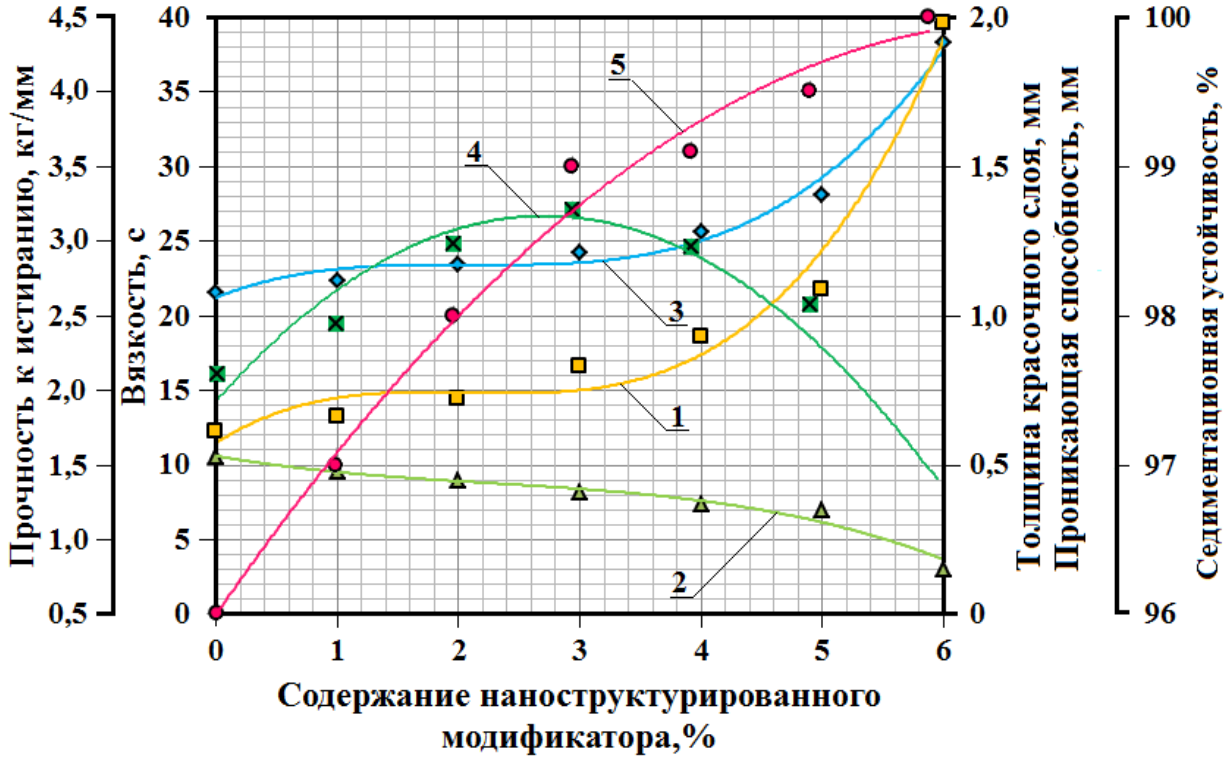
$$\eta = 0{,}2444x^3 - 1{,}5369x^2 + 3{,}1853x + 21{,}252; \quad (1.8)$$

$$\sigma = -0{,}162x^2 + 0{,}894x + 1{,}9373; \quad (1.9)$$

$$C = -0{,}0833x^2 + 1{,}15x + 96{,}008, \quad (1.10)$$

где где δ – толщина красочного слоя, мм;
h – проникающая способность, мм;
η – вязкость, с;
ρ – плотность, кг/м^3;
x – концентрация наноструктурированного модификатора, %.

Построение кривых (рисунок 1.6), описывающих значения изучаемых показателей, выполнено с использованием пакета MicrosoftExel 2010 путем добавления линий тренда.



1 – толщина красочного слоя; 2 – проникающая способность;
3 – вязкость; 4 – прочность к истиранию; 5 – седиментационная устойчивость
Рисунок 1.4 – Физико-механические свойства противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом

Достоверность аппроксимации оценивали по величине коэффициента детерминации R^2. Достоверность аппроксимации результатов экспериментов приведена в таблице 1.1.

Таблица 1.1 – Достоверность аппроксимации результатов экспериментов физико-механических свойств покрытия математическими зависимостями (1.6)–(1.10)

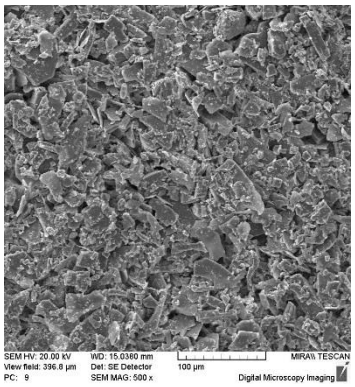
Свойство покрытия	Зависимость	Коэффициент детерминации R^2
Толщина красочного слоя, мм	(1.6)	0,9733
Проникающая способность, мм	(1.7)	0,9855
Вязкость, с	(1.8)	0,9846
Прочность к истиранию, кг/мм	(1.9)	0,9332
Седиментационная устойчивость, %	(1.10)	0,9891

Установлено, чтоувеличение концентрации наномодификатора ведет к более интенсивному росту вязкости покрытия. Такие изменения связаны с тем, что наномодификатор частично адсорбирует воду, входящую в состав растворителя, а также требует повышенного расхода жидких составляющих покрытия, идущих на смачивание его высокой удельной поверхности.

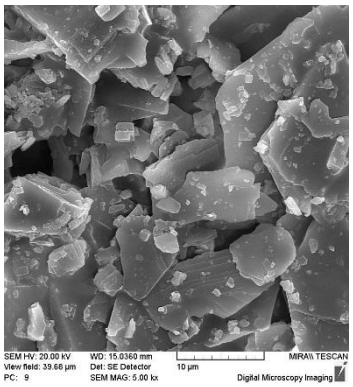
Из рисунка 1.4 видно, что при увеличении концентрации наноструктурированного модификатора более 5 % вязкость покрытия принимает значения, не соответствующие оптимальному диапазону (более 23,85 с), что в свою очередь приводит к увеличению толщины красочного слоя и снижению проникающей способности. Однако при концентрации наноструктурированного бемита в пределах до 5 % толщина красочного слоя и проникающая способность принимают необходимые и достаточные значения: δ = 1,21 мм и h = 0,31 мм.

Увеличение вязкости противопригарного покрытия приводит к повышению его седиментационной устойчивости (кривая 5, рисунок 3.6), что хорошо согласуется с известными данными, когда противопригарные покрытия большей вязкости имеют более высокую однородность и меньшую склонность к расслоению. При концентрации наноструктурированного бемита 5 % седиментационная устойчивость возрастает до 99 %.

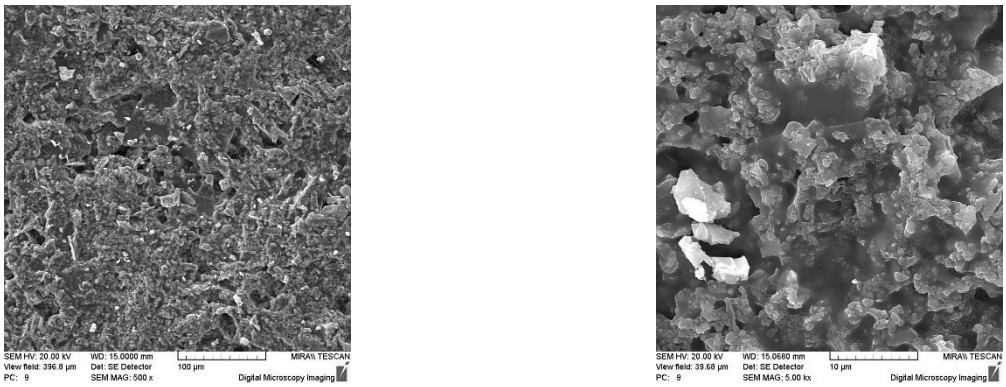
Исследование прочности противопригарных покрытий показывает (кривая 4, рисунок 1.4), что добавка наноструктурированного модификатора до 3 % увеличивает прочность до 3,2 кг/мм. Дальнейшее увеличение концентрации наноструктурированного бемита снижает прочность покрытий и при концентрации более 5 % приводит ее к падению до недопустимо минимальных значений 0,4 кг/мм. При содержании наномодификатора 3–5 % прочность покрытия составляет 2,9–2,3 кг/мм, что превышает предельно минимальное граничное значение в 1,5 кг/мм. Исследование морфологии противопригарных покрытий (рисунок 1.6) позволило установить, что изменение прочности связано с качественным преобразованием их микроструктуры.



а



б



в г

а – без модификатора (×500); б – без модификатора (×5000);
в – модифицированное (×500); г – модифицированное (×5000)
Рисунок 1.5 – Микроструктура противопригарных покрытий

Из рисунка 1.5 видно, что модифицированное наноструктурированным бемитом покрытие, обладающее в жидком состоянии высокой однородностью, формирует при отверждении пленки с большим числом адгезионных контактов между наполнителем и связующим. При концентрации наноструктурированного бемита до 5 % происходит его усвоение в полимерной матрице ПВАД, тем самым повышается когезионная прочность манжет связующего. В итоге, модифицированное покрытие обладает более высокими прочностными и трибологические характеристиками.

Исследование закономерностей формирования высокотемпературных свойств покрытий

Исследование процессов образования муллита, определяющих формирование высокотемпературной прочности противопригарных покрытий, проводили на предварительно подготовленных образцах, которые подвергали нагреву в лабораторной муфельной печи ПЛ 10/16 с хромит-лантановыми нагревателями и максимальной температурой нагрева 1600 ºС. Прочность противопригарных покрытий определяли по методу, основанному на разрушающем действии струи кварцевого песка, направленной на окрашенную подложку. За меру прочности противопригарного покрытия принимали массу песка, которая была израсходована на истирание покрытия, отнесенную к толщине слоя. С целью определения необходимого и достаточного количества наномодификатора в составе противопригарного покрытия, а также снижения количества опытов было применено математическое планирование полнофакторного эксперимента 2^3. При этом переменными факторами были выбраны температура (*T*), время выдержки противопригарного покрытия в печи (т) и количество наноструктурированного бемита (*C*) в составе противопригарного покрытия. Локальная область определения переменных факторов была установлена из нижеследующих априорных соображений. При зафиксированном значении концентрации базового наполнителя (дистен-силлиманита) 45 %, содержание наноструктурированного бемита варьировали в установленном ранее диапазоне оптимальной концентрации (1–5 %). Диапазон изменения температуры выбран от 1000 до 1500 ºС из тех соображений, что именно в этом интервале активно протекают процессы контактного взаимодействия расплава и литейной формы, приводящие к образованию дефектов поверхности отливок. Время выдержки варьировали от 1 до 10 мин, так как этот временной промежуток для большинства типоразмеров отливок наиболее полно характеризует периоды заполнения литейной формы и затвердевания расплава. Интервалы варьирования переменных факторов и их значения в натуральном масштабе на основном, верхнем и нижних уровнях приведены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Уровни факторов

Уровни варьирования	Переменные факторы		
	температура *T*, ºС	время т, мин	количество модификатора *C*, %
Основной	1250	5,5	3
Интервал варьирования	250	4,5	2
Верхний	1500	10	5
Нижний	1000	1	1

План экспериментов в кодовом и натуральном масштабах приведен в таблице 1.2. Путем расчета значения критерия Кохрена (G) [36] была проверена однородность ряда построчных дисперсий результатов опытов. Расчетное значение составило $G^{расч}$ = 0,126. Табличное значение критерия, найденное исходя из выбранного доверительного интервала α = 0,05, числа степеней свободы *f* = 2 и числа опытов 8 равно $G^{табл}$ = 0,516 [36].

Поскольку выполняется условие $G^{расч} < G^{табл}$ [36], ряд дисперсий результатов экспериментов по определению прочности противопригарных покрытий можно считать однородным. В таблице 1.3 приведены средние значения результатов определения прочности противопригарных покрытий по результатам трех измерений.

Таблица 1.3 – План экспериментов 2^3в кодовом и натуральном масштабах и результаты экспериментов

Номер опыта	Кодовый масштаб			Натуральный масштаб			Функция отклика
	X_1	X_2	X_3	X_1	X_2	X_3	$\overline{Y}$
1	–	–	–	1000	1	1	0,342
2	+	–	–	1500	1	1	3,471
3	–	+	–	1000	10	1	0,156
4	+	+	–	1500	10	1	4,647
5	–	–	+	1000	1	5	0,435
6	+	–	+	1500	1	5	4,128
7	–	+	+	1000	10	5	0,204
8	+	+	+	1500	10	5	6,973

В результате регрессионного анализа, выполненного с использованием пакета MicrosoftExel 2010, была установлена зависимость функции отклика *Y* (прочности противопригарного покрытия, σ) от переменных факторов X_i (температуры *T*, времени выдержки т и количества наноструктурированного модификатора *C*):

$$\sigma = -9{,}89311 + 0{,}00904T + 0{,}10011\text{т} + 0{,}19525C. \qquad (1.11)$$

Коэффициент детерминации R^2 составил 0,913, что говорит о достаточно точном описании зависимостью (1.11) характера изменения прочности противопригарных покрытий.

На основании уравнения (1.11) (с целью более детального изучения влияния наноструктурированного модификатора на прочность противопригарных покрытий) были построены поверхности отклика (рисунок 1.6) с использованием пакета STATISTICA 7 при содержании наноструктурированного модификатора в противопригарных покрытиях от 1 до 5 % с интервалом варьирования 0,8. Уравнения поверхностей, характеризующие изменение прочности противопригарных покрытий при изменении концентрации наноструктурированного модификатора, представлены выражениями:

$$\sigma = -9{,}6979 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т}; \quad (1.12)$$

$$\sigma = -9{,}5417 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т};, \quad (1.13)$$

$$\sigma = -9{,}3855 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т}; \quad (1.14)$$

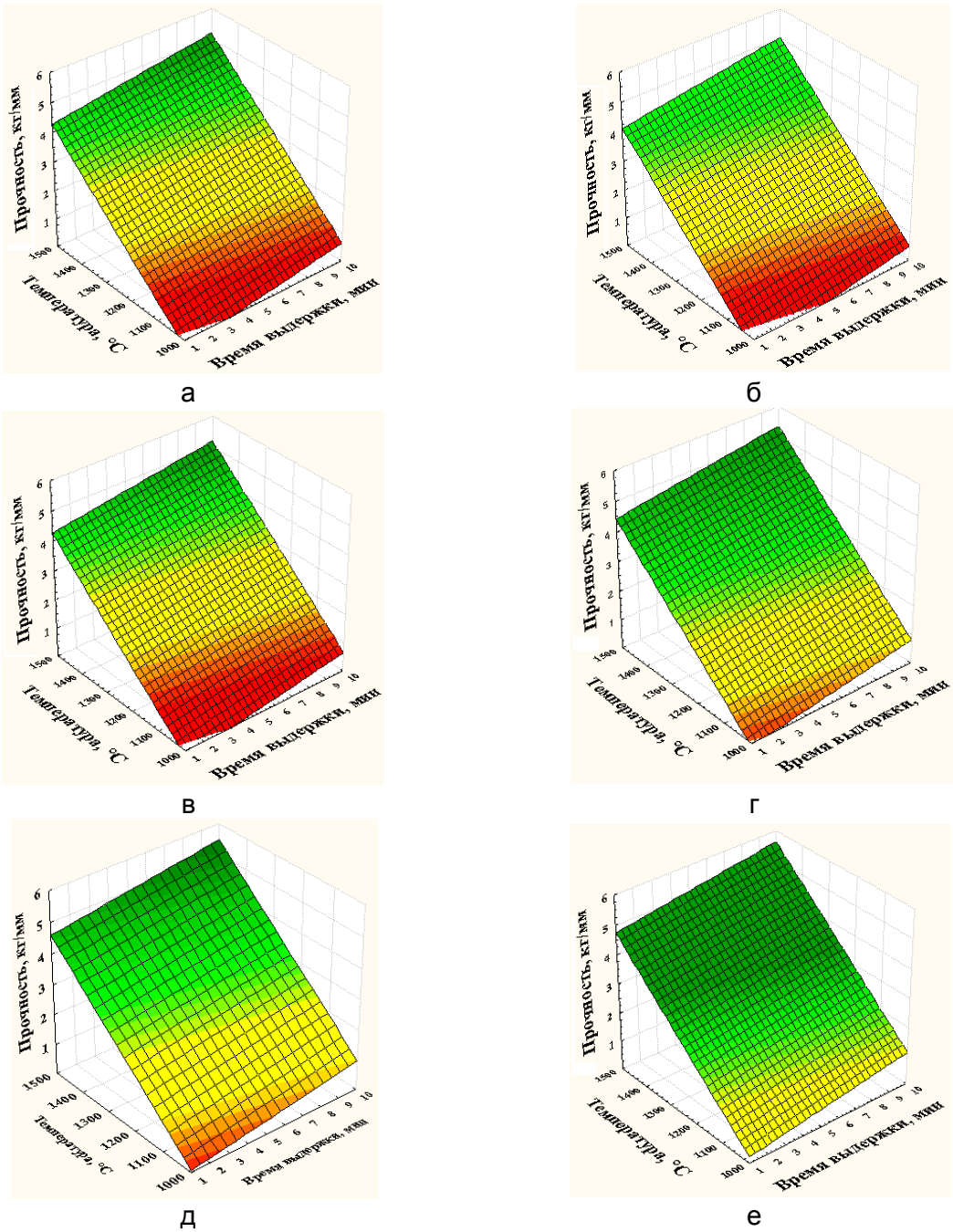
$$\sigma = -9{,}2293 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т}; \quad (1.15)$$

$$\sigma = -9{,}2293 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т}; \quad (1.16)$$

$$\sigma = -9{,}0733 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т}; \quad (1.17)$$

$$\sigma = -8{,}9169 + 0{,}1001T + 0{,}009\text{т}. \quad (1.18)$$

Анализ уравнений (1.12)–(1.18) показывает, что наноструктурированный модификатор оказывает прямое влияние на высокотемпературную прочность противопригарных покрытий. Из рисунков 4.6, а–г видно, что в диапазоне концентраций от 1 до 4 % при минимальных температурах и времени взаимодействия возможно разупрочнение покрытий (поверхности отклика пересекают горизонтальную плоскость). В диапазоне концентраций 4–5 % (рисунок 4.6, д–е) прочность противопригарных покрытий при аналогичных температурах и времени выдержки формируется на необходимом и достаточном уровне (более 0,5 кг/мм) и продолжает расти с увеличением температуры и времени выдержки до максимальных значений (5,5–5,7 кг/мм). Таким образом, оптимальное содержание наноструктурированного модификатора должно находиться в диапазоне 4–5 %.



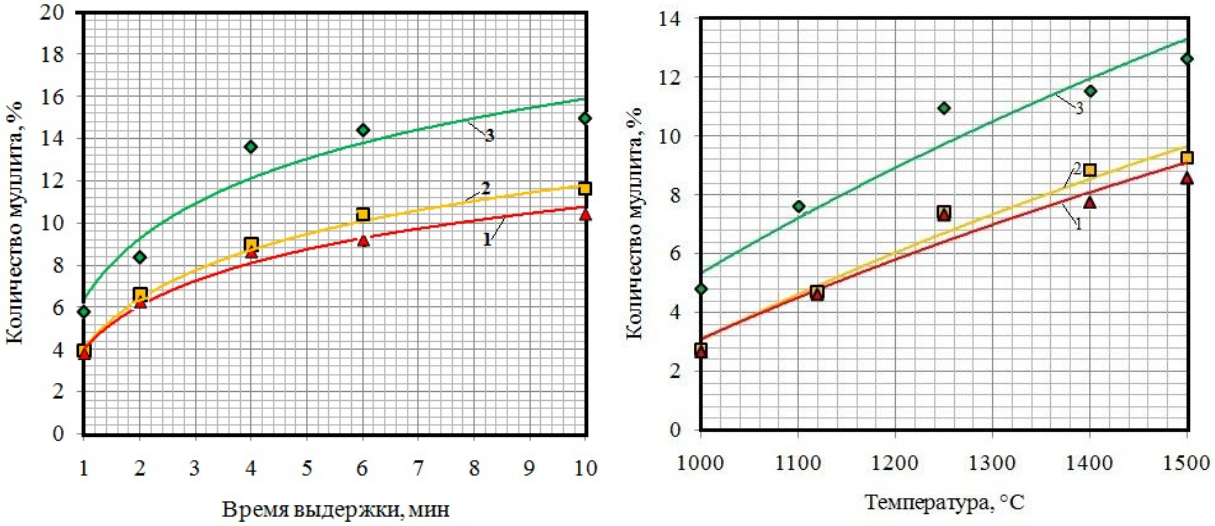
а – 1 % AlOOH; б –1,8 % AlOOH; в –2,6 % AlOOH;
г – 3,4 % AlOOH; д –4,2 % AlOOH; е – 5 % AlOOH

Рисунок 1.6 – Поверхности отклика, характеризующие изменение высокотемпературной прочности противопригарных покрытий, в зависимости от температуры и времени выдержки при различных концентрациях наноструктурированного модификатора

Далее в работе были изучены термокинетические параметры образования муллитовой фазы, определяющей формирование высокотемпературной прочности противопригарных покрытий. Исследования выполнены в два этапа. На первом был изучен временной интервал образования муллита. Для этого образцы противопригарных покрытий с содержанием модификатора 4,5 % (среднее значение из установленного оптимального диапазона концентраций) выдерживали в печи, предварительно разогретой до 1500 ºС, в течение 1, 4 и 10 мин.Второй этап исследований был необходим для изучения температурного интервала образования муллита. Аналогичные образцы покрытий нагревали от 1000 до 1500 ºС со скоростью

50 ºС/мин. Для сравнительного анализа исследовали противопригарные покрытия без модификатора, а также с добавкой грубодисперсного γ–Al_2O_3 (4,5 %). Количество образующегося муллита фиксировали рентгенофазовым анализом.

По полученным данным были построены кривые, характеризующие динамику образования муллита в зависимости от времени выдержки (рисунок 1.6, а) и температуры (рисунок 1.6, б). Построение кривых выполняли с использованием пакета MicrosoftExel 2010 путем добавления линий тренда и аппроксимации значений логарифмическими уравнениями.



а б

а – выдержка при 1500 ºС; б – нагрев вместе с печью
1 – без модификатора; 2 – с грубодисперсным γ–Al_2O_3;
3 – с наноструктурированным AlOOH

Рисунок 1.7 – Термокинетические зависимости образования муллита в противопригарных покрытиях

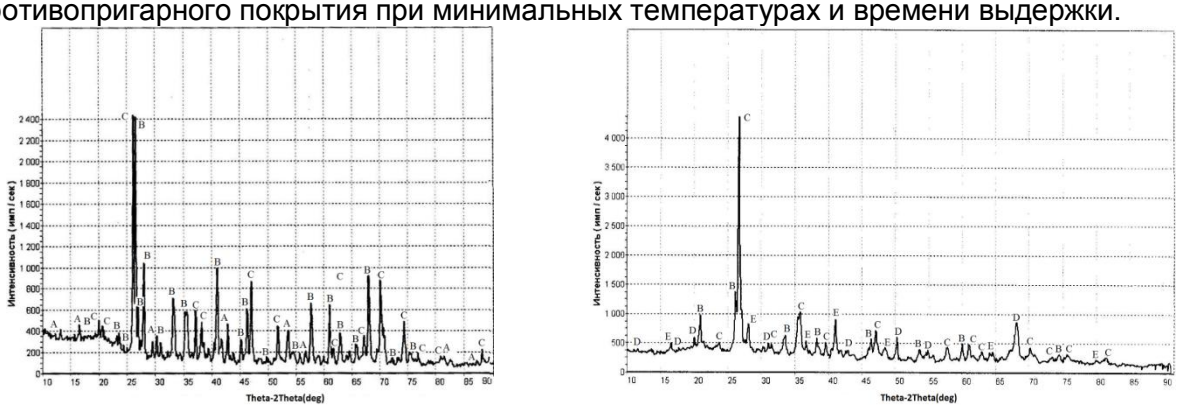
Установлены зависимости, описывающие динамику образования муллита в противопригарных покрытиях от времени выдержки т и температуры *T*:

$$C = 4{,}1211\ln(т)+6{,}4026; \quad (1.19)$$
$$C = 3{,}3551\ln(т)+4{,}0679; \quad (1.20)$$
$$C = 2{,}9157\ln(т)+4{,}0515; \quad (1.21)$$
$$C = 19{,}615\ln(T) - 130{,}14; \quad (1.22)$$
$$C = 16{,}215\ln(T) - 108{,}92; \quad (1.23)$$
$$C = 14{,}783\ln(T) - 99{,}006. \quad (1.24)$$

Коэффициент детерминации R^2 для уравнений (1.19)–(1.24) составил 0,929; 0,996; 0,979; 0,934; 0,963 и 0,932 соответственно.

Анализ рентгенограмм (рисунок 1.8) показывает, что образование муллита происходит во всех исследуемых противопригарных покрытиях и связано, в первую очередь, с его первичным синтезом из дистена (кианита). Содержание второй составляющей базового наполнителя (силлиманита) остается практически на неизменном уровне из-за того, что муллитизация силлиманита происходит при более высоких температурах [24, 25]. Это создает некоторый запас повышения высокотемпературной прочности противопригарных покрытий при температурах более 1500 ºС. Характер образования муллита в противопригарных покрытиях с добавкой грубодисперсного γ–Al_2O_3 (кривая 2, рисунок 1.7) аналогичен его характеру образования без модификатора, что говорит об определенных затруднениях первичного и вторичного синтеза. Из рисунков 1.7, а, б (кривая 3) видно, что наноструктурированный модификатор не только увеличивает суммарный выход

муллита более чем на 50 %, что возможно при активном вторичном синтезе, но также увеличивает скорость его образования в 1,4 раза, интенсифицируя первичный синтез за счет повышения глиноземистого модуля, что, в итоге, способствует упрочнению противопригарного покрытия при минимальных температурах и времени выдержки.



а б

а – до нагревания; б – после нагревания до 1500 ºС
A – бемит (AlOOH); B – дистен ($Al_2O_3 \cdot SiO_2$);
C – силлиманит ($Al_2O_3 \cdot SiO_2$); D – муллит ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$); E – кварц (SiO_2)
Рисунок 1.8 – Рентгенограммы противопригарных покрытий

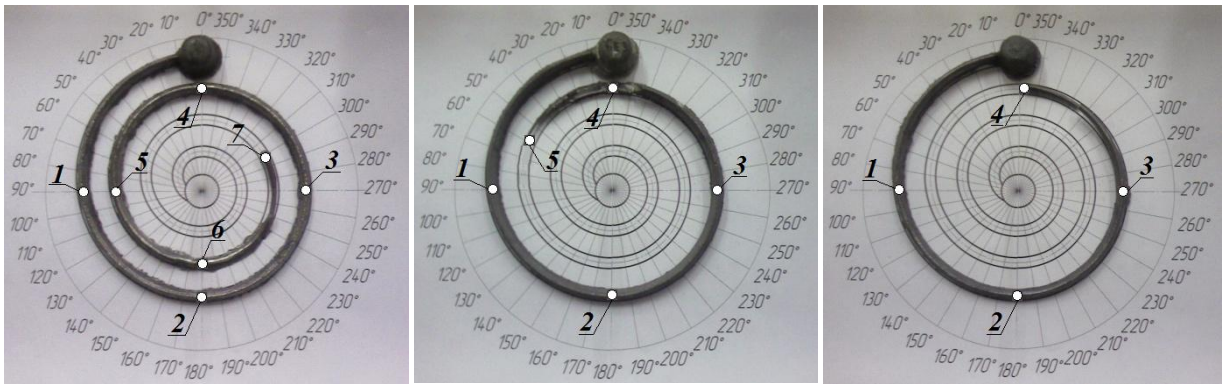
Таким образом, результаты исследований показывают, что применение наноструктурированного модификатора, обладающего более высокой каталитической и реакционной способностью, позволяет интенсифицировать первичный и вторичный синтез муллита и тем самым повысить прочность противопригарного покрытия при высоких температурах.

На следующем этапе исследований были выполнены эксперименты, которые позволили изучить условия формирования будущего качества поверхности отливок при использовании противопригарных покрытий. Исследование влияния противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом, на гидродинамические особенности заполнения литейной формы изучали на технологической пробе спиральной формы –спираль Керри(ГОСТ 16438-70[37]). Для выполнения сравнительного анализа параллельно в опыте использовали неокрашенную литейную форму и противопригарное покрытие без модификатора. Общий вид полуформ низа спирали Керри приведен на рисунке 1.9.

а б в

а – противопригарное покрытие, модифицированное наноструктурированным бемитом; б – противопригарное покрытие без модификатора; в – неокрашенная форма
Рисунок 1.9 – Общий вид полуформ спирали Керри

В результате экспериментов установлено (рисунок 1.10), что применение противопригарных покрытий оказывает влияние на протекание процесса заполнения литейной формы расплавом.



а б в

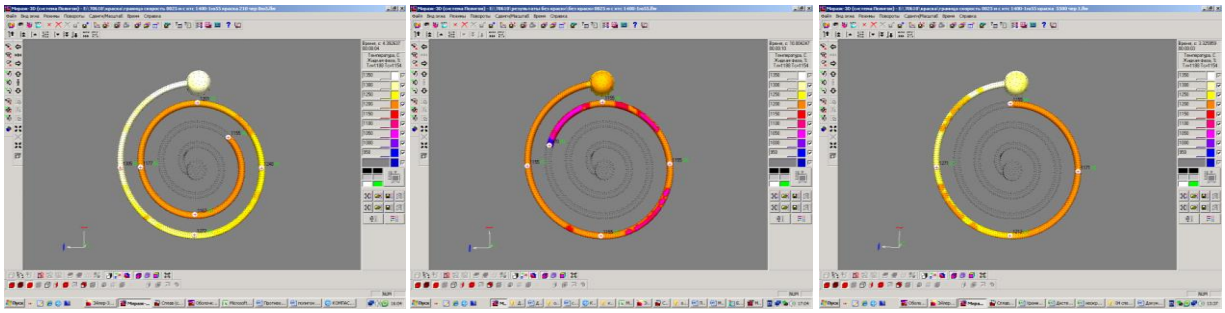
а – противопригарное покрытие, модифицированное наноструктурированным бемитом;б – противопригарное покрытие без модификатора; в – неокрашенная форма
1–7 – контрольные точки на спирали Керри
Рисунок 1.10 – Спирали Керри, полученные в эксперименте

Значения показателей пути, пройденного расплавом по спирали Керри, приведены в таблице 1.4. Погрешность измерений не превышала 5 %.

Таблица 1.4 – Результаты экспериментов по заполнению литейной формы

Литейная форма	Угол, пройденный расплавом, град	Длина пути, пройденного расплавом, мм
Окрашено противопригарным покрытием, модифицированным наноструктурированным бемитом	662	851
Окрашено противопригарным покрытием без модификатора	453	661
Не окрашено	356	524

Компьютерное моделирование процессов гидродинамики заполнения технологических проб при начальных и граничных условиях, соответствующих натурному эксперименту (рисунок 1.11), позволило выявить факторы, оказывающие влияние на результат экспериментов. Они заключаются в том, что противопригарные покрытия снижают скорость падения температуры расплава при его движении по спирали, тем самым увеличивается время пребывания расплава в жидкотекучем состоянии.



а б в

а – противопригарное покрытие, модифицированное наноструктурированным бемитом; б – противопригарное покрытие без модификатора; в – неокрашенная форма
Рисунок 1.11 – Результаты моделирования процессов заполнения

Из таблицы 1.4 видно, что противопригарное покрытие, модифицированное наноструктурированным бемитом, позволяет получить спираль на 190 мм (28 %)больше, чем с покрытием без модификатора, и на 327 мм (60 %) больше, чем в неокрашенную форму.

Анализ динамики изменения температуры в неокрашенной форме в контрольных точках спирали номер 1, 2, 3, 4 (рисунок 1.10, в) с координатами 90º (*L* = 154 мм), 180º (*L* = 284 мм), 270º (*L* = 797 мм), 360º (*L* = 529 мм) соответственно показывает (рисунок 1.12), что расплав движется неравномерным пульсирующим потоком.

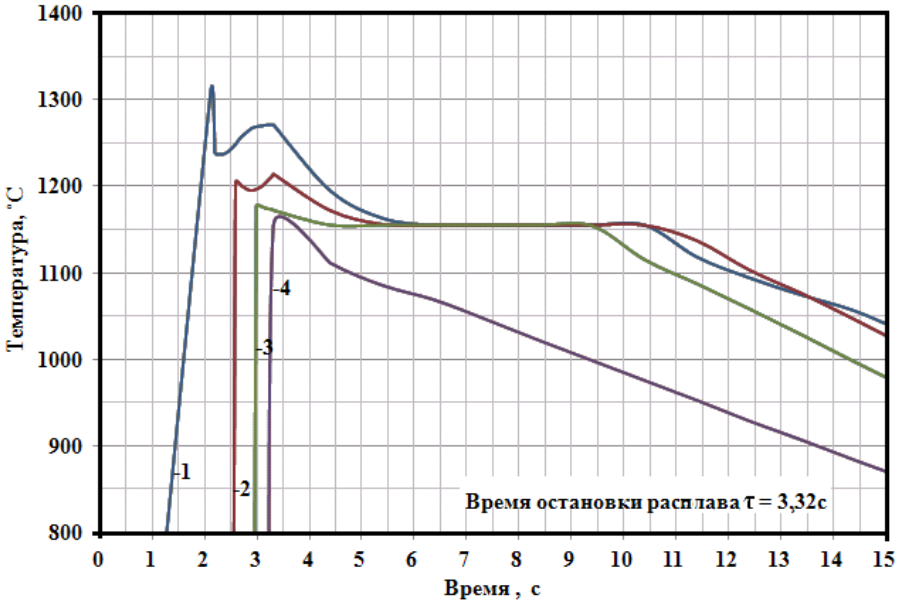


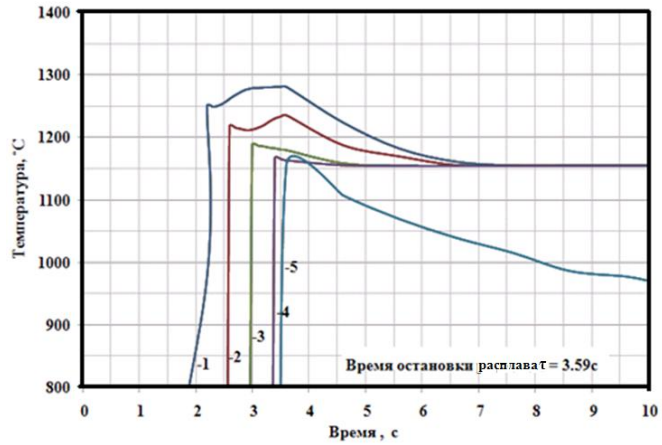
Рисунок 1.12 – Динамика изменения температуры в контрольных точках на спирали Керри в неокрашенной форме

В процессе заполнения до полной остановки расплава (τ = 3,32 с) амплитуда колебаний температуры носит ударный характер – достигает высоких значений в короткие промежутки времени. В контрольной точке 1 наблюдаются два отчетливых пика (кривая 1, рисунок 1.12), характеризующих колебательный характер процесса заполнения. Из рисунка 1.12 видно, что после увеличения температуры, близкой к температуре заливки, практически мгновенно (за 0,2 с) происходит ее падение на 81 ºС, а затем повышение за 0,69 с на 38 ºС. Аналогичные колебания температуры наблюдаются и в контрольной точке 2 (кривая 2; рисунок 1.12), однако их амплитуда меньше, чем в первом случае (падение температуры составляет 16 °С, рост температуры 25 ºС).

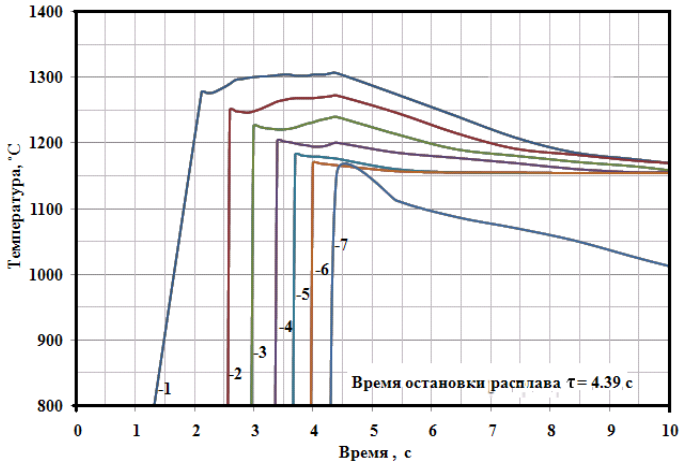
В контрольной точке 3 температура достигает значения *T* = 1180 ºС, которая близка к температуре ликвидус расплава ($T_{лик}$ = 1188 ºС), и повторных колебаний не наблюдается. Движение расплава продолжается до температуры нулевой жидкотекучести (*T* = 1154 ºС) (контрольная точка 4). После его остановки пульсации температуры отсутствуют и она монотонно убывает. Исходя из вышеизложенного, механизм заполнения неокрашенной формы спирали Керри можно представить следующим образом. Во временной промежуток от 0 до 2,1 с перегретый поток расплава, поступая из литниковой системы, под действием гидростатического напора стремительно перемещается вперед на некоторую максимальную длину. Головная часть потока, соприкасаясь с холодными стенками формы, интенсивно охлаждается. При этом в пристеночном слое в некоторый промежуток времени начинается образование тонких пленок металла на мениске, которые ломаются движущимся потоком и захватываются им. В промежуток времени от 2,1 до 2,3 с происходит скачкообразное падение температуры, связанное с повышением вязкости расплава, снижением скорости потока и интенсификации кристаллизации на самом мениске.

Такое резкое замедление потока приводит к быстрому нарастанию напора и эффекту гидравлического удара. В результате чего происходит повторный скачок температуры в период от 2,3 с до 2,98 с. Возникшая при торможении потока корочка твердого металла разламывается вновь ускоряющимся потоком, поступающим из литниковой системы. В промежуток времени от 2,98 до 3,2 с скорость потока существенно замедляется и при достижении необходимого количества твердой фазы на мениске поток полностью останавливается.

В результате моделирования установлено, что противопригарные покрытия изменяют характер движения расплава. Время его пребывания в жидкотекучем состоянии увеличивается на 0,39 с (в 1,1 раза) при использовании немодифицированного противопригарного покрытия и на 1,19 с (в 1,3 раза) для противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом, что позволяет получить лучшие результаты по заполняемости литейной формы. Характерные пики пульсации температуры сглаживаются и нивелируются во времени. При использовании немодифицированного противопригарного покрытия колебания температуры более отчетливо просматриваются (рисунок 1.13, а), чем при использовании противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом (рисунок 1.13, б).



а



б

а – немодифицированное противопригарное покрытие; б – противопригарное покрытие, модифицированное наноструктурированным бемитом
1–7 – контрольные точки на спирали Керри
Рисунок 1.13 – Динамика изменения температуры в контрольных точках на спирали Керри в форме, окрашенной противопригарными покрытиями

При этом необходимо отметить, что разрушающее действие гидравлического удара сводится к минимуму при использовании немодифицированного противопригарного покрытия и практически отсутствует при использовании противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом. Изменения скорости падения температуры расплава обусловлены тем, что противопригарные покрытия создают в контактной зоне «расплав–литейная форма» определенное термическое сопротивление тепловому потоку, которое характеризуется эффективным коэффициентом теплопередачи $\beta_{кр}$ [38, 39]. Для противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом, термическое сопротивление выше, чем у немодифицированного. В результате компьютерного моделирования методом подбора входных параметров установлено, что для немодифицированного противопригарного покрытия коэффициент $\beta_{кр}$ составил 318 Вт/(м^2·К), а для противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом, –187 Вт/(м^2·К). Выполненные исследования показали, что модифицирование покрытий наноструктурированным бемитом позволяет существенно увеличить формозаполняемость, что, согласно известным данным [40], значительно снижает вероятность образования таких поверхностных дефектов отливок, как недоливы, неслитины и спаи, и в дополнение позволяет использовать такое покрытие при изготовлении тонкостенных отливок с высокими ребрами.

Заключение.

В результате выполненых исследований показано, что повышение качества поверхности отливок из железоуглеродистых сплавов возможно за счет использования высокоэффективных противопригарных покрытий, модифицированных наноструктурированным материалом. Так же выполненный анализ процессов, происходящих в контактной зоне «расплав–литейная форма», позволил установить основные причины образования дефектов поверхности отливок из железоуглеродистых сплавов и определить пути их устранения за счет создания на поверхности литейной формы высокопрочного эрозионностойкого защитного слоя противопригарного покрытия, изолирующего ее открытые капилляры и предотвращающего фильтрацию в них расплава. При этом установлено, что противопригарное покрытие должно обладать высокой термостойкостью, которая может быть обеспечена искусственным синтезом в период контактного взаимодействия расплава и литейной формы муллитоподобных минералов.

Установлены закономерности формирования при высоких температурах прочности противопригарного покрытия, модифицированного наноструктурированным бемитом, связанные с тем, что при оптимальном содержании наноструктурированного бемита (4–5 %) в диапазоне температур 1000–1500 ºС увеличивается в 1,4 раза скорость образования муллитовой фазы, а ее количество в противопригарном покрытии возрастает более чем в 2 раза, что, в конечном итоге, приводит к интенсификации образования термо- и эрозионностойкого противопригарного покрытия в зоне контакта «расплав – литейная форма».

Установлено, что образующаяся в диапазоне температур от 1000–1500 ºС муллитовая фаза, обладающая низкой теплопроводностью, создает в полости литейной формы возможность сохранения температуры заливаемого расплава, что увеличивает формозаполняемость на 28 % по сравнению с противопригарным покрытием без модификатора и более чем на 60 %, чем в неокрашенную форму, что в итоге позволяет использовать такое покрытие при изготовлении тонкостенных отливок с высоким ребрами.

Список литературы.

1. Nwaogu, U.C., Foundry Coating Technology: A Review / U.C.Nwaogu, N.S. Tiedje, // Materials Sciences and Application, 2011, v. 2. - P. 1143-1160.

2. Оболенцев, Ф.Д. Качество литых поверхностей / Ф.Д.Оболенцев. –М.: Машгиз, 1961. – 183 с.

3. Сварика, А.А. Покрытия литейных форм / А.А.Сварика. –М.: Машиностроение, 1977.– 216 с.
4. Куманин, И.Б. Вопросы теории литейных процессов / И.Б.Куманин – М.: Машиностроение, 1976. – 216 с.
5. Дорошенко, С.П. Взаимодействие песчаной формы с отливкой / С.П.Дорошенко – Киев: УМК ВО, 1991. – 63с.
6. Васин, Ю.П. Окислительные смеси в конвейерном производстве стального литья / Ю.П.Васин, З.Я.Иткис. – Челябинск: Южно-Уральск. кн. изд-во, 1973. – 154 с.
7. Петриченко, А.М. Термостойкость литейных форм /А.М.Петриченко, А.А.Померанец, В.В.Парфенова.– М.: Машиностроение, 1982. – 232с.
8. Цибрик, А.Н. Физико-химические процессы в контактной зоне металл-форма / А.Н.Цибрик. –Киев: Навуковая думка, 1977. – 211 с.
9. Рыжков, И.В. О природе пригара и мерах его предупреждения /И.В.Рыжков, Б.А. Носков // Труды ХПИ. – Харьков, 1961. – № 21. – С 12–18.
10. Васин, Ю.П. Термодинамический анализ химических реакций в литейной форме /Ю.П.Васин, П.В.Черногоров // Литейное производство.–1960.–№4.–С. 21–25.
11. Противопригарное покрытие для литейных форм и стежней: а.с. SU 1044407 А– 1983, А.М. Милов, Д.М. Кукуй, Е.И.Бельский, И.М.Распонин, А.В.Нечаев, В.С.Макаренко, В.С.Прикота, М.М.Петухов, П.П.Ковалев, М.В.Жельнис, А.П.Костюченко, И.И.Аудицкас.
12. Состав для получения противопригарного покрытия на литейных формах и стержнях: а.с. SU 1215831 А.–1986, Н.Н.Варава, Л.А.Большаков, Ю.Д.Кузьмин, В.С.Алексеев, Л.Г.Грибов.
13. Васильев, В.А. Физико-химические основы литейного производства / В.А.Васильев.– М.: Изд-во МГТУ, 1994. –320 с.
14. Годовиков, А.А. Минералогия /А. А. Годовиков.–М.:Недра, 1975. – 520 с.
15. Бобкова, Н.М. Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов / Н.М.Бобкова. – Минск: Вышэйшая школа, 2007. – 304 с.
16. Грошева, В.МСинтетический муллит и материалы на его основе / В.М.Грошева, Д.М. Карпинос, В.М.Панасевич/ – Харьков: Техника, 1971 – 56 с.
17. Синтез минералов: в 2 т. / редкол. Ю.М.Путилин [и др.]– М.: Недра 1987. – 256 с.
18. Егорова, Е.Ю. Алюмосиликатные керамические материалы на основе природного сырья Сибирского региона; автореф. дис. … кан. техн. наук:05.17.11/Е.Ю.Егорова:Томск. политех. ун-т.–Томск, 2007. – 20с.
19. Белогурова, О.А.Фазообразование в муллитографитовых огнеупорах /О.А.Белогурова, Н.Н.Гришин // Огнеупоры и техническая керамика – 2010. – №7–8. – С.48–55.
20. Активация процесса синтеза муллита и спекания алюмосиликатной керамики на основе огнеупорного глинистого сырья /Ваканова Т.В.[и др.]// Огнеупоры и техническая керамика. – 2009. – №7–8. – С.74–80.
21. Абдрахимова, Е.С. К вопросу о муллите /Е.С.Абдрахимова, В.З.Абдрахимов // Огнеупоры и техническая керамика. – 2006. – № 3. –С. 40–45.
22. Sundaresan, S. Mullitization of diphasic aluminosilicate gels /S.Sundaresan, I.Aksay // J. Am. Soc. – 1991. – V. 74. – P. 2388–2392.
23. Tkalcec, E. Crystallization kinetics of mullite formation in diphasic gels containing different alumina components /E. Tkalcec, H. Ivankovic, R. Nass / Journal of the European Ceramic Society. – 2003. – V. 23. – P. 1465–1475.
24. Исследование изменений в дистен-силлиманитовом концентрате при нагреве /С.А. Жихаревич [и др.] // Огнеупоры. – 1966. – № 10. – С. 40–46.

25. Кочетова, А.П. Муллитизация и спекание дистен-силлиманитового концентрата и свойства изделий на его основе /А.П.Кочетова, Н.В.Питак, С.В.Баранова // Огнеупоры – 1967. – № 11. – С. 38–42.
26. Кащеев, И.Д. Свойства и применение огнеупоров: Справочное издание /И.Д. Кащеев /– М: Теплотехник, 2004. – 352 с.
27. Концентрат дистен-силлиманитовый порошкообразный. Техническиеусловия: ТУ У 14-10-017
28. Kochetova, A. Mullitization and sintering of kyanite-sillimanite concentrate and the properties of the refractories produced from the material /A.Kochetova, N.Pitak, S.Baranova // Refractories and Industrial Ceramics. – 2000. V. 19. – P. 446–450.
29. Зацепин, Д.А. Рентгеноэмиссионное исследование электронной структуры нанокристаллического Al_2O_3 /Д.А.Зацепин, В.М. Черкашенко, Э.З.Курмаев // Физика твердого тела, том 46. – 2004. – № 11. – С. 2064–2068.
30. Афанасов, И.М. Высокотемпературные керамические волокна. Учебное пособие для студентов по специальности «Композиционные наноматериалы»/И.М.Афанасов, Б.И.Лазоряк. – М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2010. – 51 с.
31. Rozita,Y. Aninvestigationofcommercialgamma- Al_2O_3nanoparticles / Y.Rozita, R.Brydson, A. Scott // Journal of Physics: Conference Series 241. – 2010. – P. 1–5.
32. Фазообразование в кремнийкислородной наноразмерной пленке на поверхности оксида алюминия /В.В.Гусаров[и др.] // Письма ЖТФ, том 24, 1998. – №1. – С. 7–8.
33. Шефер, К.И. Анализ дефектов в структурах гидроксидов и оксидов алюминия на основе рентгенографических данных:автореф. дис. … кан. хим. наук:02.00.04/ К.И.Шефер; Учр. Рос. акад. наук Инст. катализа им Г.К. Борескова СО РАН.– Новосибирск, 2008. – 19с.
34.Кулько, Е.В. Физико-химические свойства оксида алюминия, получаемого на основе продукта центробежно-термической активации гидраргиллита, и катализаторы глубокого гидрообессеривания дизельных топлив:автореф. дис. … кан. техн. наук:02.00.15 /Е.В.Кулько; Учр. Рос. акад. наук Инст. катализа им. Г.К. Борескова СО РАН. – Новосибирск, 2008. – 22 с.
35. Порошок алюминиевый. Технические условия: ТУ 48-5-226-87.
36. Новик, Ф.С. Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования экспериментов / Ф.С. Новик, Я.Б. Асов. – М.: Машиностроение, 1980. – 304 с.
37. Формы песчаная и металлическая для получения проб жидкотекучести металлов: ГОСТ 16438-70. Введ. 01.01.72 – М: ИПК издательство стандартов, 1999. –42 с.
38. Вейник, А.И. Испытание кокильных красок на теплопроводность / А.И. Вейник. – М.: Машгиз, 1956. – 231 с.
39. Вейник, А.И. Расчет отливки / А.И. Вейник. – М.: Машиностроение, 1964. – 403 с.
40. Винокуров, В.К. Механизм движения жидкого металла в литейных формах тонкостенных отливок / В.К. Винокуров // Металлургия: Респ. межвед. сб. науч. тр. – Минск: Высш.шк., 1972. – Вып. 2. – С. 39–40.

Глава 13 ПОВЫШЕНИЕ НАДЕЖНОСТИ И ДОЛГОВЕЧНОСТИ АНТИФРИКЦИОННЫХ И ФРИКЦИОННЫХ ЧУГУНОВ

Марукович Е.И., Мельников А.П., Карпенко М.И., Карпенко В.М.
ГНУ «Институт технологии металлов НАН Беларуси»
г. Могилев, Республика Беларусь, maruko46@mail.ru

Эксплуатационная надёжность и долговечность промышленных изделий – машин, агрегатов, станков, механизмов, приборов и т.д. находятся в непосредственной зависимости от качества их элементов – деталей, узлов и соединений и от механических и эксплуатационных свойств используемых конструкционных материалов. Качество, эксплуатационные и конструкционные свойства деталей машин и механизмов взаимосвязаны со свойствами конструкционных материалов, среди которых в машиностроении значительный объём занимает чугун. Литые детали из антифрикционных чугунов в большом количестве используются в двигателе- и турбостроении, в коробках передач автомобилей, тракторов, мотоциклов и в других механизмах трения. Несмотря на большое количество различных конструкционных литейных сплавов, применяемых в машиностроении, основная доля (70-75%) приходится на чугун, обладающий невысокой стоимостью и удовлетворительной эксплуатационной стойкостью.

В машиностроении и в 21 веке чугун продолжает оставаться основным конструкционным материалом для полученияделей сложной конфигурации и высокого класса точности. Значительное количество литых деталей из чугуна используется при изготовлении современных автомобилей, тракторов, металлорежущих станков, насосов, двигателей, различных механизмов трения и торможения[6,14]. . Известно, что чугун среди конструкционных материалов является одним из самых дешёвых, доступных и технологичных. Главные недостатки чугуна – хрупкость и низкие характеристики пластичности, ударной вязкости и стойкости к трещинам. Несмотря на значительные успехи в разработке и применении для деталей механизмов трения и торможения композиционных материалов, потребность в отливках из антифрикционных и фрикционных чугунов достаточно большая.

Фрикционные чугуны широко применяют для изготовления тормозных колодок, тормозных барабанов и других фрикционных деталей тормозных устройств. Только тормозных колодок из фрикционных чугунов странах в СНГ на железнодорожном транспорте ежегодно применяют 14-16 миллионов штук. Их твёрдость, износостойкость, термостойкость, динамическая и статическая прочность, сопротивление усталости и хрупкому разрушению и прочие свойства являются основными факторами, определяющими долговечность, надёжность, безотказность и конкурентоспособность таких промышленных изделий как турбокомпрессоры, автомобили, тракторы и самоходные комбайны. Часто эти свойства были недостаточными и достигались не лучшими способами, дорогими технологиями и материалами, что уже отмечалось в наших работах [4, 6-8].

Необходимые для получения в литых деталях механизмов трения и тормозных устройств заданных свойств оптимальные химические составы для антифрикционных и фрикционных чугунов, которые должны были и достаточную надёжность и долговечность в эксплуатации, не указывались и не регламентировались техническими условиями ОСТ 23.4.258-86, ОСТ 37.004.023-86, ОСТ 32.194 2008 и по ГОСТ 1585, 1205,7769, 28186, 30249 и др.Анализ приведенных в этих нормативных документах данных свидетельствует о том, что они определяют требования к качеству и потребительским (служебным) свойствам отливок, но никак не регламентируют применяемые химические составы и технологическую возможность и сложность их получения. Это приводило к снижению надёжности деталей и затрудняло получать изделия с необходимой долговечностью и заданными эксплуатационными свойствами.

В связи с этим на протяжении длительного времени авторами проводились исследования по улучшению этих характеристик и других механических и

эксплуатационных свойств для группы чугунов, используемых для деталей механизмов трения и тормозных устройств. Чугуны этой группы в зависимости от условий эксплуатации включают две подгруппы:1) антифрикционные чугуны с низким коэффициентом трения, эксплуатируемые в условиях трения со смазкой; 2) фрикционные чугуны с высоким коэффициентом трения, эксплуатируемые в тормозных устройствах и в условиях сухого трения с повышенными температурами. Похимическому составу и в зависимости от структурного признака они имеют также отличия: антифрикционные чугуны отличаются многообразием входящих в них легирующих компонентов, способствующихобразованию различных мелкозернистых матриц, а фрикционные чугуны содержат обязательно фосфор и небольшое количество легирующих компонентов и чаще имеют перлитно-ферритную или перлитную основу.

При производстве литых деталей механизмов трения из АЧС с S_c> 0,8 отмечается снижение дисперсности и стабильности структуры, прочностных, упруго - пластических свойств и износостойкости.В табл. 1 приведены характеристики антифрикционных серых чугунов, применяемых в соответствии с техническими условиями ОСТ 23.4.258-86 для изготовления деталей карбюраторных двигателей. Модифицирование АЧСпроизводили ферросилицием марки ФС 75 и силикокальцием СК-30.

Таблица 1 - Свойстваиспользуемыхантифрикционных серых чугунов

Наименование двигателей	Материал деталей	Соотношение Si/C	Коэффициенттрения	$\sigma_в$, МПа	НВ
Карбюраторные специальных автомобилей	Аустенитный АЧС-5	0,4 - 0,7	0,40 – 0,45	190-230	180 - 260
Всех видов автомобилей и тракторов	Перлитный АЧС-3	0,6 - 0,8	0,38 – 0,43	129-160	170- 241

Предельный режим работы антифрикционных серых чугунов АЧС-3 и АЧС-5не превышал 5-12 МПа.м/с. Необходимые свойства литых массивных деталей тракторных двигателей мощностью 150-250 л.с. обычно достигались легированием расплава с низким содержанием кремния (1,6-2,2%) небольшими добавками ферросплавов и лигатур. Для изготовления деталей использовали способ литья в песчано-глинистые формы, а специальные способы литья (ССЛ) практически не применялись.

Блоки, головки блоков и гильзы карбюраторных двигателей также изготовлялись из серого перлитного чугуна СЧ25 с содержанием фосфора от 0,07 до 0,22 %. Для массивных литых деталей тракторных двигателей применяли аустенитный АЧСс содержанием до 1,5- 1,7 % Мп,

Для изготовления компрессионных и маслосъёмных поршневых колец с симметричным и несимметричным поперечным сечением для двигателей легковых автомобилей, мотоциклов, мотороллеров и других транспортных средств нормальных и ремонтных размеров (ОСТ 37.001.448-87) использовали перлитные АЧС. Это были преимущественно поршневые кольца с небольшим номинальным диаметром от 38 до 140 мм. Для двигателей грузовых автомобилей с монометаллической гильзой ремонтные увеличения диаметра колец составляют 1,5 и 1,75 мм

Повышение надёжности антифрикционных деталей двигателей.

При освоении производства антифрикционных деталей для двигателей мощностью 250-450 л.с. АЧС для блоков цилиндров карбюраторных двигателей дополнительно легировали до 0,5% Cr и до 2% NiДля массивных ответственных деталей тракторов, комбайнов и других сельхозмашин стали использовать более низкое соотношениеSi/C (0,4-0,6), низкое легирование Ni, Cu и Ti при содержании до 0,15 % хрома и до 0,20 % фосфора. Для отдельных деталей двигателей автомобилей и тракторов использовались антифрикционные высокопрочные чугуны марок АЧВ-1 и

АЧВ-2, а деталей комбайнов и других сельхозмашин - антифрикционные ковкие чугуны марок АЧК-1 и АЧК-2, рекомендуемые по ГОСТ 1585.

В связи с освоением в России и Беларуси производства энергонасыщенных тракторов, грузовых автомобилей, самоходных комбайнов и кормоуборочных комплексов стало очевидным, что рекомендуемые в ГОСТ 1585 антифрикционные серые чугуны марок АЧС-1, АЧС-2, АЧС-3, АЧС-4 и ВЧШГ марок АЧВ-1 и АЧВ-2 не обеспечивают регламентируемые требования по структуре, надёжности и эксплуатационным свойствам таким деталям двигателей, как гильзы, блоки, коленчатые валы, головки блоков и др. Например, предельный режим работы чугуна марки АЧВ-2 в условиях трения из-за низкой твёрдости (167-197 НВ) не превышает 3-12 МПа.м/с, а скорость изнашивания при сухом трении достигает 0,35-0,50 мкм/км [9].

Актуальной задачей стала необходимость разработки новых высокопрочных сплавов и технологических процессов для изготовления сложнонапряжённых антифрикционных деталей для двигателей мощностью 300- 450 л.с. Были приняты и успешно выполнялись две программы «Материалы в технике» и «Дизельные двигатели», позволившие повысить качество, надёжность и моторесурс сложнонапряжённых литых деталей цилиндропоршневой группы двигателей. В разработке и освоении новых технологических процессов изготовления деталей для механизмов трения и тормозных устройств из высокопрочных экономнолегированных АЧВШГ и модифицированных ФЧВГ и способов их плавления, внепечной обработки и ССЛИТ-процессов принимали участие сотрудники трёх НИИ (УП «Институт БелНИИЛит», ИТМ НАН Беларуси и Ярославский филиал МИИТ) и трёх университетов (Белорусский НТУ, Ярославский ГТУ и Гомельский ГТУ им.П.О. Сухого).

Проведены исследования и многие работы по подбору химического состава антифрикционных и фрикционных чугунов для ряда деталей, разработке режимов внепечной обработки расплавов, по проектированию необходимого оборудования, получению качественных отливок и их термической обработке, обеспечивающей необходимую структуру и высокие механические и эксплуатационные свойства чугуна. В проведении производственных испытаний и внедрении новых технологий активное участие принимали ИТР цехов и отделов ПО МТЗ. ПО «Гомсельмаш», ОАО «ЛЛМЗ», завода «Автодизель», ГЛЗ «Центролит» и др.

Разработаныи исследованы высокопрочные чугуны для литых антифрикционныхизделий с повышенными эксплуатационными свойствами и работающими в условияхтрения в паре с закалённым валом при повышенных скоростях и удельных давлениях. Для модифицирования чугуна при производстве отливок из ВЧШГ УП «Институт БелНИИЛит» разработал конструкцию автоклава (рис.1), содержащего: 1- ковш с жидким металлом; 2- байонетное кольцо; 3-пневмоцилиндр для ввода модификатора; 4- крышка; 5- пневмоцилиндр; 6-нижний пояс резервуара; 7- основание автоклава

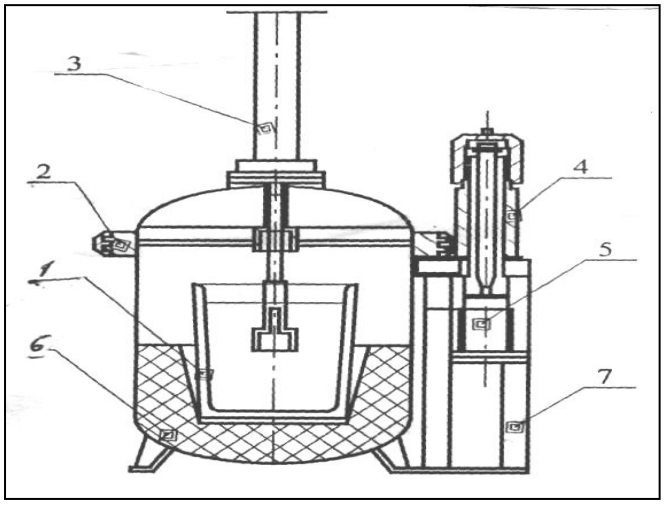


Рисунок 1 - Автоклав для модифицирования чугуна

Установлено, что при организации массового производства широкой номенклатуры литых заготовок из антифрикционных чугунов со специальными свойствами и повышенными требованиями к физико-механическим характеристикам необходим комплексный подход к решению проблемы подготовки расплава, его внепечной обработки, выбору эффективного технологического процесса литья, необходимого оборудования и режима термической обработки литых заготовок. Такой подход позволит улучшить эксплуатационные свойства готовых изделий с применением отливок из экономно легированных чугунов

Сотрудниками УП « Институт БелНИИЛит» разработаны и внедрены на предприятиях автотракторной промышленности и сельскохозяйственного машиностроения и др. отраслей такие специальные способы литья, как технология изготовления гильз цилиндров в облицованных кокилях, изготовление ответственных отливок центробежным методом, технология изготовления отливок в оболочковых формах. Новое современное литейное оборудование (машины для литья под низким давлением, установки для изготовления оболочковых стержней и литья дроби, повышающие качество литых деталей, и др.) внедрено и эксплуатируется не только на предприятиях Беларуси, но и России, Украины, КНР, Болгарии и др. стран.

При разработке и проектировании технологических процессов изготовления литых деталей ставились следующие требования: обеспечение точности размеров, минимальных припусков на обработку, высокой производительности при изготовлении, низкой себестоимости, высокого выхода годного при литье, а такженадёжности и долговечности при эксплуатации. Обеспечение этих требований находится в прямой связи с конструкцией отливки [7,14]. Чем более неравномерная по сечению отливка, тем выше возникающие в ней напряжения. Особенно низкую технологичность имеют отливки, сочетающие в себе толстые и тонкие стенки и части, вследствие возникновения в них при охлаждении литейных термических напряжений. При этом термические напряжения имеют место как в пластичном, так и в упругом состоянии отливки. Если напряжения достигают значительных величин, то они приводят к образованию трещин или короблению отливок и поломке детали.

Установлено, что для ответственных литых деталей дизельных двигателей специальных автомобилей использовали азотированные чугуны, а для деталей тракторов, грузовых автомобилей и комбайнов - серый чугун АЧС-1 (табл. 2). Для чугуна блоков автомобильных дизельныхиспользовали легирование чугуна ,%: Cu от 0,2 до 0,4,Crдо 0,5% и Ni до 2%.

Таблица 2 - Антифрикционные чугуны деталей дизельных двигателей

Наименование двигателей	Конструкционный материал деталей	Соотношение Si/C в чугуне	Содержание фосфора, мас.%	НВ
Дизельные грузовых автомобилей	Закалённый высокопрочный чугун АЧВ-1	0,7 – 0,8	До 0,03	200-260
Дизельные автомобильные	Хромистый серый чугун	0,5 - 0,8	До 0,22	149-200
Дизельные специальных автомобилей	Азотированный серый чугун	0,4 - 0,6	До 0,2	160-190
Дизельные тракторные и комбайновые	Закалённый серый чугун АЧС-1	0,7 – 0,9	До 0,5	141-180

Для ребристых цилиндров двигателей воздушного охлаждения применяли АЧС, легированный Cr (0,4-0,6 %), Sb (0,05-0,08 %) и Ni (0,1-0,3 %) или P (0,7-0,9 %) и Ni (0,5-0,7 %).Для гильз цилиндров тракторных и комбайновых дизелей размерных групп Б, М и С (ОСТ 23.3.12 – 86) с диаметром отверстия до 120 мм, направляющих втулок и

других тонкостенных (Rпр. < 15 мм) антифрикционных деталей двигателей использовали перлитные АЧС, содержащие 0,4–0,6 % Мп и менее 0,5 % Р, с соотношением Si/C от 0,7 до 0,9.Антифрикционные чугуны с вермикулярным графитом (АЧВГ) и антифрикционные высокопрочные чугуны с шаровидным графитом (АВЧШГ) не использовались.

Совершенствование процессовлитья гильз цилиндров двигателей

Для совершенствованию процессов литья гильз цилиндров двигателей быловыполнено особенно много разработок. Выбор конструкционных материалов и отработка технологий литья долговечных и надёжных гильз цилиндров с высоким коэффициентом использования металла были выполненыс участием многих сотрудников НИИ и ИТР заводов.

При замене центробежного литья в накатанные формы на ЦСЛИТ- процесс в отливках из антифрикционных чугунов типа АВЧ-1 и АВЧ-2 достигается повышение прочности до 530...680 МПа, ударной вязкости, износостойкости и плотности отливок с 7,18 г/см^3 до 7,27 г/см^3 при значительном уменьшении содержания расхода легирующих компонентов.

Длямногихдеталей двигателей с высокими механическими и эксплуатационными свойствами в отливках в двигателестроении применяли износостойкий легированный чугун марки ИЧГ-33М (ТУ 37.105.50626-76). Он содержит, мас. %: 3,3–3,7С;2,2-2,6 Si; 0,5-0,7 Мп; 0,5-75 Cr; 0,15-0,50 Ni; 0,5-0,8 Cu; 0,3-0,45 P; 0,08-0,45 V; 0,003-0,005 B; 0,05-0,15Ti; 0,05-0,10 S и Fe – остальное. Анализ результатов его применения для гильз цилиндров грузовых автомобилей показал, что в отливках гильз при содержании (0,3-0,45 %P; 0,5-75 % Cr ; 0,08-0,45 %V) был сильный отбел, ав технологической пробе отмечались высокие термические напряжения.Технологическая проба для определения термических напряжений показана на рис. 2.

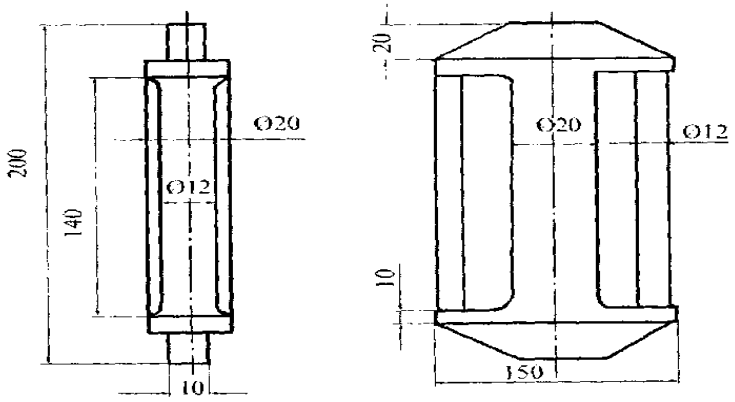


Рисунок 2 - Технологическая проба для определения термических напряжений

Гильзы цилиндров автомобилей можно изготовлять из износостойких антифрикционных экономно- и низколегированных чугунов[6]. При использованиидля изготовления гильз цилиндров грузовых автомобилей центробежного способа литья,способа литья в кокиль и других ССЛ изАЧС установлено[6], что наиболее эффективно использовать экономно легированные антифрикционные чугуны и болеепредпочтительна технология легирования отливок присадками, содержащими Cu,Ti и Ni.Предложены технологии изготовления ряда деталей двигателей из экономно легированных чугунов специальными способами литья и способы получения износостойких тонкостенных чугунных отливок без отбела. Для внедрения технологии все необходимые материалы, подготовительные и контрольные операции, а также последовательность их проведения, были представлены предприятиям- изготовителям производственно- технической документацией (ПТД).

На ОАО «ЛЛМЗ» использована технология производства гильз грузовых автомобилей с экономией меди для легирования и освоен новый состав низколегированного антифрикционного чугуна, которые позволили повысить и стабилизировать качество гильз, сократить затраты на ферросплавы, отказаться от импорта катодной меди и расширить объемы производства. Лучшие результаты были получены при использовании в составе легирующей присадки Cu-содержащих литейных шлаков и оксидов никеля от переработки Fe-Ni- аккумуляторных батарей. Cu- и Ni-содержащая присадка должна была загружаться в твердую металлозавалку в смеси с твердым углеродом. При этом обеспечивается максимальное восстановление меди и никеля.

Гильзы и другие ответственные детали двигателей обладают стабильной и оптимальной структурой. В соответствии с ГОСТ 3443-87 она характеризуется следующими данными: перлитная металлическая основа с дисперсностью ПД0,3- ПД 0,5; графит с пластинчатой формой Пгф1 и Пгф2, размером ПГд45 – ПГд160, с характером распределения ПГр1-ПГр3 и в количестве ПГ8-ПГ12. Согласно полученному заключению ОАО «КамАЗ» технология литья на ОАО «ЛЛМЗ» позволяет получать стабильную структуру антифрикционного чугуна и оптимальную твердость гильз с точки зрения износостойкости и обрабатываемости.

Для изготовления ответственных деталей двигателей Евро-3 и Евро-4, работающих в условиях трения, интенсивного износа, повышенных механических и термомеханических нагрузок разработан высокопрочный антифрикционный чугун [2] с достаточно низким коэффициентом трения (0,28–0,31) и низкой склонностью к отбелу и трещинообразованию. Скорость износа чугуна при сухом трении составляет 0,15–0,20 мкм/км. Для модифицирования АЧВШГ разработан и внедрён комплексный модификатор[5] на основе магнийсодержащего ферросплава и графита.Для деталей автотракторных и комбайновых двигателей предложен антифрикционный чугун (патент BY №16638), а для тонкостенных гильз двигателей с предельным режимом работы чугуна при трении от 24 до 35 МПа. м/с двигателей разработан перлитный антифрикционный чугун (патент RU 2409689).

Для автопроизводителей гильзы цилиндров, изготовленные из АЧВШГ и АЧВГ, являются наиболее надёжными. особенно для тех производителей дизельных двигателей, которые стремятся достичь большей мощности и эффективности, увеличить величину давления газов в камере сгорания и уменьшить толщину стенок гильз. В условиях постоянно растущего рынка и ужесточения законодательства в части выбросов автомобильного транспорта появление гильз изАЧВШГ иАЧВГ крайне необходимо и неизбежно. В течение последних лет компания GKN, являясь одним из ведущих производителей гильз цилиндров, проводила исследования возможных способов производства гильз из АЧВГ.

Применение экономно легированных антифрикционных чугунов

В последние годы АЧВШГ и АЧВГ начали занимать лидирующее положение вавтотракторостроении и дизелестроение многих стран, особенно для корпусных деталей двигателей. Широкое применение подучили высокопрочные чугуны в качестве основного конструкционного материала для изготовления не только блоков двигателей грузовых автомобилей и тракторов, но и многих легковых автомобилей с объёмом двигателя более 2,5 литра. Многие ответственные отливки двигателей из ВЧШГ имеют высокую усталостную прочность и лучшую демпфирующую способность, чем стальные. Именно поэтому ведущие автомобильные фирмы США, Великобритании, Японии и Германии ставят на двигатели автомобилей детали из АЧВШГ.

В табл. 3. приведены составы ряда низколегированных (с содержанием легирующих элементов до 3%) чугунов, полученных с использованием азотированных ферросплавов и их свойства в отливках, полученных в формах с различным теплоотводом.

Таблица 3 - Составы низколегированных чугунов, полученных с использованием азотированных ферросплавов и их свойства в отливках

Наименоване отливки и способ литья	Химические свойства чугуна, мас.%						Микро структура	НВ,	$\sigma_{в,}$ МПа
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Прочие элементы			
Гильза цилиндров, (КЛИТ- процесс)	3,4	2,3	0,6	0,5	0,4	0,01BN 0,03TiN 0,4 Cu	Пд 0,5; Гф2, Гр3,Г10, $L_{гр.}$50 -300 мкм	231-250	310-325
90 мм плита , в песчано-глинистые формы	3,2	2,1	0,5	0,5	0,33	0,01BN 0,5Cu 0,02ALN	Пд 1,0;Гр3, Гр7,Гф2,Г10, Lгр. 70-300 мкм	188-235	261-287
Профиль диаметром 100мм, (НГЛИТ-процесс)	3,4	2,5	0,5	0,5	0,41	0,01BN 0,5Cu 0,02LN	Пд 0,3- 0,5; Гр2,Гр3,Г10, Гф2, Г10, Lгр.50 -300 мкм	235-269	321-343

При исследовании полученных антифрикционных отливок установлено повышение дисперсности литой структуры и размеров графитовых включений при непрерывном литье и литье в кокиль в сравнении с отливками, полученными в песчано-глинистые формы.

Проведение опытных плавок экономно легированных чугунов

Опытные плавки высокопрочных экономно легированных чугунов проведены в индукционных тигельных печах с использованием литейных чугунов марки Л2ШБ2 (ГОСТ 4832), передельного чугуна марки ПЛ11Б2 (ГОСТ 805), стального лома марок 1А и 2А (ГОСТ 2787), чугунного лома марки 17А (ГОСТ 2787), катодной меди марки М1к (ТУ 859-2001), ферромарганца ФМн75Н,феррованадия марки ФВd150У0,5 (ГОСТ 27160) силикокальция, ферротитана и других ферросплавов.

Для науглероживания чугуна используют бой электродов. В качестве основных шихтовых материалов использовали также возврат собственного производства, ферросплавы, содержащие хром, марганец, молибден, кремний, ванадий, медь и никельсодержащие присадки, которые вводили в твердую металлозавалку в количествах, обеспечивающих получение чугуна заданного химического состава. При выпуске чугуна в раздаточные ковши производили модифицирование комплекснымилигатурами. Микролегирование медью и ферротитаном производили после рафинирования расплава в печи, а модифицирование РЗМ, силикокальцием и силикобарием - в ковше. Температура выплавляемого чугуна - не ниже 1460–1480 ^{o}C. Заливку чугуна проведены в различные литейные формы с использование чайниковых ковшей со шлакоулавливающими перегородками.

Для определения технологических свойств чугуна заливали звёздообразные, решётчатые и ступенчатые технологические пробы. Остаточные термические напряжения определяли на стандартных решётчатых технологических пробах. Механические испытания /по ГОСТ 27208/ проведены на стандартных образцах, определение твердости проведено по ГОСТ 24805, а определение склонности к трещинообразованию - на звёздообразных технологических пробах.

Для сопоставления в качестве базового состава использовался чугун, содержащий 0,06% фосфора, имеющий степень эвтектичности 0,75 и твердость в

литом состоянии НВ 172. Термическая стойкость оценивалась количеством циклов нагрева до 880 °С и охлаждения на воздухе до появления трещины. Добавка фосфора в серый чугун повышает его фрикционные свойства, но способствует образованию трещин, снижает термическую стойкость, стабильность коэффициентов трения при повышенных температурах и механические свойства, особенно динамическую прочность.

Свойства и применение АЧВГ

Требования к химическому составу исходного чугуна, предназначенного для обработки на ЧВГ, по основным элементам (углероду, кремнию, марганцу, сере) такие же, как при производстве ЧШГ В отличие от химического состава ЧШГ менее жесткие требования принимаются по содержанию фосфора, а также титана (до 0,05% Ti). Для получения отливок, пригодных для обработки давлением, провели плавки АЧВШГ и АЧВГс низким содержанием марганца и фосфора и повышенной пластичностью. В шихте использовали предельный чугун, содержащий Mn<0,10%, P<0,04% для ВЧШГ, а АЧВГ- Mn<0,40%, Ti<0,04%

Высокий модуль упругости ЧВГ, высокие характеристики прочности и износостойкости, способность к самосмазыванию и низкая шероховатость поверхности позволяют деталям из ЧВГ работать при более высоких давлениях по сравнению с АЧС. АЧВГ является наиболее подходящим материалом при производстве двигателей с повышенными требованиями по величине давления, необходимого для снижения вредных выбросов и улучшения эффективности их работы.

Коэффициент трения (f) перлитного АЧВШГ немного выше, чем АЧВГ, и при твёрдости НВ =250-260 и давлении 1,5 МПа составляет 0,57-0,60, а при перлитно-ферритной матрице (НВ 221-229) и аналогичном давлении f составляет 0,64-0,66. Нитриды титана и медь снижают коэффициент трения, а нитриды хрома и бора – повышают его.

Высокая термическая стойкость чугуна с вермикулярным графитом в значительной степени способствует его широкому распространению в качестве материала для изготовления головок цилиндров дизелей большой мощности. В нем благоприятно сочетаются такие свойства как высокая теплопроводность, низкое тепловое расширение, относительно низкий модуль упругости и достаточно хорошая пластичность, а значит удовлетворительный предел выносливости при одновременном сохранении высоких механических свойств.

На Гомельском литейном заводе «Центролит» с участием авторов разработан брикет с повышенным содержанием силикобария для модифицирования АЧВГ при ковшевой внепечной обработке, который позволяет получать и корпусные массивные отливки из АЧВГ с высокими физико-механическими свойствами (табл. 4).

Таблица 4 - Структура и механические свойства отливок из АЧВГ

Содержание силикобария в брикете, %	$\sigma_в$, МПа	δ, %	KCU, Дж/см^2	Количество и форма графита	Трещино стойкость, см
26	461	14,6	8,15	ШГ88, ВГ12	18,8
15	482	16,2	8,35	ШГ98, ВГ02	17,6
7	490	15,4	8,20	ШГ89, ВГ11	18,2

В течение последних лет интерес к производству и число заказов на отливки из АЧВГ неуклонно повышались, что является результатом ужесточения требований к экологической безопасности тепловозов, дизельных двигателей, металлургических агрегатов, металлорежущих станков и другого оборудования. Ужесточение экологического законодательства привело к тому, что все большее число производителей дизельных двигателей, тепловозов, тракторов и металлообрабатывающих станков постепенно начинают рассматривать вопрос о переходе на ЧВГ при производстве базовых литых деталей

Целесообразность использования деталей двигателей из ЧВГ обосновывается наряду с чисто техническими причинами целым рядом экономических. Это повышение эксплуатационных свойств на 20-35%, сокращение на 10…15% стоимости заготовок, более низкая стоимость технологической оснастки, меньший объем механической обработки благодаря повышенной точности и меньшим припускам на обработку. Целесообразность использования деталей двигателей из ЧВГ обосновывается наряду с чисто техническими причинами целым рядом экономических. Это повышение эксплуатационных свойств на 20-35%, сокращение на 10…15% стоимости заготовок, более низкая стоимость технологической оснастки, меньший объем механической обработки благодаря повышенной точности и меньшим припускам на обработку

Требования к микроструктуре*.* При производстве массивных износостойких деталей из ВЧШГ может происходить образование каймы из пластинчатого графита в отливках вследствие контактного взаимодействия жидкого чугуна и материала формы. В результате реакции компонентов литейной формы с чугуном может происходить снижение концентрации магния в расплаве до уровня, недостаточного для полной сфероидизации графита. Это снижает механические свойства чугуна в литых изделиях.

В ВЧШГ сильнодействующими карбидообразующими элементами являются хром и бор. Максимальное содержание хрома и бора в ВЧШГ составляет соответственно 0,06 и 0,001 %. Карбиды хрома очень устойчивы к термическому распаду и часто не разлагаются в течение длительного отжига даже при 900-1000 ^{o}C Карбиды в отливках могут проявляться в виде эвтектических карбидов на поверхности (отбел); в виде ликвированных карбидов по границам зёрен и в виде комплексных карбидов и обратного отбела в центральной части. Карбиды Cr, V и B снижают ударную вязкость и пластичность и ухудшают механическую обрабатываемость.

Аустенизация АЧВШГ проводится для получения однородной аустенитной металлической матрицы. В процессе аустенизации происходит насыщение металлической основы углеродом и переход ее в аустенит. Исходная структура чугуна определяет температуру аустенизации и время выдержки. Так, при перлитной структуре насыщение аустенита углеродом до требуемого уровня происходит быстрее, чем при ферритной, при которой процесс насыщения достигается за счет диффузии углерода от глобулей графита. Чрезмерная выдержка при температуре аустенизации не оказывает значительного влияния на прочность, ударную вязкость, износостойкость и другие свойства чугуна.

Влияние азотирования, а также углерода, карбидов и карбидного упрочнения на структуру и свойства перлитных и аустенитных износостойких отливок изучено достаточно полно. Однако влияние азота, который постоянно содержится в бейнитных чугунах в виде нитридов (VN, Mo_2N, MnN, NbN, CrN, TiN, A1N и др.) и карбонитридов, которые всегда присутствуют в комплексно- легированных чугунах, исследовано недостаточно. Этот вопрос особенно актуален для комплексно-легированных чугунов, содержащих 1,5…2,5 % нитридообразующих элементов, влияние азота на структуру и свойства которых практически не исследовалось при разработке техпроцессов производства антифрикционных литых деталей.

Качество литых деталей и их эксплуатационные свойства зависят от содержания в ВЧШГ нитридо- и карбидообразующих элементов и примесей. В исследованиях оценили влияние химического состава, легирующих добавок, азотированных ферросплавов и карбонитридного упрочнения на структуру и свойства АЧВШГ. В большинстве случаев присутствие в отливках с перлитной матрицей из высокопрочных чугунов нитридов и карбонитридов эффективно, а карбидов - нежелательно, а часто и неприемлемо.

Грубая структура верхнего бейнита (температура закалки 370...450 °С) обладает пониженными значениями твердости (260…300 НВ) и прочности (850…1050 МПа). Относительное удлинение находится на уровне 6…9 %. Смешанная структура нижнего и верхнего бейнита получается при температурах 340...370°С. Чугуны с такой структурой имеют соответственно и промежуточные показатели свойств: твердость

300…350 НВ, прочность 950…1100 МПа, относительное удлинение 4… 6%. В структуре бейнитного БЧШГ возможно появление и других фаз: мартенсита, карбидов, перлита.

В работе исследовали и оценивали влияние химического состава и карбонитридного упрочнения на структуру и механические свойства чугунов для деталей металлорежущих станков, содержащих 2,7…3,4 % C; 1,7…2,3 % Si; 0,7…1,5% Mn; 0,03 …0,6 % Cr и 0,5…2,5 % других карбидо- и нитридообразующих легирующих элементов. Для анализа износостойких типовых чугунных станочных отливок использовали градацию по основным требованиям кмикроструктуре(перлиту и графиту по ГОСТ 3443)(табл. 5).

Таблица 5 - Основные требования к микроструктуре станочных деталей

Основные требования к деталям	Типичные представители деталей	Балл перлита и графита по ГОСТ 3443
Высокая прочность	Корпусные детали машин, редукторов, станков и другого оборудования	П92
Повышенная износостойкость	Столы, салазки, суппорты, направляющие и т.п.	П70
Высокие антифрикционные свойства	Втулки, направляющие и корпуса подшипников машин и станков	ШГФ2-ШГФ5

Оптимизация химического состава АЧВШГ для коленвалов.

Коленчатые валы и втулки форсированных дизелей типа 10Д100, Д49, 14Д40, 11Д45 часто отливают из сложнолегированного Cr-Ni-Mo-Cu-чугуна марки ЧХНМД, легированного хромом, никелем, молибденом и медью. Если качество жидкого металла для конструкционных деталей из серого чугуна определяют правильный выбор шихты, её подготовка и эффективные технологии плавки и внепечной обработки, то формирование химического состава, структуры, качества и свойств литых корпусныхи массивных изделий из АЧВШГ обеспечивают все технологические процессы от начальной стадии подготовки экономнолегированного жидкого расплава с оптимальной температурой до окончания финишных операций по изготовлению литых деталей, проведения их термической или химико-термической обработки и контроля качества [9,14].

Химсостав металладля коленчатых валов и втулок форсированных дизелей принят из расчета обязательного применения высокотемпературного отжига отливок, %: 3,3...3,7 C; 2...2,2 Si; 1,2...1,4 Mn; 0,05...0,2 Ti; 0,6…0,65 Mo ; 0.002…0,003 B 0,10… 0,12 P; ; 0,15...0,2 Cr; 0,5...0,8 Cu; 0,03...0,06 Mg, до 0,02 S.Повышенное содержание Mn, Cu и Cr в металле, в сочетании с термообработкой (ТО), обеспечивает получение однородной структуры металлической основы деталей (зернистого перлита), обладающей высокими физико-механическими свойствами и хорошей обрабатываемостью резанием. Чугун после отжига, со структурой зернистого перлита, имеет следующие механические свойства: НВ 227...240; $\sigma_{изг}$= 900... 980 МПа; f=10...15 мм; $\sigma_т$= 420...450 МПа; δ= 7...9 %; KCU=0,25...0,3 МДж/м^2.

При проектировании коленвалов для дизелей необходимо учитывать повышенные, по сравнению с карбюраторным двигателем, нагрузки, возникающие в результате более крутого нарастания давления сгорания, неравномерности вращения и крутильных колебаний. Для снижения этих нагрузок требуется установка демпферов [14].При разработке технологии учитывали, что из АЧВШГ надо получать коленвалы для четырех- и восьмицилиндровых автомобильных бензиновых двигателей. Коленвал для четырехцилиндрового двигателя (21 кг) имеет толщины 13...70 мм, а для восьмицилиндрового двигателя (32 кг) - 15...76 мм.

Разработантакже АЧВШГс повышенными упруго – пластическими (δ=9...12%; KCU=0,28...0,33 МДж/м^2)и эксплуатационными свойствами для литых изделий, работающих в условиях трения в паре с закалённым валом при повышенных скоростях и удельных давлениях.Высокопрочный антифрикционный чугун дополнительно содержит ванадий, барий и азот при следующем соотношении компонентов, мас. %: улерод 3,1 - 3,6; кремний 2,2-2,5; марганец 0,3–0,7; никель 0,03-0,5; молибден 0,02-0,4; медь 0,6-1,5; хром 0,02-0,06; магний 0,04-0,06; церий 0,02-0,04; титан 0,21-0,55; алюминий 0,02-0,12; фосфор 0,02-0,04; ванадий 0,12-1,35; барий 0,03-0,06; азот 0,02-0,04 и железо – остальное. Предел текучести чугуна составляет 310– 345 МПа, ударная вязкость - 32–35 Дж/см^2.

От микроструктурыпоршневых колец , качества их изготовления и используемых материалов зависит надежность,моторесурс и экономичность работы ДВС. Более высокой надежностью и долговечностью обладают кольца их ВЧШГ с графитом ГШ4 и ГШ5 и низколегированных чугунов. При изготовлении поршневых колец необходимо производить большой объём механической обработки.

Свойства термообрабатываемыхбейнитных чугунов

Комплексное легирование и сфероидизирующая инокулирующая обработка чугуна –необходимые и ответственные операции и стадии технологического процесса производства высокопрочного БЧШГ. Магниевые высокопрочные чугуны без проведения графитизирующей обработки (инокулирования) имеют структуру отбеленного чугуна и структурную неоднородность в отливках, а графит, который формируется в Fe-C–сплаве из остаточных зародышей, - несовершенную шаровидную форму. Поэтому инокулирующая обработка чугуна при производстве ответственных отливок из БЧШГ должна выполняться с такой же тщательностью, как и первичная сфероидизирующая обработка. Традиционной инокулирующей добавкой является ферросилиций, используемый часто совместно с силикобарием и активными добавками.

Модифицирование является решающим шагом и ответственной операцией при производстве высокопрочного чугуна и важной стадией, на которой структура и свойства чугуна могут контролироваться с помощью уменьшения переохлаждения, которое сопровождает эвтектическое затвердевание. Влияние модифицирующих добавок начинает сказываться почти сразу же после введения их в расплав и потом постепенно ослабевает со временем. Скорость ослабевания зависит от многих факторов, включающих химический состав модифицирующей добавки, состав и температуру жидкого чугуна, в который она вводится, и скорость охлаждения и затвердевания расплавленного металла.

Известно, что привлечение в машиностроение новых технологий, разработок и эффективных конструкционных материалов – основное направление повышения технического уровня и конкурентоспособности продукции , а также снижения энерго- и трудозатрат на её производство. Это направление использовано при выборе эффективных конструкционных материалов для зубчатых колес, конических шестерен с прямым и эвольвентным зубом, шестерни внутреннего зацепления планетарных передач. Был изучен опыт зарубежных фирм использованию бейнитных чугунов для этой цели.

Начало производства бейнитных чугунов относится к середине 60-х годов. Фирма Ford Motors (США) выпускает коленчатые валы из БЧШГ. Замена кованой стали дает снижение производственных расходов от 40 до160 долларов на каждую отливку. По сравнению с серийными валами прочность валов из БЧШГ повысилась на 40%, а масса уменьшилась с 19 до 12 кг. Кроме того, фирма изготовляет из БЧШГ детали распределительных устройств взамен кованой и цементуемой сталей.

Главной причиной повышенного внимания к БЧШГ является значительное снижение энергозатрат при производстве деталей типа зубчатых колес. Одной из первых освоила выпуск шестерен из БЧШГ фирма Kymi-Kymmene Metall (Финляндия). В последние годы номенклатура выпускаемых этой фирмой деталей существенно

расширилась, увеличился и объем производства - около 1200 т/год. Для автомобильных заводов Финляндии, Швеции, США, Италии, ФРГ фирма поставляет крестовины дифференциала, кронштейны рессоры, коническиешестерни с прямым и эвольвентным зубом, шестерни внутреннего зацепления планетарных передач. Изготовление крестовин дифференциала из БЧШГ взамен стальных позволило сократить количество операций с десяти до двух и значительно повысить долговечность этих деталей. При производстве конических шестерен из БЧШГ с литыми зубьями отмечено снижение затрат на механическую обработку по сравнению со стальными.

Фирма Amcast Industrial (США) выпускает более 11 наименований деталей из БЧШГ, в том числе шестерни для грейдеров, направляющие гусеничной цепи бульдозеров и другие детали, ранее выпускавшиеся из поковок и стального литья. Отмечается как техническое, так и экономическое преимущество применения БЧШГ: повышение долговечности и надежности.

Применение БЧШГ взамен ковкого чугуна для звеньев подвесок позволило повысить долговечность работы этих деталей в 2,7 раза, снизить стоимость изготовления и увеличить коэффициент использования металла. Тормозные шкивы и тормозные колодки железнодорожных и трамвайных вагонов, изготовленных из БЧШГ взамен серого чугуна, имеют в 5-6 раз большую износостойкость. Отмечено снижение износа колес, работающих в паре с тормозными колодками из БЧШГ. При повышенных давлениях на эти тормозные колодки заметного снижения коэффициента трения по сравнению с серым чугуном не выявлено.

Скорость охлаждения металла до температуры изотермического превращения должна быть высокойи обеспечить получение требуемой структуры (бейнитной с малой долей остаточного аустенита) и исключить нежелательное образование перлита. Важное значение при этом имеет правильный выбор закалочной среды. На практике для закалки должны применять масляные или соляные ванны. Масло нагревают до температуры 290-300°С.

Повышение качества и надёжности фрикционных деталей

Основными механическими и служебными свойствами фрикционных чугунов являются: конструкционная прочность, высокий и стабильный коэффициент трения при различных режимах работы. Для повышения качества и надёжности литых фрикционных деталей при работе в условиях сухого трения с высокими скоростями, большимидавлениями и температурами потребовались новые исследования и разработки фрикционных микролегированных чугунов.Для тормозных барабанов и других деталей предложен серый фрикционный чугун с содержанием 1,0-1,5% Р [11], микролегированный азотированным ферромарганцем и модифицированный бором и алюминием, с повышенными характе-ристиками трещиностойкости и ударно-усталостной долговечности. Дисперсность перлита от ПД0,5 до Пд 1,4, а пластинчатый графит длинной от ПГд45 до ПГд180. Твёрдость чугуна – 241-270 НВ, а средний износ при сухом трении – 12-20 мг/гс.

При эксплуатации деталей механизмов трения в фрикционных парах, где контактируемые поверхности нагреваются незначительно, эффективно выплавлять микролегированный чугун с содержанием 1,35-1,85% Р и соотношении Si/C менее 0,65. Однако для изготовления ряда фрикционных изделий, работающих при повышенных температурах и ударных нагрузках, содержание фосфора принимают в пределах от 0,4 до 0,9 %.

При увеличении содержания фосфора до 1,5–2,0 % в этих чугунах снижается трещиностойкость, но повышаются твёрдость, коэффициент трения, способность противостоять образованию задиров, износостойкость и другие фрикционные характеристики в условиях сухого трения по стали.

При изготовлении железнодорожных тормозных колодок и других фрикционных деталей для повышения их надёжности и долговечности целесообразно в них износостойкие вставки и вкладыши. Твёрдые вставки серповидной формы снижают износ локомотивных тормозных колодок и повышают их долговечность на 10 – 15 %.

В табл. 6 приведены оптимальные характеристики структурных составляющих фрикционного чугуна и получаемые механические свойства при различных концентрациях фосфора в тормозных колодках ряда типов. В последние годы на Гомельском ВРЗ освоено производство отливок тормозных колодок всех типов.

Таблица 6 - Микроструктура и свойствафрикционных чугунов

Тип тормозной колодки	Содержание фосфора	Микроструктура чугуна в отливке	Строение фосфидной эвтектики	НВ	Износостойкость, мг/гс
М ГОСТ30249	0,7 - 0,9	Пд0,5-Пд1,0; ПГф2, ПГф4; ПГД45 – ПГд180	ФЭ3, ФЭ4; ФЭп6000	249 - 290	120-145
ГОСТ1205	1,7 – 1,9	Пд0,5 –Пд1,4; ПГф1,ПГф2; ПГ д90 – ПГД250	ФЭ3, ФЭ4; ФЭп6000-ФЭп20000	241- 275	128-152
Р ГОСТ30249	3,0 -3,3	П д 0,3- Пд1,0; ПГд45 – ПГд 180; ПГф1,ПГф2,ПГф4	ФЭ3, ФЭ4; ФЭп13000-ФЭп25000	265 - 290	112 - 121
Ф ГОСТ 28186	1,3 – 1,5	Пд0,5- Пд1,4; ПГд90 – ПГд 220; ПГф1,ПГф2	ФЭ3, ФЭ4; ФЭп6000-ФЭп25000	229 - 241	135 - 172

Установлено, что модифицирование серого высокофосфористого чугуна бором обеспечивает повышение коэффициента трения и его стабильности вследствие образования карбоборидов с более мелкой и твёрдой износостойкой эвтектикой, чем фосфидная. Отливки из фрикционных чунунов, микролегированных бором в количестве 0,005-0,01%, обладают более высокой герметичностью, ударно-усталостной долговечностью, термоциклической прочностью и небольшим искрением при торможении, чем отливки из чугунов, содержащих только фосфор.

На рис. 3 приведена схема теплового режима работы тормозных колодок дисковых тормозов, состоящего из трёх последовательных этапов: 1- интенсивный нагрев; 11-медленное охлаждения; 111- замедленное равномерное охлаждение.

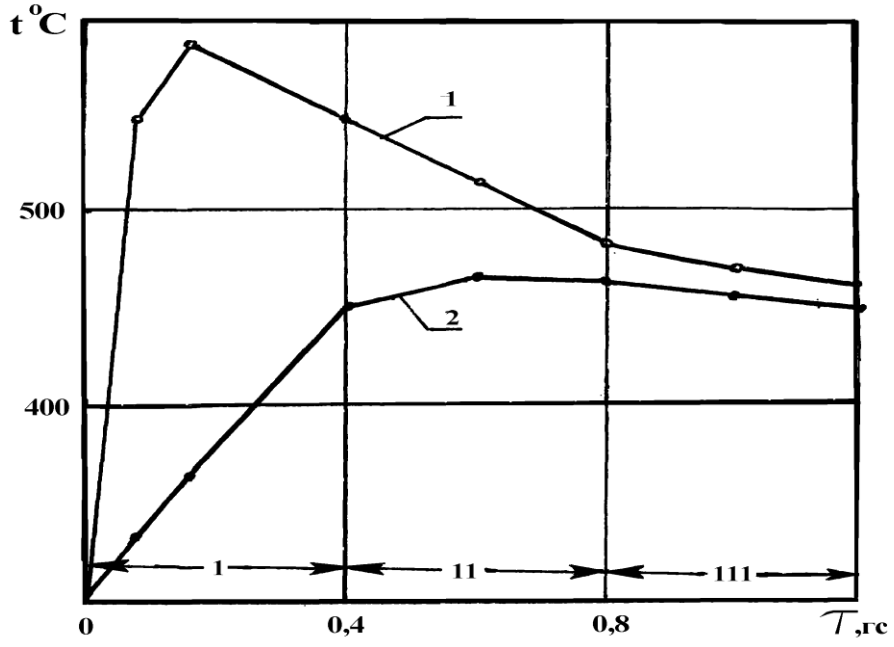


Рисунок 3 - Схема теплового режима работы тормозной колодки:
1-температура на поверхности колодки; 2-температура в сердцевине колодки

Графитизирующее и перлитизирующее действие комплексных модификаторов с барием и соответственно плотность, физико-механические и эксплуатационные свойства серого чугуна в отливках повышаются при увеличение в ковшовой присадке концентрации бария. Известно, что барийсодержащие модификаторы получили широкое промышленное применение в зарубежном литейном производстве и используются как при производстве как серого чугуна с пластинчатым графитом, так и высокопрочных ЧШГ. В качестве барий содержащих модификаторов используются силикобарий, хлориды бария, содержащие 40…70 % Ва, и сульфиды бария.

Наряду с традиционными технологическими процессами введения модификаторов (в раздаточный или разливочный ковш) использовали операции «позднего модифицирования» (введение модификаторов в литейной форму, в заливочную чашу, в литниковую систему), которые продлевают время действия модификаторов. Сравнительные механические свойства немодифицированного и модифицированного высокофосфористого фрикционного,приведены в табл.7.

Таблица 7 -Влияние модифицирования на свойства ФЧ

Фрикцион-ный чугун	Моди-фицирую щая присадка	Содержа-ние фосфора, %	Длина вклю-чений графита	Предел прочности на изгиб, МПа	Изно-состой-кость, мг/гс
Немоди-фици-рованный	-	2,7 - 2,9	ПГД90 – ПГД 180	421 -435	130 -138
Модифи-цирован-ный	0,05 % Ва, 0,003 % В	2,7 – 2,8	ПГД45 – ПГД 90	440 - 458	112 - 123

Установлено, что для улучшения служебных и механических свойств фрикционного серого чугуна целесообразно использовать азотированные ферросплавы и реализовать в нем хотя бы ограниченную пластичность, предотвращающую его хрупкое разрушение в отливках. При увеличении содержания фосфора более 1,5 % и увеличении степени эвтектичности фосфористых чугунов до 0,8…1,0 имеет место значительное снижение пластичности, хотя дисперсность перлита остается достаточно высокой как при литье в кокиль, так и в песчано-глинистые формы. В последние годы достигнуты определенные успехи в повышении надёжности железнодорожных тормозных колодок и тормозных барабанов благодаря использованию операций комплексного микролегирования и оптимизации составов фрикционных чугунов.

Освоено производство тонкостенных отливок тормозных барабанов (Rпр.<20 мм) и тормозных дисков из перлитных модифицированных силикобарием фрикционных чугунов со степенью эвтектичности (Sэ) от 0,8 до 1,0 и с соотношением Si/C от 0,75 до 0,9 и содержащих 0,7-1,5 %Р. Установлено, что для изготовления тормозных барабанов, работающих при повышенных температурах и ударных нагрузках, одновременно с высокой износостойкостью необходимы низкие остаточные термические напряжения в отливках и повышенные характеристики таких свойств, как конструкционная прочность, фрикционная и термическая стойкость [7,9]. Для повышения дисперсности структуры, механических и фрикционных свойств в отливках разработан серый фрикционный чугун [2],содержащий, мас.%:2,8-3,5 С; 1,3-2,0 Si; 0,3-0,8 Мн;1,0-1,5 Р; 0,06-0,18 Cr; 0,05-0,12 Ni; 0,002-0,01 N; 0,02-0,15 S; 0,002-0,01AL и железо – остальное. Твёрдость чугуна в отливках – 248 - 265 НВ. Предел прочности при изгибе - 460-490 МПа. В 30 мм образцах дисперсность структуры не превышала Пд 0,3-Пд 0,5, а в строении фосфидной эвтектики отливок преобладали формы ФЭ3 и ФЭ4.

Для тормозных барабанов и вентиилруемых тлрмозных дисков для ж/д вагонов (рис. 4) предложен серый фрикционный чугун с содержанием 1,0-1,5 % Р, модифицированный бором и алюминием, с повышенными характеристиками трещиностойкости и ударно-усталостной долговечности. При увеличении содержания фосфора до 1,5 – 2,0 % в этих чугунах снижается трещиностойкость, но повышаются твёрдость, коэффициент трения, способность противостоять образованию задиров, износостойкость и другие фрикционные характеристики в условиях сухого трения по стали.

Рисунок 4 - Вентилируемый тормозной диск

Освоено производство тонкостенных отливок тормозных барабанов из чугуна типа «Ф», рекомендованного НИИЖТом. В большинстве случаев для тонкостенных литых деталей таких механизмов, фрикционных накладок и тормозных дисков целесообразно использовать модифицированные силикобарием фрикционные чугуны со степенью эвтектичности (Sэ) от 0,8 до 1,0 и с соотношением Si/C от 0,75 до 0,9, содержащие 0,7-1,3%Р. Для изготовления тормозных барабанов, работающих при повышенных температурах и ударных нагрузках, одновременно с высокой износостойкостью необходимы низкие остаточные термические напряжения в отливках и повышенные характеристики таких свойств, как конструкционная прочность, фрикционная и термическая стойкость. Для повышения усталостной прочности, долговечности и эксплуатационных свойств ответственных крупногабаритных деталей разработаны составы бейнитных чугунов и начали получать отливки с ультрадисперсной зернистой структурой.

Повышение эффективности технологических процессов

Промышленное изготовление уникальных и ответственных отливок допускается только после отработки технологического процесса на опытных отливках, проверки их качества и при наличии акта внедрения литейной технологии. Литейный технологический процесс считается отработанным и оформляется актом на внедрение его в производство, если количество и размеры несплошностей, выявленных в опытных отливках неразрушающими методами контроля, а также вырезкой и исследованием темплетов, не превышают норм, установленных ТУ на поставку отливок.

В мировой практике уже в конце XX в. наметилась устойчивая тенденция к изысканию и разработке новых специальных и комбинированных способов получения ответственных литых деталей и профильных заготовок с мелкозернистой, гранулярной и ультрадисперсной структурой специальными способами литья. Развитие машиностроительного комплекса неразрывно связано с разработкой и внедрением

новых и совершенствованием существующих конструкционных материалов и созданием прогрессивных технологических процессов получения изделий ответственного назначения. Одним из таких технологических процессов является непрерывное горизонтальное литье (НГЛ), используемое для получения заготовок из серых и высокопрочных чугунов.

В табл. 8 приведены режимы и металлургические параметры процесса непрерывного горизонтального литья с интенсивным теплообменом (НГЛИТ), отработанные в производственных условиях РУП ГЛЗ «Центролит», обеспечивающие высокие характеристики плотности, износостойкости, ростоустойчивости, прирабатываемости, и гидроплотности отливок с Rпр. = 50…230 мм.

Таблица 8 - Режимы и металлургические параметры процесса непрерывного литья износостойких отливок

Толщина отливки, Rпр., мм	Температура,° С		Режим вытягивания отливки		
	Чугуна в металло-приёмнике	Отливки на выходе из кристал-лизатора	Шаг, мм	Время оста-новки, с	Скорость движения отливки, мм/с
50 – 70	1220-1280	920- 960	35-60	4- 18	9 - 18
70 - 100	1200 –1260	930- 980	30-55	5 - 20	8- 16
100 –150	1190 – 1250	940- 990	25-45	10– 24	6 -12
150–230	1180 - 1220	960 – 1000	20-35	12– 30	3 - 8

При освоении производства профильных заготовок из высокопрочных АЧШГ и АЧВГ на установках непрерывного горизонтального литья в кристаллизаторах с водяным охлаждением (НГЛИТ- процесс) эффективными легирующими добавками оказались Cu и Ni, особенно при изготовлении тонкостенных фрикционных накладок, профильных заготовок из высокопрочных чугунов с перлитной и аустенитной структурой. Такие профильные заготовки заменяют отливки из углеродистых сталей 20Л, 30Л и 35Л, низколегированных сталей типа 20ГЛ, 32ХО6Л, 40ХЛ и ряда латуней.

Качество и физико-механические свойства профильных заготовок и стабильность процесса литья зависят от состава и температуры чугуна, заливаемого в металлоприемник, конструкции металлоприемника и режима его работы, конструкции кристаллизатора, систем первичного и вторичного охлаждения, профиля заготовки. Оптимизация и выравнивание температуры расплава в металлоприемнике и направленный подвод его в полость кристаллизатора позволяют улучшить структуру и качество профильных заготовок и повысить среднюю скорость литья.

Получены высокопрочные термоулучшаемые чугуны с дополнительным экономным легированием стабилизирующим аустенит- добавками (0,9-1,5 % Ni и 0,3-0,5 % Mo) и модифицировании лигатурой ЖКМК-7 и изготовлены профильных заготовок по НГЛИТ- процессу.

В ИТМ НАНБ, ПО «Гомсельмаш», Гомельском литейном заводе «Центролит» и в других организациях для многих сотен предприятий и фирм выполнены индивидуальные заказы на специальные отливки и профильные заготовки из высокопрочных, антифрикционных и специальных чугунов, выполненных по методу НГЛ. Особый интерес представляет получение полых заготовок с толщиной стенок 8…20 мм, что позволяло снижать затраты на последующую механическую обработку.

Новые технологические процессы НГЛ профильных заготовок применяются для изготовления деталей из серых, высокопрочных и легированных износостойких чугунов, из многих антифрикционных сплавов, работающих в условиях интенсивного износа. Установлена целесообразность использования антифрикционных аустенитных чугунов с повышенным содержанием марганца для производства непрерывно литых заготовок на предприятиях станкостроения, металлургии и машиностроения. При

повышении концентрации марганца в АЧС-5 до 1,4…3 % увеличивается износостойкость в условиях сильного истирания при повышенных температурах. Более производительным и менее энергоемким оказался технологический процесс производства полых заготовок.. Формообразование структуры и физико-механических свойств литой заготовки зависит от металлургических особенностей подготовки исходного расплава, внепечной обработки жидкого металла и термической обработки литой заготовки.

Принципиальная схема непрерывного горизонтального литья показана на рис.5. Жидкий металл из разливочного ковша 1 подается в металлоприемник 2, соединенный с полостью охлаждаемого кристаллизатора 3. Затвердевающая отливка 4 извлекается из кристаллизатора тянущим устройством 5.

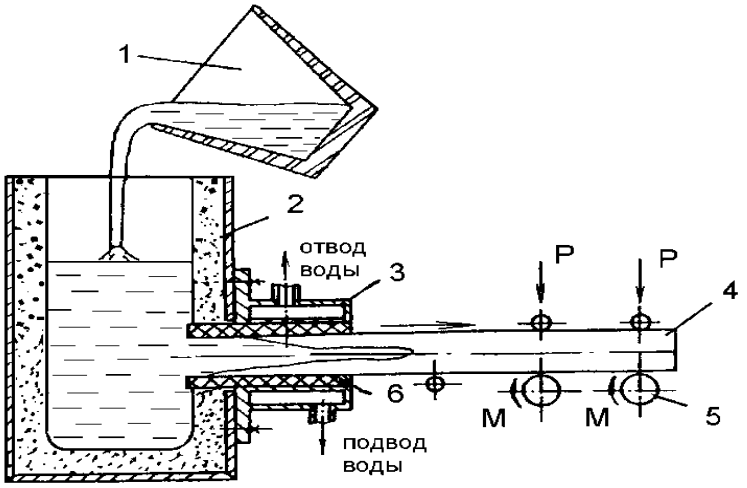


Рисунок 5 - Принципиальная схема непрерывного горизонтального литья

Новые технологические процессы НГЛ профильных заготовок применяются для изготовления деталей из серых, высокопрочных и легированных износостойких чугунов, из многих антифрикционных сплавов, работающих в условиях интенсивного износа. Установлена целесообразность использования антифрикционных аустенитных чугунов с повышенным содержанием марганца для производства непрерывно литых заготовок на предприятиях станкостроения, металлургии и машиностроения. При повышении концентрации марганца в АЧС-5 до 1,4…3 % увеличивается износостойкость в условиях сильного истирания при повышенных температурах. Более производительным и менее энергоемким оказался технологический процесс производства полых заготовок.. Формообразование структуры и физико-механических свойств литой заготовки зависит от металлургических особенностей подготовки исходного расплава, внепечной обработки жидкого металла и термической обработки литой заготовки.

Прогрессивные литейные технологии - гарантия качества деталей.

Сотрудниками ИТМ НАН Беларуси только в последние годы разработани внедрён ряд прогрессивных песурсосберегаюшх и уникальных литейных технологий и сплавов [7,8],Прогрессивными литейныи технологиями являются специальные способы литья, способнепрерывно-циклического литья намораживанием,способы электрошлакового литья (ЭШЛ), сфероидизирующая инокулирующая обработка,способы получения биметаллических втулок (рис6.), а такжепроизводство отливок с дифференцированными свойствами.[7].Используя способы непрерывного циклического литья намораживанием, литья в кокиль с интенсивным теплообменом и центробежного литья в окрашенные изложницы, получены трубные заготовки и

высококачественные гильзы цилиндров двигателей, муфты, кольца и втулкииз антифрикционных экономно легированных чугунов.

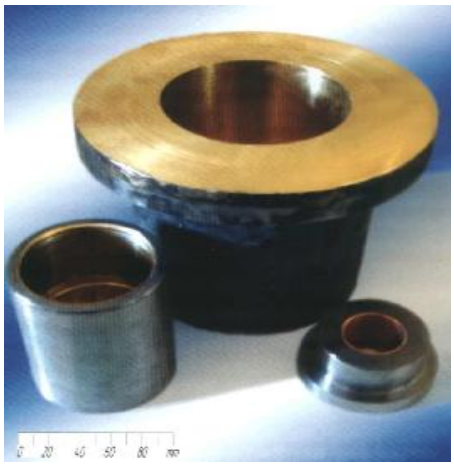


Рисунок 6 - Биметаллическая втулка для аодшипников скольжения

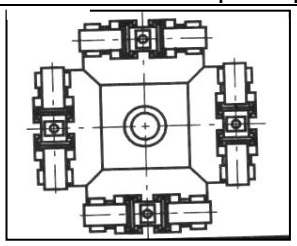
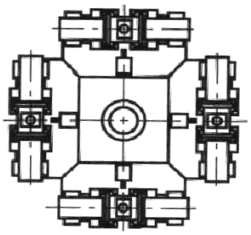
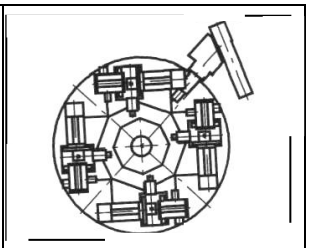
В результате выполненных и внедрённых в производство разработок сотрудников УП «Институт БелНИИЛит»: многие детали из антифрикционных и фрикционных чугуна переведены на изготовление на кокильных машинах и кокильных комплексах. Они воплотили в жизнь перспективную идею литья в кокиль гильз цилиндров автотракторных двигателей, многих деталей компрессоров, фрикционных втулок, заготовок для поршневых колец и других отливок. В табл. 9 приведены характеристики микроструктуры и физико-механических свойств ВЧШГ при использовании ряда ССЛИТ-процессов в производственных условиях.

Таблица 9 -Характеристики микроструктуры и физико-механические свойства ВЧШГ при различных способах литья

Способ литья	Литые фасонные детали и профиль-ные заготовки	Микролегиру ющие компоненты и особен-ности их введения	Микро-структу-ра отливок по ГОСТ 3443-87	Плот-ность в отлив-ках, г/см^3	Механические свойства		
					$\sigma_в$, МПа	НВ	KCU Дж/см^2
НГЛИТ	Профили 50 х 73 мм, 91х 102 мм,детали гидроап паратуры и станков	ФС45, ФСМг17 в ковш; ФС30Р3М в металло-приемник	Пд1,0; Пд1,4; П45, Ф55; ШГд90; ШГд45; ШГф4; ШГ10	7,14-7,19	475-660	207-209	21-33
КЛИТ	Муфты, гильзы цилиндров, звенья, валики	Fe-Si-Ba и ЖКМК-7 в ковш	Пл0,5; Пд1,0; П85,Ф15 ШГд45; ШГ12; ШГф4; ШГф5	7,16-7,25	570-720	240-287	12-25
НГЛИТ	Профили 20х50 мм, Ø22-40 мм	Fe-Si, SiCa,Cu вковш; ФСМг7 в металло-приемник	Пд0,5; Пд1,0; П92 Ф8; ШГд45; ШГф4; ШГф5	7,16-7,21	610-780	241-279	13-24

Облицованные кокили выдерживают большое число заливок (до нескольких тысяч) в зависимости от заливаемого в них сплава и его температуры. Способ литья чугуна в облицованные металлические формы имеет ряд преимуществ перед литьем в песчано- глинистые, песчано- смоляные и оболочковые формы, обеспечивая более высокие механические, эксплуатационные свойства, долговечность и качество литых антифрикционных деталей. Сотрудниками УП «Институт БелНИИЛит» разработаны и внедрены на предприятиях автотракторной промышленности и сельскохозяйственного машиностроения и др. отраслей .новое современное литейное оборудование (установки для литья в кокиль (табл. 10)

Таблица 10 - Техническая характеристика машин для литья в кокиль

Схема машины Тех характеристика			
1. Модель	4932	4979К	4980
2. Размеры рабочего места на плитах для крепления частей кокиля, мм	500·400	600·400	1015·430
3. Наименьшее расстояние между плитами, мм	160	300	-
4. Число кокильных секций	4	4	4
5. Доза заливаемого металла(по алюминию), кг	До 4,5	До 8,5	35
6. Производительность, заливок/час	100…120	70…90	26

Обрабатываемость резанием и оптимальную скорость резания определяли на токарных полуавтоматах с ЧПУ модели СА562Ф3 и специализированных металлорежущих станках повышенной точности модели СА665Ф3 станкостроительного завода ОАО “САСТА” в сравнении с обрабатываемостью литых заготовок из АЧС-5 с аустенитной структурой и твердостью 180 НВ.

В институте «БелНИИЛИТ» также разработаны полуавтоматические и автоматические кокильные комплексы (табл. 11) для литья поршней двигателей и предложены составы алюминиевых легированных аустенитных чугунов для их изготовления.

Таблица 11 - Техническая характеристика автоматизированного кокильного комплекса для литья поршней

Техническая характеристика	Значения показателей оборудования	
	Комплекс	машина
1. Тип поршня	многоклин	многоклин
2. Максимальный диаметр отливки поршня, мм	110	110
3. Производительность заливка/час	50…72	25…36
4. Расход сжатого воздуха $м^3$/ч не более	0,4	0,2
5. Расход воды, $м^3$/ч, не более	1,4	0,7
6.Установленная мощность электродвигателей , кВт	30	15

Установлены оптимальные химические составы серых перлитных чугунов для кокильного литья. Исследованы механические и эксплуатационные свойства высокопрочных чугунов с ШГ, легированных Cu,A1 и Ni, при литье по НГЛИТ – процессу и в кокиль. Установлены различия в микроструктуре и свойствах отливок при кокильном литье и литье в песчано-глинистые формы. Испытания отливок из АВЧШГ, полученных по НГЛИТ - процессу, показали, что они обладают более мелкозернистой микроструктурой и высокими физико-механическими и эксплуатационными свойствами. Испытания показали, что применение Cu-, A1- и Ni-содержащих присадок на основе отходов вместе с другими ферросплавами обеспечивает стабильное легирование чугуна.

Получение и применение аустенитных чугунов.

Наиболее распространены высоколегированные алюминиевые чугуны с пластинчатым графитом. Они обладают рядом ценных физических и эксплуатационных свойств: высокой коррозионной стойкостью, износостойкостью, немагнитностью, жаропрочностью, стабильным коэффициентом трения и высокой теплопроводностью.

Алюминиевохромистые чугуны (табл. 12) применяют, главным образом, как жаростойкие и износостойкие конструкционные материалы для ответственных отливок со специальными свойствами (ГОСТ 7769). Для изготовления роликов чистовых клетей листопрокатных станов, деталей печного оборудования и пресс-форм для стекольных изделий используют низколегированный чугун ЧЮХШ с шаровидным графитом.

Таблица 12 - Свойства высоколегированных алюминиевых чугунов

Марка чугуна	Временное сопротивление, МПа, не менее		Жаростой-кость в воздушной среде, К	Другие специальные свойства	Твёрдость, НВ
	$\sigma_в$,	σ изг. σ			
ЧЮХШ	390	350	923	Износостойкий	187...364
ЧЮ6Х5	120	240	1023	Износостойкий	235...300
ЧЮ7Х2	120	170	1073	Коррозионно-стойкий	240...286

В отечественной и зарубежной технике в связи с прогрессирующим развитием энергетики, химической и металлургической промышленностей возрос спрос на жаростойкие и износостойкие материалы. Этим требованиям отвечают, прежде всего,

алюминиевые чугуны промежуточной группы, содержащие 9,8…19,7% Al и отличающиеся высокой термостойкостью, износостойкостью, окалиностойкостью, жаростойкостью и кислотостойкостью. Аустенизация структуры и повышение ее дисперсности способствуют повышению упругопластических свойств алюминиевых чугунов.

Исследования структуры и свойств легированных чугунов в отливках показали, что хром, титан, ниобий и ванадий уменьшают растворимость углерода в гамма–железе, связывают углерод и азот в карбонитриды, карбиды и нитриды, изменяют дисперсность структуры, повышая физико-механические и эксплуатационные свойства износостойких отливок. При специфических требованиях к отдельным трущимся деталям, в частности по электропроводности (скользящие контакты, ламели коллекторов электродвигателей), стойкости к воздействию химически агрессивных сред (газов, в том числе горячих рабочих жидкостей в системах питания двигателей и ракет; кислот и щелочей) трущиеся детали пока изготовляют из легированных сталей, чугунов и других сплавов специального назначения, и композиционных материалов.

Для дисперсионного и твердорастворного упрочнения легированных чугунов при термической обработке содержание азота, нитридо- и карбидообразующих элементов и температура аустенизации литых деталей должны определяться и согласовываться так, чтобы сохраняющейся доли нитридных т карбонитридных фаз было достаточно для стабилизации зерна аустенита, а перешедшего в твёрдый раствор азота- для повышения устойчивости аустенита к переохлаждению и последующего выделения требуемого количества упрочняющих нитридных и карбонитридных фаз.

Особенно высокую прочность, термостойкость и технологичность имели алюминиевые чугуны (табл.13) с содержанием 22…25% А1 (ЧЮ22Ш и АЧЮ25ГД). Чугун ЧЮ22Ш используют для изготовления деталей арматуры котлов и обжиговых колчеданных и нагревательных кольцевых печей, колосников агломерационных машин и дистанционирующих деталей котлов. При температуре 700…800 °С такой чугун имеет временное сопротивление при растяжении от 137 до 187 МПа.

Таблица 13 - Механические и эксплуатационные свойства высоколегированных алюминиевых чугунов

Марка чугуна	Временное сопротивление, МПа, не менее		Термическая стойкость при нагреве до 880 °С, циклов	Твёрдость, НВ
	$\sigma_в$,	σ изг.		
ЧЮ22Ш	290	390	773…820	241...364
ЧЮ30	200	350	813…825	364...550
АЧЮ25ГД	325	412	895…960	435…460

В УП «Институт БелНИИлит» разработаны рекомендации по производству отливок из высоколегированного Al-чугуна, проведены исследования по изготовлению из чугуна типа ВАЧ ряда ответственных литых деталей. Были также предложены промышленным предприятиям ряд технологических разработок:- комплексную технологию получения чугунов с высоким содержанием алюминия типаАЧЮ25ГД и ВАЧ для изготовления деталей тепловых агрегатов.

Чугуны, легированные 19…25% алюминия, 1,3…1,7% марганца, 0,3…0,5% фосфора и 0,2…,0,5 % меди имеют вполне удовлетворительные литейные свойства и высокую

износостойкость. Часть алюминия в чугуне может быть связано в нитриды. Этот легированный чугун использован для изготовления зубчатых колес планетарных редукторов и деталей колодочного тормоза скребковых конвейеров. Детали тормозных устройств из такого чугуна имеют хорошую термостойкость и более долговечны.

Список литературы

1. Антифрикционный высокопрочный чугун. Патент BY № 10666. / Карпенко М.И., Марукович Е.И, Карпенко В.М. и др.-Опубл.30.05.2008
2. Высокопрочныйантифрикционный чугун. Патент.BY № 19590 / Карпенко М.И., Хомец У.С.. В -Опубл. 30.06.2014.
3. Высокопрочный легированныйантифрикционный чугунПатент RU № 2611624./Алов В.А., Карпенко М.И., ,Карпенко В.М. др.–Опубл. 28.02.2017
4. Карпенко М.И., Мельников А.П. Металлы, сплавы и композиции. –Мн.: Белавтотракторостроение, 2004.- 652 с.
5. Комплексный модификатор чугуна. Патент № 9935. Кл. С22С 35/00, опубл. 30.10.2007 /М.И.Карпенко, Е.И. Марукович, П.П.Сусло и др.
6. Марукович Е.И.,Карпенко М.И. Износостойкие сплавы.-М.Машиностроение. 2005. -438с.
7. Марукович Е.И., Карпенко М.И. Литейные сплавы и технологии. -Мн. Беларус. Наука. 2012.- 442с.
8. Марукович Е.И Тепловые явления при формровании непрерывной отливки / Е.И.Марукович, Е.М. Демченко.-Мн., БНТУ,2012.- 207 с.
9. Особенности производства корпусных отливок из высокопрочных чугунов //В.А. Алов, А.Н. Попков, М.И. Карпенко и др.-М.: Литейное производство,2013, № 11.- 15-17 с.
10. Патент BY № 11091.Серый фрикционный чугун. / Карпенко М.И., Марукович Е.И., Бадюкова У. С.–Опубл. 29.12.2006.
11. Патент RU № 2514360..Серый фрикционный чугун. /Алов В.А., Карпенко М.И,Епархин О.М. и др.–Опубл.27.04.2014.
12. Патент RU № 2581542. Высокопрочный антифрикционный чугун. /Алов В.А., Карпенко М.И., Епархин О.М. и др. -Опубл.20.04.2016.
13. Получение на ПО «МТЗ» блока цилиндров из чугуна с вермикулярным графитом. – М.: Литейное производство, 2006, № 3. – 5 –6 с.
14. Производство отливок ответственного назначения, кн. 1. /М.И. Карпенко, В.А. Алов, А.П. Мельников и др. – Ярославль: Изд. «Ещё не поздно», 2012.- 256 с.
15. Способ ковшевого модифицирования серого чугуна. Патент RU № 2387519./В.А.Алов, М.И. Карпенко, О.М. Епархин и др.-Опубл. 27.04.2010
16. .Технология и оборудование непрерывного литья заготовок./ А.П. Мельников, М.И.Карпенко, Е.И. Марукович –Мн., БелНИИНТИ, 1992. -68 с.
17. Чугун с шаровидным графитом Патент 17150./ Марукович Е.И., Карпенко М.И.,Бевза В.Ф. и др.Кл.С22С 37/04, опубл. 25.02.2013.

Глава 14 ВЫСОКОПРОЧНЫЙ ЧУГУН ДО И ПОСЛЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ: НАПРЯЖЕНИЯ НА МЕЖФАЗНЫХ ГРАНИЦАХ «ГРАФИТ - МЕТАЛЛИЧЕСКАЯ МАТРИЦА» И МОРФОЛОГИЯ ВКЛЮЧЕНИЙ

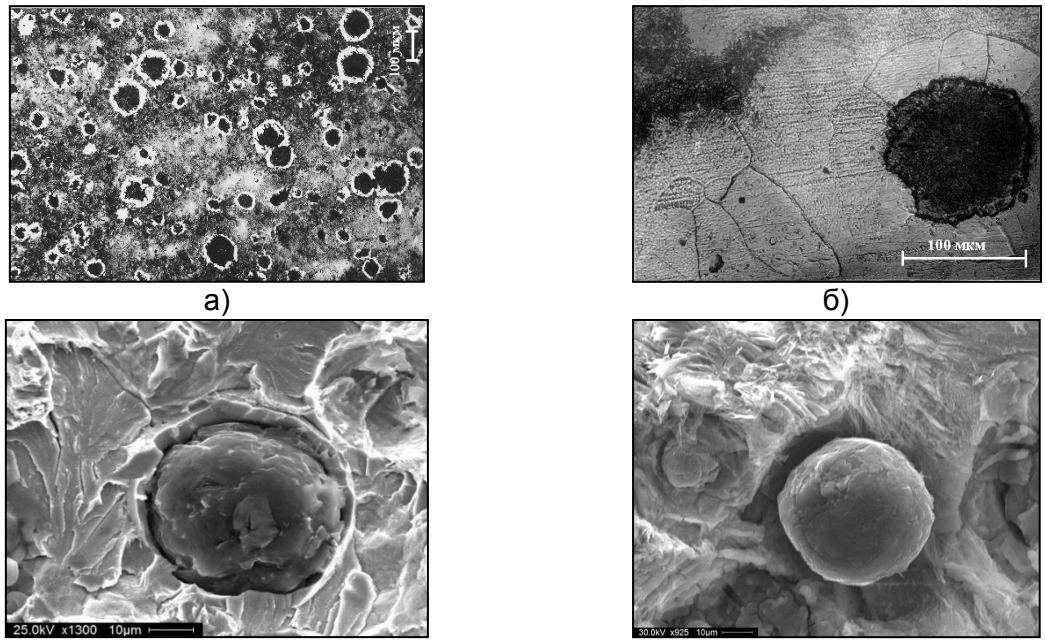
Покровский А.И.
Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси
г. Минск, Беларусь, arturu@tut.by

Введение

Большинство металлических материалов, используемых в технике, являются многофазными, а многие из них еще и гетерогенными, т. е. содержащими в структуре весьма разнородные по характеристикам структурные составляющие. Классическим примером среди железоуглеродистых сплавов является чугун, представляющий собой многокомпонентную и многофазную систему, состоящую из графитных включений и металлической матрицы в виде аустенита. После распада аустенита образуются различные комбинации фаз, перечень и число которых можно целенаправленно изменять, получая при этом широкий спектр состояний структуры, а значит и свойств чугуна [1, 2].

Наиболее перспективным из чугунов, является высокопрочный, содержащий в структуре включения графита шаровидной формы. Он разработан в 1948 году [3-5] и к настоящему времени стремительно вытесняет низкокачественные марки серых и ковких чугунов. Строение высокопрочного чугуна представлено на рис. 1.

Наличие графитных включений в чугуне является ярчайшим примером гетерогенности (разнородности) структурных составляющих. Образование графита шаровидной формы в чугуне обусловлено изменением поверхностного натяжения за счет модифицирования магний (церий) -содержащими модификаторами. Большинство исследователей склоняется к теории формообразования шаровидного графита в микроскопических газовых пузырьках, а также на различных типах неметаллических включений (оксидов, сульфидов) в расплаве чугуна. Публикаций по исследованиям прочностных и пластических показателей графита достаточно много, но они касаются в основном природного и искусственно синтезированного графита [6], что обусловлено потребностями в нем атомной, ракетной промышленности, химического машиностроения. Что касается механических характеристик графитных включений, являющихся составной частью структуры чугуна, то информации об этом нет. Это связано, вероятно, с микроскопическими размерами графитных включений (10 - 100 мкм), трудностями их вычленения из металлической матрицы.



а) б)

в) г)

Рисунок 1 - Строение высокопрочного чугуна: а) микроструктура в травленом состоянии, х 100; б) – микроструктура в травленом состоянии, х 500; в) внешний вид излома высокопрочного чугуна с сохранившимися графитными включениями и лунками, в тех местах, где они находились (растровая электронная микроскопия излома, х 1300); г) внешний вид и морфология графитного включения, почти полностью «обнажившегося» в результате электролитического вытравливания металлической матрицы, РЭМ, х 925

С определенными допущениями о свойствах графитных включений в чугуне можно судить по характеристикам близкого им по природе цейлонского графита (таблица 1) [7].

Таблица 1 - Некоторые механические характеристики кристаллического (природного цейлонского) графита.

Показатель	Значения
Предел прочности при растяжении	9,8-14,7 МПа
Предел прочности при изгибе	19,6-21,6 МПа
Предел прочности при сжатии	24,5-29,4 МПа
Коэффициент Пуассона	0,20-0,27
Твердость по Бринеллю	392-588 МПа
Твердость по шкале Мооса	1-2

Как видно из таблицы, природный графит имеет низкую прочность, твердость, пластичность и высокую хрупкость.

Считается, что общая прочность гетерогенных материалов, в том числе и чугуна, определяется интегрированными показателями, как металлической основы, так и включений [8]. Однако среди многих исследователей и конструкторов существует достаточно радикальное течение, чье мнение о графитных включениях выражается весьма категорично: «дырки в структуре» [9]. Включения графита по воздействию на общую прочность чугуна трактуются как пустоты, которые служат внутренними надрезами, концентраторами напряжений, местами зарождения и распространения микротрещин и в результате ослабляют металлическую матрицу.

Такое мнение нам кажется слишком упрощенным. Ситуация на границе раздела «металлическая матрица – графитное включение» совсем не очевидна, она обусловлена напряжениями на межфазной границе и требует дополнительных исследований. Причин этому несколько.

Во-первых, прочностные показатели – отнюдь не единственные и не всегда главные в общем комплексе свойств чугуна. Роль графитных включений в структуре чугуна для машиностроительных деталей трудно переоценить по следующим причинам. Они обеспечивают хорошие антифрикционные свойства, способность быстро гасить вибрации и резонансные колебания, малую чувствительность к надрезам, меньший, чем у стали удельный вес, лучшую теплопроводность от зон местного нагрева.

Во-вторых, если принять, что чугун является естественным композиционным материалом, то следует рассматривать пару (графит - металлическая матрица) как всего лишь один из многих частных случаев механики композиционных материалов. А это значит, что нужно учитывать, как абсолютные показатели характеристик матрицы и включения, так и то, как они соотносятся между собой. В зонах металла на границе с включением имеет место перекрестная система взаимодействия и взаимовлияния, как включения на основу, так и металлической матрицы на включение.

Если рассуждать о роли хрупких включений в прочностных характеристиках всей системы в целом, то необходимо вспомнить о том, что основным механизмом сдвиговой пластической деформации кристаллических тел является скольжение. Скольжение происходит, когда касательное напряжение в плоскости скольжения достигает определенного значения для данного материала, так называемого сопротивления сдвигу. И если рассматривать два варианта: упрощенный: «матрица – дырка» и реальный: «матрица - графитное включение», то значения напряжений на границе раздела будут различаться. Более того, возле включения напряжения, вероятно, могут релаксировать.

В случае, когда литой чугун подвергают дополнительной обработке давлением, взаимное влияние в паре «металлическая матрица – включение» еще более усложняется. О том, для чего чугун подвергают горячей пластической деформации, о технологиях деформирования чугуна и его структурообразовании написано уже достаточно много [10-12]. Показано, что помимо придания изделию требуемой формы, обработка давлением позволяет добиться существенного улучшения качества чугуна и комплекса физико-механических характеристик, а также эффективно управлять их распределением по сечению изделия. Доказано увеличение прочности чугуна до 2 раз, значительное улучшение акустических характеристик.

Исследуя процесс горячего выдавливания чугуна, было показано, что хрупкое в обычном состоянии графитное включение ведет себя как пластическая субстанция без повреждения и нарушения сплошности [13], изменяя свою форму от шаровидной к овальной, эллипсоидной, веретенообразной и нитевидной по мере увеличения степени деформации, а металлическая матрица существенно измельчается (рис. 2).

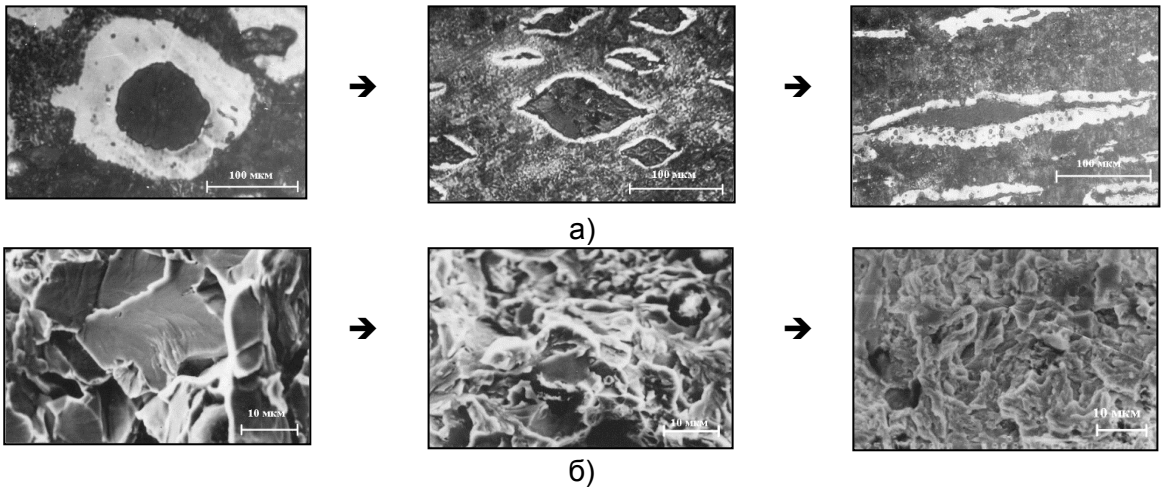


Рисунок 2 - Схема трансформации графитных включений (а) и металлической матрицы чугуна (б) по мере увеличения степени деформации слева - направо: от 0% (слева), до 60% (в центре) и до 80% (справа)

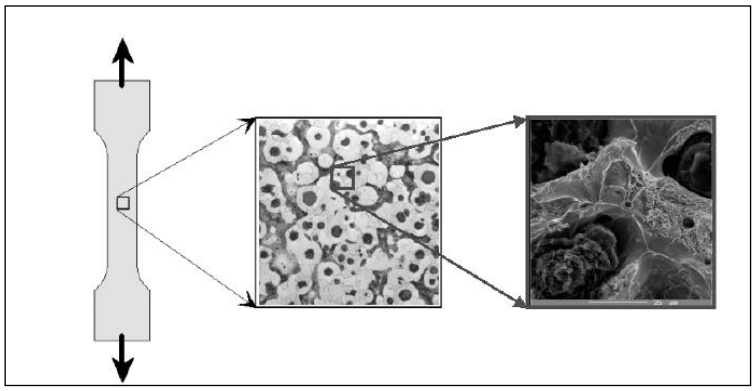
Вместе с тем в настоящее время сложилась в основном прикладная направленность исследований по деформированию чугуна. Нацеленность на получение конкретных деталей привели к тому, что в работах преобладает идеология придания изделию в первую очередь точной формы, в ущерб углубленным материаловедческим исследованиям, а формирующуюся структуру чугуна рассматривают, как нечто вторичное. Предлагая способ деформации, исходят главным образом из возможности использования оборудования с наименьшими усилиями и числом штамповочных переходов. Такой подход приводит к точному соблюдению геометрических размеров поковки, однако потенциал структур (и соответственно свойств) деформированного чугуна раскрывается далеко не полностью.

О моделировании структурообразования чугуна.

Использование методов компьютерного моделирования структурообразования деформированного чугуна актуально по следующим причинам. Во-первых, потому, что деформирование приводит к образованию достаточно сложных структур, как металлической матрицы, так и весьма необычной формы у графита. Во-вторых, компьютерное моделирование позволяет, не проводя большого числа плавок и экспериментов, спрогнозировать получаемую структуру, напряженное состояние, свойства, опасные зоны возможного разрушения при дальнейшей эксплуатации. Моделирование дает возможность предвидеть получаемую форму и расположение графитных включений, степень деформируемости конкретных включений, численно определить напряженно-деформированное состояние на границе между включениями и металлической матрицей.

Теоретически, такие материалы как деформированный чугун, можно рассматривать как композиты. Каждая составляющая материала в свою очередь также является неоднородной в несколько меньшем масштабе. Такое разделение на уровни общепринято в литературе [14], причем визуально можно представить в следующем виде (рисунок 3).

Исследование характеристик свойств и поведения материалов при различных видах обработки (ковка, термическая обработка и др.) целесообразно проводить на разных уровнях, учитывая все особенности строения материала, его наследственности, внешних условий, технологического процесса и прочих факторов, влияющих на получение конечного изделия.



а) б) в)

Рисунок 3 - Примеры масштабов (уровней) для компьютерного анализа характеристик высокопрочного чугуна: а) макроуровень (на примере образца для испытаний на растяжение, х 2); б) мезоуровень (микроструктура при увеличении х 100); в) микроуровень (электронно-микро-скопическое изображение поверхности при х 5000)

Решить данную задачу на микро или мезоуровне возможно с использованием методов численного моделирования. При этом можно получить необходимую информацию о локальных напряжениях или концентрации деформации в малом масштабе, для объяснения нелинейных явлений, таких как усталость или трещинообразование, которые невозможно объяснить с точки зрения средних напряжений на макроуровне.

Моделированием структурообразования чугунов в процессах деформирования начали заниматься несколько десятилетий назад. В работе [15] показано, что

включения графита деформируются дифференцированно, например, при горячей осадке в структуре встречаются как слабо, так и сильнодеформированные графитные включения. Доказано, что включения графита деформируются в меньшей степени, чем металлическая матрица. Предложен метод определения деформируемости графитных включений в чугуне, основанный на совмещении метода координатных сеток и стереологического анализа.

В работе [16] на образцах из высокопрочного чугуна после продольной прокатки с использованием системы проектирования «Компас» сделана попытка искусственного создания репродуцированного облика графитных включений (их расположения и ориентации) с последующим монтажом в 3D-модель. Однако этот подход использовал чисто конструкторские методы проектирования без учета температуры нагрева и многих важнейших физических характеристик графита и металлической матрицы, таких, как модуль упругости, коэффициент Пуассона, теплопроводность, относительное удлинение и сжатие, прочностные характеристики.

Таким образом, исследования напряженно-деформированного состояния и структуры чугунов в зависимости от степени деформации остаются по-прежнему актуальными. За последние годы уже был проведен ряд исследований поведения различных включений в металлической матрице с использованием компьютерного моделирования [17-20], большинство из которых посвящены анализу поведения неметаллических включений в стали. Миленин А.А. [17], K.H. Im и C.K.H. Dharan [20] использовали метод конечных элементов для анализа распределения деформаций вокруг включения. R. D. Thomson и J. W. Hancock [19] провели осесимметричный анализ деформации жесткого сферического включения в упруго-пластической матрице на основе степенного закона упрочнения. В контексте нашего исследования по деформированию чугуна интересны работы Pietrzyk, M., J. Kusiak, H. Kusiak и F. Grosman [18], а также Миленина А. А. [17], которые исследовали влияние формы включений при больших степенях пластических деформаций.

Цель работы.

На основе компьютерного моделирования оценить напряжения в высокопрочном чугуне на границах раздела фаз и соотнести эти данные с морфологией включения. Сравнить результаты исследований литых образцов (с исходной шаровидной формой графитного включения) и подвергнутых горячей пластической деформации методом прямого выдавливания. При этом графит рассматривался как включение, расположенное в т.н. «оболочке» или промежуточной среде [21] из окружающей его металлической матрицы.

Объекты, материалы и методики исследования.

Исследовали высокопрочный чугун марки ВЧ50 (ГОСТ 7293−85), следующего химического состава (% масс): 3,2-3,6 C; 1,7-2,1 Si; 0,5-0,7 Mn; 0,4-0,6 Ni, 0,04-0,06 Mg, до 0,08 P, до 0,01 S. Плавку вели в индукционной высокочастотной печи емкостью 150 кг с кислой футеровкой по известной технологии. В качестве шихтовых материалов использовали чушковый чугун, стальной лом и ферросплавы. Для получения шаровидной формы графита жидкий металл модифицировали в ковше лигатурой ФСМг7К03, а для вторичного модифицирования использовали ферросилиций ФС75. Разливку осуществляли в песчано-глинистые формы. Отливки представляли собой прутки диаметром 35 мм и длиной 150 мм.

Для деформирования выбрали схему неравномерного всестороннего сжатия, которую реализовали при горячем выдавливании. Температура деформации составляла 900 - 1000°C. Применяли индукционный нагрев, общее время которого не превышало 50-90 с. Выдавливание осуществляли на серийном кривошипном прессе марки К2130 усилием 100 тс в специальной оснастке, принципиальная схема которой показана на рисунке 4.

Нагретую заготовку (4) помещали в подогретый до 400°C контейнер штампа (2) и сверху устанавливали вкладыш из электродного графита (3). При движении пуансона (1) вниз, графитный вкладыш разрушался, превращаясь в порошок, который заполнял зазор между заготовкой и контейнером. Использование графита позволяло улучшить

смазку, ликвидировать пресс-остаток, уменьшить неравномерность деформации по сечению. Выдавливание заготовки происходило через круглое отверстие конусной матрицы (5) и направляющую втулку (6) со скоростью около 0,8 м/сек. Общий вид исходной заготовки и деформированного прутка представлен на рисунке 5.

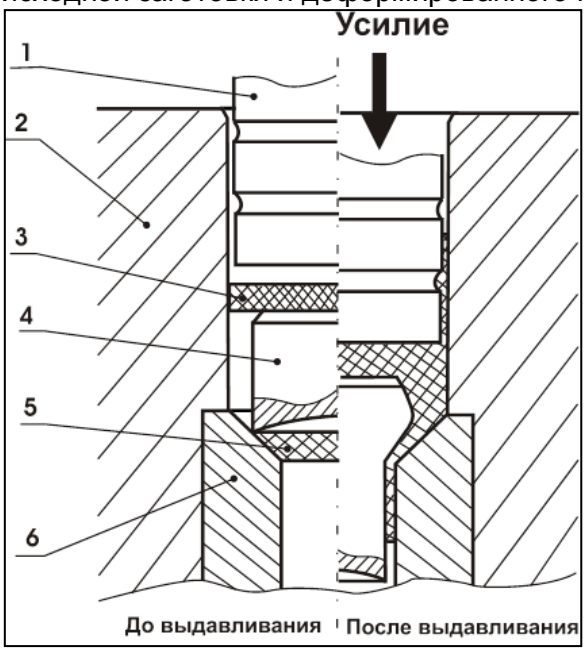


Рисунок 4 - Принципиальная схема процесса выдавливания чугунного прутка. 1- пуансон; 2 - контейнер штампа; 3 - вкладыш для смазки из электродного графита; 4 – чугунная заготовка; 5 - конусная матрица; 6 - направляющая втулка

а) б)

Рисунок 5 - Общий вид исходной заготовки из высокопрочного чугуна ВЧ 50 (а) и полученного горячим выдавливанием деформированного прутка (б)

Результаты экспериментов и их обсуждение

1. Определение напряжений на границах фаз в высокопрочном чугуне методом компьютерного моделирования с использованием программной системы конечно-элементного анализа ANSYS.

Для моделирования напряженно-деформированного состояния неоднородных материалов в мезомасштабе применили известный подход [22, 23], позволяющий, использовать метод конечных элементов (сеточную методику разбиения любого пространственного объекта на огромное количество простых геометрических фигур) для последующей расчетной обработки с помощью программы ANSYS [24, 25].

Основным вопросом при исследовании поведения под нагрузкой представительного объема высокопрочного чугуна с шаровидным графитом и ферритно-перлитной металлической основой является установление реакции конкретного материала на нагружение, т.е. определение того, в какой именно области материал будет продолжать пластически деформироваться, а в какой момент произойдет раскрытие трещины и разрушение.

1.1. Исходные данные. Одним из ключевых этапов в процессе компьютерного моделирования является правильное определение исходных параметров, от них во многом зависит правильность результата. Выбрали следующие исходные данные [26]:

1) Модули упругости: шаровидный графит - 75 МПа, металлическая матрица: феррит - 170 ГПа и перлит - 175 ГПа.

2) Физическая плотность: шаровидный графит - 2,26 г/см^3, металлическая матрица: феррит - 7,8 г/см^3 и перлит - 8,0 г/см^3.

3) Коэффициент Пуассона: шаровидный графит - 0,28, металлическая матрица: феррит - 0,3 и перлит - 0,28.

4) Зависимость степени деформации от усилия:

20 % – 30640 Н; 40 % – 65125 Н; 60 % – 159380 Н; 80 % – 490595 Н.

1.2. Используемые положения теории прочности. Как известно, в зависимости от условий нагружения, материал может находиться в различных механических состояниях: упругом, пластическом и в состоянии разрушения. Под предельным напряжением подразумеваем такое напряженное состояние, при котором происходит качественное изменение свойств материала - переход от одного механического состояния к другому. Для пластических материалов предельным считается напряженное состояние, соответствующее заметным остаточным деформациям, а для хрупких такое, при котором начинается разрушение материала.

При сложном напряженном состоянии пользуются гипотезами, формулирующими условия перехода материала в опасное состояние, на основании таких гипотез построены теории прочности. Из всех теорий прочности наиболее полной, точной и всеобъемлющей является пятая теория - Мора. Все её положения проверены экспериментально, она подходит как для проверки прочности хрупких материалов (чугун, бетон, кирпич), так и пластичных материалов (низкоуглеродистая сталь).

1.3. Определяемые параметры - напряжения. Под напряжением понимали меру внутренних сил, возникающих в деформируемом теле под влиянием различных факторов и определяемое как отношение внутренней силы к единице площади в данной точке рассматриваемого сечения [24]:

$$Q = F / S \qquad (1)$$

где: Q - механическое напряжение (Па),

F - сила, возникшая в теле при деформации (Н),

S – площадь, м^2.

Определяли нормальные напряжения по Мизесу и касательные напряжения:

1) Нормальное напряжение приложено на единичную площадку сечения, по нормали к сечению. Критерий максимального напряжение по Мизесу основывается на теории Мизез-Хенки, также известной как теория энергии формоизменения. Теория утверждает, что пластичный материал начинает повреждаться в местах, где напряжение по Мизесу становится равным предельному напряжению.

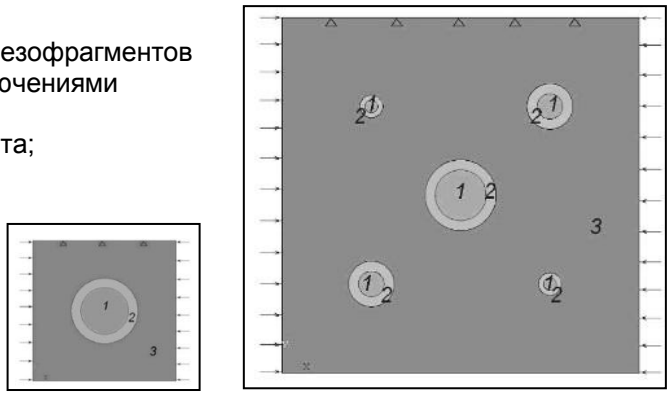
2) Касательное напряжение приложено на единичную площадку сечения, в плоскости сечения по касательной.

1.4. Построение модели. Для оценки напряженно-деформированного состояния в образцах из чугуна при горячем выдавливании с разными степенями деформации разработали две 2D-структурные модели мезофрагмента чугуна с включениями графита, имеющими правильную шаровидную форму:

1) В первой модели (ячейка 300х300 мкм) располагалось всего одно включение шаровидного графита диаметром 100 мкм (рис. 6, а).

2) Во второй, более сложной модели (ячейка 700х700 мкм), было учтено, что включения графита могут иметь разный диаметр, располагаться хаотично и оказывать взаимное влияние. Приняли, что в ячейке - пять произвольно расположенных включений диаметрами 25, 50 и 100 мкм (рис. 3, б).

Рисунок 6 - Структурная модель мезофрагментов чугуна с одним (а) и пятью (б) включениями шаровидного графита:
1 - включение шаровидного графита;
2 - ферритная оторочка;
3 - перлит

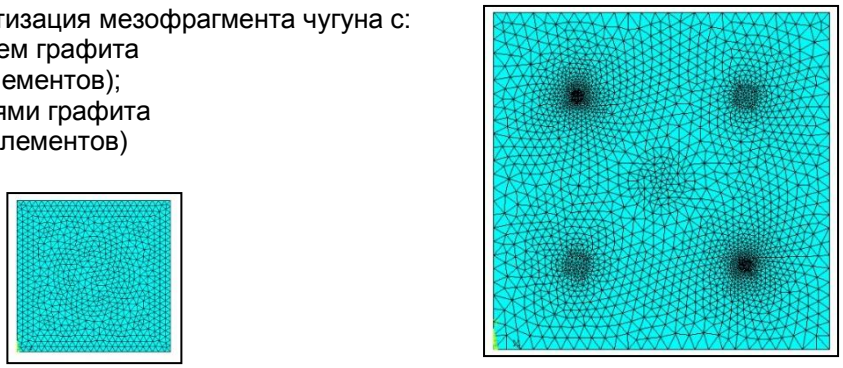


а) б)

1.5. Граничные условия. Приняли, что на верхней границе каждого мезофрагмента отсутствует какое-либо смещение по оси оу (обозначено треугольниками рис. 6), а на боковых гранях заданы синхронные перемещения сжатия в зависимости от степени деформации (они показаны стрелками на рис. 6).

1.6. Аппроксимация. Для получения максимальной детализации результатов исследований была использована конечно-элементная аппроксимация на основе разбиения указанных выше компонентов материала двухмерными (2D) элементами с автоматической генерацией сетки в соответствии с рис. 7.

Рисунок 7 - Дискретизация мезофрагмента чугуна с:
а) одним включением графита
(2833 узла, 1366 элементов);
б) пятью включениями графита
(8597 узлов, 4248 элементов)



а) б)

При дискретизации 2D модели мезофрагмента чугуна использовали двухмерный (2D) элемент, имеющий специальные возможности: пластичность, ползучесть, увеличение жесткости при наличии нагрузок, большие перемещения и большие деформации [24]. Каждый такой элемент считали изолированным, что позволяет аппроксимировать функцию перемещений на этом элементе с помощью ее значений в узлах независимо от места элемента в связанной модели.

Решение задачи происходит следующим образом [24]: в каждом узле за неизвестные принимаются два перемещения u_i и v_i, а $u(x, y)$ и $v(x,y)$ представляются в виде полиномов, в которых перемещения узловых точек являются неизвестными параметрами; на основе принципа возможных перемещений получается матрица жесткости элемента, соответствующая узловым степеням свободы. Объединением матриц жесткости элементов строится матрица жесткости ансамбля, накладываются граничные условия, решается система уравнений равновесия и определяются напряжения в элементах.

Нужно признать, что весьма значительным допущением данного расчета, являлось предположение о том, что чугун, и все его составляющие ведут себя как упругое тело, то есть материал изотропный и линейно-упругий. Соответственно, для плоского напряженного состояния фактически рассматривается закон Гука:

$$\begin{bmatrix} \tau_{xx} \\ \tau_{yy} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \frac{E}{1-\nu^2} \begin{bmatrix} 1 & \nu & 0 \\ \nu & 1 & 0 \\ 0 & 0 & (1-\nu)/2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix}, \qquad (2)$$

где: E – модуль упругости, ν – коэффициент Пуассона,

$$\varepsilon_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x}; \qquad \varepsilon_{yy} = \frac{\partial \upsilon}{\partial y}; \qquad \gamma_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial \upsilon}{\partial x}$$

Общая формулировка метода конечных элементов может быть преобразована для частных задач [25]:

$$\int_V \bar{\varepsilon}^{\tau} \tau \, \mathrm{dV} = \int_V \bar{U}^{\tau} f^B \, \mathrm{dV} + \int_{S_f} \bar{U}^{S_f^{\tau}} f^{S_f} \, \mathrm{dS} + \sum_i \bar{U}^{i\tau} R_c^i \qquad (3)$$

где f^B - объемные силы, f^S - поверхностные нагрузки, R^i_c - сосредоточенные силы, интегрирование распространяется на объем V и поверхность S, а суммирование – на все точки, где приложены сосредоточенные силы R^i_c; U – вектор, узловых перемещений в глобальной системе координат; ε – деформации, соответствующие U; τ – напряжения, соответствующие ε.

Напряжения в элементе определяются его деформациями в виде:

$$\tau^{(m)} = C^{(m)} \varepsilon^{(m)} \qquad (4)$$

где $C^{(m)}$ – матрица упругости элемента m, m – номер элемента.

$$\mathrm{C} = \frac{E}{1-\nu^2} \begin{bmatrix} 1 & \nu & 0 \\ \nu & 1 & 0 \\ 0 & 0 & (1-\nu)/2 \end{bmatrix},$$

а E и ν – модуль упругости и коэффициент Пуассона.

При составлении уравнений равновесия целесообразно представить перемещения, деформации и напряжения элемента m в виде:

$$u^{(m)}(x, y) = H^{(m)}(x, y)\, U ;$$

$$\varepsilon^{(m)}(x, y) = B^{(m)}(x, y)\, U ; \qquad (5)$$

$$\tau^{(m)}(x, y) = C^{(m)}\, \varepsilon^{(m)}(x, y) + \tau^{I(m)} ;$$

где $u^{(m)}$, $\varepsilon^{(m)}$, $\tau^{(m)}$ – локальные перемещения, деформации и напряжения элемента m, U – вектор, узловых перемещений в глобальной системе координат; $H^{(m)}$ – матрица преобразования перемещений, $B^{(m)}$ – матрица связи деформаций с перемещениями, $C^{(m)}$ – матрица упругости m-го элемента, $\tau^{I(m)}$ – начальные напряжения m-го элемента.

Для получения уравнений равновесия, необходимых для определения смещений узлов, применим принцип возможных перемещений [19], полагая поочередно каждую компоненту перемещений равной единице: $\bar{U}^{\tau} = I$, I – единичная матрица. Уравнения равновесия для ансамбля элементов имеют вид:

$$KU = R , \qquad (6)$$

где

$$R = R_B + R_S - R_I + R_C , \qquad (7)$$

Матрица K является матрицей жесткости ансамбля и определяется по формуле:

$$K = \sum_m \int_{V^{(m)}} B^{(m)T} C^{(m)} B^{(m)} dV^{(m)} \quad , \tag{8}$$

Вектор нагрузки *R* включает в себя влияние:

а) объемных сил:

$$R_B = \sum_m \int_{V^{(m)}} H^{(m)T} f^{B(m)} dV^{(m)} \quad , \tag{9}$$

б) поверхностных нагрузок:

$$R_S = \sum_m \int_{S^{(m)}} H^{S(m)T} f^{S(m)} dS^{(m)} \quad , \tag{10}$$

в) эффекта начальных напряжений:

$$R_I = \sum_m \int_{V^{(m)}} B^{(m)T} \tau^{I(m)} dV^{(m)} \quad , \tag{11}$$

г) сосредоточенных сил:

$$R_c = F. \tag{12}$$

Следующим шагом является учет граничных условий:

$$\begin{bmatrix} K_{aa} & K_{ab} \\ K_{ba} & K_{bb} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} U_a \\ U_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} R_a \\ R_b \end{bmatrix}, \tag{13}$$

где U_a – неизвестные перемещения узлов U_b – заданные перемещения.

Неизвестные перемещения узлов получаем следующим образом:

$$K_{aa}U_a = \overline{R}_a, \tag{14}$$

причем:

$$\overline{R}_a = R_a - K_{ab}U_b \tag{15}$$

Значения узловых сил, соответствующие перемещениям U_b, равны:

$$R_b = K_{ba}U_a + K_{bb}U_b. \tag{16}$$

Этап 1. 2D - моделирование деформации ячейки чугуна

По описанному выше алгоритму было проведено компьютерное моделирование процесса деформирования для двух выбранных моделей мезофрагментов высокопрочного чугуна (с одним и пятью включениями графита) с оценкой (как численной, так и визуальной - в цвете) возникающих напряжений и визуализацией изменения формы структурных составляющих при разных степенях деформации (20, 40, 60, 80%).

Иллюстрации этих расчетов для высокопрочного чугуна (продольное сечение) приведены на рис. 8 (для одного включения) и рис. 9 (для пяти включений). Анализируя эти изображения, можно заключить следующее:

1) Исходная шаровидная форма графита по мере увеличения степени деформации от 0 до 80% существенно изменяется: сдавливается по бокам и вытягивается в длину.

2) Расчетное изменение формы графита соответствует реальным результатам микроструктурного анализа (рис. 10).

3) Анализируя распределение напряжений по поверхности деформированного включения графита можно отметить, что наибольшие нормальные напряжения сконцентрированы на его вытянутых окончаниях, их показатели растут по мере увеличения степени деформации и изменения формы графита от сферы - к эллипсу и далее, к веретену и к нити. Относительно большой оси включения графита, напряжения распределены симметрично, а их величины одинаковы между собой по обоим краям, как продольной, так и поперечной оси (см., например, рис 8, а). Показатели напряжений вдоль «малого экватора» включения значительно меньше, чем воль большой оси.

4) Можно обратить внимание на значительные (по сравнению с исходным состоянием) нормальные напряжения у краев включения при степени деформации 60%. Это соответствует образованию по краям включения т.н. «усов» - тонких ответвлений (они хорошо заметны на рис. 2, а справа).

5) Анализируя касательные напряжения у поверхности графитного включения можно заметить, что напряжения одного знака расположены ассиметрично (если, например, напряжения сжатия расположены слева снизу и справа вверху от включения, соответственно, напряжения растяжения – ассиметрично противоположно им - см. рис. 9, в). Это совпадает с результатами экспериментов по испытаниям чугунных образцов на сжатие, когда разрушение всегда происходит путем сдвига под углом 45 к прилагаемому усилию.

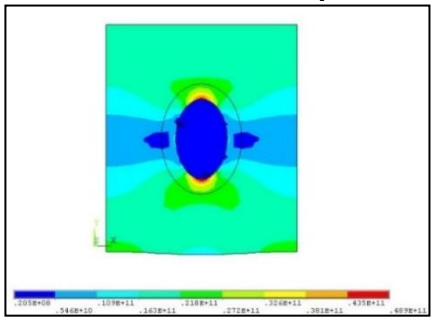
6) Анализируя схему с несколькими включениями, становится очевидным, что имеется взаимовлияние полей напряжений между включениями.

7) Поля напряжений начинают взаимодействовать уже с небольших степеней деформации, чем больше степень деформации, тем более сложным становится взаимодействие этих полей.

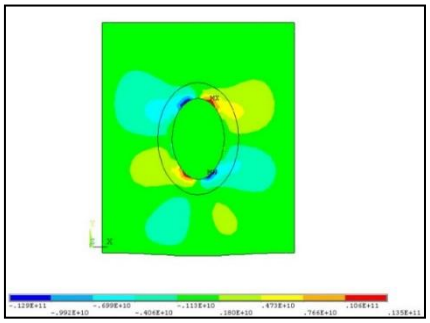
Анализ численных показателей напряжений для моделей с одним и пятью включениями графита в ячейке (таблицы 2, 3) показал:

1) Показатели напряжений для ячейки с одним включением и с пятью включениями близки между собой. В случае пяти ячеек показатели выше на 5-20% (в зависимости от величины деформации), что обусловлено взаимовлиянием включений.

при степени деформации 20% :

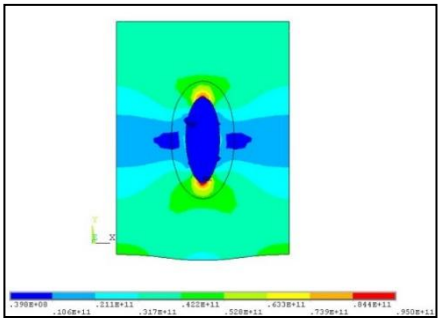


а) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

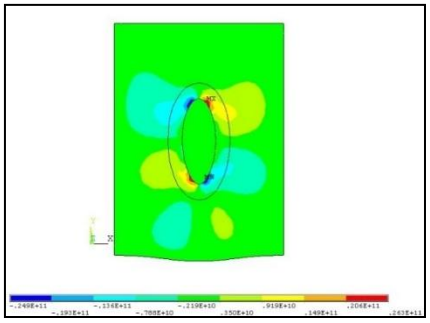


б) касательные напряжения (τ_{xy})

при степени деформации 40% :

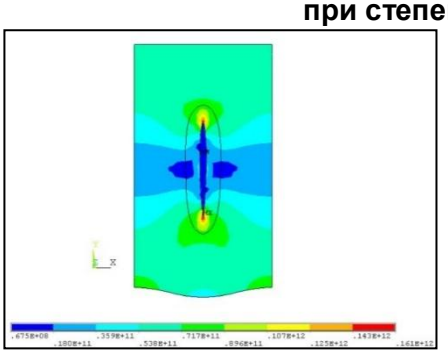


в) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

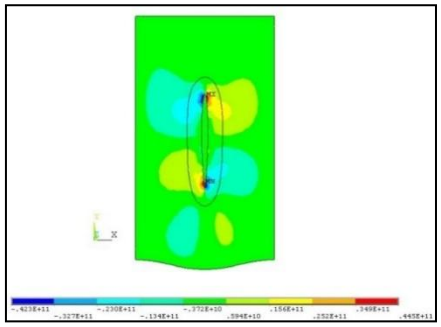


г) касательные напряжения (τ_{xy})

при степени деформации 60% :

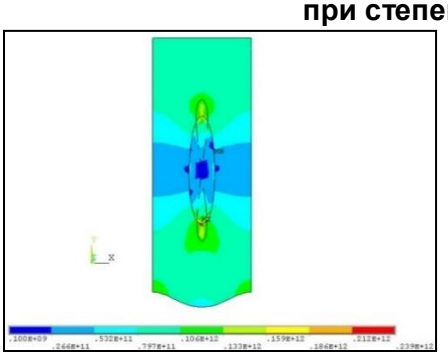


д) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

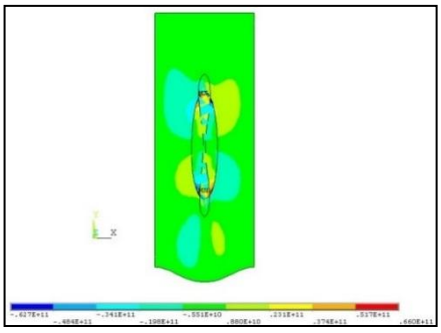


е) касательные напряжения (τ_{xy})

при степени деформации 80% :



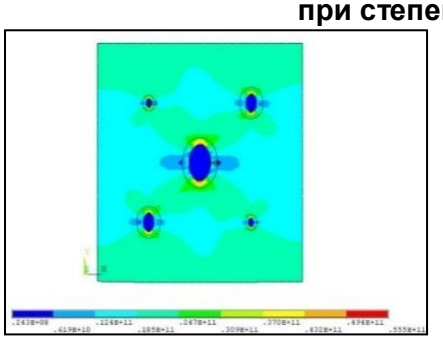
ж) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)



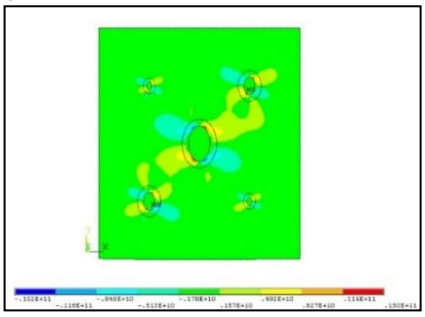
з) касательные напряжения (τ_{xy})

Рисунок 8 - Распределение напряжений в мезофрагменте высокопрочного чугуна с одним включением шаровидного графита при различных степенях пластической деформации (продольное сечение):
- столбец слева: нормальные эквивалентные напряжения по Мизесу ($\sigma_{экв.}$) (а - 20%, в – 40%, д - 60%, ж - 80%);
- столбец справа: касательные напряжения (τ_{xy}) (б - 20%, г – 40%, е - 60%, з - 80%)

при степени деформации 20% :

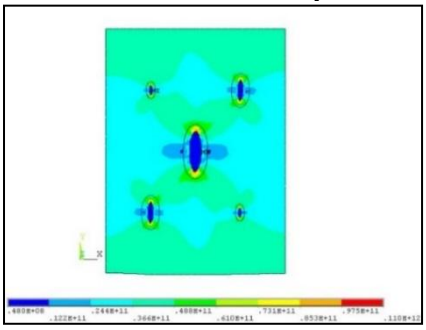


а) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

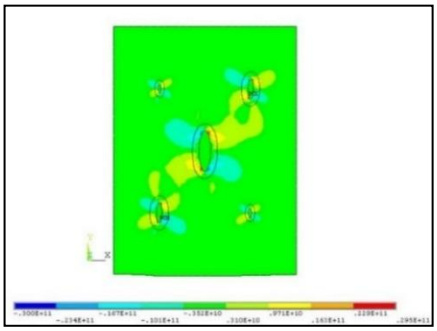


б) касательные напряжения (τ_{xy})

при степени деформации 40% :

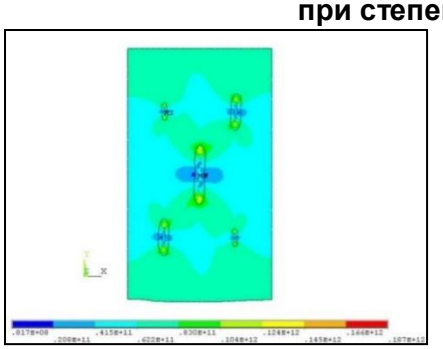


в) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

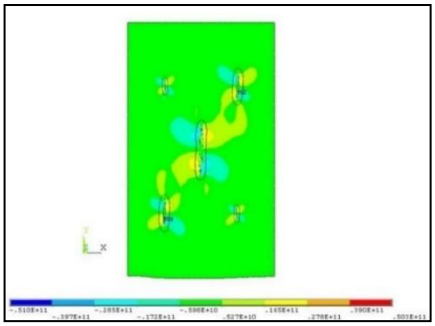


г) касательные напряжения (τ_{xy})

при степени деформации 60% :

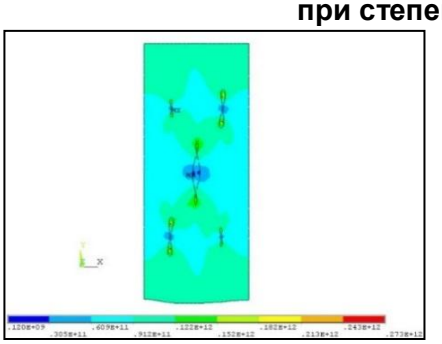


д) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

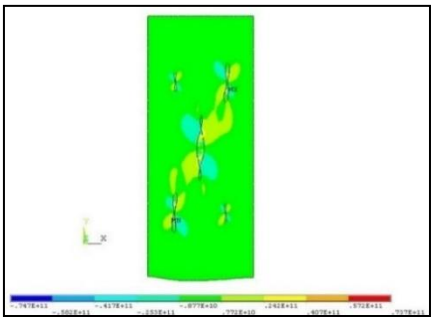


е) касательные напряжения (τ_{xy})

при степени деформации 80% :

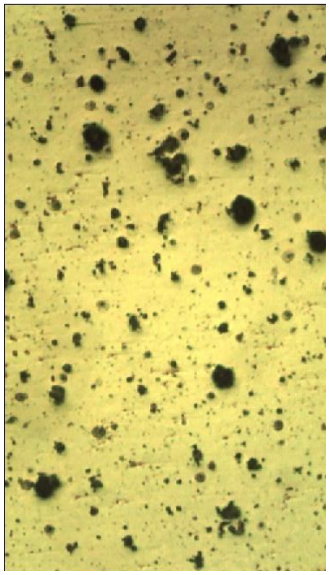


ж) нормальные по Мизесу ($\sigma_{экв.}$)

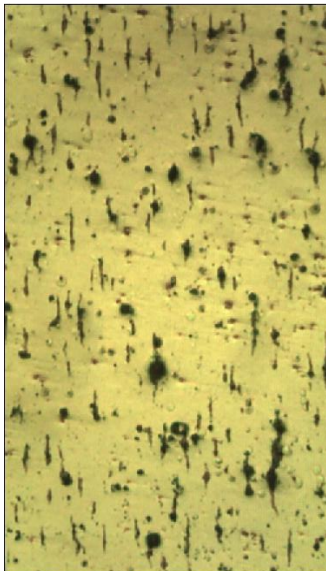


з) касательные напряжения (τ_{xy})

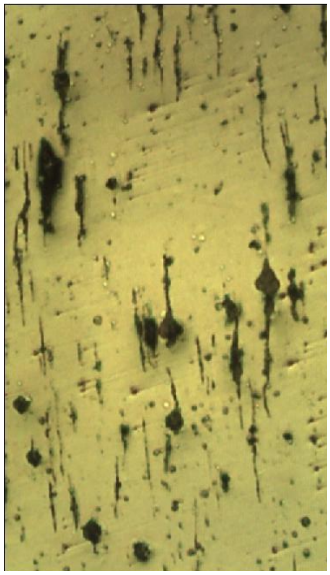
Рисунок 9 - Распределение напряжений в мезофрагменте высокопрочного чугуна с пятью включениями шаровидного графита при различных степенях пластической деформации (продольное сечение):
- столбец слева: нормальные эквивалентные напряжения по Мизесу ($\sigma_{экв.}$) (а - 20%, в - 40%, д - 60%, ж - 80%);
- столбец справа: касательные напряжения (τ_{xy}) (б - 20%, г - 40%, е - 60%, з - 80%)



а)



б)



в)

Рисунок 10 - Микроструктура высокопрочного чугуна ВЧ 50 в продольном сечении образцов при различной степени деформации: а – 0%; б – 40%; в – 60%; Не травлено, х100

2) В центре включения шаровидного графита эквивалентные значения напряжений по Мизесу по мере роста степени деформации увеличиваются от 21 до 102 МПа (рис. 11).

3) Сравнивая ячейку с одним включением и ячейку с пятью разными включениями можно отметить, что изменение размера включения шаровидного графита не оказывает существенного влияния на значение возникающего напряжения в центре включения. Они приблизительно одного порядка.

4) Рассматривая напряжения на межфазных границах, очевидно, что уровень напряжений растет по мере увеличения степени деформации с 20% до 80% до 5 раз. Например, на межфазной границе графит-феррит напряжения растут с 48,9 ГПа до 226,0 ГПа.

5) Таким образом, расчеты показали очень высокие максимальные значения напряжений, достигающие 273 ГПа. Столь высокие показатели представляются не совсем достоверными, так как при этих значениях, уже должно было начаться

разрушение. Очевидно, это следствие достаточного грубого первоначального допущения, что исследуемая система состоит из упругих составляющих.

6) В дальнейшей работе необходима существенная корректировка исходных данных и использование более сложных компьютерных программ, чему будет посвящена вторая часть данной главы.

7) Представляется интересным хотя бы качественно сравнить уровень напряжений на межфазных границах по мере роста степени деформации (рисунки 12, 13) и оценить общий характер изменения напряжений в зависимости от степени деформации мезофрагмента чугуна.

Таблица 2 - Показатели напряжений в ячейке с одним включением шаровидного графита при различных степенях пластической деформации

Напряжения		Степень деформации			
		20 %	40 %	60 %	80 %
Нормальные эквивалентные по Мизесу, $\sigma_{экв}$	max	48,9 ГПа	95,0 ГПа	161,0 ГПа	239,0 ГПа
	min	20,5 МПа	39,8 МПа	67,5 МПа	100,0 МПа
Касательные, τ_{xy}	max	13,5 ГПа	26,3 ГПа	44,5 ГПа	66,0 ГПа
	min	1,1 ГПа	2,2 ГПа	3,7 ГПа	5,5 ГПа
На межфазной границе перлит - феррит, $\sigma_{экв}$	max	24,6 ГПа	50,6 ГПа	80,9 ГПа	116 ГПа
	min	2,3 ГПа	5,0 ГПа	8,5 ГПа	22,9 ГПа
На межфазной границе феррит - графит, $\sigma_{экв}$	max	48,9 ГПа	95,0 ГПа	161,0 ГПа	226,0 ГПа
	min	12,9 ГПа	25,1 ГПа	42,6 ГПа	63,5 ГПа
В центре включения графита, $\sigma_{экв}$		21,0 МПа	40,2 МПа	69,0 МПа	102,0 МПа

Таблица 3 - Показатели напряжений в ячейке с пятью включениями шаровидного графита при различных степенях пластической деформации

Напряжения		Степень деформации			
		20 %	40 %	60 %	80 %
Нормальные эквивалентные по Мизесу, $\sigma_{экв}$	max	55,5 ГПа	110,0 ГПа	187,0 ГПа	273,0 ГПа
	min	24,3 МПа	48,0 МПа	81,7 МПа	120,0 МПа
Касательные, τ_{xy}	max	15,0 ГПа	30,0 ГПа	50,3 ГПа	73,7 ГПа
	min	1,6 ГПа	3,1 ГПа	5,3 ГПа	7,7 ГПа
На межфазной границе перлит - феррит, $\sigma_{экв}$	max	27,6 ГПа	54,6 ГПа	92,6 ГПа	136,0 ГПа
	min	4,0 ГПа	9,0 ГПа	15,3 ГПа	22,1 ГПа
На межфазной границе феррит - графит, $\sigma_{экв}$	max	55,5 ГПа	110,0 ГПа	187,0 ГПа	273,0 ГПа
	min	14,9 ГПа	29,4 ГПа	49,7 ГПа	96,7 ГПа
В центре включения графита, $\sigma_{экв}$	1	25,2 МПа	49,7 МПа	84,6 МПа	124,0 МПа
	2	25,4 МПа	50,1 МПа	85,6 МПа	125,0 МПа
	3	24,8 МПа	48,9 МПа	83,3 МПа	122,0 МПа
	4	25,5 МПа	50,5 МПа	86,0 МПа	126,0 МПа
	5	25,2 МПа	49,7 МПа	84,6 МПа	124,0 МПа

Исходя из качественной оценки, можно утверждать, что:

1) Напряжения внутри графитного включения невелики даже при самых высоких степенях деформации.

2) Напряжения на границе раздела «феррит - перлит» приблизительно в 2 раза меньше, чем на границе «графит - феррит».

3) Таким образом, наиболее очевидным местом зарождения трещины может являться зона «графит - феррит»

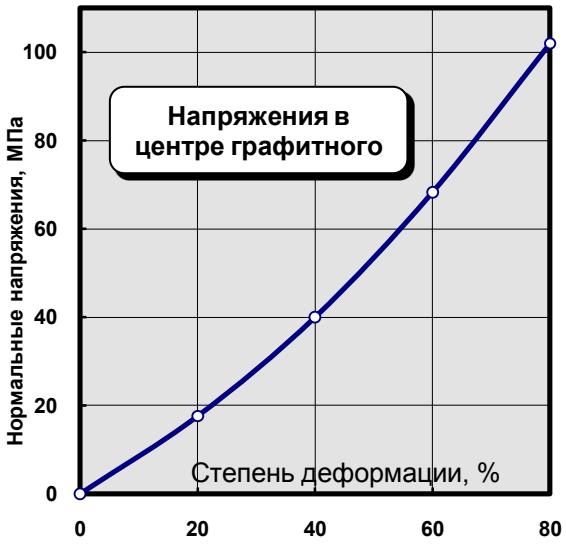


Рисунок 11 - Зависимость нормальных напряжений по Мизесу внутри графитного включения от степени деформации

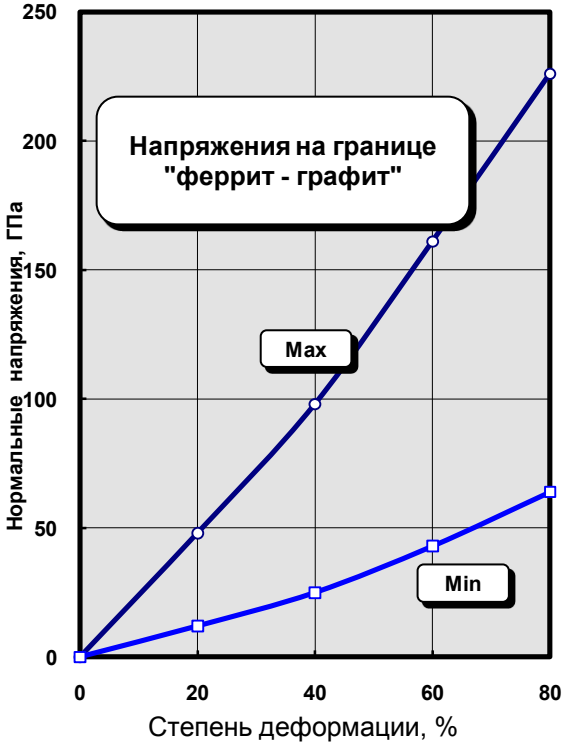


Рисунок 12 - Зависимость нормальных напряжений по Мизесу на границе раздела «феррит - графитное включение» от степени деформации

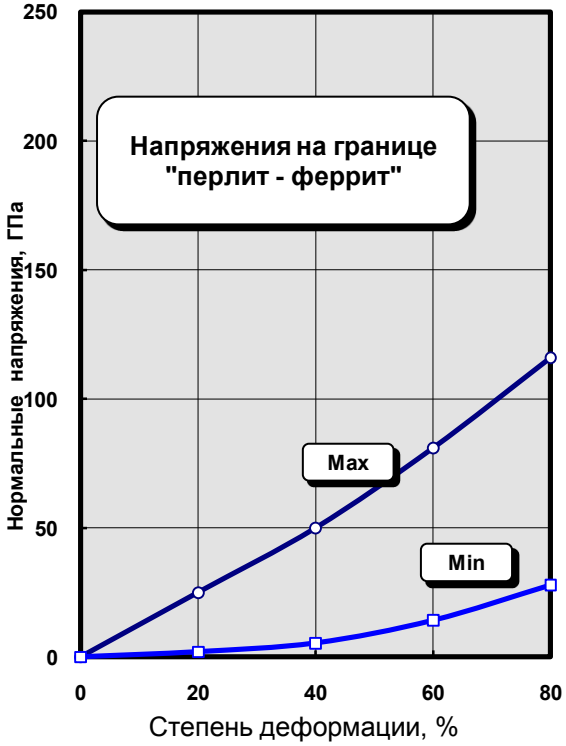


Рисунок 13 - Зависимость нормальных напряжений по Мизесу на границе раздела «перлит - феррит» от степени деформации

Этап 2. 3D - моделирование деформации ячейки чугуна

Исходные данные и геометрические параметры объемного мезофрагмента были приняты теми же, что и в 2D модели, добавлялась только третья ось (третье измерение). Результаты модельно-теоретических исследований процесса деформирования с оценкой возникающих напряжений и формоизменений структурных составляющих чугуна приведены на рисунках 14 (в продольном сечении) и рис. 15 (в поперечном сечении). Анализируя их можно отметить:

1) Напряжения по осям xy и zy (первая и вторая колонка на рисунках) мало отличаются друг от друга. Они и должны быть практически идентичны. Отличия связаны с допущением при моделировании, что с двух сторон сжимается кубик, а в реальном процессе выдавливания деформируется цилиндрическая заготовка.

2) Максимальные эквивалентные напряжения по Мизесу наблюдаются в межфазных областях включений графита и металлической матрицы и достигают значений более 20,1 ГПа.

3) В центре включений шаровидного графита эквивалентные значения напряжений по Мизесу минимальны и составляют 17,3 ГПа (фрагмент с одним включением) и 19,1 МПа (с пятью включениями графита). Изменение размера включения шаровидного графита в мезофрагменте ВЧШГ не оказывает существенного влияния на значение возникающего напряжения в центре включения.

4) При этом происходит значительное формоизменение (вплоть до разделения) самих включений графита, которое наблюдается при наибольшей степени деформации 80%.

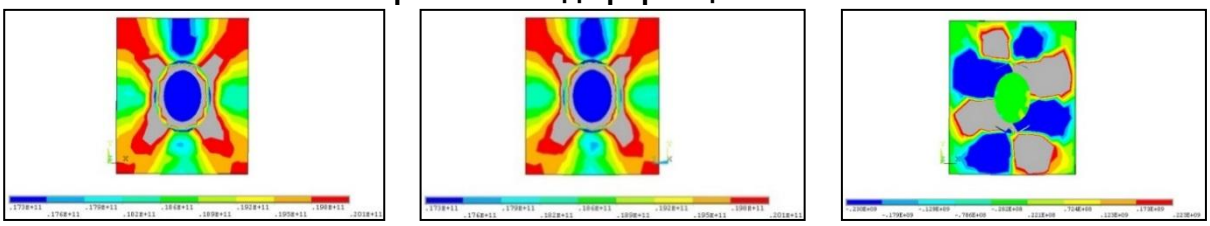
5) При увеличении числа включений графита в металлической матрице исследуемого мезофрагмента, при степени деформации 80%, наблюдаются эффекты резкого изменения значений и знака касательных напряжений на противоположный.

6) Результаты 3D моделирования, совпадают с 2D моделированием, в частности максимальные значения наблюдаются на межфазных границах феррит-графит и увеличиваются по мере роста степени деформации.

7) Следует отметить значительную разницу величин эквивалентных напряжений в направлении приложения сжимающей нагрузки.

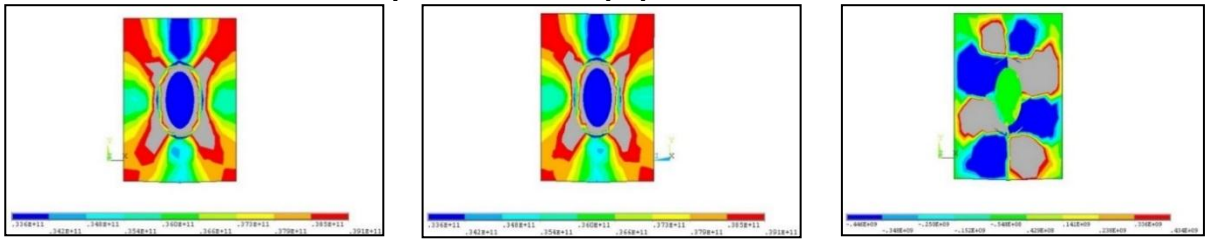
Существенная концентрация напряжений наблюдается во всех областях мезофрагментов, в этой связи, как и в случае с 2D моделями, большие перепады напряжений могут способствовать повышению вероятности возникновения структурных дефектов в данных зонах, что может приводить к разрушению материала. В тоже время, в реальном материале включения графита располагаются хаотично, и плоскость разрушения может проходить по участкам с различным уровнем напряжений, а по мере продвижения в глубину материала микротрещины будет прерываться включениями графита.

при степени деформации 20% :



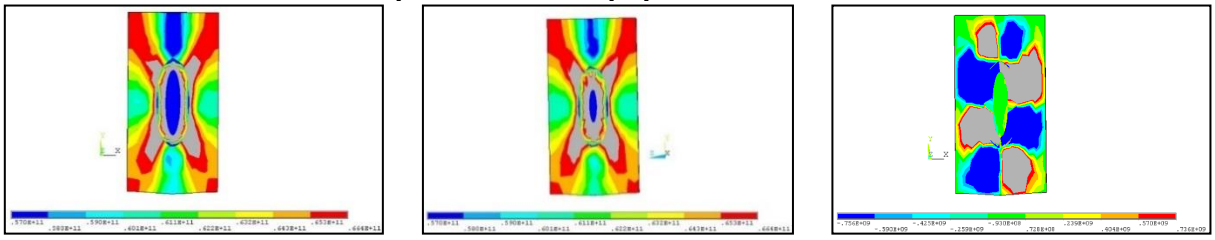
а) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy б) $\sigma_{экв.}$ сечении zy в) τ_{xy}

при степени деформации 40% :



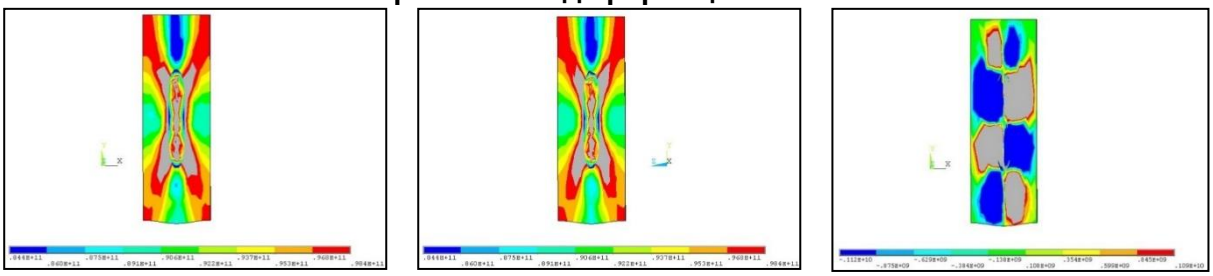
г) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy д) $\sigma_{экв.}$ сечении zy е) τ_{xy}

при степени деформации 60% :



ж) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy з) $\sigma_{экв.}$ сечении zy и) τ_{xy}

при степени деформации 80% :

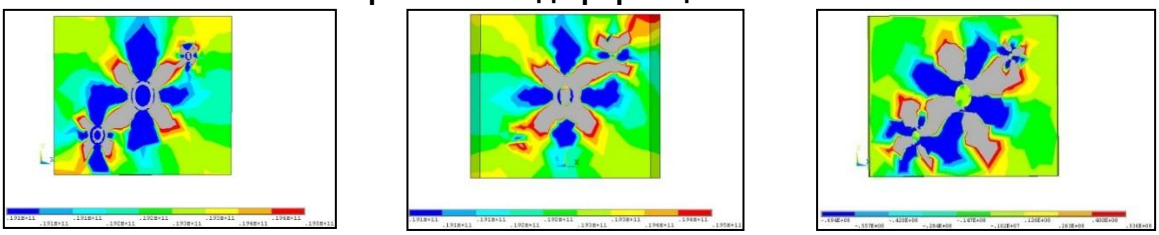


й) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy к) $\sigma_{экв.}$ сечении zy л) τ_{xy}

Рисунок 14 - Распределение напряжений в объемном мезофрагменте чугуна с одним включением шаровидного графита в различных сечениях по мере увеличения степени деформации:
- слева: нормальные эквивалентные напряжения по Мизесу ($\sigma_{экв.}$) в сечении xy (а, г, ж, й),
- в центре: нормальные эквивалентные напряжения по Мизесу ($\sigma_{экв.}$) в сечении zy (б, д, з, к), - справа: касательные напряжения (τ_{xy}) в сечении xy (в, е, и, л)

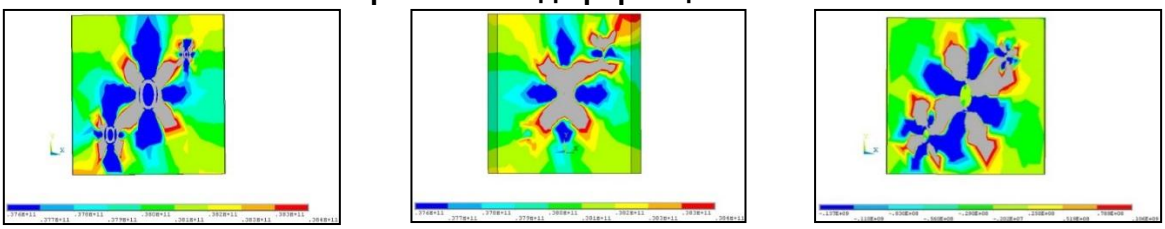
Для контроля результатов компьютерного моделирования приведем ниже (рис. 16) фрактограммы изломов чугунов в литом и деформированном состоянии. Можно отметить некоторую сходимость результатов изменения формы графита.

при степени деформации 20% :



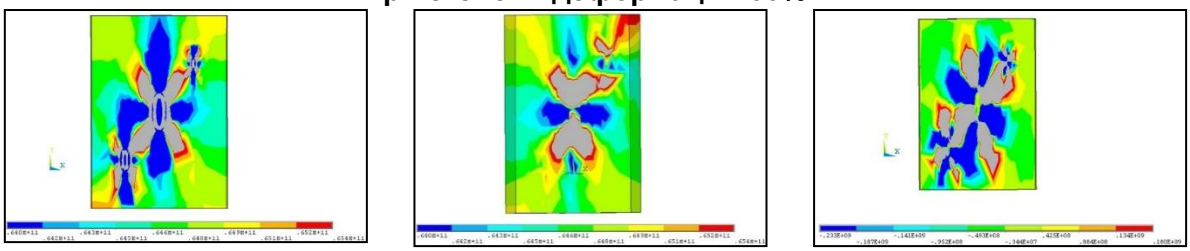
а) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy б) $\sigma_{экв.}$ сечении zy в) τ_{xy}

при степени деформации 40% :



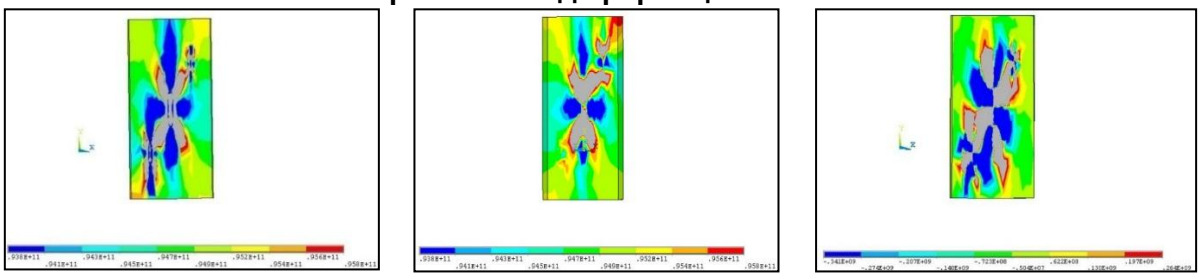
г) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy д) $\sigma_{экв.}$ сечении zy е) τ_{xy}

при степени деформации 60% :



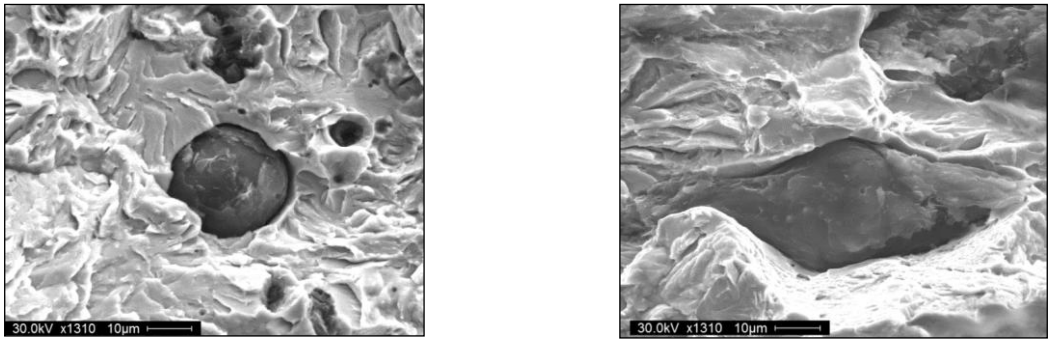
ж) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy з) $\sigma_{экв.}$ сечении zy и) τ_{xy}

при степени деформации 80% :



й) $\sigma_{экв.}$ в сечении xy к) $\sigma_{экв.}$ сечении zy л) τ_{xy}

Рисунок 15 - Распределение напряжений в объемном мезофрагменте чугуна с пятью включениями шаровидного графита в различных сечениях по мере увеличения степени деформации:
- слева: нормальные эквивалентных напряжения по Мизесу ($\sigma_{экв.}$) в сечении xy (а, г, ж, й),
- в центре: нормальные эквивалентные напряжения по Мизесу ($\sigma_{экв.}$) в сечении zy (б, д, з, к), - справа: касательные напряжения τ_{xy} (в, е, и, л)



а б

Рисунок 16 - Поверхность излома высокопрочного деформированного чугуна. Степень деформации 60%. Слева поперечное сечение, справа – продольное сечение, х 1310

2. Расчеты напряжений с помощью системы компьютерного проектирования NX 8.5 и набора средств моделирования технологических процессов Visual-Environment 9.6

Определенный вклад в моделирование структур высокопрочного чугуна внесла работа Luca Collini [27], в которой предложен подход для анализа напряжений в высокопрочном чугуне на мезоуровне. Автор разработал модель микроструктуры чугуна с шаровидным графитом как периодическую ячейку с графитным включением в центре (рис. 17).

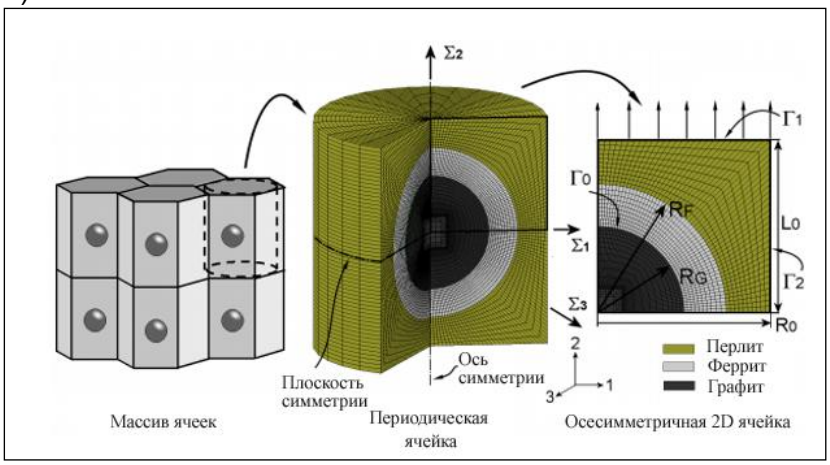


Рисунок 17 - Схема периодической ячейки с одним графитным включением [27]

Однако недостатками работы [27] является то, что автор свел вычисления к двумерной задаче (для сокращения трудозатрат и машинного времени). Кроме того, анализ проводился для холодного состояния (а на практике деформация чугуна при комнатных температурах трудноосуществима), в расчетах использованы только малые степени деформирования, не вычислено взаимное влияние графитных включений.

Анализ достижений в области численного анализа поведения включений в металлической матрице показал, что, несмотря на проведение большинства расчетов в двухмерном пространстве, наилучшим методом для исследования напряженно-деформированного состояния чугунов на микро и мезоуровне является метод конечных элементов.

В настоящей работе с использованием численного моделирования процесса одноосного сжатия (в условиях выдавливания цилиндрической заготовки через конусную матрицу с отверстием круглого диаметра - рис. 4, а) цилиндрических образцов из высокопрочного чугуна с включениями графита (одним или несколькими) [28] исследовали влияние степени деформации (35%, 60%, 80% и 95%) на изменение формы графитных включений и на перераспределение напряжений в структуре (металлической матрице и графитных включениях).

2.1.Модель процесса, исходные данные, граничные условия.

Процесс одноосного сжатия цилиндрических образцов чугуна с включениями графита моделировали на основе метода конечных элементов. Разработку электронных моделей мезофрагмента системы «аустенитная матрица - одно (несколько) графитных включений» проводили с использованием системы компьютерного проектирования NX 8.5 и набора средств моделирования технологических процессов Visual-Environment 9.6. Модель представляла собой периодическую ячейку с графитными включениями в центре.

Схема процесса, а также конечно-элементная сетка системы «аустенитная матрица – одно (несколько) графитных включений» представлена на рисунке 18. Диаметр графитных включений был выбран соответствующим наиболее часто встречающемуся в реальной практике и составлял 50 мкм, что соответствовало обозначению ШГд45 по ГОСТ 3443-87.

Все элементы штампа, в том числе ключевые: пуансон, контейнер и матрица - задавали абсолютно жесткими. Модели деформированных материалов были заданы упруго-вязко-пластическими. Учитывалось общепринятое положение, что соотношение, определяющее состояние материала в области пластического деформирования, представляет собой функциональную зависимость напряжений пластического течения материала (предела текучести) от текущего значения пластической деформации и скорости деформации. Эта зависимость рассматривалась в изотермической постановке для фиксированного начального значения температуры.

Конкретные параметры электронной модели процесса (начальные и граничные условия, свойства материалов, размеры конечно-элементной сетки) сведены в таблицу 4.

Механические свойства аустенита и графита при температуре 1000 ºС задавались исходя из данных, полученных на основе литературного анализа отечественных и зарубежных источников [29-31], а также свойств, взятых в базе данных Visual-Environment 9.6.

При проведении численного анализа в электронной модели был принят ряд допущений и упрощений:

1) Расчет проводили для сегмента модели в виде 1/4 доли цилиндра (с наложением граничных условий симметрии);

2) Так как в данном малом объеме ячейки градиент температуры незначителен и скорость процесса очень велика, расчет проводили для фиксированного значения температуры без учета теплопередачи между металлической основой и элементами штампа;

3) Коэффициент трения между металлической основой чугунной заготовки и элементами штампа принимали близкий к нулю.

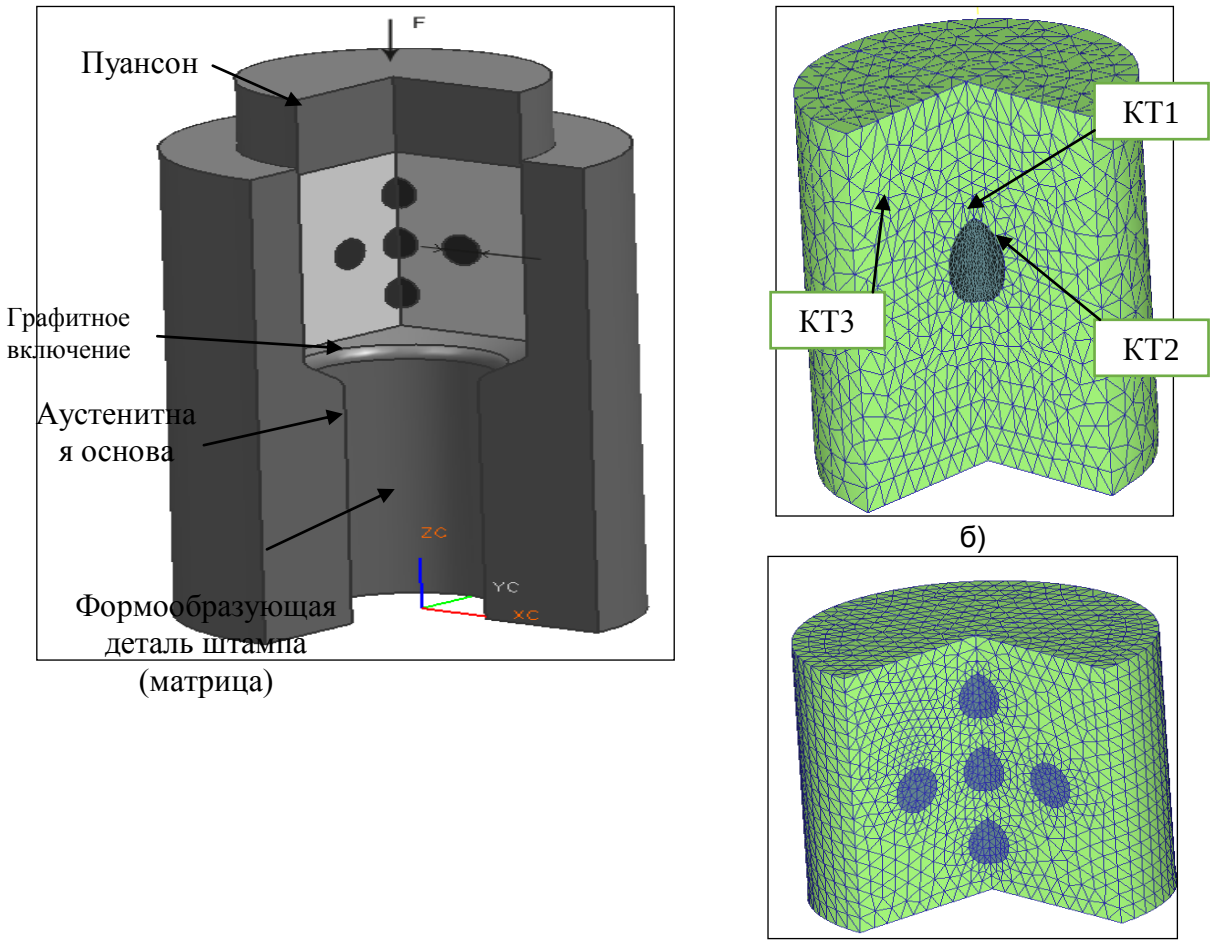


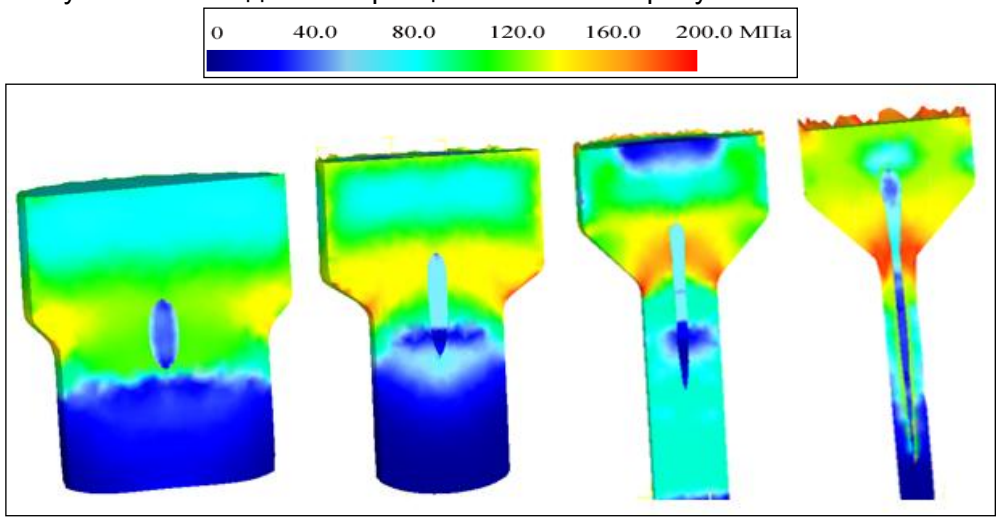
Рисунок 18 – а) Схема процесса одноосного сжатия цилиндрических образцов с включениями графита; б) Конечно-элементная сетка системы «аустенитная матрица – одно графитное включение»; в) Конечно-элементная сетка системы «аустенитная матрица – несколько графитных включений» На рис. 18, б показаны контрольные точки, выбранные для анализа напряжений

Таблица 4 – Конкретные параметры электронной модели процесса, принятые в настоящей работе. Расшифровка сокращений: КЭ – конечный элемент; ГВ – графитное включение; АМ – аустенитная матрица.

Начальные параметры конечно-элементной сетки	
Параметр	Значение
Количество КЭ для ГВ (1 / 7 включений)	6600 / 3800 (для каждого)
Размер ребра КЭ (мм) ГВ (1 / 7 включений)	0,0014 / 0,0025
Количество КЭ для АМ (1/7 включений)	19180 / 17300
Размер ребра КЭ (мм) АМ (1/7 включений)	0,006 / 0,006
Начальные и граничные условия	
Температура АМ и ГВ, °С	1000
Температура элементов штампа, °С	400
Усилие, тс	100
Коэффициент трения между АМ и ГВ	0,3
Начальные свойства материалов	
Модуль упругости, ГПа (АМ/ГВ)	120 / 90
Коэффициент Пуассона (АМ/ГВ)	0,3 / 0,2
Коэффициент теплового расширения (АМ/ГВ)	$1{,}2 \cdot 10^{-5}/7{,}5 \cdot 10^{-6}$
Напряжение пластического течения	Функциональные зависимости на основе литературных данных из [29-31]

2.2. Результаты и их обсуждение.

На первом этапе провели численный анализ процесса одноосного сжатия цилиндрических образцов с одним включением графита для различных степеней деформации (35%, 60%, 80% и 95%). Распределение эффективных напряжений по продольному сечению моделей образцов показано на рисунке 19.



а) б) в) г)

Рисунок 19 – Распределение эффективных напряжений по продольному сечению моделей образцов, выдавленных с различной степенью деформации: а) 35%; б) 60%; в) 80%; г) 95%.

Из рисунка 19 видно, что при низкой степени деформации (35%) в графитном включении наблюдается неравномерность эффективных напряжений, которые возрастают от центра к краю включения. При более высоких степенях эта неравномерность нивелируется. Отмечено наличие локального увеличения напряжений на границе «аустенитная матрица – графитное включение» при степени деформации 95%, которое сохраняется после прохождения активной фазы деформирования (на выходе из отверстия матрицы). Это может вызвать образование трещины на границе включения с металлической основой чугуна, при достижении критического напряжения, которое зависит от соотношения модулей упругости включения и основы, а также поверхностной энергии на границе фаз. Вероятность появления трещин возрастает, если учитывать фактор последующего охлаждения и появления дополнительных термических напряжений из-за разности температур по сечению образца.

Для количественного анализа напряженно-деформированного состояния были построены графики зависимости напряжений от нормированного времени (где «нормированное время» - отношение прошедшего времени в данный момент процесса деформации к продолжительности всего цикла (рисунок 20 а-в).

Из рисунка 20 видно, что напряжения в центре графитного включения плавно возрастают до прохождения активной фазы деформации. Отчетливо видна зависимость максимального значения напряжения от степени деформации. Аналогичные зависимости прослеживаются и в точках на краю включения и в аустенитной матрице, за исключением того, что возрастание напряжений происходит более резко. Вероятность возникновения трещин в графитном включении мала, так как известно, что при температуре 900 – 1000ºС в графите увеличиваются прочностные свойства, особенно при сжатии. Однако при 95% деформации возникают достаточно высокие напряжения в аустенитной матрице, которые сохраняются после прохождения активной фазы и в совокупности с остаточными напряжениями во включениях могут вызвать разрушение материала.

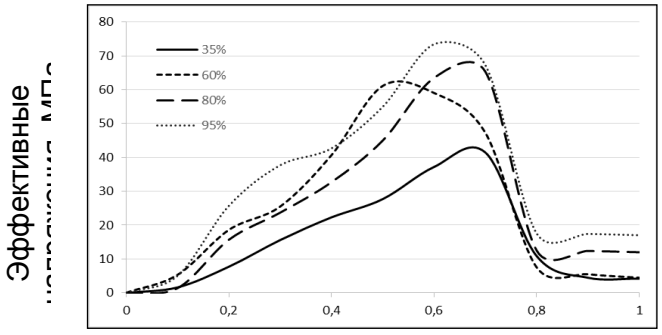
На втором этапе проводился сравнительный анализ напряжений между ячейками, содержащими одно и несколько включений графита. На рисунке 21 показано

распределение эффективных напряжений по продольному сечению аустенитной матрицы (графитные включения на рисунке показаны в аксонометрии на фоне распределения напряжений в металлической основе) при 60% степени деформации.

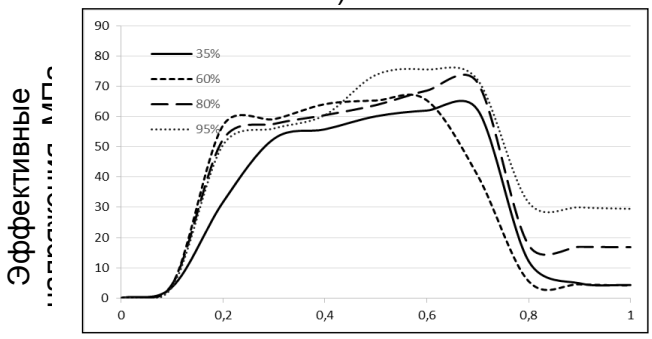
Использовали контрольные точки для количественного анализа напряжений, аналогичные первому этапу. На рисунке 21 показаны зависимости эффективных напряжений от времени (нормированного) для ячеек с одним и несколькими графитными включениями при степени деформирования – 60%.

Анализируя рисунки 21, 22 можно сделать вывод, что, при наличии в некотором объеме нескольких графитных включений, происходит перераспределение напряжений в аустенитной матрице. При этом максимальные значения напряжений увеличиваются на 5 - 15%. В самих же включениях наблюдается даже некоторое уменьшение напряжений, как в центре включения, так и на периферии.

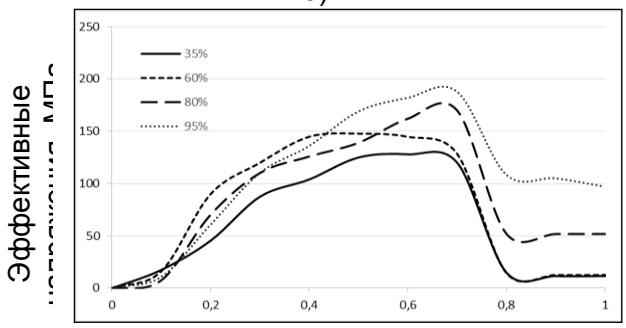
Полученные теоретические расчеты трансформации формы графитных включений были проверены экспериментально при выдавливании конкретных образцов из чугуна. На рисунках 2, 16 представлены микроструктуры, иллюстрирующие стадии изменения формы первоначального сферического графитного включения в высокопрочном чугуне по мере увеличения степени горячей деформации.



а)



б)



в)

Рисунок 20 – Зависимости напряжений от времени: а) в точке КТ1; б) в точке КТ2; в) в точке КТ3

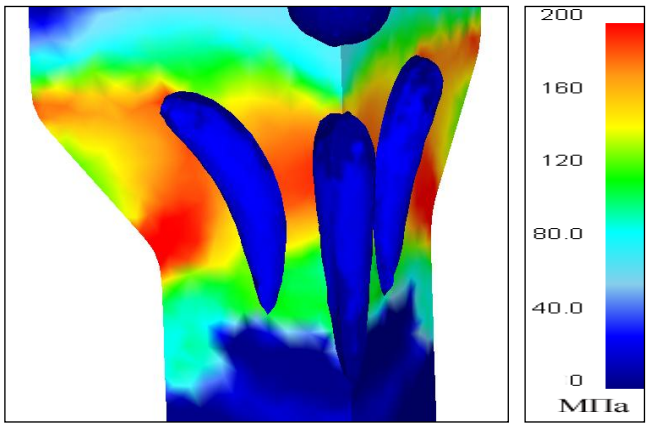


Рисунок 21 – Распределение эффективных напряжений в продольном сечении ячейки при степени деформации 60%

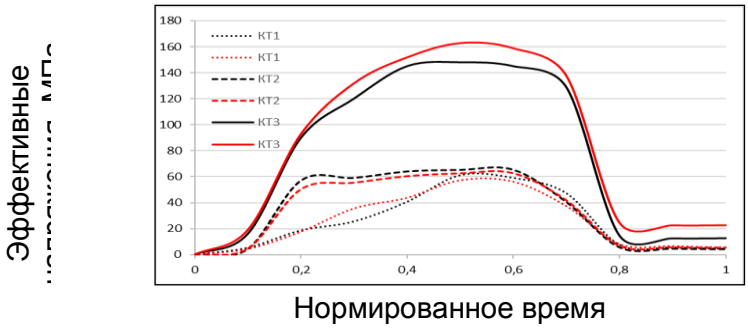


Рисунок 22 – Зависимости напряжений от времени для процесса одноосного сжатия цилиндрических образцов: черный цвет – с одним включением графита; красный цвет – с несколькими включениями графита;

Заключение.

1. Показано, что наибольшие напряжения при горячем выдавливании высокопрочного чугуна, достигающие 200 МПа, наблюдаются при выдавливании в зоне отверстия деформирующего инструмента - матрицы.

2. Модель с ячейкой, где находится одно графитное включение, хуже согласуется с реальностью, т.к. расчеты показывают, что в этом случае напряжения в графите больше. В случае нескольких включений, вероятно, учитывается некое взаимное влияние включений, приводящее к перераспределению напряжений и их более низким значениям. Поэтому в дальнейших расчетах необходимо использовать ячейку, содержащую минимум пять включений графита.

3. Расчеты показывают несколько большие напряжения в самой металлической матрице (в случае нескольких включений по сравнению с одним), что тоже свидетельствует о необходимости использовать в дальнейших расчетах ячейку с несколькими графитными включениями.

4. Доказано, что графитные включения в чугуне при горячем выдавливании деформируются пластически, а не разрушаются, превращаясь в порошок. Впервые представлены фотографии деформированного графитного включения, позволяющие наглядно судить о его аксонометрии и морфология поверхности.

5. Проведенное в данной работе моделирование процесса горячего выдавливания чугуна в основном подтверждается экспериментальными исследованиями. Тем не менее, модель не отражает всего многообразия форм графита, например появление на определенном этапе своеобразной «ромбической» формы графита в центре включения или т.н. «усов» – утонений на его концах (при самых больших степенях деформации).

6. Приведенные количественные данные о формоизменении графитных частиц при деформировании высокопрочного чугуна могут быть использованы при выборе технологических параметров обработки давлением чугуна при получении конкретных изделий, прогнозировании структуры, а следовательно и физико-механических характеристик деформированного чугуна.

Список литературы

1. Бунин К.П., Малиночка Я.Н., Таран Ю.Н. «Основы металлографии чугуна». Монография. — М.: Металлургия, 1969. - 416с.

2. Чугун: Справ. изд. / Под ред. Шермана А.Д., Жукова А.А. М.: Металлургия, 1991. 576 с.

3. Patent US2485760 - Cast ferrous alloy. Oct. 25, 1949. K.D. Millis et al. (заявлен 21.11.1947).

4. Keith D. Millis: the father of ductile iron. Online Library, [Электронный ресурс] 2015 - Режим доступа: http://www.thefreelibrary.com, свободный. - Загл. с экрана. (ссылка актуальна на 01.03.2018).

5. Межгосударственный стандарт ГОСТ 7293-85. Чугун с шаровидным графитом для отливок. Марки. - Spheroidal graphite iron for casting. Grades.

6. Уббелодзе А.Р., Льюис Ф.А. Графит и его кристаллические соединения. М.: Мир, 1965.

7. Графит как высокотемпературный материал. Перевод под ред. К.П. Власова. М.: Мир, 1964. - 423 с.

8. Callister, William D.; Rethwisch, David G. Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach, 4th Edition, John Wiley: New York, NY, 2012, 910 pp.

9. Гуляев А.П. Металловедение, учебник для вузов, 6-е издание. М.: «Металлургия», 1986. - 544 с.

10. Покровский А.И. Разработка и внедрение технологии изготовления высококачественных изделий из деформированного чугуна. // Наука и инновации. – 2005. – № 4 (26). – С. 54-65.

11. Покровский А.И. Горячая пластическая деформация чугуна: структура, свойства, технологические основы. Минск: Беларуская навука, 2010. – 256с.

12. Покровский А.И., Чаус А.С., Куновский Э.Б. Влияние формы графитовых включений на акустические характеристики изделий из литого и деформированного чугуна. // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2011 – № 7 (673). – С. 3-10.

13. Покровский, А.И. Пластическое течение включений цементита и графита при обработке давлением чугуна. // Литье и металлургия. – 2013. – № 1 (69). – С. 88-95.

14. Micromechanical modeling of the elasto-plastic behavior of heterogeneous nodular cast iron / Luca Collini // Dottorato di Ricerca in Ingegneria Industriale XVII Ciclo – 2004. – 141p.

15. Белов А.Х., Клейнер М.К., Карпов В.П. Определение уровня деформируемости графитовых включений в чугуне с шаровидным графитом // Совершенствование производства сантехоборудования. – 1987. – Вып. 62. – М.: НИИ сантехники. – С. 55–61.

16. Баранов Д.А., Неснов Д.В. Комп'ютерне моделювання формозміни графіту при деформації високоміцного чавуну // Металознавство та обробка металів.- 2002. - №4.- С.13-16.

17. Теоретический анализ напряженно-деформированного состояния в области включения второй фазы при обработке давлением двухфазных материалов / А. А. Миленин // Металлы . –1995 . – № 2 . – с. 108-114.

18. Fields of strains around the inclusion of second phase in a uniform matrix undergoing plastic deformation / Pietrzyk, M., J. Kusiak, H. Kusiak & F. Grosman // Steel Research. 62. – 1991. – p.507-511.

19. Stress and strain fields around inclusions in a plastically deforming matrix / R. D. Thomson and J. W. Hancock // Proc. ICM4, Stockholm, Sweden, Vol. II. – 1983. – p.733.

20. Rolling consolidation of metal matrix composites / K. H. Im and C. K. H. Dharan // Int. J. Mach. Manufact., 37. – 1997. – 1281-1302.

21. Покровский А.И. Развитие технологий пластического формообразования металлов с использованием промежуточных сред (гидродинамическое выдавливание, гидроударная штамповка). // Известия НАН Беларуси. Сер. физ.-техн. наук. – 2016. – № 1. – С. 80-92.

22. Физическая мезомеханика и компьютерное конструирование материалов. Под ред. В.Е. Панина. Новосибирск: Наука, 1995, т.1 - 298 с., т.2 - 320 с.

23. Панин В.Е., Лихачев В.А., Гриняев Ю.В. Структурные уровни деформации твердых тел. Новосибирск, Наука, 1985. – 232 с.

24. Bathe Klaus-Jurgen. Finite Element Procedures. New Jersey: Prentice-Hall, Inc., 1996. - 1037p.

25. Галлагер Р. Метод конечных элементов. Основы: Пер. с англ. Москва: Мир, 1984. - 428 с.

26. Покровский А.И., Ковтун В.А., Рябченко Т.В., Хроль И.Н. Компьютерное моделирование напряжений на фазовых границах в высокопрочном чугуне при горячем выдавливании. // Литье и металлургия. – 2017. – № 1 (86). – С. 123-135.

27. Micromechanical modeling of the elasto-plastic behavior of heterogeneous nodular cast iron / Luca Collini // Dottorato di Ricerca in Ingegneria Industriale XVII Ciclo – 2004. – 141p.

28. Покровский А.И., Лущик П.Е. Численное моделирование напряженно-деформированного состояния и особенности структурообразования чугуна при горячем выдавливании. // Литье и металлургия. – 2014. – № 4 (77). – С. 33-44.

29. Искусственный графит / Островский В.С., Виргильев Ю.С., др. // М.: Металлургия. – 1986. – 272 с.

30. Graphit design handbook. F.H.Ho // San-Diego, California. 1988. 22p.

31. Mechanical properties of graphite // Entegris INC // 2013. – 38p.

ГЛАВА 15 МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ДЕФОРМАЦИОННОМ ПЛАКИРОВАНИИ ГИБКИМ ИНСТРУМЕНТОМ С ПОДАЧЕЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ

Леванцевич М.А., Громыко Г.Ф., Пилипчук Е.В. Юруть Е.Л.
Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси),e-mail: levancev@mail.ru;,
Институт математики НАН Беларуси), e-mail: grom@im.bas-net.by;,
Белорусский национальный технический университет e-mail:
yahor_pilipchyk@mail.ru, zhan-09@rambler.ru
г.Минск, Республика Беларусь

Введение

Технологию обработки деталей вращающимися металлическими щетками (ВМЩ) достаточно давно и широко используют в машиностроительном производстве как при выполнении отделочно-зачистных операций, связанных с удалением заусенцев с лопаток турбин, снятием грата и облоя с отливок, зачисткой сварных и паяных швов, и др. [1 - 3], так и для нанесения функциональных покрытий способом деформационного плакирования гибким инструментом (ДПГИ), где в качестве гибкого инструмента используется ВМЩ с проволочным ворсом [4 - 7].

Деформационное плакирование – один из универсальных способов модификации рабочих поверхностей деталей, совмещающий упрочнение поверхности с одновременным, нанесением покрытия. Формирование покрытий осуществляется ВМЩ, находящейся во фрикционном контакте одновременно с поверхностями обрабатываемой детали и компактированного бруска, используемого в качестве материала покрытия (донора). Покрытие на поверхности детали формируется за счет съема и переноса ворсинками щетки микрочастиц материала донора и последующего их осаждения на поверхности обрабатываемой детали в виде пластически деформированных в направлении вращения щетки микромазков.

Способ ДПГИ имеет как достоинства, так и недостатки. Его главными недостатками являются сложность формирования покрытий с повышенной толщиной слоя (от 50 мкм и выше), а также из тугоплавких металлов, имеющих более высокую температуру плавления, чем цветные металлы. Для устранения этих недостатков рядом исследователей предложено в процессе плакирования оказывать различные дополнительные механические, тепловые или электрические воздействия на материал донора с целью повышения скорости и температуры его нагрева [4, 5, 8, 9]. Однако подобные воздействия не всегда приносят желаемых результатов, особенно при формировании покрытий из тугоплавких металлов. Это, по-видимому, можно объяснить как недостаточной изученностью протекающих сложных теплофизических процессов в зоне контакта ворса ВМЩ с поверхностью донора, так и способов управления ими.

Необходимо отметить, что в известных к настоящему времени публикациях, посвященных исследованию процесса ДПГИ, вопросы фрикционного взаимодействия ворса ВМЩ с поверхностью материала донора, касающиеся особенностей протекания теплофизических процессов, формирования пластической зоны контакта, распределения температур, как в зоне контакта, так и в контактирующих телах, а также количественной и качественной оценки снимаемого и переносимого ворсом щетки материала покрытия и др., не получили должного освящения. Их изучение, по нашему мнению, способствовало бы не только расширению области применения технологии ДПГИ как в плане нанесения качественных покрытий из более тугоплавких, чем цветные металлы материалов, так и формирования покрытий с повышенной толщиной слоя.

Процесс ДПГИ определяется большим количеством факторов, таких как конструктивные параметры щетки, технологические параметры (частота вращения щетки, натяг, время обработки, место закрепления донора, скорость перемещения обрабатываемой детали и др.), термодинамические (начальная температура ворса, донора и детали), физико-химическими свойствами исходных материалов ворса,

покрытия и детали и их температурной зависимостью и т.д. Параметрическое исследование позволяет определить оптимальные технологические параметры для нанесения покрытия. Следует отметить взаимосвязь факторов, влияющих на процесс, нелинейность процессов, происходящих при ДПГИ, а также особенности фрикционного взаимодействия материалов. Тепловые процессы и деформации, а также формирование покрытия протекают в условиях больших градиентов температуры и скоростей охлаждения, напряжений и деформаций, что указывает на неравновесный характер рассматриваемых процессов.

Важным направлением разработок ДПГИ в последнее время является математическое моделирование. Взаимосвязь явлений в технологическом процессе достаточно сложна. Структуру этих связей удобно представлять в виде структурной модели, которая наглядно показывает наличие в процессе последовательных и параллельно протекающих явлений. Анализ технологии показывает, что основными физическими процессами являются тепловые, деформационные и гидродинамические. Условия и характер их протекания оказывают влияние на толщину слоя покрытия, и, соответственно, микроструктурные свойства и качество синтезируемой поверхности при ДГПИ. Большой интерес также вызывает предсказательное моделирование толщины наносимого покрытия.

Стоит отметить, что в применении к традиционному процессу формирования покрытий способом ДПГИ, ряд вопросов, касающихся изгиба ворсинок, исследований температурных полей и напряжений в доноре и в контактирующих ворсинках ВМЩ, а также реологического состояния материала донора и съема частиц покрытия ворсинкой, нами был рассмотрен ранее [10].

В настоящей работе рассмотрено влияние дополнительного электрического воздействия на материал донор, инициируемого путем подачи напряжения от источника постоянного тока обе ветви которого соединены с электрически изолированными от токопроводящих деталей станка, соответственно, материалом донором и ворсом ВМЩ [9].

Моделирование тепловых процессов в одиночной ворсинке за один ее оборот вокруг оси щетки

Из-за кратковременности **в**заимодействия ворсинок с поверхностью донора и возникновения интенсивных тепловых потоков вследствие сил трения, разогревающих торцы контактирующих с донором ворсинок и затем быстро охлаждающихся после выхода из контакта, экспериментальные исследования контактных температур сильно затруднены. Процесс ДГПИ с подачей напряжения схематически представлен на рисунке 1.

При вращении щетки вокруг своей оси происходит смена граничных условий на торцевой поверхности ворсинок. Условно, в течение одного полного оборота щетки можно выделить следующие три зоны с различными граничными условиями (рис. 1): I – зона контакта ворсинок с поверхностью донора или зона нагрева, сопровождающаяся коротким замыканием; II – зона выхода ворсинки из контакта с поверхностью донора, сопровождающаяся переходом с режима короткого замыкания в электродуговой режим; и III – зона, когда нет контакта с поверхностью донора, или зона охлаждения ворсинки окружающим воздухом.

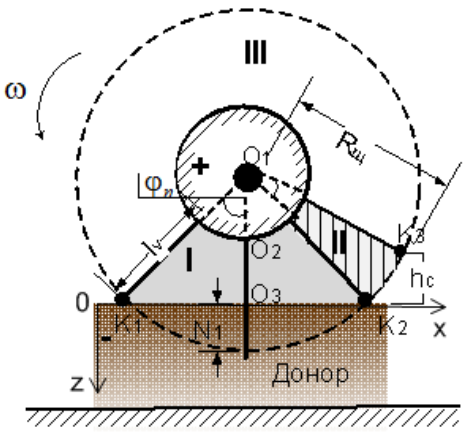


Рисунок 1 – Зоны с различными граничными условиями: I – зона нагрева; II – зона нагрева с учетом электродугового режима; III – зона охлаждения.

Каждая из этих зон характеризуется своим особенностями. Составим математическую модель тепловых процессов в ворсинке с позиции моделирования на макроуровне.

Формирование зоны контакта

Зону контакта металлической щетки с донором условно представим как дискретную зону касающихся поверхности донора ворсинок и с учетом взаимного касания ближайших ворсинок друг на друга при изгибе. Пусть донор представляет брусок, нижнее основание которого жестко закреплено. Введем двумерную декартовую систему координат Oxz, начало координат которой (т.0), поместим в левый верхний угол бруска. Ось Ox направим от т.0 по верхней поверхности бруска, контактирующей с ворсинками щетки, ось Oz – перпендикулярно ей по высоте бруска. Будем считать, что ворсинки длиной l_v консольно закреплены на расстоянии r_0 от оси вращения щетки, т.е. радиус щетки

$$R_{щ} = r_0 + l_v .$$

Обозначим через φ_n – угол входа гибкого элемента ворсинки в зону контакта с донором, N_1 – натяг (расстояние относительного сближения оси вращения щетки с поверхностью донора), $N_1 << R_{щ}$. Тогда угол входа гибкого элемента в зону контакта с донором можно ориентировочно найти по формуле

$$\varphi_n = \arccos\frac{(R_{щ} - N_1)}{R_{щ}}, \qquad (1)$$

а угол наклона α_1 ворсинки к поверхности донора в момент касания (точка K_1) вычислим по формуле: $\alpha_1 = \pi/2 - \varphi_n$.

Моделирование тепловых процессов в зоне контакта

В процессе контактного взаимодействия ворсинок щетки с донором возникает сила трения W, которая приводит к образованию источника теплоты. Поэтому концы ворсинок скользящие по поверхности донора в сжато-изогнутом состоянии получают дополнительное тепло, мощность которого обусловлена действием силы трения W в области контакта. Составим математическую модель тепловых процессов в ворсинке в процессе контакта с донором. Поскольку длина осевой линии ворсинки значительно больше двух других измерений, характеризующих поперечное сечение, то ворсинку можно представить в виде стержня. Тогда температура в ворсинке есть функция от времени t и от положения l на ее оси: $T = T(l,t)$. Тепловые процессы в текущий момент времени в ворсинке опишем нестационарным уравнением теплопроводности в одномерной области $[0, l_v]$, где l_v – длина ворсинки.

Для определенности, будем считать, что в первоначальный момент ворсинка имеет равномерную по оси температуру $T_{v,inp}$.

Поскольку материал ворсинок – проводник, то при контакте ворсинок щетки с донором по ним протекает электрический ток, инициирующий выделение теплоты [13].

Количество тепла, выделяемое током, находим из закона Джоуля-Ленца

$$Q_{el} = I^2 R\Delta t ,$$

где I – сила тока [а], R – сопротивление [ом], Δt – время действия тока [с].

Для однородного проводника длиной l [м] с постоянным сечением $S_{сеч}$ [мм^2] сопротивление найдем по формуле $R_0 = \frac{\rho_{уд.с} \cdot l}{S_{сеч}}$, где $\rho_{уд.с}$ – удельное сопротивление [ом·мм^2/м] материала проводника при 20 ^{0}С.

Поскольку сопротивление металлических проводников с повышением температуры увеличивается, то обозначив прирост сопротивления проводника при изменении температуры на 1 градус Цельсия, отнесенный к одному Ому первоначального сопротивления через температурный коэффициент сопротивления α, найдем сопротивление проводника при искомой температуре. Пусть R_0 – сопротивление проводника при температуре T_0, тогда сопротивление того же проводника при температуре T вычислим по формуле $R = R_0(1+\alpha(T-T_0))$.

Тогда в единице объема и в единице времени выделится количество тепла $Q^*_{el} = Q_{el}/(V\ \Delta t)$, где V – занимаемый объем.

Кроме того, с поверхности ворсинки происходит передача количества тепла в окружающее пространство, которое определяется теплоотдачей и зависит, прежде всего, от разности температур внутри ворсинки и окружающей среды, а также от скорости ее обдува. В инженерной практике основной интерес представляет теплоотдача, связанная с конвективным теплообменом между поверхностью твердого тела (ворсинки) и потоком охлаждающего воздуха, который чаще всего описывается уравнением Ньютона-Рихмана:

$$q_g = \alpha_{to,g}\ S_{бок.пов,v}\ (T - T_g),$$

где $\alpha_{to,g}$ – коэффициент теплообмена, Вт/(м^{2}К); $S_{бок.пов,v}$ – боковая поверхность ворсинки (поверхность охлаждения), м^2; и T и T_g – соответственно температура ворсинки и окружающего воздуха, К; и q_g – количество теплоты в окружающее пространство, вт.

Коэффициент теплоотдачи характеризует интенсивность теплообмена между поверхностью тела и окружающей средой и зависит от большого числа факторов: формы тела, режима движения, скорости и температуры окружающей среды, от ее теплофизических свойств и т.д. Для среды воздух – гладкая поверхность с учетом вентиляторного эффекта щетки, вращающейся со скоростью v_0, коэффициент теплообмена можно приближенно вычислить по упрощенной формуле $\alpha_{to,g} = 5{,}6 + 4\,v_{0,l}$, где $v_{0,l}$ – линейная скорость щетки на расстоянии l от центра вращения. Отметим, скорость обдува $v_{0,l}$ в ворсинке щетки значительно меньше скорости вращения щетки v_0 и зависит от плотности набивки ворса в щетке. Будем полагать, что $v_{0,l} = k_n v_{0,l}$, где k_n – эмпирический коэффициент $0 < k_n < 1$, причем $k_n = 0$, если плотность набивки равна 1 (предельный случай, когда щетка сплошная), и $k_n = 1$ для предельного случая вращения одной ворсинки с заданной угловой скоростью.

Учитывая, что диаметр ворсинки значительно меньше ее длины, то чтобы учесть теплоотдачу с боковой поверхности ворсинки в окружающую среду при вращении

щетки, введем понятие внутреннего источника тепла, мощность которого определим соотношением $Q_g = q_g / V_v$, где $V_v = S_{сеч,v}\, l_v$ – объем ворсинки.

Преобразуем выражение для Q_g к следующему виду

$$Q_g = \frac{\alpha_{to,g}\ S_{бок.пов,v}\ (T - T_g)}{S_{сеч,v}\ l_v} = \alpha_{to,g}\frac{\Pi_v}{S_{сеч,v}}(T - T_g) = \tilde{Q}_g (T - T_g),$$

где $\tilde{Q}_g = \alpha_{to,g}\frac{\Pi_v}{S_{сеч,v}}$, где $\alpha_{to,g}$ – коэффициент теплообмена, Π_v – периметр ворсинки в сечении, $S_{\text{сеч, v}}$ – сечение ворсинки, T_g – температура окружающей среды.

Уравнение теплового баланса в ворсинке при сделанных предположениях в одномерном приближении примет следующий вид

$$\rho_v C_{ef,v}\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial l}\left(\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l}\right) + Q^*_{el} - Q_g, \qquad 0 < l < l_v, \quad t_{0,k} < t < t_{v,k}, \qquad (2)$$

где $\rho_v = \rho_v(T)$, $C_{ef,v} = C_{ef,v}(T)$, $\lambda_v = \lambda_v(T)$ – соответственно плотность, эффективная теплоемкость, теплопроводность материала ворса, зависящие от температуры в текущий момент времени t; Q^*_{el} – количество тепла, выделяемое электрическим током; l_v – длина изгибающейся части ворсинки; координата $l = 0$ соответствует точке закрепления ворса в щетке; $t_{0,k}$, $t_{v,k}$ – время входа и выхода ворсинки из контакта с поверхностью донора соответственно.

Длительность контакта каждой ворсинки с донором $\Delta t_k = t_{v,k} - t_{0,k}$ вычислим через угловую скорость вращения щетки и угол входа гибких элементов по формуле $\Delta t_k = t_{v,k} - t_{0,k} = 2\varphi_n / \omega$.

Для решения задачи (2) добавим начальные и граничные условия.

В торце ворсинки, закрепленном на щетке ($l = 0$), положим, что температура не меняется

$$T(l,t)\big|_{l=0} = T_{v,inp}. \qquad (3)$$

В точках контакта ворсинки с поверхностью донора рассмотрим граничное условие сопряжения различных материалов с учетом тепловыделения на поверхности их раздела вида

$$\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l}\bigg|_{[K_1,K_2]^+} = \lambda_d \frac{\partial T}{\partial l}\bigg|_{[K_1,K_2]^-} + W, \quad 0 < l < l_v, \ t_{0,k} < t < t_{v,k}, \qquad (4)$$

где λ_d – теплопроводность материала донора, W – мощность тепловыделения на поверхности трения.

Между механической энергией процесса и ее тепловым эквивалентом теоретически нет полной идентичности, т.к. часть механической энергии переходит в поглощенную энергию деформации кристаллической решетки обрабатываемого материала. Однако, ряд исследований показал, что поглощенная энергия незначительна (~0.5-3 %), поэтому с достаточной для практики точностью можно полагать, что почти вся механическая энергия переходит в тепло. По другим литературным данным до 90-95 % всей мощности трения переходит в тепло. В рамках модельных представлений, будем полагать, что вся подводимая к системе энергия переходит в тепло, которое выделяется на поверхности трения. Таким образом,

мощность тепловыделения на поверхности контакта будет равна произведению среднего давления в пятне контакта P_k, скорости щетки v_0 (совпадающей с относительной скоростью движения щетки и донора), величине коэффициента трения k_{mp}: $W = k_{mp} P_k v_0$.

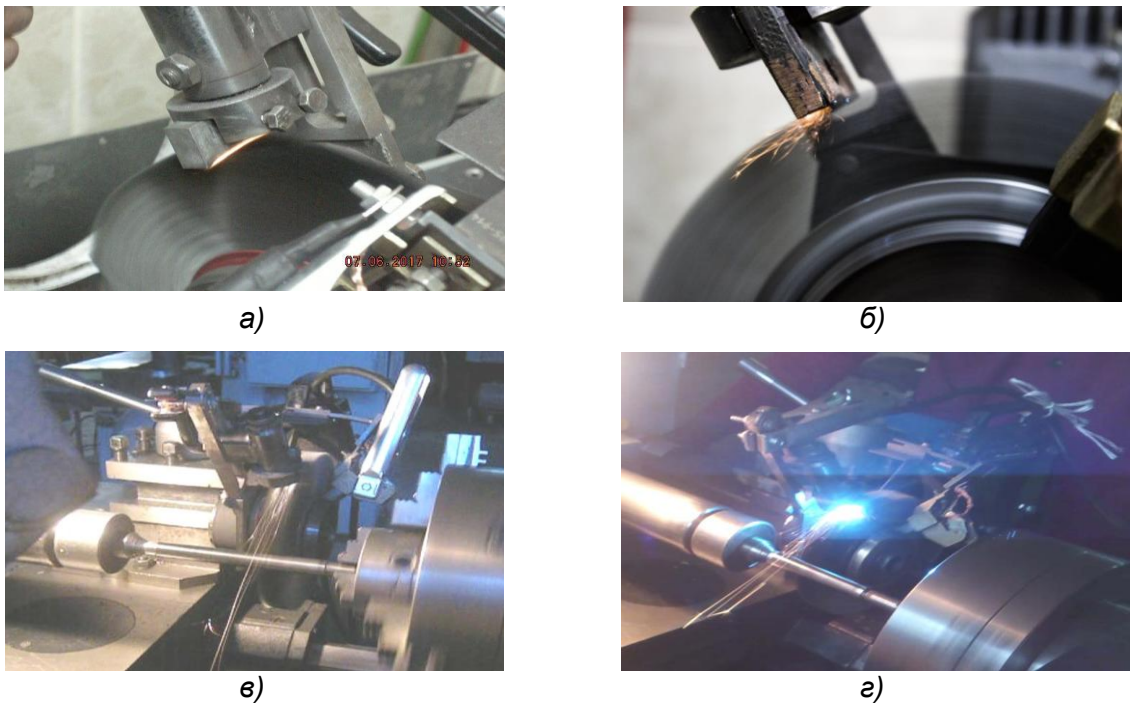
В качестве начального условия возьмем температуру ворсинки в начальный момент времени t_o, т.е. $T(l, t_o) = T_{v,inp}$, $0 \le l \le l_v$, где $T_{v,inp}$ – заданная начальная температура ворса.

Краевая задача (2)-(4) будет полностью определена, если будет известен тепловой поток со стороны донора в граничном условии (4).

Тепло, выделяющееся на поверхности при трении, распределяется между трущимися телами в определенном соотношении, зависящем от многих факторов, в частности, от теплофизических свойств контактируемых материалов и температуры донора и ворсинки в окрестности контакта. Поэтому, для определения теплового потока со стороны донора используем сопряженную контактную задачу о нахождении температурных полей в доноре, приведенную работе [10].

Моделирование тепловых процессов в зоне II

Известно, что при трении, в частности, при соприкосновении двух тел, происходит перераспределение зарядов на их поверхности, и если их разъединить, то они окажутся заряженными, т.е. возникает контактная разность потенциалов у границы раздела [12]. Если нет дополнительного влияния, то происходит перераспределение зарядов и контактируемые тела становятся электронейтральными. Окружающий газ не является проводником, однако при благоприятных условиях (в частности, при подаче электрического напряжения в процессе плакирования) газ может ионизироваться и перейти в состояние плазмы, которая является электропроводной [11]. Тогда электрическими зарядами порождается электрическое поле, контактная разность потенциалов у границы раздела падает до величины напряжения пробоя и возникает электрическая дуга (рис.2).



а) *б)* *в)* *г)*

Рисунок 2 – Фото процесса контактного взаимодействия ВМЩ с донором при формировании покрытий способом ДПГИ с подачей электрического напряжения: а) – при натяге 3 мм; б) – при натяге 2 мм; в) – при натяге 1мм; г)- при натяге 0,5мм

Значение величины длины дуги при прочих равных условиях зависит от величины натяга ворса щетки к поверхности донора и может составлять от 1 до 5 мм. При удалении ворсинки от поверхности донора (или в случае плавления или испарения торца ворсинки) связь в виде дуги обрывается. Ворсинка переходит в III зону.

Физические процессы в столбе электродугового разряда описываются системой уравнений Максвелла, а взаимодействующего с этим разрядом металла − системой уравнений магнитной гидродинамики [11, 13, 14]. Анодом является ворсинка в виде цилиндрического стержня с плоским торцом, а катодом является брусок донора. Эта задача достаточно сложна и в полной постановке выходит за рамки моделируемого теплового процесса.

Электрическая дуга характеризуется выделением большого количества тепла и сильным лучеиспусканием. С практической точки зрения дугу можно рассматривать как газовый проводник, который преобразует электрическую энергию в тепловую. Температура электрической дуги особенно высока в столбе дуги (6000…7000^0 С), а наименьшая - на поверхности катода и анода, и составляет 2400…2600^0 С [15].

Параметры электрической дуги, термодинамические характеристики газа и др., влияют на температуру контактирующих материалов. Поскольку тепловая энергия от вспышки дуги оказывает значительное влияние на поверхность донора и на ворсинки, то будем ее учитывать, исходя из вышеупомянутых температур.

Уравнение теплового баланса в ворсинке, находящейся в зоне II, при сделанных предположениях в одномерном приближении имеет следующий вид

$$\rho_v C_{ef,v} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial l}\left(\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l} \right) + Q_{el}^{*} - Q_g, \quad 0 < l < l_v, \quad t_{v,k} \le t \le t_{v,e}, \qquad (5)$$

где $\rho_v = \rho_v(T)$, $C_{ef,v} = C_{ef,v}(T)$, $\lambda_v = \lambda_v(T)$ − соответственно плотность, эффективная теплоемкость, теплопроводность материала ворса, зависящие от температуры в текущий момент времени t; Q_{el}^{*} − количество тепла; Q_g − количество тепла, уходящее через боковую поверхность ворсинки за счет теплообмена с окружающим газом (предполагаем, что температура газа T_g постоянна); время $t_{v,e} - t_{v,k}$ определяет длительность короткого замыкания.

На торце ворсинки вышедшей из контакта с донором рассмотрим условие теплообмена

$$-\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l}\bigg|_{l=l_v} = \alpha_{to,g}(T - T_{el})\big|_{l=l_v}, \qquad (6)$$

где $\alpha_{to,g}$ – коэффициент теплообмена, T_{el} – средняя температура столба электрической дуги. Коэффициент теплообмена $\alpha_{to,g}$ приближенно вычислим с учетом вентиляторного эффекта щетки по формуле $\alpha_{to,g} = 5{,}6 + 4\,v_0$, где v_0 − линейная скорость вращения щетки у поверхности донора.

Длительность пребывание ворсинки в этой зоне найдем из следующих соображений. Обозначим через φ_n^{*} − максимальный угол поворота ворсинки, при котором происходит разрыв электрической дуги. Используя среднее значение высоты столба электрической дуги, найдем угол

$$\varphi_n^{*} = \arccos\left[\frac{R_{щ} - N_1 - h_{el}}{R_{щ}} \right] - \varphi_n. \qquad (7)$$

Тогда время нахождения ворсинки в зоне II составит $\Delta t_{el} = \varphi_n^* / \omega$.

Таким образом, в течение времени Δt_{el} ворсинка нагревается за счет проходящего по ней электрического тока, а также со стороны своего свободного торца от раскаленного газа электрической дуги и охлаждается через боковую поверхность с учетом скорости вращения щетки.

Моделирование тепловых процессов в зоне III.

Уравнение теплового баланса в ворсинке, находящейся в зоне III, с учетом движения обдуваемого воздуха в одномерном приближении имеет вид

$$\rho_v C_{ef,v} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial l}\left(\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l}\right) - Q_g, \qquad 0 < l < l_v, \tag{8}$$

где $\rho_v = \rho_v(T)$, $C_{ef,v} = C_{ef,v}(T)$, $\lambda_v = \lambda_v(T)$ – соответственно плотность, эффективная теплоемкость, теплопроводность материала ворса, зависящие от температуры в текущий момент времени t; Q_g – количество тепла, уходящее через боковую поверхность ворсинки за счет теплообмена с окружающим газом (предполагаем, что температура газа T_g постоянна).

На торце вращающейся ворсинки вышедшей из контакта с донором и вне электрической дуги, рассмотрим условие теплообмена с окружающим воздухом

$$-\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l}\bigg|_{l=l_v} = \alpha_{to,g}(T - T_g)\big|_{l=l_v}, \tag{9}$$

где $\alpha_{to,g}$ – коэффициент теплообмена, T_g – средняя температура окружающего воздуха.

Время охлаждения ворсинки при движении в зоне III в течении одного оборота определим временем, необходимым для того, чтобы свободный конец ворсинки прошел путь до начала входа в контакт с донором со скоростью вращения щетки, тогда

$$\Delta t_{охл} = (2\pi - 2\varphi_n - \varphi_n^*)/\omega.$$

Система уравнений (1) – (9) описывает динамику изменения температуры ворсинки по ее длине за один поворот вокруг своей оси.

Для ее решения необходима температура донора в области контакта.

Моделирование тепловых процессов в доноре

Моделирование тепловых процессов проведем в двумерной постановке на основе макроскопического подхода с учетом границы контакта ворсинок с материалом донора, полагая, что температурное поле в каждом сечении области донора вертикальной плоскостью, не изменяется. Тогда в качестве двумерной области для расчета температуры в доноре область $\overline{D} = [0, a] \times [0, h]$, представленную на рис. 2 с введенной декартовой системой координат Oxz.

Уравнение теплового баланса в доноре с учетом энергии деформации и тепла за счет электрического поля вблизи границы контакта с ворсом имеет вид

$$\rho C_{ef} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right) + \frac{\partial}{\partial z}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z}\right) + Q^*_{el,d} + Q, \quad (x,z) \in D, \quad t > t_0, \tag{10}$$

где $\rho = \rho(T)$, $\lambda = \lambda(T)$, $C_{ef} = C_{ef}(T)$ – соответственно плотность, теплопроводность и эффективная теплоемкость материала донора, определяемая с учетом скрытой теплоты плавления L_m по формуле $C_{ef} = c + L_m \delta(T - T_m)$, $c = c(T)$ – удельная

теплоемкость, $\delta(T)$ – дельта-функция; $Q^*_{el,d}$ - удельное количество энергии, выделившееся за счет сил электрического тока; Q - количество энергии, выделившееся в процессе механической деформации. Величина Q зависит от напряжений и скорости деформации и будет определена ниже. Количество тепла, выделяемое током, по аналогии с предыдущим, находим из закона Джоуля-Ленца

$$Q^*_{el,d} = I^2 R_d \Delta t, \tag{11}$$

где I − сила тока [а], R_d − электрическое сопротивление материала донора [ом], Δt − время действия тока [с]. Считая донор однородным, сопротивление определим формулой $R_d = R_{0,d}(1+\alpha_d(T-T_0))$, где $R_{0,d}$ находим через удельное сопротивление материала донора.

В начальный момент времени t_0 задаем начальную температуру донора: $T(x,z) = T_0$. В качестве граничных условий для задачи рассмотрим условия теплообмена с окружающей средой вида $-\lambda \left.\frac{\partial T}{\partial n}\right|_\Gamma = \alpha_{to}(T - T_g)$ на границах области расчета, где n − внешняя нормаль к границе области, T_g − внешняя температура, T − текущая температура на границе, α_{to} – коэффициент теплообмена, вид которого зависит от свойств окружающей среды.

Коэффициент теплоотдачи зависит от скорости потока носителя тепла, вида течения, какова геометрия поверхности твердого тела и т.д. Это сложная величина и ее невозможно определить общей формулой. Обычно коэффициент теплоотдачи находят экспериментально.

В случае естественного охлаждения воздухом боковых границ области при температуре $T_g = 300\,K$ коэффициент теплоотдачи можно положить равным $\alpha_{to} = 10.2\,(T - T_g)^{0.25}$. Коэффициент теплоотдачи на верхней границе области, свободной от контакта со щеткой, за счет вентиляторного эффекта щетки является функцией от линейной скорости вращения щетки $\alpha_{to,v} = \alpha_{to,v}(v_0)$. Коэффициент теплообмена для среды воздух – гладкая поверхность с учетом вентиляторного эффекта щетки v_0 можно приближенно вычислить по формуле $\alpha_{to,g} = 5{,}6 + 4\,v_0$.

В случае контакта щетки с донором решаем сопряженную задачу для зоны I для каждой ворсинки, находящейся в контакте с донором, с соответствующими граничными условиями.

Для границы верхней поверхности донора, над которой присутствует электрическая дуга (зона II) в граничном условии теплообмена температура внешней среды определяется средней температурой электрического столба дуги.

Поскольку работа является продолжением исследований работы [10] в области моделирования процессов при ДПГИ, в которой предложена математическая модель и алгоритм (относительно перемещений) для расчета напряженно-деформированного состояния донора, а основной целью у нас является моделирование тепловых полей в контактирующих материалах с учетом дополнительной энергии электрического поля, то останавливаться здесь на описании деформационных процессов в доноре не будем. Полагаем, что решение деформационной задачи найдено. Отметим, что в процессе пластической деформации практически вся энергия деформации превращается в тепло и, поэтому эти процессы являются необратимыми. Удельную

тепловую энергию за счет деформаций представим в следующем виде $Q = \sum_{i,j=1}^{3} \sigma_{ij} \dot{\varepsilon}_{ij}$

, где σ_{ij} - компоненты тензора деформаций, величины с точками обозначают скорость изменения деформации.

Величина тепловой энергии за счет деформации Q учитывается при моделировании тепловых процессов в доноре. Отметим, что для пластичных материалов, давление в пятне контакта, по крайней мере, не ниже напряжения текучести. Поэтому, чтобы получить оценку для величины температурной "вспышки" на контакте, можно предположить, что среднее контактное давление равно напряжению текучести материала донора σ_T . Отсюда выражение для мощности тепловыделения на поверхности пластической области D_p имеет вид: $W = k_{mp}\, \sigma_T\, v_0$.

Съём материала покрытия

Известно, что при контактном взаимодействии между телами существуют относительно слабые силы, которые быстро убывают с увеличением расстояния между ними. [23]. Такие силы называются силами адгезии. Адгезия обеспечивает между двумя телами соединение, определяющее прочность благодаря физическим и химическим межмолекулярным силам. Корректно описать количественную характеристику такого соединения можно только в рамках системного подхода, который рассматривает контактное взаимодействие деформируемого слоя и ворса как многоуровневую систему. Остановимся на кратком описании этого взаимодействия в рамках макроскопического подхода.

Контактное взаимодействие между пластической фазой донора и торцом ворсинки распространяется на небольшое расстояние вглубь донора. По мере удаления от контактной поверхности это взаимодействие (адгезионное) уменьшается, уступая когезионному (связи между молекулами в пластической фазе). Для определения работы, возникающей на границе контакта, необходимо знать площадь контакта, которая зависит от смачивающей способности поверхности раздела, и характеризуется безразмерной величиной косинуса угла смачивания. Отсюда следует, что величина поверхности контакта ворсинка-донор при отрыве зависит угла смачивания материала покрытия. Согласно [10], возможность съема материала покрытия ворсинками щетки с позиции макромоделирования процессов, определи исходя из соотношений между значениями возникающих напряжений в поверхностных слоях донора и критериями текучести и прочности его материала. Полагали, что если интенсивность возникающих напряжений в поверхностной ячейке донора контактируемой с ворсинкой, вызываемых температурой и контактными напряжениями, превышает предел текучести, но не превосходят предел прочности, то наиболее вероятно, есть пластическое деформирование, при котором происходит срез материала касательной силой. Если же интенсивности напряжений ниже предела текучести, то сноса материала не происходит.

Если нет съема материала, то ворсинка выходит с прежней длиной и охлаждается дальше до последующего контакта. Если съем материала произошел, то вычислим приблизительно его объем.

При контактировании пластического материала покрытия с торцом ворсинки происходит его налипание и за счет сил поверхностного натяжения его растекание, поскольку любая система стремится к состоянию, соответствующему минимальному значению свободной энергии. В зависимости от равновесного угла смачивания θ_c выделяют три основных случая: 1) смачивание или ограниченное смачивание – краевой угол острый $0^0 < \theta_c < 90^0$; 2) не смачивание или плохое смачивание –

краевой угол тупой $90^0 < \theta_c < 180^0$; 3) полное смачивание – равновесный краевой угол не устанавливается и жидкость растекается в тонкую пленку. Различие краевых углов при смачивании объясняется соответствием сил притяжения между молекулами твердого тела (ворсинка) и донора и сил междумолекулярного притяжения в пластической фазе донора. Таким образом, зная краевой угол, можно установить характер взаимодействия между материалом покрытия и концом ворсинки. Границей угла смачивания является краевой угол $\theta_c = 90^0$. Чем меньше краевой угол смачивания, тем лучше смачивание, т.е. от угла смачивания зависит поверхность контакта материала покрытия и ворсинки.

Свободная поверхность прилипшего материала изменяется под влиянием сил поверхностного натяжения и стремится к такой форме, при которой площадь поверхности была минимальна. В силу этого, в равновесном состоянии ее форма близка к форме шарового сегмента, построенного на основании ворсинки. Из геометрических соображений (рис.3), с учетом угла смачивания θ_c и в силу малости диаметра ворсинки d_v высоту шарового сегмента вычислим приближенно по формуле $h_c = \frac{d_v}{2} tg\,\theta_c$. Зная высоту, объем шарового сегмента вычислим по формуле

$$V_c = \frac{1}{6}\pi\, h_c\,(h_c^2 + \frac{3}{4} d_v^2) \qquad (12)$$

где $0^0 < \theta_c < 90^0$ – угол смачивания материала покрытия.

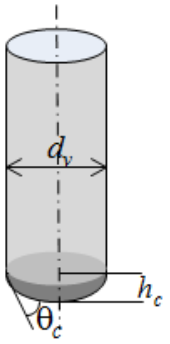


Рисунок 3 – Условная схема объема снятого материала

Поэтому, можно утверждать, что при остром угле смачивания материал покрытия налипает на всю торцевую площадь ворсинки, находящейся в области контакта с донором, и его объем вычисляется по формуле (12).

Для удобства численного решения представим объем снятого материала V_c в виде цилиндра с основанием равным площади сечения ворсинки. Тогда высоту цилиндра определим по формуле $\tilde{h}_c = V_c / S_{\text{сеч,v}}$.

С учетом сделанного предположения, ворсинка выходит из контакта с увеличенной длиной, равной $\tilde{l}_v = l_v + \tilde{h}_c$ и неоднородного состава. Она продолжает свое движение, охлаждаясь при этом за счет вентиляторного эффекта щетки в окружающей среде до контакта с обрабатываемой поверхностью.

Моделирование тепловых процессов в ворсинке при движении от донора к детали

Тепловые процессы в ворсинке в этой области опишем уравнением теплопроводности (8) вида

$$\rho_v\, C_{ef,v} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial l}\left(\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l}\right) - Q_g\,, \qquad 0 < l < \tilde{l}_v\,, \qquad (13)$$

граничным условием (3) на защепленном конце и условием теплообмена (9) на свободном торце ворсинки с учетом теплового сопротивления налипшего материала покрытия

$$-\frac{\lambda_d}{\tilde{h}_c}\frac{\partial T}{\partial l}\bigg|_{l=\tilde{l}_v} = \alpha_{to,g}\,(T - T_g)\big|_{l=\tilde{l}_v}\,, \qquad (14)$$

где λ_d – коэффициент теплопроводности материала донора, $\tilde{h}_c$ – толщина переносимого слоя покрытия.

В качестве начальной температуры принимается температура ворсинки после выхода из контакта с донором. Полагая, что ворсинка движется с заданной угловой скоростью (рис.4), и, зная угол между донором и деталью φ^0, определим время охлаждения ворсинки с переносимым материалом: $\Delta t_{oxl} = \varphi^0 / \omega$.

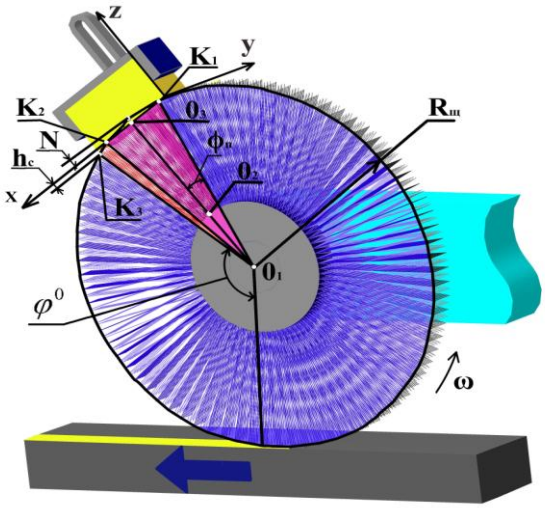


Рисунок 4 – Схема контакта ворсинок щетки с донором и деталью

В силу малости времени Δt_{oxl} и отсутствия нагрузок, напряженно-деформированное состояние в ворсинке с переносимым материалом покрытия полагаем неизменным.

Моделирование процессов в ворсинке при контакте с деталью

Последующий контакт ворсинки с деталью можно рассматривать как процесс сближения двух тел при наличии пластического слоя (материал покрытия) между ними.

В [23] для трибологической системы со смазкой была предложена упрощенная модель для описания течения между параллельными пластинами. Воспользуемся подобным подходом для определения толщины наносимого покрытия за один проход ворсинки по детали.

Рассматривая прослойку пластического материала покрытия как вязкую жидкость, и учитывая, что боковые нагрузки отсутствуют, прижимание ворсинки к детали может осуществиться только путем «выдавливания» части жидкости, что приводит ее к радиальному течению (рис.5). Поскольку толщина прослойки значительно меньше диаметра ворсинки, то, несмотря на многообразие действующих сил, движение жидкости имеет преимущественно радиальное направление. Учитывая что, радиальная компонента скорости значительно выше скорости сближения ворсинки к

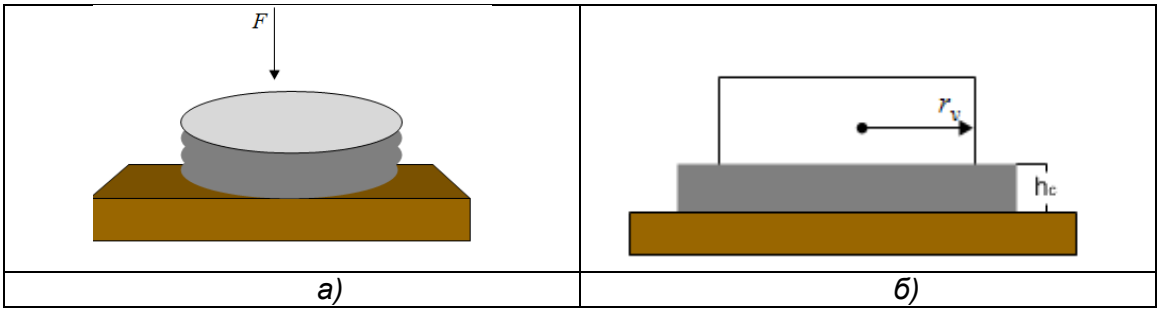


Рисунок 5 – Схема модели вытеснения пластического материала под действием прижимной силы ворса к детали: а) общий вид; б) схема для моделирования

детали, в цилиндрической системе координат, связанной с центром ворсинки, можно положить, что скорость течения жидкости имеет только радиальную координату, т.е. $\mathbf{v} = (v(z),0)$.

Основываясь на этом допущении, и при предположении, что течение квазистатическое и ламинарное, из системы уравнений Навье-Стокса для несжимаемых жидкостей в первом приближении найдем скорость течения в следующем виде

$$v = \frac{\partial p}{\partial r}\frac{z(z-\tilde{h}_c)}{2\eta}, \tag{15}$$

где p − давление в жидкости, η − динамическая вязкость материала покрытия, z − вертикальная координата, $\tilde{h}_c$ − толщина покрытия или величина сближения ворсинки к детали.

Из уравнения неразрывности (закон сохранения массы) следует, что объем жидкости через цилиндрическую поверхность радиуса r должен быть равен объему потока, возникающего при вертикальном движении ворсинки под действием приложенной силы. Тогда из этого равенства, для градиента давления можно получить следующее выражение: $\frac{\partial p}{\partial r} = 6\frac{\eta r \tilde{h}_c}{\tilde{h}_c^{\,3}}$.

Интегрируя по *r*, и учитывая граничное условие для давления $p_{r=R} = p_0$, где p_0 − внешнее давление, получим для давления следующее выражение

$$p = 3\frac{\eta \tilde{h}_c}{\tilde{h}_c^{\,3}}(r^2 - r_v^{\,2}) + p_0. \tag{16}$$

Нормальная сила, действующая на диск, находится как

$$F = \int_0^{r_v} 2\pi r\,(p(r) - p_0)dr. \tag{17}$$

Интегрируя (17) по времени при заданной силе *F* и учитывая выражение из (16) для разности давлений $p(r) - p_0$, получим следующее уравнение

$$\frac{2F}{3\eta\pi r_v^{\,4}}t = \frac{1}{2}\left(\frac{1}{\delta_h^{\,2}} - \frac{1}{\tilde{h}_c^{\,2}}\right). \tag{18}$$

Уравнение (18) связывает действующую на диск силу, начальное расстояние $\tilde{h}_c$, конечное расстояние δ_h, время действия силы t и вязкость материала прослойки η.

Учитывая, что время контакта ворсинки щетки с поверхностью детали определяется скоростью щетки, и зная прижимную силу торцевой поверхности ворсинки на поверхность детали, из (18) найдем величину, определяющую толщину мазка покрытия

$$\delta_h = \frac{1}{\sqrt{1/\tilde{h}_c^{\,2} + 4F\cdot t/(3\eta\pi r_v^{\,4})}}. \tag{19}$$

Более точное определение компонентов скорости движения пластической зоны для определения толщины покрытия требует решения трехмерных уравнений Навье-Стокса в полной постановке и приводит к значительным трудностям при разработке численного метода и большого времени счета даже для быстродействующих ЭВМ.

Математическая модель тепловых процессов в детали аналогична модели тепловых процессов в доноре с отличием лишь в длине ворсинок (если есть съем материала покрытия) и отсутствием эффекта теплового воздействия тока.

В качестве двумерной области для расчета температуры в детали рассматривается область, представляющая вертикальное сечение исходного бруска детали, верхняя граница которого контактирует с ворсинками щетки. По аналогии с донором, вводится связанная с деталью декартовая система координат Oxz. Поскольку деформационные процессы на детали незначительны, то при построении теплового баланса в детали энергию деформации не учитывали.

Уравнение теплового баланса в детали при сделанных предположениях имеет вид

$$\rho\, C_{ef}\,\frac{\partial T}{\partial t}=\frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda\frac{\partial T}{\partial x}\right)+\frac{\partial}{\partial z}\left(\lambda\frac{\partial T}{\partial z}\right),\quad (x,z)\in D,\quad t>t_0, \tag{20}$$

где $\rho=\rho(T)$, $\lambda=\lambda(T)$, $C_{ef}=C_{ef}(T)$ – соответственно плотность, теплопроводность и эффективная теплоемкость материала детали.

В качестве граничных условий рассмотрим следующие условия:

- на боковых поверхностях детали рассмотрим условия теплообмена с окружающей средой вида $-\lambda\left.\frac{\partial T}{\partial n}\right|_{\Gamma}=\alpha_{to}(T-T_g)$, где коэффициент теплоотдачи зависит от скорости движения детали;
- в случае контакта ворсинок щетки с деталью решаем сопряженную задачу ворсинки – деталь, с условием сопряжения и учетом тепловыделения за счет трения ворса о деталь

$$-\frac{\lambda_d}{\tilde{h}_c}\left.\frac{\partial T}{\partial z}\right|_{G_k}=-\lambda\left.\frac{\partial T}{\partial z}\right|_{G_k}+W,$$

где G_k – граница контакта ворсинок щетки с деталью на поверхности $z=0$; λ_d,λ – соответственно теплопроводность материала покрытия и детали; $\tilde{h}_c$ – высота слоя покрытия; $W=k_{mp,d}\,P_k\,v_{0,d}$ – мощность тепловыделения на поверхности трения, где $k_{mp,d}$ – коэффициент трения ворса с деталью, P_k – давление в контакте ворсинки со щеткой; $v_{0,d}$ – относительная скорость движения щетки и детали;

- на нижней границе области будем полагать, что температура не меняется, т.е. рассмотрим граничное условие 1 рода.

В качестве начальной температуры $T(x,z,t_o)=T_{\text{det}}$ возьмем температуру детали T_{det} в начальный момент времени.

Численный метод

Рассмотренная выше математическая модель в виде системы нелинейных взаимосвязанных дифференциальных уравнений в частных производных для определения теплового и напряженного деформированного состояния донора достаточно сложная. Поэтому найти ее решение в аналитической форме практически невозможно. Развитие средств вычислительной техники позволяет реализацию численных методов на достаточно мелких сетках. Причем, чем меньше сетка, тем более адекватно находится приближенное решение.

Метод дискретизации основных уравнений, используемый для получения вычислительных алгоритмов, во многом предопределяет качество численного решения и показатели эффективности вычислительной процедуры. Для дискретизации

и решения дифференциальных уравнений макромодели используется метод конечных объемов, который хорошо зарекомендовал себя при решении большого круга прикладных задач. Построенные из балансовых соотношений с помощью контрольного объема разностные схемы [20] обладают свойством баланса на сеточном уровне, что приводит к адекватному приближенному решению при разумном выборе. Для дискретизации по времени используется неявная схема Эйлера первого порядка точности, для диффузионных членов применяется схема центральных разностей, в результате чего приходим к нелинейным системам алгебраических уравнений. Полученные системы линейных алгебраических уравнений решаются итерационным методом.

Основным требованием, предъявляемым к разностным сеткам, было следующее: в области максимальных градиентов температуры плотность сетки должна быть увеличена. Поэтому, учитывая специфику процесса, для решения тепловой задачи в доноре сетку по пространственной координате x равномерно разрежали от первой и от последней точек контакта с ворсом по направлению к боковым границам области; в контактной области с ворсом построение сетки по x проводили с учетом размера диаметра ворсинки и плотности набивки ворса; по пространственной координате z сетку сгущали у верхней границы контакта со щеткой. Для решения тепловой задачи в ворсинках, при построении разностной сетки по длине ворсинки использовали принцип сгущения сетки к свободному концу ворсинки.

Для простоты и наглядности, приведем основу численного метода для нахождения распределения температуры по длине ворсинок в зоне I в каждый момент времени.

Исходную область расчета (длина ворсинки) $\overline{D_v} = [0, l]$, где 0 соответствует точке закрепления ворса на щетке, а l – другому свободному торцу ворсинки (может иметь контакт с донором) (рис.6), разобьем на контрольные объемы (ячейки) $[l_{k-0.5}, l_{k+0.5}]$, причем $\overline{D_v} = \bigcup_{k=1}^{N} [l_{k-0.5}, l_{k+0.5}]$.

Пусть $T = T(l,t)$ – температура в l-ой точке ворсинки в момент времени t. При переходе к сеточной области, определим температуру в контрольном объеме $T \approx \frac{1}{\Delta l} \int_{l_{k-0.5}}^{l_{k+0.5}} T(l,t)dl = T(l_k, t)$, как среднее значение температуры в этом объеме. Тогда в качестве неизвестных получим сеточные значения температур контрольных объемов $T_k = T(l_k, t)$.

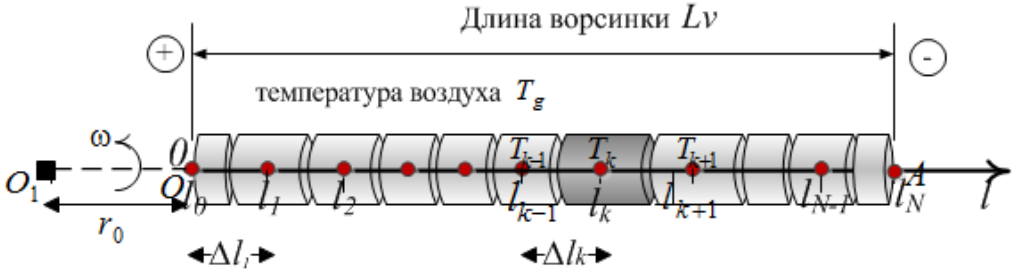


Рисунок 6 – Сеточная область $\{l_k\}$, $k = \overline{0, N}$ и контрольные объемы

Методом контрольного объема строили неявную разностную схему, аппроксимирующую дифференциальное уравнение (2) со вторым порядком точности на введенной сетке. Для этого, проинтегрируем уравнение (2) по внутреннему

контрольному объему $[l_{k-0.5}, l_{k+0.5}]$, окружающему сеточный узел l_k, в котором ищем решение (рисунок 6), и по промежутку времени

$$\int_{l_{k-0.5}}^{l_{k+0.5}} \int_{t-\Delta t}^{t} \left(\rho_v C_{ef,v} \frac{\partial T}{\partial t} \right) dl\, dt = \int_{l_{k-0.5}}^{l_{k+0.5}} \int_{t-\Delta t}^{t} \left(\frac{\partial}{\partial l} \left(\lambda_v \frac{\partial T}{\partial l} \right) + Q_{el}^{*} - Q_g \right) dl\, dt$$

и используя некоторые усреднения интегралов, получим неявную разностную схему вида для внутренних узлов сетки $k = \overline{1, N-1}$,

$$C_{ef,v;k}\, \rho_{v;k} \frac{T_k - \breve{T}_k}{\Delta t} = \frac{1}{\Delta l} \left(\lambda_{v;k+0.5} \frac{T_{k+1} - T_k}{\Delta l} - \lambda_{v;k-0.5} \frac{T_k - T_{k-1}}{\Delta l} \right) + Q_{el,k}^{*} - Q_{g,k}, \quad (21)$$

где $T_k = T(l_k, t)$, $\breve{T}_k = T(l_k, t - \Delta t)$ – соответственно температура в текущий t момент времени и в предыдущий $t - \Delta t$; $C_{ef,v;k} = C_{ef,v}(T_k)$, $\rho_{v;k} = \rho_v(T_k)$ – соответственно удельная теплоемкость и плотность контрольного объема в текущий момент времени; $\lambda_{v;k\pm0.5} = \dfrac{2\, \lambda_{v;k\pm1}\, \lambda_{v;k}}{(\lambda_{v;k\pm1} + \lambda_{v;k})}$ – коэффициент теплопроводности, вычисленный на границах контрольного объема в текущий момент времени, где $\lambda_{v,k} = \lambda_v(T_k)$; $Q_{el,k}^{*}$ – удельное количество энергии в контрольном объеме $[l_{k-0.5}, l_{k+0.5}]$, выделившееся за счет сил электрического тока; $Q_{g,k}$ – количество тепла, уходящее через боковую поверхность контрольного объема за счет теплообмена с окружающим газом.

Здесь $Q_{el,k}^{*} = I^2 R_k / V_{v,k}$, где I – сила тока [а], проходящего через проводник на участке $[l_{k-0.5}, l_{k+0.5}]$; $R_k = R_0(1 + \alpha(T_k - T_0))$ – сопротивление [ом] этого участка, Δt – время действия тока [с]; сопротивление R_0 найдем по формуле $R_0 = \dfrac{\rho_{уд.с} \cdot \Delta l_k}{S_{сеч,v}}$, где $\rho_{уд.с}$ – удельное сопротивление [ом·мм^2/м] материала проводника при 20 ^{0}С, $V_{v,k} = S_{сеч,v} \Delta l_k$ – занимаемый объем [м^3], $S_{сеч,v}$ - площадь поперечного сечения проводника [м^2].

Граничное условие (3) на защемленном конце ворсинки перепишем в виде

$$T_0 = T_{v,inp}.$$

Граничное условие сопряжения ворсинки с донором (4) аппроксимируем неявной разностной схемой второго порядка точности по пространственной переменной, используя основное уравнение (2) для ворсинки и уравнение (10) для донора

$$T_0 = T_{v,inp}. \quad (22)$$

Граничное условие сопряжения ворсинки с донором (4) аппроксимируем неявной разностной схемой второго порядка точности по пространственной переменной, используя основное уравнение (2) для ворсинки и уравнение (10) для донора

$$[eC_v\rho_v+(1-e)C_d\rho_d]\frac{T_N-\bar{T}_N}{\Delta t}=\frac{1}{0.5(\Delta l_N+\Delta z_1)}\left(\lambda_d\frac{T_{im,1}-T_{im,0}}{\Delta z_1}-\lambda_v\frac{T_N-T_{N-1}}{\Delta l_N}\right)+$$

$$+\frac{1-e}{\Delta x_m}\left(\lambda_d\frac{T_{im+1,0}-T_{im,0}}{0.5(\Delta x_m+\Delta x_{m+1})}-\lambda_d\frac{T_{im,0}-T_{im-1,0}}{0.5(\Delta x_m+\Delta x_{m-1})}\right)+(1-e)\,Q^*_{el,d}+e\,Q^*_{el,v}-$$

где

$$-eQ_{g,N}+\frac{1}{0.5(\Delta l_N+\Delta z_1)}W_{fm}\,, \qquad (23)$$

$e=\dfrac{\Delta l_N}{0.5(\Delta l_N+\Delta z_1)}$; C_v, C_d – удельная теплоемкость ворсинки и донора, ρ_v, ρ_d – плотность ворсинки и донора в точке контакта; $T_N=T_{i_m,0}$, T_N – температура конца ворсинки, $T_{i_m,0}$ – температура на поверхности донора в точке контакта ворсинки с донором $(x_{i_m,0})$; $Q^*_{el,v}$, $Q^*_{el,d}$ – соответственно удельное количество энергии, выделившееся за счет сил электрического тока в прилежащем контрольном объеме на поверхности донора со стороны ворсинки и донора; $Q_{g,N}$ – количество тепла, уходящее через боковую поверхность элементарного объема ворсинки за счет теплообмена с окружающим газом, W_{fm} – мощность тепловыделения от трения в точке поверхности донора $(x_{i_m,0})$.

Система уравнений (21)-(23) – система (N+1) уравнений относительно (N+1) неизвестных $T_k=T(l_k,t)$ (температуры одиночной ворсинки по ее длине в момент времени t) и неизвестной температуры в доноре $T_{im,1}$ (в точке донора (x_{i_m},z_1)). Для ее замыкания необходимо построить разностную аппроксимацию для $T_{im,1}$. Для этого необходимо рассмотреть уравнение теплового баланса в доноре и построить соответствующие аппросимирующие разностные схемы для неизвестных $T_{i,k}$ (значения температуры в доноре в выбранных узлах сетки (x_i,z_k)). Построение разностных схем проводится аналогично [10, 21] и в работе не приводится.

Необходимость выбора неявной разностной схемы и построения итерационного процесса для ее решения, диктовалась спецификой задачи: поскольку в области контакта с донором возникали значительные градиенты температуры, то использование явных схем для устойчивого решения требовало слишком жесткие ограничения на соотношения сеточных шагов.

Общая структура алгоритма для нахождения тепловых полей в ворсинках и доноре представлена на рис. 7.

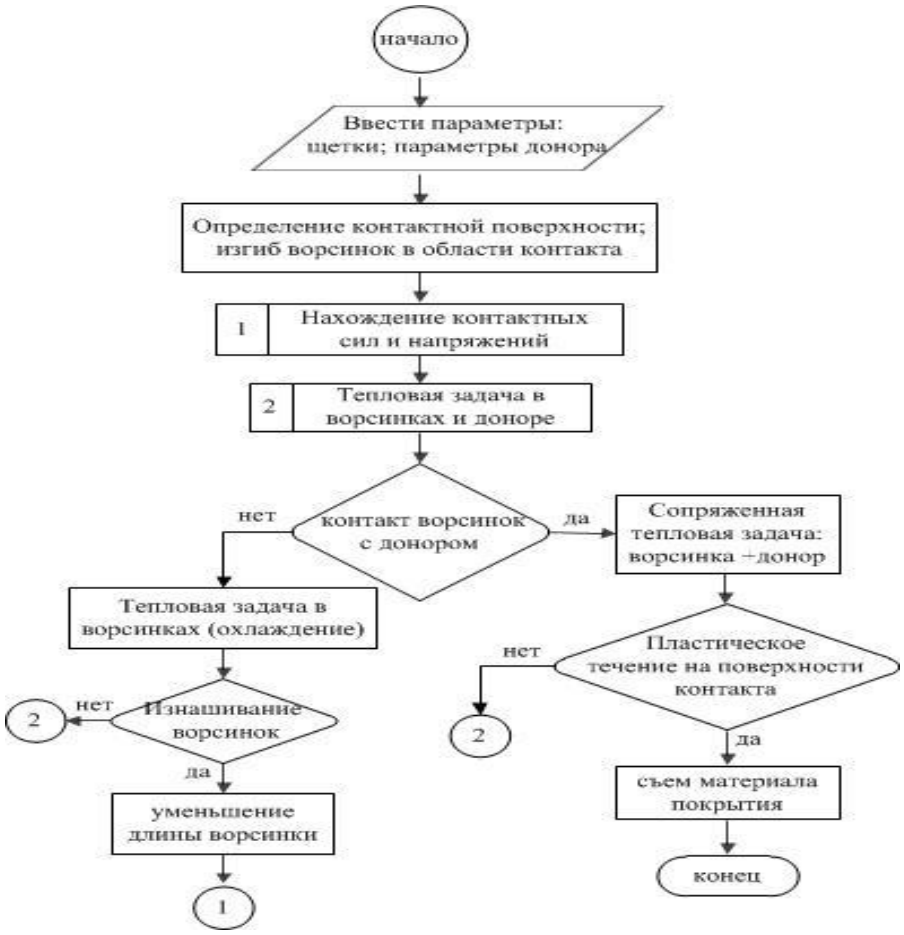


Рисунок 7 – Блок-схема алгоритма моделирования тепловых процессов

В начальный момент времени во всех ячейках расчетной области (ворсинки, донор, деталь) устанавливается начальная температура нулевое значение перемещений, как в доноре, так и в детали. На каждом шаге по времени производится определение основных характеристик модели.

Численное решение задачи находим по аналогии с работой [10], где приведен численный алгоритм решения тепловой задачи в ворсинках, когда нет электрического тока при контакте ворсинки с донором. Строится итерационный метод, который приводит к решению системы линейных уравнений с трехдиагональной матрицей. Полученную систему уравнений решаем методом прогонки. Итерационный процесс прекращается, когда достигнутый уровень невязки между итерационными приближениями достигает требуемой заданной точности, например, $\left|T_k^{(s+1)} - T_k^{(s)}\right| \le \varepsilon$, $\varepsilon = 0.001$. Тогда найденные значения $T_k^{(s+1)}$ принимаем за решение T_k на временном слое t. Решение находится рекуррентно по временным слоям с шагом по времени Δt порядка 10^{-4} -10^{-5} с, который выбирался исходя из специфики численного алгоритма.

Результаты численных расчетов

С использованием разработанного программного обеспечения, реализующего построенную в работе модель тепловых процессов, было проведено численное моделирование ДПГИ с подачей электрического напряжения при различных разумных комбинациях параметров технологического процесса.

Данные по распределению тепловых полей по длине ворса щетки и донору при их фрикционном взаимодействии в процессе формирования покрытий способом ДПГИ с подачей электрического напряжения получены применительно к следующим

входным параметрам: радиус щетки $R_{щ} = 90$ мм, линейная скорость вращения щетки $v = 30$ м/с, натяг щетки (относительно донора) $N_1 = 1$ мм, ширина щетки $b = 15$ мм, плотность набивки ворса $n_v = 0.4$, длина ворса $l_v = 40$ мм, диаметр ворса $d_v = 0.25$ мм, материал ворса – ст 55СГС, начальная температура ворсинок и щетки 20^0 С, температура окружающей среды 20^0 С, сила тока, протекающего через ворс щетки и донор, - 20 А. В качестве донора использовался образец в виде бруска 20 ×15×40 мм, полученный методом порошковой металлургии путем спекания порошка чистого хрома. Термические константы веществ заимствовались из справочника [18], а для моделирования выбиралась неравномерная сетка в доноре размера 160 ×61, и неравномерная по длине ворсинки размера *N*=51.

Ниже приведем некоторые результаты расчета численных экспериментов.

В области контакта с поверхностью донора ворсинки щетки испытывают изгиб (рис.8). Максимальный натяг ворсинок наблюдается в центре контакта с донором и к границам ослабевает. Поэтому в точках контакта с донором формируются различные контактные напряжения со стороны ворса на поверхность донора.

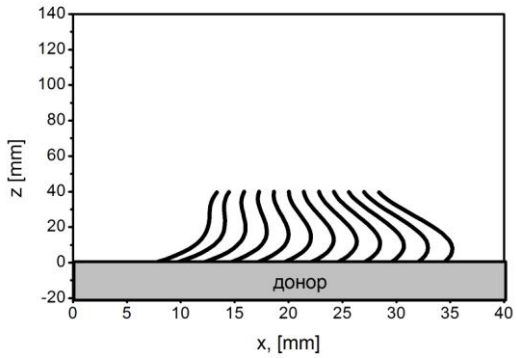


Рисунок 8 – Изгиб ворсинок в области контакта с поверхностью донора

Из-за больших напряжений и скорости движения щетки, в точках контакта из-за трения возникают тепловые источники. Видно, что на участке трения (рис.8) – граница ворсинок с донором, происходит сильное выделение тепловой энергии (рис.9). Выделенная теплота нагревает донор и контактируемые ворсинки. После выхода из контакта, ворсинки охлаждаются в окружающей среде, в то время как поверхность донора в области контакта подвергается фрикционному нагреву

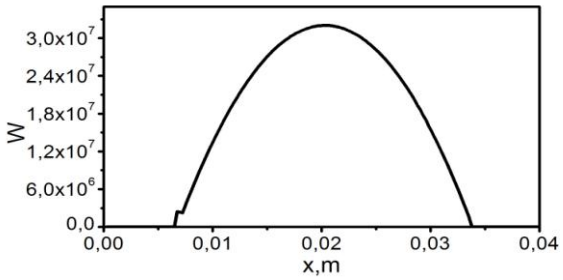


Рисунок 9 – Мощность тепловыделения от фрикционного нагрева на поверхности контакта

Приведем некоторые результаты по температурным полям в ворсинках и доноре в разные моменты времени.

На рис. 10 показано температурное поле донора на момент времени, соответствующему пути перемещения первой ворсинки от точки входа в контакт с донором до ее выхода их контакта (граница $К_1$ $К_2$ из рисунка 1). При временном шаге $\Delta t = 1.65e-5$ с этого время составит *t*=0.00089с.

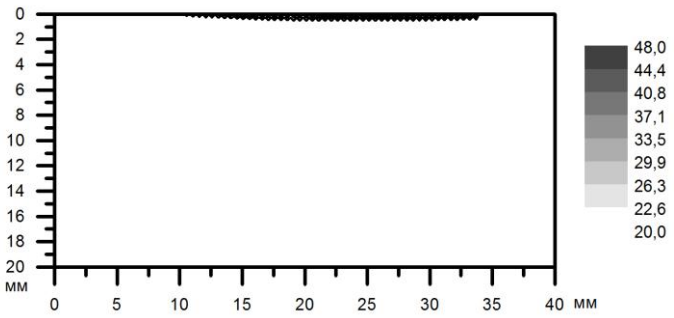


Рисунок 10 – Распределение температуры в доноре в момент времени *t*=0.00089с.

В силу фрикционного нагрева верхняя часть донора прогревается до 48^{0}С в отдельных точках поверхности (рис.10). При более детальном изображении фрагмента верхней части донора с наибольшей температурой (рис.11), видно, что нагрев донора происходит неравномерно. Левая часть этой области прогревается меньше, что объясняется охлаждением ее с приходом на ее место новой еще холодной ворсинки в процессе движения щетки и нагревом от трения. В центральной части формируется более высокая температура, поскольку здесь выделяется большая мощность тепла от трения, а также нагрев со стороны пришедших уже частично нагретых ворсинок.

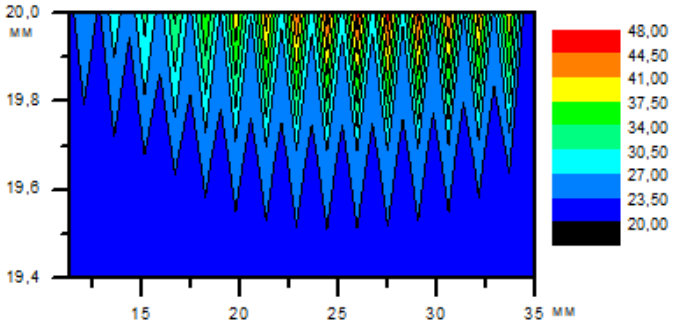


Рисунок 11 – Распределение температуры во фрагменте верхней части донора при *t*=0.00089с

Для анализа температуры ворсинок для определенности ниже выбираем первую ворсинку, вошедшую в контакт с донором, и ее дальнейшее изменение температуры со временем.

Температура первой ворсинки, прошедшей фрикционный путь по донору, изменяется лишь на конце (рис.12). Видно, что свободный конец ворсинки, который контактировал с донором, прогревается выше, чем остальная часть, которая практически не нагревается.

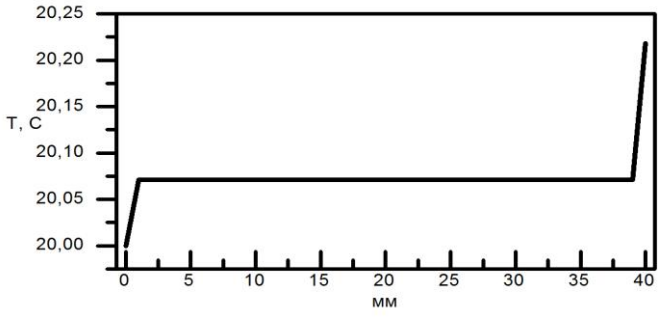


Рисунок 12 – Распределение температуры по длине ворсинки при *t*=0.00089с

Нагрев различных точек поверхности донора со временем иллюстрирует рис.13, где координата x=6,7 мм от левого края донора соответствует первой точке контакта; x=20,0 мм – центральной; x=33,5 мм − последней точке контакта с ворсом.

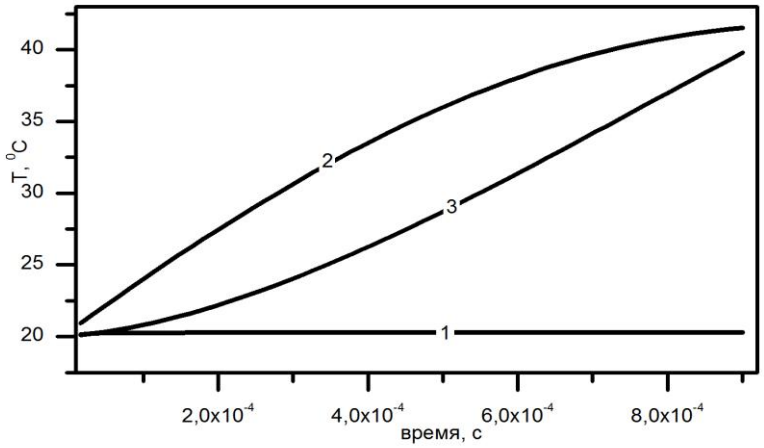


Рисунок 13 – Изменение температуры от времени в различных точках на поверхности донора при z=0: 1 – x=6,7 мм; 2 – x=20,0 мм; 3 – x=33,5мм

Первая точка контакта (линия 1 на графике) практически не нагревается, что объясняется контактом с еще не нагретыми ворсинками и незначительным тепловыделением от трения. В центральной точке (линия 2) наблюдается значительный рост температуры, связанный с мощность тепловыделения от трения и приходом в эту точку уже нагретых ворсинок. В точке выхода ворсинок из контакта температура начинает расти и к последнему моменту времени почти достигает температуру в центральной точке.

Изучим температурные поля в доноре и ворсинках после одного оборота щетки, т.е. при времени t=0.019с.

Верхняя часть донора прогревается до 65^0С, большая температура наблюдается в области выхода ворсинок из контакта (рис.14).

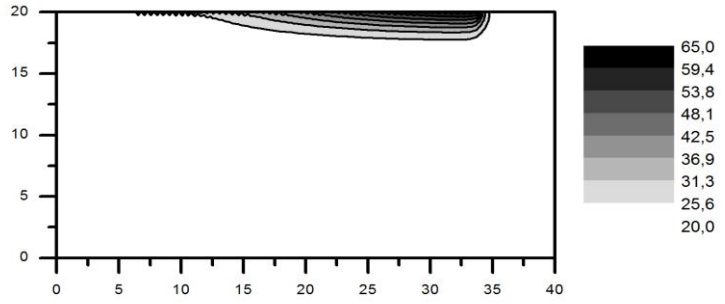


Рисунок 14 – Распределение температуры в доноре в момент времени t=0.019с.

При более детальном изучении фрагмента области максимального нагрева (рис.15) наблюдается значительная неравномерность температурного поля.

После одного оборота щетки, левая часть верхней области прогревается меньше, что связано с приходом все еще не нагретых ворсинок. В то время как в области выхода ворсинок из контакта температура растет выше.

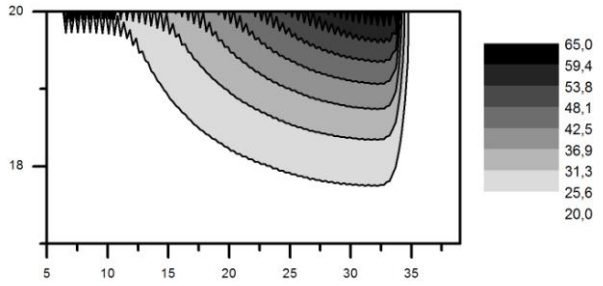


Рисунок 15 – Распределение температуры во фрагменте верхней части донора при t=0.00089с

Приведем температуру донора после 10 оборотов щетки, t=0.188с.

Температура поверхности донора к этому моменту времени достигает в некоторых точках до 240 С (рис.16).

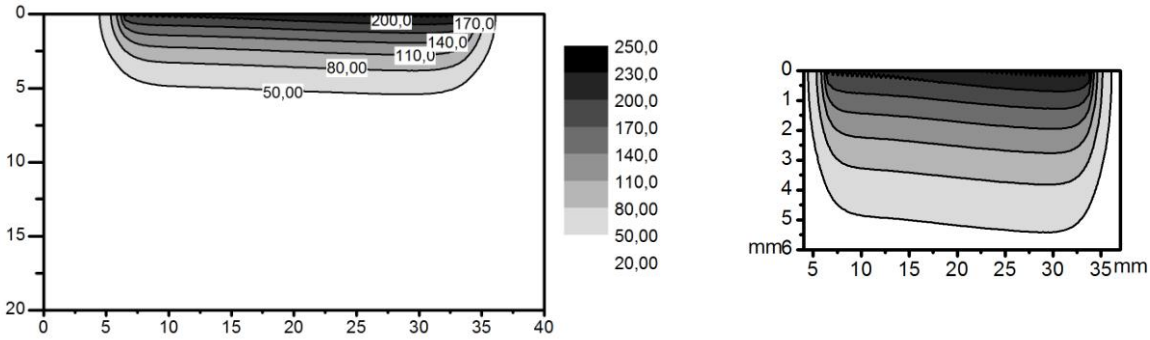


Рисунок 16 – Распределение температуры в доноре и в фрагменте области в момент времени *t*=0.188с.

Наблюдается выравнивание температуры по глубине донора (на расстоянии порядка 6мм от поверхности контакта). Конец ворсинки к этому времени прогревается до 212 С.

Изучим температурные поля в доноре и ворсинках через 0.94с с момента работы щетки, что соответствует 50 оборотам щетки.

Температурное поле в доноре представлено на рис.17, в отдельных точках на границе температура достигает даже до 800 С.

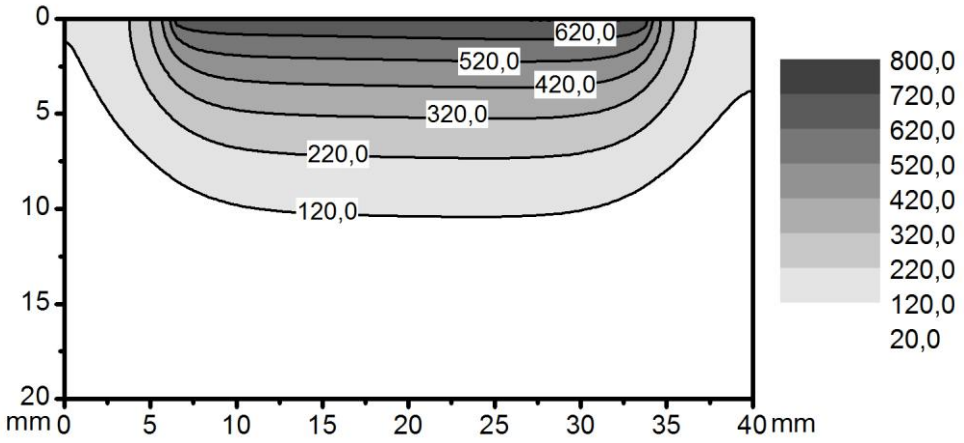


Рисунок 17 – Распределение температуры в доноре при *t*=0.94с.

Динамика температуры в различных точках по глубине донора приведена для *t*=0.94с на рис. 18.

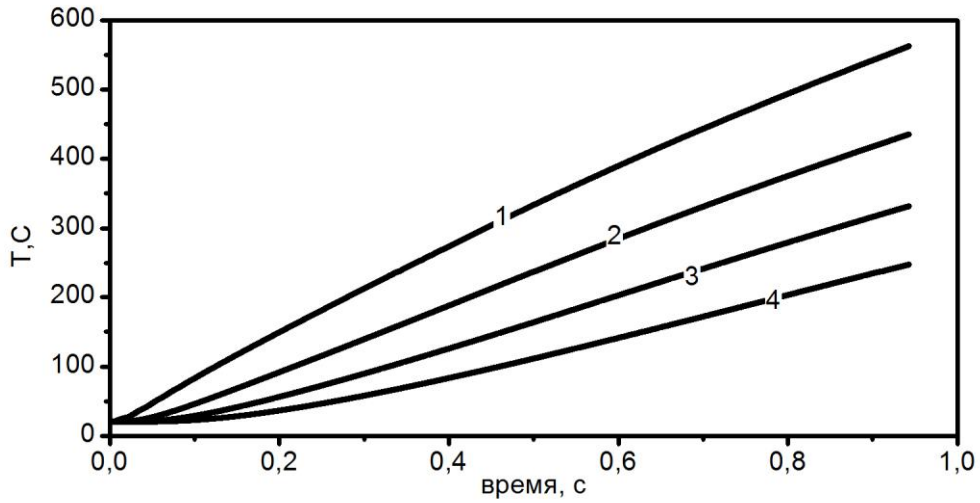


Рисунок 18 - Динамика температуры в различных точках по глубине внутри донора при x=20мм: 1 – z=1,28 мм; 2 – z=2,6 мм; 3 – z=4,0 мм; 4 – z=5,5 мм

Динамика температуры в различных точках контакта с ворсом на поверхности донора (рис. 19) характеризуется тем, что температура точек поверхности, контактирующей с ворсинками, практически выравнивается и максимальная остается при выходе из области контакта (линия3).

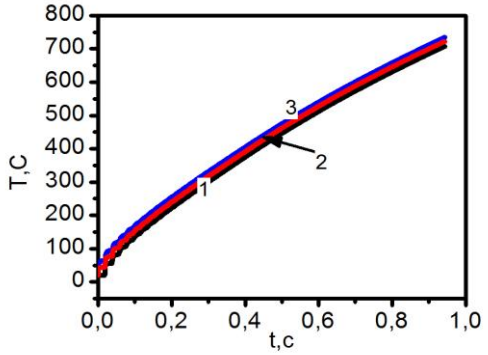


Рисунок 19 – Динамика нагрева температуры в точках на поверхности донора z=0: 1 – x=6,7 мм; 2 – x=20,0 мм; 3 – x=33,5мм

Как показывает анализ температур в доноре, на этот момент времени донор еще не подготовлен для снятия материала, хотя он равномерно прогревается в области контакта.

Для исследования температуры конца ворсинок рассмотрим график динамики изменения температуры незакрепленного конца ворсинки и нескольких точек на расстоянии от конца ворсинки со временем (рис. 20).

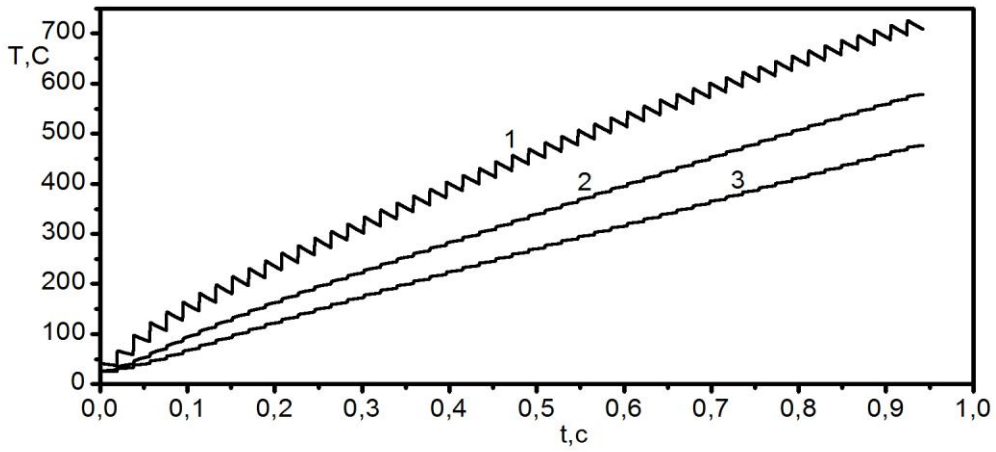


Рисунок 20 – Изменение температуры в точках ворсинки со временем: 1 – конец ворсинки; 2 – на расстоянии 0.8 мм от конца; 3 – на расстоянии 1.6 мм от конца

Отметим, что волнообразный характер температуры конца ворсинки (рис. 20 – *1*), указывает на смену зон в тепловом процессе, описанном выше в модели, и показывает насколько ворсинка нагревается и охлаждается за время одного оборота щетки. На более далеком расстоянии от торца ворсинки, например, на расстоянии 0.8 мм и 1.6 мм от торца, температура изменяется более плавно, чем ближе к ее концу. Это объясняется тем, что основным является процесс теплопередачи за счет теплопроводности материала, в то время как конец ворсинки получает мгновенный источник тепла от фрикционного контакта.

Из полученной зависимости распределения температуры по длине ворсинки в момент времени *t*=0.94с (рис. 21) видно, что незакрепленный конец ворсинки значительно прогревается со временем и достигает температуры 700 ^{0}C. В данном случае чрезмерный нагрев может стать причиной ухудшения качества покрытия и ослабления натяга вследствие интенсивного износ ворса. Во избежание этого следует предусматривать контроль температуры ворса.

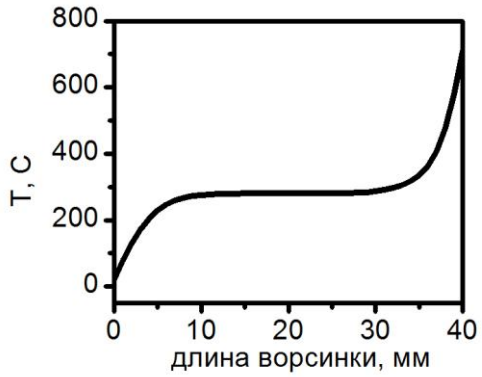


Рисунок 21 – Распределение температуры по длине ворсинки при *t*=0.94с

Аналогично, можно проанализировать температурное поле донора и распределение температуры в ворсинках в любой момент времени.

Так например, при работе щетки в течении 5с, в доноре формируется пластическая область практически под всей поверхностью контакта со щеткой и до глубины 5 мм (рис.22), что создает хорошие предпосылки для стабильного протекания процесса плакирования с точки зрения налипания микрочастиц материала донора на кончики ворсинок, переноса их на поверхность обрабатываемой детали и формирования качественного слоя покрытия.

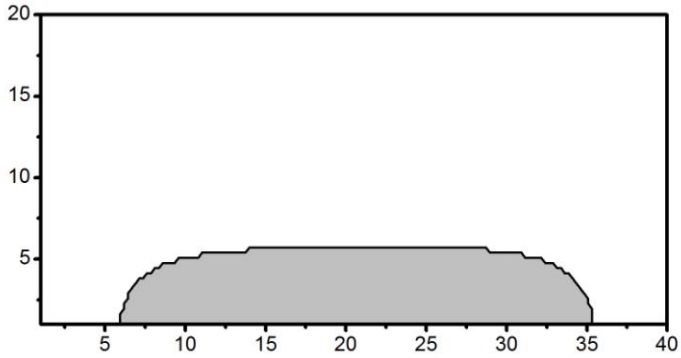


Рисунок 22 – Область пластического течения в материале донора в момент времени t=5с.

При этом количество и объем переносимых, частиц больше аналогичных, чем при традиционном плакировании. Как свидетельствуют экспериментальные данные, сформированный слой покрытия при ДПГИ с подачей электрического напряжения (рис. 23 – *б*), отличается большей размытостью и сглаженностью частиц материала покрытия в направлении вращения щетки.

Выводы. Разработанные вычислительные алгоритмы и описывающие их компьютерные программы, на основе численного моделирования макропроцессов деформации и теплообмена при формировании покрытий

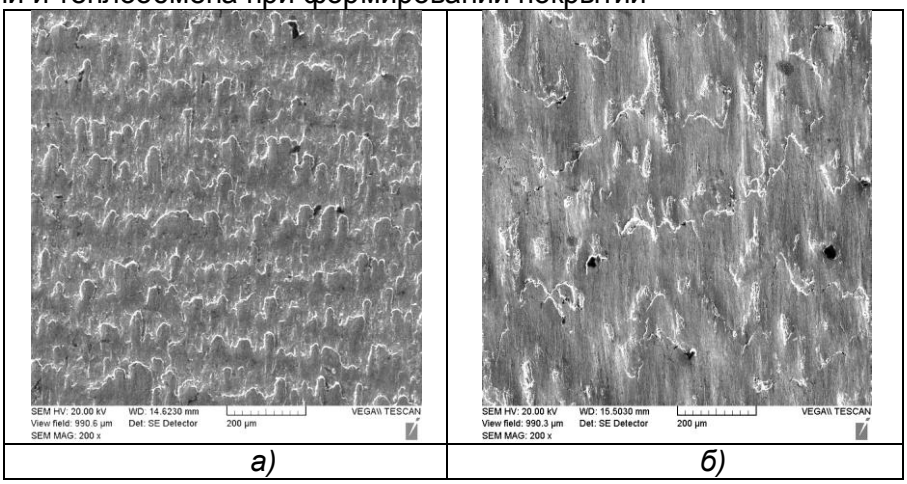


Рисунок 23 – СЭМ-фото рельефа поверхности хромовых покрытий сформированных способом ДПГИ без подачи (*а*) и с подачей (*б*) электрического напряжения

методом ДПГИ с подачей электрического напряжения, позволяют решить задачи по расчету температурных полей в поверхностном слое донора и ворсе щетки, с учетом тепловых потоков, возникающих от трения ворса по поверхности донора и сопряженных тепловых потоков в доноре и ворсе. Разработанная модель и программный комплекс позволяют анализировать тепловое состояние донора и ворса с учетом различных конструктивно-технологических параметров процесса плакирования с подачей электрического напряжения. Как показывают результаты численного моделирования, дополнительное тепло от электрического тока, способствует более равномерному разогреву донора до области пластического течения, в отличие от модели, предложенной авторами в [10]. Благодаря этому происходит стабильный съем больших по микрообъему частиц материала донора в состоянии, обеспечивающем формирование более размытого и сглаженного слоя покрытия, нежели при традиционном плакировании. Есть основания полагать, что подобный слой оказывает влияние на угол смачивания контактирующих материалов, и, как следствие, адгезионную прочность покрытия. В связи с чем, создаются хорошие предпосылки для наращивания толщины слоя покрытия, при увеличении числа проходов щетки по поверхности обрабатываемой детали.

Данные моделирования показывают, что взаимодействующий с донором (свободный) конец ворсинки гибкого инструмента прогревается на незначительную длину. Но при некоторых технологических режимах процесса плакирования температура его нагрева может достигнуть 1000 ^{0} С, что неизбежно приведет к снижению стойкости гибкого инструмента.

Таким образом, разработанная модель и программный комплекс, посредством численного моделирования, позволяют обоснованно выбрать рациональные режимы формирования покрытий методом ДПГИ с подачей электрического напряжения.

Список литературы:

1. Серебренник Ю.Б., Обработка деталей вращающимися металлическими щетками. Пермь: ЦБТИ Пермского совнархоза, 1960. 59 с.

2. Перепичка, Е.В. Очистно-упрочняющая обработка изделий щетками / Е.В. Перепичка. – М. : Машиностроение, 1989. – 135 с.

3. Папшев Д.Д., Кургузов Ю.И. Упрочнение закаленных поверхностей вращающимися металлическими щетками // Обработка высокопрочных сталей и

сплавов инструментами из сверхтвердых синтетических материалов: Межвуз. тематич. сб. на-учн. тр. Куйбышев: КАИ, 1978. С. 131-137.

4. Белевский, Л.С. Пластическое деформирование поверхностного слоя и формирование покрытия при нанесении гибким инструментом / Л.С. Белевский. – Магнитогорск: Изд-во Магнитогор. лицея РАН, 1996. – 230 с.

5. Анцупов, В.П. Теория и практика плакирования изделий гибким инструментом / В.П. Анцупов. – Магнитогорск : МГТУ им. Г.И. Носова, 1999. – 241 с.

6. Витязь П.А., Леванцевич М.А. Работоспособность изделий плакированных композиционными покрытиями / П.А. Витязь, М.А.Леванцевич // Перспективные материалы и технологии. Под. ред. В.В. Клубовича. - Витебск: Изд-во УО «ВГТУ». – 2013. – С. 275 – 301

7. Леванцевич, М.А. Улучшение эксплуатационных характеристик деталей поверхностным модифицированием методом плакирования гибким инструментом / М.А. Леванцевич, Н.Н. Максимченко // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2015. – № 10. – С. 16–20.

8. Белевский Л.С., Белевская И.В. Фрикционный и электрофрикционный способы нанесения покрытий // Обработка сплошных и слоистых материалов. – 2012.- вып. №38 с. 158 - 163

9. Леванцевич, М.А. Формирование покрытий деформационным плакированием с подачей электрического напряжения / Леванцевич М.А., Максимченко Н.Н., Шелег В.К., Пилипчук Е.В., Юруть Е.Л., Дема Р.Р. // Перспективные материалы и технологии : сб. статей Междунар. симпозиума, Витебск, 22–26 мая 2017 г. в 2-х ч. / УО «ВГТУ»; под ред. В.В. Рубаника. – Витебск: УО «ВГТУ», 2017.– Ч. 1. – С. 183–186.

10. Леванцевич, М.А. Математическое моделирование тепловых процессов при деформационном плакировании гибким инструментом / М.А. Леванцевич, Г.Ф. Громыко // Перспективные материалы и технологии: монография. В 2-х т. Т. 2 / А.В. Алифанов [и др.]; под ред. В.В. Клубовича. – Витебск: УО «ВГТУ», 2017. – Глава 20. – С. 378–405.

11. Сивухин Д. В. Общий курс физики. — М.: Наука, 1977. — 688 с.

12. Нащокин В.В. Техническая термодинамика и теплопередача. Учеб пособие для неэнергетических специальностей вузов. – М. Высш. школа. – 1975. – 496 с.

13. Амосов, А.П. Элементарные теплофизические модели трения / А.П. Амосов – Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2011. – Т. 13, № 4(3). – с. 656–662.

14. Рюденберг Р. Переходные процессы в электроэнергетических системах. М.: Изд-во иностранной лит, 1955. 716 с.

15. Theoretical background and aspects of electrotechnologies. Physical principles and realization. Intensive Course Basic I.: учеб. пособие / B. Nacke, E. Baake, S. Lupi, F. Dughiero, M. Forzan, J. Barglik, D. Dolega, A. Jakovics, S. Pavlovs, А. И. Алиферов, Л. П. Горева. - : St.Petersburg: Publishing house of ETU, 2012. – 356 с.

16. Мисник И.Б. Ручная дуговая сварка металлов [Учеб. Пособие для сред. ПТУ]. – Мн.: Выш. школа, - 1981. – 207 с.

17. Кургузов, Ю.И. Упрочнение кромок лопаток рабочих колес газотурбинных двигателей / Ю.И. Кургузов, М.Ю. Кургузов – Вестник Самарского государственного технического университета. Серия: технические науки. 2010. – № 4. – с. 120–127.

18. Платов С.И., Дема Р.Р., Зотов, А. В. Модель формирования толщины плакированного слоя на деталях пар трения технологического оборудования. – Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. 2013. - №1. – с. 69-72.

19. Глушко В.П. Термические константы веществ. Справочник. Под ред. В.П. Глушко. // Вып. IV, М.: Изд-во АН СССР, 1970; вып. V, 1971; вып. VII, 1974.

20. Александров А.В., Потапов В.Д. Основы теории упругости и пластичности. М.:Высш.шк.,1990.-400 с.

21. Самарский А.А., Николаев Е.С. Методы решения сеточных уравнений. М.: Наука, 1978. – 592 с.

22. Патанкар С. Численные методы решения задач теплообмена и динамики жидкости. – М.: Энергоатомиздат, 1984. – 154 с.

23. Попов В.Л. Механика контактного взаимодействия и физика трения. От нанотрибологии до динамики землетрясений. – М.: Физматлит, 2013. – 352 с.

Глава 16 ОСНОВЫ ВОДОРОДНОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ (*обзор*)

М.В. Гольцова, Г.И. Жиров
Белорусский национальный технический университет,
г.Минск, Республика Беларусь
pmstm@bntu.by

В данной главе рассмотрены и проанализированы первые принципы и фундаментальные основы новой области материаловедения и металлофизики – водородной обработки материалов.

Введение

Взаимодействие водорода с металлами и металлическими материалами всегда привлекало внимание многочисленных исследователей в связи с тем сильным и необратимым отрицательным воздействием, которое оказывает водород на материалы, – явлением, известным под общим названием «водородная деградация». С начала XX века, водородная деградация сталей часто оказывалась причиной многочисленных катастрофических аварий, и изучалась металловедами и металлофизиками весьма и весьма интенсивно [1]. Эта проблема не теряет своей актуальности и в настоящее время [2-4].

Первой ласточкой возможности использования водорода для улучшения структуры и свойств металлических материалов стала пионерская работа американских ученых немецкого происхождения Цвиккера и Шляйхера: в 1959 году американское патентное бюро выдало им, возможно, первый в мире патент на способ улучшения технологических свойств металла в присутствии водорода, а именно – горячей обрабатываемости титановых сплавов [5]. История развития водородной обработки материалов (ВОМ) описана в [6]. В 1970-х годах в СССР началось систематическое исследование по благоприятному влиянию водорода на свойства металлических сплавов. Первая работа по улучшению водородом технологической пластичности высокоалюминиевых титановых сплавов была опубликована в 1972 г. и к настоящему времени направление термоводородной обработки титана и его сплавов широко развито технологически и применяется на практике [7-8].

В 1972 г., было открыто явление водородофазового наклепа (ВФН) [9]. Сущность его состоит в том, что посредством водорода и вызываемых им гидридных превращений можно сильно и управляемо упрочнять металлы, изменять их физические свойства. После эвакуации водорода из металла изделие остается упрочненным, без изменения его размеров и формы. Особая ценность ВФН состоит в том, что он позволяет упрочнить металлы, не обладающие полиморфизмом. Таким образом, было точно установлено, что при определенных условиях водород и индуцируемые им фазовые превращения могут весьма успешно использоваться для обработки гидридообразующих металлов с целью улучшения их структуры и свойств.

К началу XXI века накопленные знания многочисленных исследователей аккумулировались на международных конференциях [10-13], труды которых публиковались в международных реферируемых журналах с высоким рейтингом [14-15]. Как уже было сказано выше, развивалась не только теория, но технологии водородной обработки материалов [16] и развитие данной отрасли науки и технологии продолжается в наши дни, что обусловлено нарастающей потребностью в функциональных материалах для водородной энергетики и надежности их эксплуатации. В этом обзоре мы суммируем современные знания по применению водорода как легирующего элемента: первые принципы, на которых базируется водородная обработка материалов (ВОМ), возможности водородного воздействия на полиморфные и неполиморфные металлы, а также исключительную роль, которую играют внутренние напряжения в системах металл-водород. Кроме этих вопросов,

составляющих теорию ВОМ, мы рассмотрим так же некоторые примеры применения ВОМ-технологий.

1.ВОМ: Первые принципы

Как известно, первые принципы – это основополагающие суждения [17]. В физике и других науках теоретическая работа называется первыми принципами или ab initio, если она начинается непосредственно на уровне установленной науки и не делает предположений, таких как эмпирическая модель и подгонка параметров [17]. Есть свои первые принципы и у ВОМ. В начальной форме они были сформулированы в [18], затем развиты в [19-20], и кратко состоят в следующем.

Системы металл-водород являются сплавами внедрения. Если обратить внимание на диффузионную подвижность внедренных атомов водорода и атомов матрицы, то становится очевидным, что подсистемы водорода и металла отличаются принципиальным образом. При условиях, близких к нормальным, коэффициент диффузии атома водорода больше, чем коэффициент диффузии атома металла в 10^{20}–10^{30} раз. Эта особенность кардинально отличает системы металл-водород от других термодинамических систем. Даже по одному этому параметру системы водород–металл занимают особую позицию по сравнению с другими системами внедрения (материал–углерод или азот, или бор, или т.д.), поскольку коэффициент диффузии водорода намного больше (до 10^{12} раз), чем коэффициент диффузии больших атомов внедрения. Это различие определяет уникальную природу систем металл-водород, проявляющуюся в следующих особенностях:

– диффузия водорода возможна до очень низких температур, и не может быть подавлена охлаждением вплоть до температуры жидкого гелия либо сколь угодно большой экспериментальной скоростью охлаждения;

– диффузия атомов металлической матрицы может быть полностью подавлена при низких температурах: ($T < (0.2–0.4)T_{пл}$, где $T_{пл}$ есть точка плавления).

Водородное воздействие на металлические материалы является комплексным и включает в себя несколько компонент [19]: физическую, химическую, физико-химическую и механическую.

Физическая компонента водородного воздействия проявляется в изменении электронной структуры материала, возможных изменениях фононного спектра кристаллической решетки матрицы, увеличении равновесной концентрации вакансий. Соответственно, сильно увеличивается диффузионная подвижность атомов компонентов сплавов (как атомов замещения, так и внедрения), а также возникают взаимодействия водорода с дефектами кристаллической решетки, и т.п.

Химическая компонента водородного воздействия обусловлена тем, что водород – высокоактивный реагент и восстановитель. Это позволяет осуществлять непрямое легирование матрицы путем реакций водорода с оксидами, карбидами, модифицировать поверхностные слои материала, принципиально ускорять все процессы порошковой металлургии и т.д.

Физико-химическая компонента водородного воздействия состоит в том, что водород приводит к потере материалом термодинамической стабильности и, соответственно, к нарушениям термодинамических условий существования материала и его отдельных фаз. В результате возникает необходимость в гидридных и других, индуцированных водородом фазовых превращениях. Это явление классифицируется как «искусственный», индуцированный водородом полиморфизм [20]. Кроме того, изменяются и термодинамические условия для осуществления природного полиморфизма (Ti, Zr и др.): критические точки, механизм и кинетика фазовых переходов, морфология и химический состав продуктов превращений.

Механическая компонента водородного воздействия обусловлена тем, что водород, растворенный в материале, является примесью внедрения, вследствие чего вызывает сильное расширение кристаллической решетки. Расширение кристаллической решетки при растворении атомов водорода приводит к упругому (деформационному) дальнодействующему взаимодействию атомов водорода в

кристаллической решетке металла. Такое взаимодействие имеет характер притяжения. Одно из первых основных направлений изучения систем металл-водород включало в себя рассмотрение металлической подсистемы как решеточной «емкости» (жесткой или упругой) для коллектива внедренных атомов водорода [21]. При высоких температурах водород в металлах рассматривался как решеточный газ. С понижением температуры при определенных концентрациях водорода деформационное взаимодействие начинает превалировать над тепловым хаотическим движением атомов водорода и имеет место конденсация «решеточного газа» в «решеточную жидкость». При дальнейшем охлаждении «сконденсировавшаяся» решеточная «жидкость» может претерпевать переходы в решеточное «твердое тело»: внедренные атомы водорода претерпевают упорядочение и составляют свою правильную «кристаллическую решетку» [21].

Второе, более современное и интенсивно разрабатываемое направление исследований систем металл-водород связано с рассмотрением последствий расширения водородом кристаллической решетки. Любые водородные неоднородности, любые градиенты концентрации водорода, возникающие вследствие каких-либо внешних или внутренних причин, вызывают градиенты дилатации кристаллической решетки и соответственно, появление, перераспределение и релаксацию в металлической матрице неоднородных внутренних напряжений – водородных концентрационных (ВК-) напряжений на всех структурных уровнях – от макро-, до нано- ([18]).

В отличие от ВК-напряжений, водородофазовые (ВФ-) напряжения возникают в случаях, когда имеют место вызванные водородом фазовые превращения. Они обусловлены разностью удельных объемов превращающихся фаз. Оба типа внутренних напряжений, обусловленных водородом, обобщенно называются ‘водородными напряжениями’ [18,19].

Таким образом, воздействие водорода на материалы является столь же фундаментальным, как и воздействие температуры, давления, потока частиц. Принципиально важно, что из-за высокой диффузионной подвижности водорода после осуществления ВОМ водород можно удалять из материалов вплоть до очень низких температур. В этом смысле водородное воздействие является обратимым. Классификация превращений, индуцированных водородом, в зависимости от температуры и материалов, приведена в [19]. В данном обзоре мы рассмотрим возможности ВОМ для обработки материалов, в зависимости от наличия или отсутствия в них полиморфизма.

2.ВОМ металлов, не обладающих полиморфизмом

Многие металлы (Pd, Nb, Ta, V и другие) не обладают полиморфизмом. Соответственно, металловедение и традиционные методы обработки этих металлов оказываются весьма «бедными». Возможности здесь сводятся к пластической деформации и последующему отжигу, ведущему к возврату и рекристаллизации. После открытия явления водородофазового наклепа (явление ВФН [9],) оказалось [22], что при определенных условиях водород и индуцируемые им фазовые превращения могут весьма успешно использоваться для обработки гидридообразующих металлов с целью улучшения их структуры и свойств. Явление ВФН было изучено вначале на палладии [18, 23–28], затем – на ниобии [29–30].

Итак, явление ВФН заключается в том, что под воздействием водорода и индуцированных им фазовых гидридных превращений происходит управляемое упрочнение металла, изменение его структуры и всего комплекса физических свойств. Рис.1 [18] демонстрирует изменение механических свойств предварительно отожженного палладия (проволока диаметром 0,5 мм) при его ВФН обработке. С этой целью образцы помещали в атмосферу водорода и насыщали водородом. Гидридные $\alpha\rightarrow\beta\rightarrow\alpha$ превращения достигали термоциклированием ($20\leftrightarrow250^{o}$C) в атмосфере водорода. После заданного числа $\alpha\rightarrow\beta\rightarrow\alpha$ превращений образцы полностью дегазировали. Как видно из рис.1, по мере увеличения числа фазовых переходов

палладий закономерно упрочняется, а его пластичность, соответственно, уменьшается. В итоге при числе циклов фазовых переходов n >30 предел прочности палладия возрастает почти в 2 раза, предел текучести – почти в 3 раза, а относительное удлинение уменьшается до 1%. Таким образом, развитие ВФН в результате повторяющихся $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращений приводит к управляемому и сильному упрочнению палладия, вполне аналогичному таковому при постепенном увеличении степени внешней пластической деформации этого металла [18].

На рис.2 обобщены данные об изменении механических свойств палладия (проволока диаметром 0,5 мм) при его ВФН обработке без окончательной дегазации образцов. Гидридные $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращения вызывались путем изотермической обработки при 100°С: насыщение образцов водородом из газовой фазы (PH_2=0,2 МПа) и последующая дегазация в вакууме (Р=1,33 Па). В результате такой обработки в образце постепенно формировалась полифазонаклепанная структура, содержащая гидридную фазу, повышенную плотность дислокаций и т.д. В результате, как это видно из рис.2, при ВФН-обработке постепенно формируются высокопрочные сплавы палладия с водородом (PdH_x), имеющие при этом и высокую пластичность. Так, после одного цикла фазовых переходов (рис.2, n = 1) оказалось, что σ_B = 350 МПа, $\sigma_{0,2}$ = 50 МПа и δ = 35%.

При этом, относительное удлинение водородофазонаклепанного сплава PdH_x оказалось почти в 2 раза выше, чем для отожженного палладия ($\delta \approx 20\%$). Согласно [18], механизм высокой пластичности сильно упрочненных сплавов PdH_x состоит в следующем. При механическом нагружении при их испытаниях на разрыв в образцах возникает сложнонапряженное состояние. Вследствие этого, а также вследствие исключительно высокой диффузионной подвижности водорода, происходит переформирование гидридных выделений: в сжатых областях они «растворяются», а в растянутых областях металла, напротив, выделяются. В результате имеет место релаксация напряжений в сильно нагруженных областях металлической матрицы, что обеспечивает предупреждение развития трещин.

С другой стороны, процессы стимулированных водородом гидридных фазовых переходов приводят к локальным актам ВФН все новых малых объемов металла. В результате начинающееся формирование шейки в данном месте образца приостанавливается и он продолжает деформироваться, а шейка «перемещается» в некий соседний участок образца («бегающая шейка» [18]). В конце концов, образец после больших удлинений разрывается без видимой шейки.

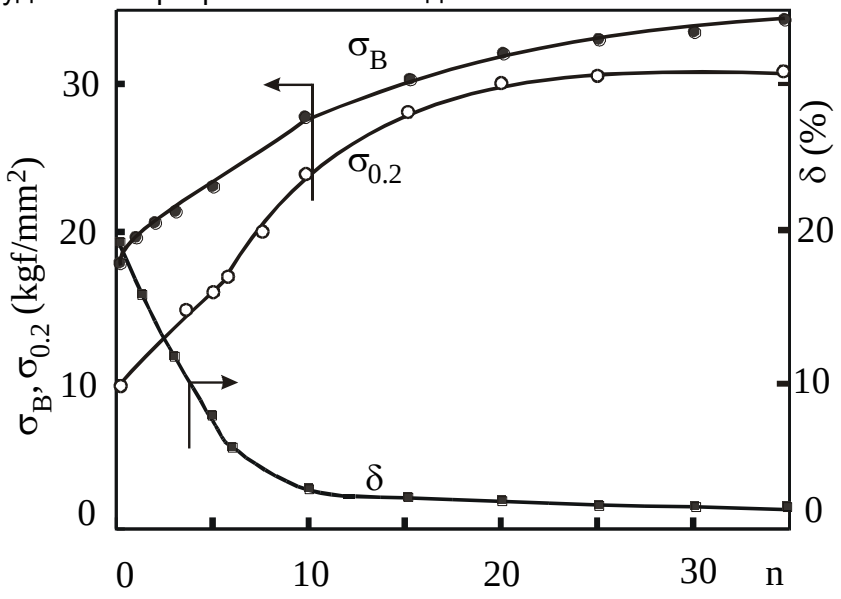


Рисунок 1 - Изменение механических свойств предварительно отожженного палладия [18].

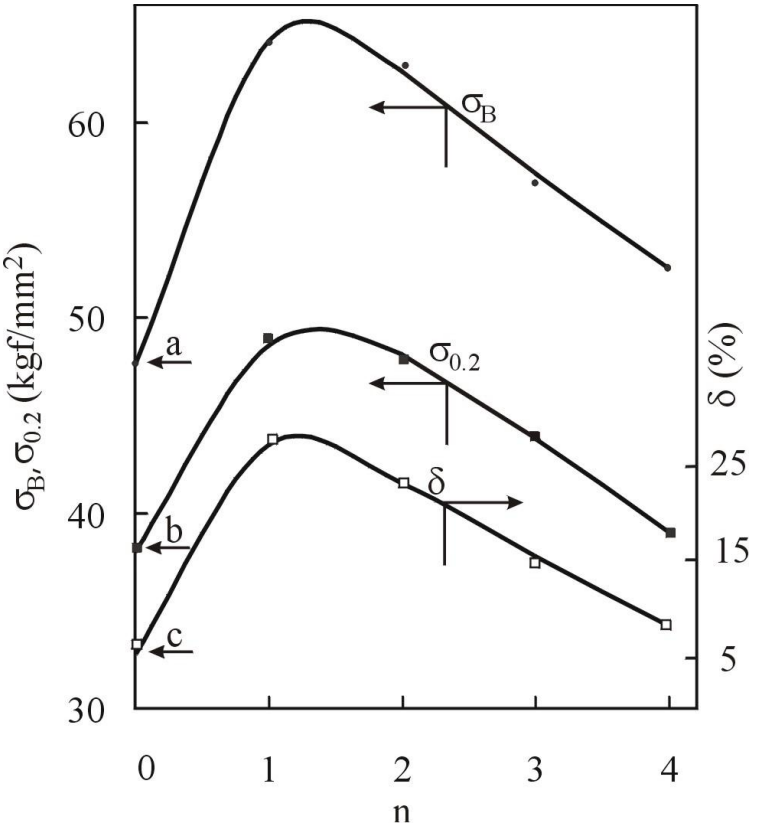


Рисунок 2 - Изменение механических свойств палладия при его ВФН обработке без окончательной дегазации образцов [18].

Таким образом, высокая пластичность полифазонаклепанных образцов палладия по своей природе является пластичностью, обусловленной фазовыми превращениями, индуцированными пластической деформацией металла. В англоязычной литературе это называется TRIP-эффектом (Transition Induced Plasticity). TRIP-эффект довольно подробно изучен на метастабильных аустенитных сталях, где при пластической деформации развивается мартенситное превращение.

Поэтому, сплавы PdH_x с полифазонаклепанной структурой обладают и высокой прочностью, и высокой пластичностью: механизмы упрочнения включают субструктурный, твердо-растворный, дисперсионный и другие компоненты [18], а высокая пластичность имеет TRIP-механизм.

В упомянутых выше работах исследовали влияние многократных циклирований на структуру и свойства водородофазонаклепанного палладия. В работе [31] было изучено упрочнение гидрида палладия при водородофазовом наклепе в результате однократного прямого $\alpha \rightarrow \beta$ фазового гидридного превращения. Было показано, что степень водородофазового наклепа определяется разностью удельных объемов превращающихся фаз. С понижением температуры превращения и увеличением разности удельных объемов превращающихся фаз упрочнение гидрида палладия закономерно увеличивается, а его пластичность соответственно уменьшается. Однократное $\beta \rightarrow \alpha$ гидридное фазовое превращение, инициированное в ненаклепанном малодефектном гидриде палладия (методику его получения см. в [32]), тоже сильно изменяет механические свойства метала и его тонкую структуру. В работе [33] экспериментально было установлено, что доминирующим фактором, определяющим степень упрочнения палладия и измельчение его тонкой структуры при ВФН в результате однократных обратных $\beta \rightarrow \alpha$ гидридных фазовых превращений, является величина разности удельных объемов ($\Delta V/V$) превращающихся α- и β-фаз.

При увеличении $\Delta V/V$ от 0 до ~8% предел прочности водородофазонаклепанного палладия $\sigma_в$ возрастает на ~40%; условный предел текучести увеличивается в ~5 раз; пластичность δ понижается в ~30 раз; плотность дислокаций ρ возрастает на 3 порядка; размер блоков мозаики D уменьшается в 5 раз; микроискажения $\Delta a/a$ увеличиваются на порядок.

Результаты исследований кинетики гидридных превращений в палладии и морфологии их продуктов были детально изложены в [32,34-39], и в обзорах на английском [40] и русском [41] языках.

Что касается ВФН ниобия, то здесь необходимо отметить следующее.

Система ниобий–водород [19] во многом подобна системе Pd–H. При высоких температурах ($T > T_{кр} = 171^oC$) имеет место непрерывный ряд твердых растворов водорода в ниобии. Параметр ОЦК-решетки сплавов NbH_x с ростом концентрации водорода линейно увеличивается.

При низких температурах от $T_{кр} = 171$ до 88^oC система Nb–H имеет три области: α-область разбавленных твердых растворов водорода (сплавы α-NbH_x (ОЦК)), α'-область изоморфных концентрированных твердых растворов водорода (сплавы α'-NbH_x) и куполообразная $(\alpha + \alpha')$ двухфазная область, ограниченная бинодалью с критической точкой $T_{кр} = 171^oC$. Разность удельных объемов α- и α'-фаз с понижением температуры увеличивается от нуля при $T_{кр} = 171^oC$ до ~5% при $T = 88^oC$. Совершенно очевидно, что, осуществляя водородную обработку ниобия, основанную на $\alpha \leftrightarrow \alpha'$ фазовых превращениях, уже можно ожидать экспериментальных проявлений водородофазового наклепа в ниобии.

Особенности системы Nb–H обеспечивают также дополнительные возможности для осуществления ВФН-обработки. Действительно, при охлаждении сплавов NbH_x ниже 88^oC в них имеют место гидридные превращения: α- и α'-фазы претерпевают фазовый распад на β-фазу (гидрид ниобия) и все более обедненный твердый раствор водорода в ниобии (α''-фаза). При температуре жидкого азота α''-фаза – это практически чистый по водороду ниобий. Гидридная фаза ($NbH_{0.8–1.0}$, гранецентрированная решетка) имеет удельный объем, который на ~12% больше, чем удельный объем ниобия.

Однако существуют и такие свойства, которые затрудняют проведение ВФН обработки ниобия. Это:

- механические свойства ниобия исключительно чувствительны к его химической чистоте и, особенно, – к малым примесям внедрения.
- механические свойства ниобия сильно (сильнее, чем в случае других металлов) зависят от границ зерен и других структурных особенностей его строения.
- ниобий подвержен водородной хрупкости.
- ниобий, вследствие своей химической активности, легко и сразу образует на воздухе поверхностный окисный слой, который непроницаем для водорода вплоть до температур 500–600^oC.

Они и определили порядок проведения экспериментов [19, 29].

Исследования были выполнены на проволочных образцах ($\varnothing$ 0.5 мм) ниобия электроннолучевой плавки, исходно содержавшем следующие примеси (вес. %): менее 0.005 Fe, Ti, Si, Mo, W; 0.01 кислорода и углерода; 0.005 азота. Предварительно образцы подвергали высокотемпературному дегазационному отжигу при 2100–2200^oC (2 часа) в специальной супервысоковакуумной установке. Исходно в динамическом режиме установка позволяла получать вакуум до 10^{-8} Па. Поэтому, несмотря на дегазацию ниобия с выделением примесей внедрения при отжиге образцов, давление остаточных газов в установке поддерживалось в динамическом режиме на уровне $< 10^{-5}$ Па. По завершению отжига образцы охлаждали до комнатной температуры в установке при непрерывной откачке. Механические испытания образцов показали, что отожженный и дегазированный ниобий имеет следующие механические свойства: $\sigma_В = 85.3$ МПа, $\sigma_{0.2} = 37.3$ МПа, $\delta = 17.4\%$.

Образцы сплавов NbH_x готовили непосредственно в высоковакуумной установке. После высокотемпературного дегазационного отжига в рабочую камеру установки при температуре 200–250°С подавали диффузионно-очищенный водород до заданного давления. В этих условиях образцы насыщали до равновесия и была получена серия сплавов NbH_x (x = 0.02; 0.03; 0.04; 0.08; 0.12; 0.22; 0.33; 0.49).

Приготовленные таким образом образцы разных сплавов NbH_x были подвергнуты ВФН-обработке по различным схемам, обеспечивавшим развитие описанных выше фазовых превращений.

Водородофазонаклепанный ниобий в полностью дегазированном, монофазонаклепанном состоянии [19] имел исключительно высокие прочностные свойства. Его предел прочности был равен σ_B = 143.7 МПа, т.е. возрос по сравнению с σ_B отожженного ниобия в 1.68 раза. Условный предел текучести был равен $\sigma_{0.2}$ = 114.8 МПа, т.е. увеличился в результате водородофазового наклепа в 3.07 раза. Относительное удлинение столь сильно упрочненного ниобия уменьшилось и составляло δ = 3.3%.

Водородная обработка двухфазного при комнатной температуре сплава ниобия с водородом $NbH_{0.08}$ путем термоциклов 373 К $\leftrightarrow$ 77 К привела к осуществлению фазовых превращений α-фаза $\leftrightarrow$ α''-фаза + β-фаза (гидрид ниобия). На рис. 3 представлены результаты механических испытаний образцов в зависимости от числа циклов.

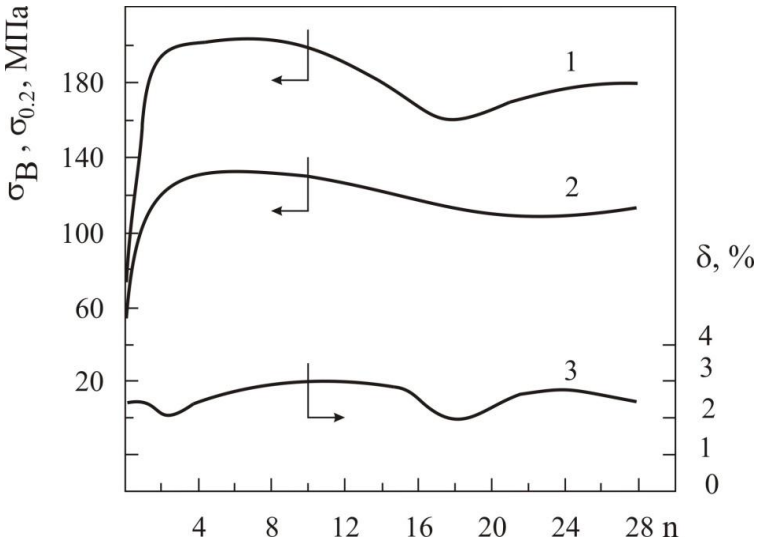


Рисунок 3 - Влияние числа циклов ВФН-обработки на механические свойства сплава $NbH_{0.08}$. 1 – предел прочности σ_B; 2 – условный предел текучести $\sigma_{0.2}$; 3 – относительное удлинение δ (цитируется по [19]).

Таким образом, водородная обработка с реализацией явления ВФН позволяет значительно упрочнять неполиморфные металлы. Основываясь на этом явлении, был разработан новый класс высокопроницаемых мембранных сплавов палладия упрочняемых ВФН при среднем или малом их легировании. Например, характеристики σ_B и $\sigma_{0.2}$ сплава В2 при растяжении возрастают от 38 и 17 МПа в отожженном состоянии до 49 и 45 МПа (фазонаклепанное состояние) после 30–40 термоциклов. Причем, пластичность сплава снижается с ростом числа упрочняющих циклов медленнее, чем это имело место в случае чистого палладия: чистый палладий имеет относительное удлинение 3% после 10 термоциклов ВФН-обработки, а при аналогичной обработке мембранный сплав В-2 имеет δ = 17%.

В случаях однократных гидридных превращений эффект упрочнения зависит от разности удельных объемов превращающихся фаз.

3.ВОМ полиморфных металлов.

Фундаментальная особенность водородного воздействия на полиморфные материалы состоит в том, что водородное воздействие (кроме того, что оно само по себе вызывает фазово-структурные превращения в металле) может теперь

использоваться как инструмент для управления и трансформации изначально присущих полиморфному материалу фазовых и структурных превращений [19]. Именно эта особенность выходит на первый план при водородной обработке полиморфных металлов.

Одними из самых значимых, широко используемых в технике металлов являются железо, титан и их сплавы.

Результаты многочисленных исследований по взаимодействию водорода с железом и железоуглеродистыми сплавами были обобщены в монографии [42]. Это особые случаи ВОМ [19]: в связи с тем, что железо и его сплавы являются эндотермическими окклюдерами водорода и при условиях, близких к нормальным, они не образуют гидридов.

Очень интересные технологии ВОМ используются для производства постоянных магнитов из материалов типа $Nd_2Fe_{14}B$: так называемый HDDR-процесс [22]. По своей сути HDDR-обработка представляет собой отжиг слитка Nd-Fe-B в среде водорода при определенной температуре и парциальном давлении с использованием циклов гидрирования - дегидрирования. Слиток Nd-Fe-B загружается в неподвижную камеру, в которую после вакуумирования напускают водород. В основе этого типа обработки лежат индуцированные водородом диффузионные фазовые превращения в интерметаллических соединениях типа $Nd_2Fe_{14}B$: при наводораживании интерметаллиды теряют свою термодинамическую стабильность и при повышенных температурах претерпевают фазовые превращения, а именно, распад на гидрид редкоземельного компонента RH_x, α-фазу Fe и борид железа Fe_2B с образованием мелкодисперсного порошка. Удаление водорода вызывает обратное фазовое превращение с образованием начальной фазы $R_2Fe_{14}B$.

В отличие от железа, титан и титановые сплавы сочетают полиморфизм и способность образовывать гидриды в условиях, близких к нормальным, будучи экзотермическими окклюдерами водорода.

Система Ti–H является системой эвтектоидного типа. Критическая температура эвтектоидного превращения равна 300°C. Благодаря тому, что водород является сильным стабилизатором β-фазы титана, диаграмма состояния Ti–H при температурах выше 300°C имеет три сосуществующие области: α-, ($\alpha + \beta$)- и β, а при $T \approx < 300$°C – сосуществуют α-фаза и δ-гидрид титана. Эти особенности системы Ti–H и свойства собственно водорода, как временного легирующего элемента, приводят к следующим следствиям водородного воздействия на структуру и свойства титана [7,43], обобщенным в [19]:

1.Водород изменяет равновесие фаз в титановых сплавах, стабилизирует и расширяет область существования β-фазы, более пластичной, чем α-фаза. Соответственно в сплаве титана заданного химического состава при насыщении его водородом увеличивается количество β-фазы.

2.Водород изменяет растворимость и подвижность основных компонентов в промышленных титановых сплавах, приводит к перераспределению легирующих элементов между фазами, повышает устойчивость интерметаллида Ti_3Al и т.п.

3.Водород изменяет структурный механизм, морфологию и кинетику всех возможных в сплавах титана фазовых превращений: при непрерывном медленном охлаждении, при закалке и последующем старении, в процессе насыщения водородом и при последующей дегазации.

4.Водород изменяет удельные объемы фаз в титановых сплавах и, соответственно, разность удельных объемов фаз, участвующих в фазовых превращениях. Так, в чистом титане разность удельных объемов α- и β-фаз очень мала, при этом β-фаза имеет несколько меньший удельный объем, чем α-фаза. Водород, вводимый в титан и сплавы титана, изменяет эту ситуацию: с ростом содержания водорода удельный объем β-фазы увеличивается. При 0.2% водорода разность удельных объемов α- и β-фаз становится равной нулю. При дальнейшем насыщении водородом и дальнейшем увеличении удельного объема β-фазы разность

удельных объемов α- и β-фаз меняет знак и достигает такой величины, что водородофазовые напряжения при $\alpha \leftrightarrow \beta$ превращениях становятся настолько большими, что вызывают внутреннюю пластическую деформацию α- и β-фаз и сплава в целом. Таким образом, явление фазового (водородофазового) наклепа становится возможным в системах водород–сплавы титана и может целенаправленно использоваться для упрочнения титановых сплавов, для изменения их структуры и физических свойств.

Разработанные технологии термоводородной обработки (ТВО) титановых сплавах нашли свое применение в обработки медицинских титановых сплавов, используемых для эндопротезирования [44-46]. Так, термоводородная обработка сплава ВТ6 повышает прочностные свойства и предел выносливости за счет измельчения структурных составляющих α-фазы [44]. Высоконагруженные компоненты эндопротезов тазобедренного сустава, изготовленные с использованием термоводородной обработки, успешно прошли технические и медицинские испытания [46].

Другие практически значимые технологии, основанные на применении индуцированных водородом фазовых превращений в сплавах и интерметаллидах, в силу ограниченного объема настоящего обзора мы не рассматриваем. С ними можно ознакомиться, например, в [47].

4.Экспериментальные подтверждения особой роли водородных напряжений, индуцированных водородом в металлах

Большинство систем Ме-Н обладают сложными диаграммами состояния, что затрудняет их экспериментальные исследования. Система Pd-H стоит особняком в ряду систем Ме-Н, не только из-за уникальной способности палладия пропускать водород, но и благодаря относительной простоте её диаграммы состояния, что даёт возможность исследователям всего мира использовать палладий в качестве модельного материала для исследований основных закономерностей взаимодействия водорода с металлами.

Изучение, предотвращение, или наоборот – благоприятное использование внутренних напряжений в металлах всегда составляло предмет изучения в металловедении и технологии материалов, и водородная обработка материалов не является исключением. Именно на палладии было систематически, теоретически и экспериментально изучено явление водородоупругости [19]. Как уже было сказано, при возникновении в металле градиентов концентраций водорода возникают и градиенты расширения кристаллической решетки, что означает появление внутренних напряжений, индуцированных водородом. Такие напряжения принято называть водородными концентрационными (ВК)- напряжениями. В случае, когда ВК-напряжения не превышают предела текучести металла, говорят о явлении водородоупругости [19]. В противном случае возникает пластическая деформация металла, вызванная водородным воздействием. Явление водородоупругости проявляется на практике «внешне» совершенно различными экспериментальными эффектами (см. классификацию в [19]). В одних случаях на первый план выступают диффузионные аспекты явления водородоупругости, обусловленные развитием восходящей диффузии водорода: замедление гидридных фазовых превращений, возможность достижения термо-баро-упруго-диффузионного равновесия превращающихся фаз, эффект Льюиса, и др. В других на первый план выступают механические проявления водородоупругости: обратимое и необратимое формоизменение (коробление) металлических изделий, эффект Горского. Если в результате насыщения металла водородом (или при его дегазации) в металле развивается фазовое превращение, то, ситуация осложняется возникновением, помимо ВК-напряжений, и водородофазовых (ВФ)-напряжений, обусловленных разностью удельных объемов превращающихся фаз.

В этой части главы мы представим краткий обзор некоторых водородоупругих и водородопластических эффектов микро-, мезо-, и макромасштабов, экспериментально зафиксированных нами при исследовании модельной системы Pd-H методиками

прямого наблюдения *in situ*, в том числе, с видеозаписью протекающих процессов. Экспериментальные результаты этой части работы были впервые опубликованы в [48-66], и обобщены в [67-69].

Материал и методики экспериментов

Во всех экспериментах использовали чистый палладий, чистотой 99,98%, изготовленный на Екатеринбургском заводе по обработке цветных металлов и специально сконструированные для целей и задач исследований водородо-вакуумные установки.

Для изучения диффузионных проявлений водородоупругости использовали проволочные образцы, ∅ 0,5 мм, длиной 23 мм, изогнутые в виде буквы П. На верхней части образцов были подготовлены металлографические шлифы, по специальной методике, сводящей к минимуму наклеп приповерхостных слоев образца. Затем шлифы помещали в водородо-вакуумную установку ВВУ-2, которая позволяет исследовать взаимодействие палладия с водородом при температурах от комнатной до 700°С, и при давлениях от 10–100 Па до 2,5 МПа. Исследования в ВВУ-2 осуществлялись одновременно двумя методиками прямого наблюдения: оптической микроскопией *in situ*, с видеозаписью процессов в приповерхностных слоях испытываемого образца, и методикой интегрального измерения удельного электросопротивления, позволяющей непосредственно в ходе эксперимента отслеживать процессы, осуществляющиеся в его объеме.

Для изучения механических проявлений водородоупругости при одностороннем насыщении палладия водородом использовали палладиевую пластину размерами (68×5,5×0,27 мм), предварительно отожженную при 700ºС в течение 60 минут и затем охлажденную с печью. Одну сторону отожжённого образца электролитически покрывали медью. Для исследований использовали экспериментальную водородо-вакуумную установку ВВУ-4, которая позволяет изучать формоизменение консольно закрепленной палладиевой пластины при температурах до 360ºС и при давлениях водорода от 0,01 МПа до 2,5 МПа. Важно, что эксперименты всегда осуществляли в изотермических условиях, и вели регистрацию изменения стрелы прогиба образца через кварцевое окно с помощью катетометра, с одновременной видеозаписью процесса формоизменения образца в реальном времени. Методика подготовки образцов, экспериментальная установка ВВУ-4 и методика проведения экспериментов достаточно подробно описаны в оригинальной работе [56] и обзорной по систематическим исследованиям формоизменения палладиевой пластины [68].

Все полученные, как на ВВУ-2, так и на ВВУ-4 видеозаписи затем анализировали в специализированных программах для обработки видеозаписей кадр за кадром. Ошибка измерения времени составляла ±0,04 с. Ошибка измерения положения свободного конца пластины составляла ±0,03 мм. Использование видеозаписи было особенно важным для тех экспериментов, в которых быстрота осуществления регистрируемого эффекта превышала возможности регистрации изменений в приповерхностных слоях образца с помощью фотографирования или измерений стрелы прогиба пластины с помощью катетометра.

При исследованиях формоизменения палладиевой пластины при двустороннем насыщении водородом использовали образцы размерами 65,0×5,0×0,2 мм, предварительно отожженные в вакууме при температуре 1000°С в течение 3 ч (охлаждение с печью). Двусторонние водородные нагружения консольно закрепленной палладиевой пластины проводили в специально сконструированной водородо-вакуумной установке ВВУ-3. Принципиальным отличием этих экспериментов от экспериментов по изучению формоизменения палладиевой пластины при одностороннем насыщении водородом являлось и то, что они проводились в условиях насыщения водородом при упругом механическом нагружении палладиевой пластины подвешиванием грузика на ее свободный торец. Подробно эксперименты по исследованию формоизменения палладиевой пластины при двустороннем насыщении водородом описаны и обсуждены в [64].

Диффузионные проявления водородоупругости

Термо-баро-упруго-диффузионное равновесие превращающихся фаз

Теоретическое обоснование возможности существования термо-баро-упруго-диффузионного равновесия в системах Ме-Н, выдвинутое, по аналогии с положением о термоупругом равновесии, сформулированном Г.В.Курдюмовым для мартенситных превращений, было дано в работе [18]. Затем был получен ряд экспериментальных подтверждений теоретически обоснованного явления, самое яркое из которых описано в [49] и графически представлено на рис.4 и 5.

При исследовании методом оптической микроскопии *in situ* с видеозаписью прямого гидридного $\alpha \rightarrow \beta$ превращения, инициированного переохлаждением на 9°С относительно критической температуры для давления $Pн_{2кр}$ = 1,6 МПа при скорости охлаждения 1°С/мин, было зафиксировано развитие массивного выделения новой β-фазы, которое росло вначале с постоянной средней скоростью (υ ~ 5,4 *мкм/с*), в течение первых 12 с. В результате увеличения размера массивного гидрида усиливающиеся водородные ВК- и ВФ- напряжения замедлили диффузионную подачу водорода к растущему гидриду и скорость роста массивного гидрида начала замедляться (ТБУД-торможение). Наконец рост гидрида полностью остановился и действовало ТБУД-равновесие в течение 1 с (см. рис.4).

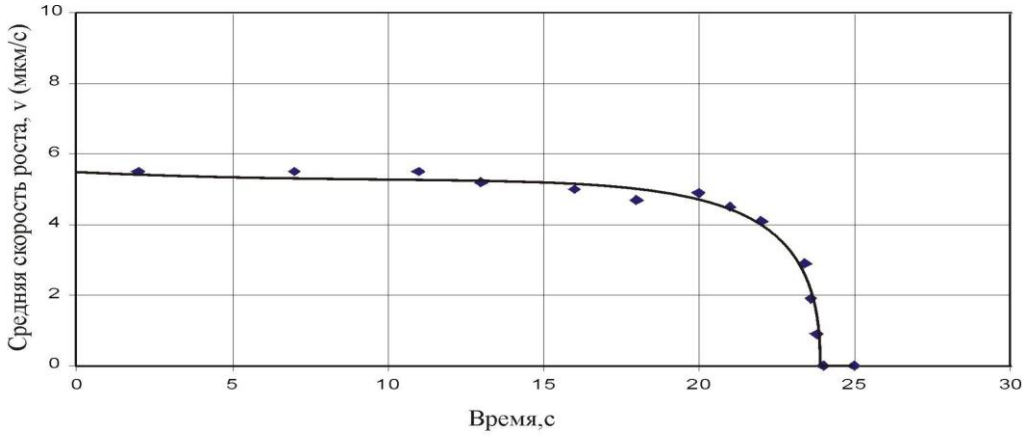


Рисунок 4 - Зависимость средней скорости движения границы массивного материнского β-гидрида во времени [47].

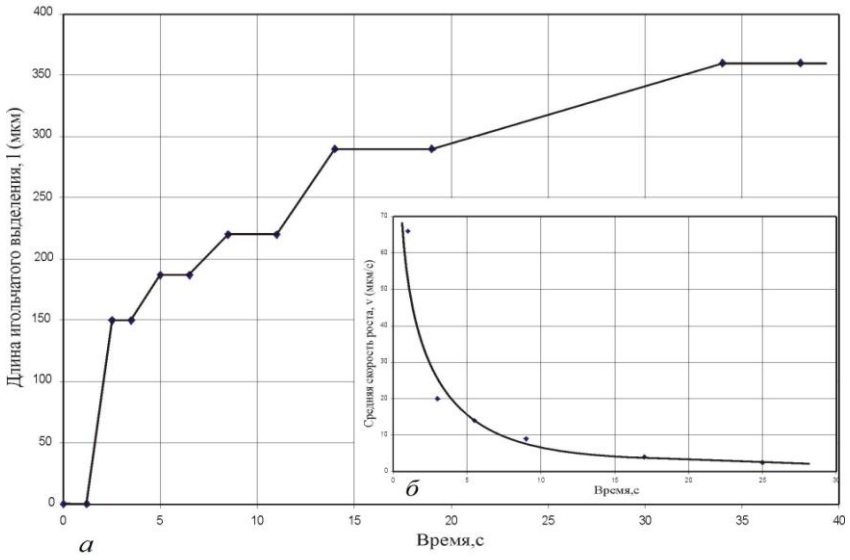


Рисунок 5 - Кинетические особенности роста игловидного β-выделения.
а – изменение длины игловидного β-отростка, б – изменение средней скорости роста β-выделения во времени [47].

Поскольку термодинамическая сила превращения продолжала действовать, после остановки роста массивного гидрида ТБУД-равновесие было нарушено выбросом игловидного отростка. Детальный покадровый анализ роста игловидного гидрида [49] выявил интересные особенности, а именно: линейный рост этого гидрида осуществляется как последовательность периодов увеличения его длины, быстрого торможения и достижения локального ТБУД-равновесия, которое затем срывается, и картина повторяется. При этом после каждого срыва равновесия рост игольчатого гидрида замедлялся, а время последующей остановки роста (равновесия) увеличивался (рис.5).

Необходимо отметить, что «скачкообразное» ускорение гидридного превращения после замедления развития наблюдалось неоднократно и в других экспериментах по изучению кинетики обратных превращений в системе Pd-H.

Замедление гидридных превращений

Итак, накопление водородных напряжений затрудняет диффузию водорода и тормозит развитие гидридного превращения. При этом, величина возникающих водородофазовых напряжений зависит от разности удельных объемов превращающихся фаз. Поскольку двухфазный «купол» на диаграмме состояния Pd-H с увеличением температуры сужается, и ветви купола сходятся в критической точке системы, то и разность удельных объемов превращающихся фаз с увеличением температуры эксперимента становится меньше, соответственно, осуществление превращений должно индуцировать меньший уровень внутренних ВФ-напряжений. В работах [40,41] обобщены результаты исследований гидридных превращений в системе Pd-H. Обратные гидридные превращения изучали, инициируя их в исходно ненаклепанном малодефектном β-гидриде палладия. Методически, вначале палладий насыщали водородом таким образом, чтобы фигуративная точка образца не пересекала двухфазную область на диаграмме состояния Pd-H («в обход» купола двухфазной области). Насыщенный таким образом палладий сохранял свою исходно отожженную структуру и пластичность, что было подтверждено рентгеноструктурными исследованиями и измерениями механических свойств в работах [33,70]. Затем осуществляли инициацию обратного гидридного превращения либо повышением температуры, либо понижением давления газообразного водорода. По результатам измерения удельного электросопротивления *in situ* строили кинетические диаграммы гидридного превращения, так, как это принято в металловедении.

Исследования показали, что при определенных условиях в экспериментах наблюдается весьма сильное замедление скорости превращения и дегазации образца с уменьшением температуры или перепада давления водорода, во много раз превышающее простое уменьшение коэффициента диффузии водорода с понижением температуры в температурном интервале экспериментов. Например, при уменьшении температуры от 270 до 150°C коэффициент диффузии водорода в палладии уменьшается менее чем в 5 раз (от 21×10^{-9} м^2/с до $4{,}84\times10^{-9}$ м^2/с). Однако скорость $\beta\rightarrow\alpha$ превращения уменьшается в 10 раз. Другой пример: если бы время превращения и дегазации зависело бы только от скорости диффузии водорода в палладии, то, как показывают расчеты с использованием известных коэффициентов диффузии водорода в палладии и законов Фика, при 200°C дегазация должна была бы завершиться за ~1 мин, а при 150°C дегазация должна была бы завершиться за ~3 мин. Однако экспериментально установленное время $\beta\rightarrow\alpha$ превращения и дегазации при этих температурах оказывается в 60–100 раз больше. Наблюдавшееся замедление дегазации в α-области (150°C), замедление самого $\beta\rightarrow\alpha$ превращения (140–110°C) и полное торможение дегазации в β-области (100°C) не могли быть связаны с поверхностными процессами, так как поверхность образцов являлась хорошо активированной многократными воздействиями водорода в широком интервале температур. Из всего этого был сделан вывод [40,41], что обнаруженное торможение превращения и дегазации образцов имеет иную природу, более сложную,

чем простое уменьшение коэффициентов диффузии водорода с понижением температуры.

Согласно современным представлениям, системы металл-водород имеют сложную диффузионно-кооперативную природу, а гидридные превращения осуществляются по диффузионно-кооперативному механизму. Доставка водорода к зародышам новой фазы и его перераспределение в подсистеме внедрений осуществляются на микро- и макрорасстояния диффузионным путем, а взаимообусловленная перестройка кристаллической решетки осуществляется кооперативным, мартенситоподобным механизмом [18,19]. В превращениях этого класса действуют уже упоминавшиеся ВФ- и ВК-напряжения.

С точки зрения термодинамики энергия этих водородных напряжений вносит свой вклад в общее изменение свободной энергии термодинамической системы металл–водород в результате гидридного фазового превращения, так же как возникающие внутренние напряжения вносят свой вклад в развитие мартенситных превращений.

Поэтому применительно к обратному $\beta\rightarrow\alpha$ гидридному фазовому превращению можно записать [18]:

$$\Delta F = -\Delta F_{об} + \Delta F_{пов} + \Delta F_{вн}, \qquad (1)$$

где $\Delta F_{об}$ – уменьшение свободной энергии системы вследствие перехода некоторого объема β-фазы в α-фазу;

$\Delta F_{пов}$ – увеличение свободной энергии вследствие образования поверхности раздела фаз;

$\Delta F_{вн}$ – увеличение свободной энергии вследствие возникновения водородофазовых и водородных концентрационных напряжений.

Из выражения (1) наглядно видно, что с ростом водородных напряжений (т.е. с ростом $\Delta F_{вн}$) термодинамическая движущая сила $\beta\rightarrow\alpha$ превращения уменьшается, и оно должно неизбежно тормозиться. Следовательно, можно предположить, что именно возникновение и рост водородных напряжений в процессе $\beta\rightarrow\alpha$ гидридного превращения ответственны за экспериментально наблюдаемые кинетические особенности $\beta\rightarrow\alpha$ превращения и за сильное торможение его скорости при низких температурах, при малых перегревах и малых перепадах давления.

Учитывая, что ВФ-напряжения зависят от разности удельных объемов превращающихся фаз, был проведен сравнительный анализ температурной зависимости разности удельных объемов β- и α-фаз ΔV [40,41] и определенной из результатов экспериментов средней скорости $\beta\rightarrow\alpha$ превращения. Результаты представлены на рис. 6.

Очевидно, что имеет место хорошая качественная корреляция: с понижением температуры разность удельных объемов фаз увеличивается, при этом средняя скорость $\beta\rightarrow\alpha$ превращения соответственно уменьшается. Так как ΔV определяет величину водородных напряжений, генерируемых в процессе $\beta\rightarrow\alpha$ превращения, то отмеченная корреляция, несомненно, свидетельствует в пользу представлений об особой роли водородных напряжений в торможении $\beta\rightarrow\alpha$ превращения при низких температурах и, соответственно, в ускорении превращения при ослаблении “упругого” торможения при высоких температурах.

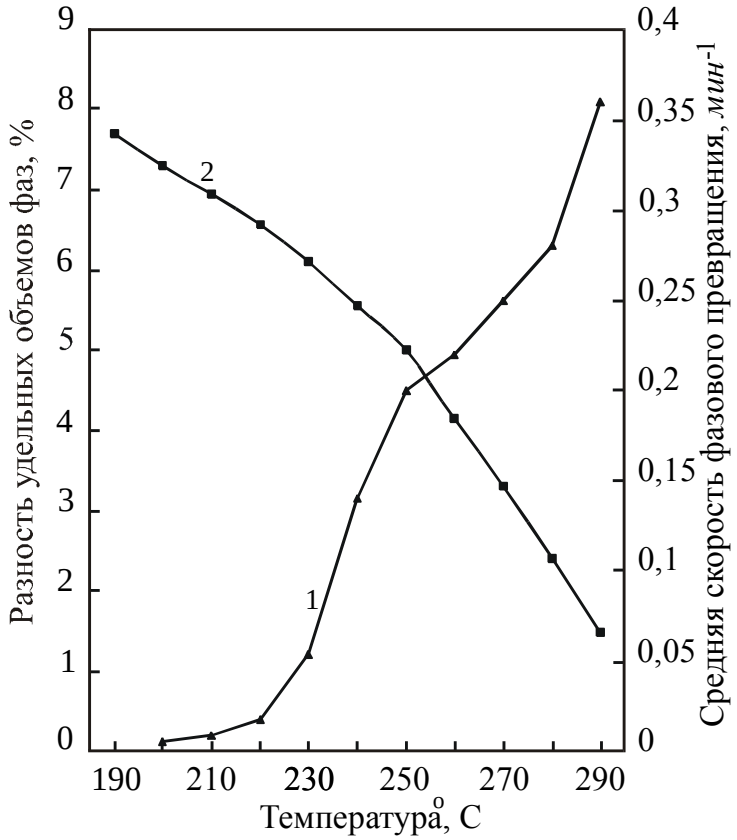
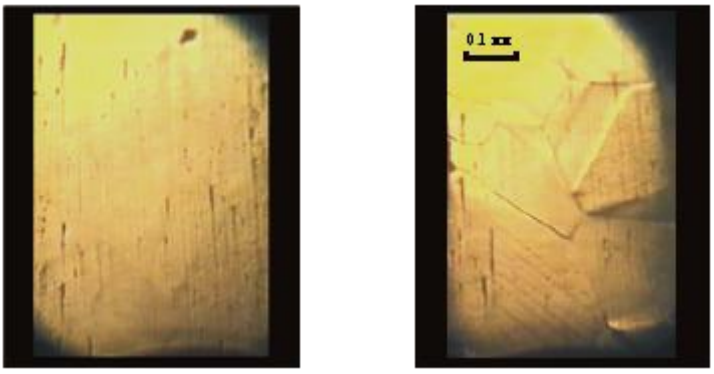


Рисунок 6 - Зависимость средней скорости гидридного фазового превращения (1) и разности удельных объемов превращающихся фаз (2) от температуры [39,40].

В описанных выше явлении ТБУД-равновесия и явлении замедления скорости гидридного превращения с увеличением разности удельных объемов превращающихся фаз несомненно, бóльшую роль играют ВФ-напряжения. Однако, это не значит, что за пределами двухфазной области, где, по определению, ВФ-напряжений существовать не может вследствие отсутствия фазовых переходов, градиенты концентрации водорода, и индуцированные ими ВК-напряжения не вызовут структурных изменений и наклепа. Ниже вы увидите яркие примеры того, что ВК-напряжения в однофазной области могут быть настолько сильны, что вызывают целый спектр эффектов.

Выявление границ зерен в палладии при дополнительном насыщении водородом

При подготовке ненаклепанного β-гидрида палладия [32], в случаях ускоренного (25°/мин) охлаждения его области β-фазы до выбранных температур эксперимента, когда согласно диаграмме состояния системы Pd-H происходит дополнительное поглощение водорода, на полированной поверхности предварительно подготовленного шлифа наблюдалось выявление границ зерен (рис.7). При этом, тот факт, что каждое отдельное зерно сохранило свою плоскую полированную поверхность, дал основание полагать, что механизмом наблюдаемого эффекта является сдвиг зерен друг относительно друга в результате возникновения ВК-напряжений в объеме всего образца.



а б

Рисунок 7 - Сдвиг зерен при ускоренном дополнительном насыщении водородом сплава β-PdH_x ,[34]: а – исходный полированный шлиф, б – границы зерен

В результате систематических экспериментов было установлено [50], что любые интенсивные воздействия водородом на чистый палладий (вплоть до резкого увеличения давления водорода в рабочей камере до 2,5 МПа со скоростью 1,0 МПа/с) не приводят к сколь бы то ни было существенным изменениям поверхности чистого палладия, исходно не содержащего водород. Напротив, если сначала палладий насытить водородом до составов, соответствующих разбавленным α-твердым растворам водорода в палладии, а затем провести дополнительное интенсивное насыщение этих сплавов водородом, но так, чтобы фигуративная точка образца оставалась в пределах однофазной области, то в образцах происходит сильный сдвиг зерен и необратимое выявление их границ. То есть, сплавы палладия с водородом в значительно большей степени подвержены эффекту сдвига зерен при водородном ударе, нежели собственно палладий, как металл.

Покадровый анализ выявил [50], что сдвиг зерен в сплаве α-PdH_x при водородных ударах происходит не одновременно по всему шлифу и не моментально. Напротив этот процесс осуществляется поэтапно и в течение некоторого времени. Он может включать некоторое начальное выпучивание зерен, неодновременное и неодинаковое их реагирование на водородное воздействие, обратное «втягивание» отдельных зерен в объем и т.д., в результате чего картина шлифа перманентно изменяется. При этом ему может предшествовать некоторый инкубационный период, а весь процесс «игры» зерен развивается в зависимости от условий эксперимента от τ = 0,8 до τ = 3,6 секунд. В дальнейшем процесс «подвижки» зерен прекращается и картина стабилизируется. Полная эвакуация водорода из палладия не приводит к исходному зеренному расположению и сдвиг зерен сохраняется как остаточный эффект водородного удара. Анализ наблюдаемых эффектов сдвига зерен подробно представлен в работе [50], и показано, что основной причиной большей склонности к сдвигу зерен именно сплавов PdH_x, нежели чистого палладия, является восходящая диффузия уже содержащегося в образце водорода из глубины к поверхности в результате возникновения первоначального градиента концентрации водорода. Переформирование полей ВК-напряжений, вызывает, по-видимому, суммарное увеличение уровня внутренних напряжений и, соответственно, приводит к усилению процесса сдвига зерен.

Несомненно, что возникавшие внутренние напряжения, приводящие к необратимым изменениям в приповерхностных слоях образца, превышали предел текучести палладия и сплавов PdHx (в противном случае, изменения бы не выходили из упругой области и оставались бы обратимыми).

Обратимые выпучивания, стационарные и движущиеся

Яркими примерами обратимых явлений в приповерхностных слоях палладия и его сплавов с водородом являются когерентные выпучивания [48,51,53], которые, в зависимости от действия возникающих полей ВК-напряжений, могут быть либо стационарными, либо движущимися.

Стационарные когерентные выпучивания были зарегистрированы [48] при дополнительном насыщении сплава β-PdH_x водородом в условиях PH_2=2,3 МПа, охлаждение с 350°С со скоростью 5°С/мин. При температуре 232°С на поверхности шлифа было замечено появление локальной выпуклости, имеющей гладкую поверхность. Охлаждение было остановлено, но выпуклость продолжала расти, достигла максимума через 13 с от момента появления, и после достижения своих максимальных размеров $2{,}3\times10^{-1}$ *мм* длиной и $3{,}8\times10^{-3}$ *мм* шириной стала уменьшаться, полностью исчезнув через 1 *мин* 43 *с* от своего появления. После «рассасывания» выпуклости было зафиксировано незначительное остаточное искажение исходно плоской поверхности. Это явление было названо «выпучиванием» по аналогии с явлением, которое имеет место в науке о сопротивлении материалов.

Движущееся когерентное выпучивание было зарегистрировано [53] при интенсивном насыщении водородом («водородном ударе») сплава $PdH_{0,1,}$ находящемуся в критических условиях (Т=230°С и PH_2=0,68МПа). Скорость напуска водорода составляла $\cong$0,5 МПа/мин. Вначале произошел сдвиг зерен, длившийся ~2 с, а через 8,4 с в правой части одного из зерен зародилось и начало волнообразное движение справа налево некое удлиненное размытое выпучивание, которое было зафиксировано видеозаписью. В течение 0,4 с наблюдаемое волновое движение переформировывалось, в результате чего на поверхности того же зерна образовалось второе движущиеся выпучивание, переместившееся на расстояние 45 мкм, дошедшее до границы зерна и полностью исчезнувшее в ней. За время его жизни 1,6 с оно двигалось с монотонно увеличивающейся скоростью от 16 до 40 мкм/с (средняя скорость движения составила 28 мкм/с). С точки зрения атомного масштаба, наблюдаемое выпучивание было весьма большим образованием: длина его, 110 мкм, была соизмерима с размером зерна, а ширина в направлении движения составляла 8 мкм, что эквивалентно в ширину ~10^4, а в длину ~ 10^5 параметров решетки палладия. Таким образом, наблюдавшееся выпучивание – это коллективное явление гигантского атомного масштаба, в котором проявилась уникальная специфика систем металл-водород, взаимосвязанность и взаимообусловленность металлической и водородной подсистем при их перестройках в сильно неравновесных условиях.

В работе [67] был дан подробный физический анализ явлений стационарного и движущегося выпучиваний.

Особый интерес представляет тот факт, что движущееся когерентное выпучивание является солитоном, а именно – солитоном Рассела, и описывается точным решением КдФ-уравнения, имеющим вид:

$$y(t,x)=\frac{y_0}{ch^2(\frac{x-\upsilon t}{l})} \quad , \qquad (2)$$

где $y(t,x)$ – отклонение любой точки солитона от поверхности воды в данный момент времени; y_0 –высота солитона; l – полуширина солитона; υ – скорость солитона, которая описывается уравнением

$$\upsilon=\upsilon_0\left[1+(\frac{y_0}{2h})\right] \quad , \qquad (3)$$

где υ_0 – скорость «движения» вдоль оси X точек солитона, расположенных (примыкающих) к поверхности воды, *h* – глубина мелкой воды.

С физической точки зрения, экспериментально обнаруженный PdH-солитон представляет собой физическое явление, отражающее особую диффузионно-кооперативную природу систем металл-водород. С практической точки зрения, можно утверждать, что возникновение волновых процессов, рождение и движение МеН-солитонов составляют особый, ранее неизвестный механизм релаксации и выравнивания внутренних напряжений в сплавах металл-водород.

Механическое проявление водородоупругости

При неравномерном распределении водорода в металле возникающие ВК-напряжения приводят к формоизменению (короблению) металла, подобно тому, как неравномерное распределение температуры по сечению металла вызывает его коробление, вследствие появления температурных напряжений. Термодинамические основы водородоупругости были впервые изложены в [71].

Формоизменение палладиевой пластины при одностороннем насыщении водородом

Индуцированное водородом формоизменение палладиевой пластины было изучено в интервале температур 110-350ºС. Эксперименты проводили в следующем порядке. Образец в рабочей камере ВВУ-4 медленно (3 К/мин) нагревали до выбранной температуры эксперимента и выдерживали при этой температуре 20 мин. После этого в рабочую камеру подавали диффузионно очищенный водород до заданного давления. От начала подачи водорода (t=0 с) вели регистрацию изменения стрелы прогиба образца через кварцевое окно с помощью катетометра и видеокамеры Samsung. В серии экспериментов по исследованию влияния давления водорода на формоизменение палладиевой пластины давление водорода повышали до различных значений при T_{const}=240^{o}C.

Общей закономерностью полученных результатов является то, что реакция палладиевой пластины на водородное воздействие развивается во времени в два принципиально различных этапа: на первом этапе пластина весьма быстро (9-20 с) изгибается, и достигает максимального изгиба, а на втором – существенно более длительном этапе, (более 120 с) – пластина распрямляется с высокой степенью обратимости. При этом пластина либо полностью возвращается в исходное состояние, либо имеет место достижение некоторого стационарного состояния с весьма небольшим отклонением от исходного состояния.

Максимальный изгиб пластины с повышением температуры изменяется по экстремальному закону и в районе температур 220-260^{o}C изгиб достигает максимального значения. Показано, что максимальный изгиб пластины определяется двумя фундаментальными свойствами системы Pd-H, а именно, коэффициентом диффузии и равновесной растворимостью водорода в палладии (рис.8).

Увеличение давления газообразного водорода приводит к сильному росту максимального изгиба пластины так, что при давлении водорода равном 0,43 МПа максимальный изгиб пластины достигает весьма большой величины со стрелой прогиба равной 10 мм (рис.9).

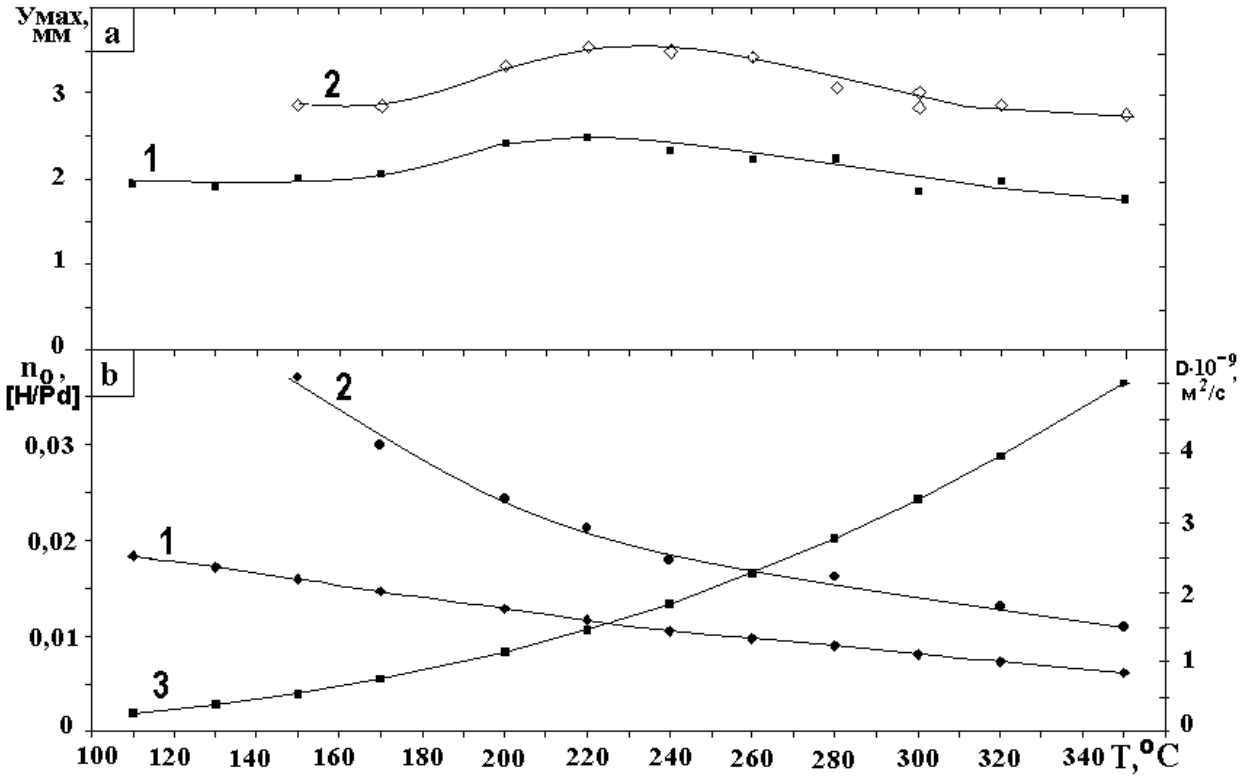


Рисунок 8 - (a) – влияние температуры на максимальное формоизменение пластины при P_{H_2} = 0.03 МПа (кривая 1) и P_{H_2} = 0.09 МПа (кривая 2),
(b) – температурная зависимость коэффициентов диффузии водорода в палладии (кривая 3) и рассчитанные ([64]) равновесная растворимость водорода в палладии для P_{H_2} = 0.03 МПа (кривая 1) и P_{H_2} = 0.09 МПа (кривая 2).

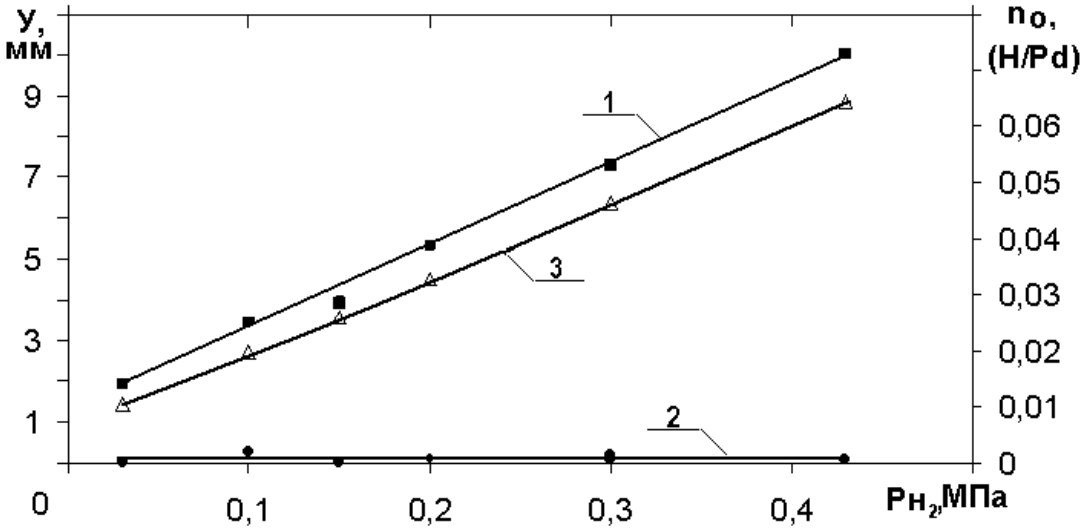


Рисунок 9 - Влияние давления водорода на максимальный (кривая 1) и остаточный, стационарный (кривая 2) изгиб пластины при 240°C. Кривая 3 – зависимость от давления равновесной растворимости водорода в палладии при 240°C.

Из рис.9 видно, что степень обратимости индуцированного водородом изгиба пластины возрастает при увеличении давления водорода так, что при P_{H_2}=0,43 МПа и стреле прогиба ≈10 мм изгиб пластины оказывается практически полностью обратимым.

Более того, максимальные обратимые изгибы, достигаемые при водородном нагружении, в три раза превосходят максимальные упругие обратимые изгибы, которые демонстрирует исследуемая палладиевая пластина при чисто механическом нагружении. Этот эффект был проанализирован в рамках теории упругости. Было показано, что индуцированные водородом обратимые изгибы палладиевой пластины являются результатом «работы» временного градиентного упруго напряженного *когерентного* сплава α-PdH_n. Таким образом, механизм изгиба палладиевой пластины при водородном нагружении принципиально отличен от такового при механическом нагружении.

Формоизменение палладиевой пластины при двустороннем насыщении водородом

Консольно закрепленную палладиевую пластину предварительно подвергали внешнему упругому изгибу путем подвешения грузика на свободный торец пластины. Масса грузика была подобрана экспериментальным путем таким образом, чтобы после его подвешивания образец гарантировано оставался в области упругих обратимых изгибов. Стабилизировавшуюся в упругонапряженном состоянии пластину дополнительно нагружали водородом при температуре 170^{o}C и давлении водорода 0,02 МПа. Такая пластина при двустороннем насыщении водородом дополнительно изгибается в ту же сторону, что и под действием внешней механической нагрузки. Необратимый индуцированный водородом остаточный изгиб составлял 30% от максимального дополнительного изгиба пластины. Подробности принципиальных различий в поведении упругонапряженной (предварительно механически нагруженной) и свободной (без механического нагружения) пластин и следующие из этих различий выводы обсуждены в работе [64].

Итак, представленные в данном подразделе экспериментальные данные подтверждают и ярко иллюстрируют теоретические предположения об исключительно значимой роли внутренних напряжений, индуцированных водородом в металлах. Эта роль проявляется в многочисленных водородоупругих эффектах, как макроскопических, так и микроскопических и должна учитываться в разработке конкретных технологий.

Заканчивая достаточно краткое изложение научных основ водородной обработки металлических материалов – новой области материаловедения и металлофизики, – авторы подчеркивают, что заинтересованный читатель может найти интересующие его детали проблемы в оригинальных работах, ссылки на которые даны в списке литературы, или обратиться непосредственно к авторам настоящей статьи (чему мы будем только рады).

Выводы

1.Водородная обработка материалов – сложившаяся область науки. Теория ВОМ основывается на гигантских различиях в диффузионной подвижности атомов водорода и металлической матрицы и в комплексном влиянии водорода на металлические материалы. Технология ВОМ для улучшения структуры и свойств металлических материалов применима как к полиморфным, так и, что особенно важно, к неполиморфным материалам, расширяя возможности их обработки.

2. К настоящему моменту времени ВОМ достигла уровня коммерциализации и промышленного использования, и успешно применяется в различных отраслях техники, от производства постоянных магнитов, до мембранных сплавов и обработки сплавов медицинского назначения.

3. Воздействие водорода на материалы является столь же фундаментальным, как и воздействия температуры, давления, потока частиц. Особенно значимую роль в комплексном воздействии водорода на металлы играет механическая компонента. Она заключается в возникновении, перераспределении и релаксации водородных концентрационных и водородных фазовых напряжений и обуславливает множество

макроскопических и микроскопических эффектов при насыщении водородом металлов и их дегазации: макроскопическое формоизменение (коробление) металла, фазовый распад с образованием мелкодисперсного порошка, сдвиги зерен, стационарные обратимые выпучивания и движение солитонов, замедление гидридных фазовых превращений. Зарегистрированные эффекты представляют интерес не только с точки зрения фундаментальной науки, но должны учитываться при разработке конкретных ВОМ-технологий.

Список литературы

1. Колачев Б. А. Водородная хрупкость металлов / Колачев Б. А. – М.: Металлургия, 1985. – 216 с.
2. Qian Liu and Andrej Atrens. A critical review of the influence of hydrogen on the mechanical properties of medium-strength steels // Corrosion Review, 2013. 31(3-6): 85–103.
3. M. B. Djukic. Hydrogen embrittlement of low carbon structural steel / M. B. Djukic, V. Sijacki Zeravcic, G. Bakic, A. Sedmak, B. Rajicic. // Procedia Materials Science 3, 2014. Pp. 1167 – 1172.
4. H. K. D. H. Bhadeshia. Prevention of Hydrogen Embrittlement in Steels // ISIJ International, 2016 56(1): 24-36.
5. U. Zwicker and H.W. Schleicher. Process for improving the workability of titanium alloys. US Patent 2892742 (1959). Электронный ресурс Google Patents https://patents.google.com/patent/US2892742. (Дата обращения: 29.03.2018).
6. Ильин А.А. Водородная обработка материалов: исторические аспекты и теоретические основы (обзор современного состояния) / Ильин А.А., Гольцова М.В. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008, т. 50 (№5-6), с. 261-264.
7. Ильин А.А. Водородная технология титановых сплавов / Ильин А.А., Колачев Б.А., Носов В.К., Мамонов А.М. // Под общей редакцией чл.-кор. РАН А.А. Ильина. М.: «МИСиС», 2002. 392 с.
8. Ильин А.А. Научные основы и принципы построения технологических процессов термоводородной обработки титановых сплавов / Ильин А.А., Мамонов А.М., Коллеров М.Ю. // Металлы (РАН), 1994. – №4. – С. 157–168.
9. А.с. 510529 СССР, МКИ С 22 F 1/00. Способ упрочнения гидридообразующих металлов и сплавов / В.А. Гольцов, Н.И. Тимофеев (СССР). № 1936144; Заявл. 11.06.73; Опубл. 15.04.76; Бюл. № 14. 1 с.
10. Водородная обработка материалов: Сб. информ. матер. Первой Межд. конф. «ВОМ-95». – Донецк (Украина). – 1995. – Ч.1. – 124 с. Ч.2. – 83 с.
11. Водородная обработка материалов: Сб. информ. матер. Второй Межд. конф. «ВОМ-98». – Донецк (Украина). – 1998. – 235 с.
12. Водородная обработка материалов: Труды Третьей Межд. конф. «ВОМ-2001». – Донецк (Украина). – 2001. –Ч.1, Ч.2. – 508 с.
13. Водородная экономика и водородная обработка материалов : труды Пятой международной конференции [“ВОМ-2007”], (Донецк, 21–25 мая, 2007 г.) / гл. ред. В. А. Гольцов. – Донецк, 2007. – Т. 1, Т. 2. – 952 с.
14. Proc. Select. Papers 1st International Conf. on Hydrogen Treatment of Materials, HTM-95. – Donetsk (Ukraine) // Intern. J. Hydrogen Energy. Special Double Issue, 1997. – Vol. 22, No.2/3. – P. v–vii, 113–349.
15. Proc. Select. Papers 2nd International Conf. on Hydrogen Treatment of Materials, HTM-98. –Donetsk (Ukraine) // Intern. J. Hydrogen Energy, 1999. – Vol.24, No.9. – P. v–vi, 791–937.
16. Progress in Hydrogen Treatment of Materials. – Donetsk–Coral Gables: Kassiopeya Ltd., 2001. – 543 p.
17. Wikipedia: [Электронный ресурс] // URL: https://en.wikipedia.org/wiki/First_principle . (Дата обращения: 29.03.2018).

18. Гольцов В.А. Явления, обусловленные водородом и индуцированными им фазовыми превращениями // Взаимодействие водорода с металлами / Отв. ред. А.П. Захаров. – М.: Наука, 1987.– 295 с. – Гл.9.– С. 264–292.
19. В.А. Гольцов. Фундаментальные основы водородной обработки материалов. // Международный научный журнал «Альтернативная энергетика и экология», 2014, № 1, с. 42-69.
20. В.А. Гольцов. Индуцированный водородом полиморфизм и фазово-структурные основы водородной обработки материалов / В.А. Гольцов, М.В. Гольцова // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение, 2016. - Том 18, №3. – с.7-29.
21. Соменков В. А. Фазовые превращения водорода в металлах (обзор) / В. А. Соменков, С. Ш. Шильштейн. М.: ИАЭ им. И.В. Курчатова, 1978. – 81 с.
22. В.А. Гольцов. Индуцированные водородом диффузионные фазовые превращения в интерметаллических сплавах гидридообразующих и негидридообразующих металлов / В. А. Гольцов, С. Б. Рыбалка, А. Г. Васильев // Альтернативная энергетика и экология, 2014. – № 1. – С. 175–197.
23. Goltsov V.A. The phenomenon of controllable hydrogen phase naklep and prospects for its use on metal science and engineering // Mater. Sci. Eng., 1981. – Vol.49, No.2. – P. 109–125.
24. Гольцов В.А. Структурные изменения палладия при водородофазовом наклепе / Гольцов В.А., Кириллов В.А., Железный В.С. // Докл. АН СССР., 1981.– Т. 259, №2. – С. 355–359.
25. Гольцов В.А. Рекристаллизация водоро-дофазонаклепанного палладия / Гольцов В.А., Мачикина И.Ю., Тимофеев Н.И. // Докл. АН СССР, 1979. – Т.247, №1.– С. 94–98.
26. Гольцов В.А. Изменение субструктуры палладия при водородофазовом наклепе и последующем отжиге / Гольцов В.А., Лобанов Б.А. // Докл. АН СССР, 1985. – Т.283, Вып.3. – С. 598–601.
27. В.А. Гольцов. Возврат механических и физических свойств водородофазонаклепанного палладия / В.А. Гольцов, В.А. Кириллов, О.И. Карнаух, В.Г. Волынская, С.В. Горбань // Физ. мет. и металловед., 1982. – Т.54, Вып.2. –С. 374–378.
28. В.А. Гольцов. Влияние температуры отжига на изменение свойств водородофазо-наклепанного палладия, обладающего гидридной хрупкостью / В.А. Гольцов, В.А. Кириллов, С.В. Горбань, О.И. Карнаух, В.Г. Волынская, Н.А. Тихонов // Физ. мет. и металловед., 1983. – Т.55, Вып.6. – С. 1166–1168.
29. Goltsov V.A., Hydrogen treatment of niobium: strengthening and structural changes / Goltsov V.A., Dekanenko V.M., Vlasenko N.N. // Mater. Sci. Eng., 1990. – Vol.129A. – P. 239–247.
30. Goltsov V.A. Hydrogen phase «naklep» and hydrogen treatment of niobium / Goltsov V.A., Vlasenko N.N. // Intern. J. Hydrogen Energy, 1997. – Vol.22, No.2/3. – P. 151–159.
31. Г. И. Жиров. Механические свойства отожженного и водородофазонаклепанного гидрида палладия / Г. И. Жиров, В. А. Гольцов, Д.А. Гляков. // Физика металлов и металловедение, 2004. – № 1. – С. 113–120.
32. Goltsova M. V. Kinetics and morphology of the reverse $\beta \rightarrow \alpha$ hydride transformation in thermodynamically open Pd–H system / Goltsova M. V., Artemenko Yu. A., Zaitsev V. I. // J. Alloys & Compounds, 1999. – Vol. 293-295. – P. 379–384.
33. Г. И. Жиров. Механические свойства и тонкая структура отожженного и водородо-фазонаклепанного палладия / Г. И. Жиров, В. А. Гольцов, Г. Е.Шаталова, Д. А. Гляков // Физика металлов и металловедение. – 2006. – № 1. – С. 103–112.
34. Artemenko Yu. A. Decomposition of solid solution of hydrogen in palladium upon rapid cooling / Artemenko Yu. A., Goltsova M. V. // Phys. Met. & Metallogr., 1995. – Vol. 79. – P. 150.

35. Goltsova M. V. The peculiarities of degassing and hydride $\beta \rightarrow \alpha$ hydride transformations in thermodynamically open palladium–hydrogen system / Goltsova M. V., Artemenko Yu. A., Zaitsev V. I. // Phys. Met. & Metallogr. , 1997. – Vol. 84. – P. 418–420.
36. Goltsova M. V. Effect of overheating above the critical point on isothermic $\beta \rightarrow \alpha$ transformation in Pd–H system / Goltsova M. V., Artemenko Yu. A., Zaitsev V. I. // Phys. Met. & Metallogr., 1999. – Vol. 87. – P. 65.
37. Артеменко Ю. А. Кинетика обратного $\beta \rightarrow \alpha$ гидридного превращения в системе Pd–H Артеменко Ю. А., Гольцова М. В., Зайцев В. И. // Металлофизика и новейшие технологии, 1999. – Т. 21. – С. 36.
38. Goltsova M. V. On the critical retardation of hydrogen in the palladiun–hydrogen system / Goltsova M. V., Artemenko Yu. A., Smirnov L. I. // Phys. Met. & Metalogr., 2000. – Vol. 89. – P. 169.
39. Artemenko Yu. A. Hydride (diffusive–cooperative) phase transformations: nature, kinetics, morphology / Artemenko Yu. A., Goltsova M. V., Zaitsev V. I., Zhirov G. I. // Proc. 13th World Conf. Hydrogen Energy. (Beijing, China, 12–16 June, 2000). – P. 1255.
40. Goltsova M.V. Hydride transformations: nature, kinetics, morphology / Goltsova M.V., Artemenko Yu.A., Zhirov G.I. // Progress in Hydrogen Treatment of Materials. – Donetsk–Coral Gables: Kassiopeya Ltd, 2001. – 543 p. – P. 161–184 // Аннот. в РЖ «Металлургия», 15И. Металловедение и термическая обработка, №1, 2002, реферат 15И72.
41. Гольцова М.В. Гидридные превращения: природа, кинетика, морфология / Гольцова М.В., Артеменко Ю.А., Жиров Г.И. // Международный научный журнал Альтернативная энергетика и экология. 2014. № 1 (141). С. 70-84.
42. Шаповалов В.И. Легирование водородом. – Д.: Журфонд, 2013. – 385 с.
43. Ильин А.А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах. М.: Наука, 1994.
44. Ильин А.А. Влияние комплексных технологий обработки на структурное состояние поверхности и эксплуатационные свойства медицинских имплантатов из титанового сплава ВТ6 / Ильин А.А., Федирко В.Н., Мамонов А.М., Сарычев С.М., Чернышова Ю.В. // Титан, 2014, №4. – с.4-11.
45. Коллеров М.Ю. Проблемы и перспективы применения титановых сплавов в медицине / Коллеров М.Ю., Спектор В.С., Мамонов А.М., Скворцова С.В., Гусев Д.Е., Гуртовая Г.В. // Технология легких сплавов, 2013, №3. – с. 42-53.
46. Карпов В.Н. Материаловедческие и технологические аспекты проектирования высоконагруженных имплантатов из титановых сплавов / Карпов В.Н., Мамонов А.М., Спектор В.С., Мона В.А., Шавырин Д.А. // Титан. 2014г. №4. С.43-51.
47. Водородная экономика. Специальный выпуск Международного научного журнала «Альтернативная энергетика и экология», 2014. №1 (141). 238 с.
48. Жиров Г.И. Когерентные и некогерентные изменения предварительно полированной поверхности гидрида палладия при дополнительном насыщении водородом / Жиров Г.И., Гольцова М.В., Артеменко Ю.А. // Физика металлов и металловедение, 2001.–Т. 92, № 6.–С. 37–41.
49. Жиров Г.И. Экспериментальное подтверждение явления термо-баро-упруго-диффузионного равновесия превращающихся фаз при гидридных превращениях / Жиров Г.И., Гольцова М.В. // Физика металлов и металловедение, 2002.–Т. 94, № 1.–С. 70–74.
50. Жиров Г.И. Сдвиг зерен в палладии и сплавах PdH_x при водородных ударах / Жиров Г.И., Гольцова М.В. // Физика металлов и металловедение, 2002.–Т. 94, № 3.–С. 66–71.
51. Гольцова М.В. Водородоупругие и водородопластические эффекты на поверхности палладия при его насыщении водородом / Гольцова М.В., Жиров Г.И. // Альтернативная энергетика и экология, 2005.–No. 1(21).–P. 34–41.

52. G.I.Zhirov. Hydrogen phase naklep influence on palladium grain and fine structures / G.I.Zhirov, M.V. Goltsova, G.E. Shatalova // International Journal of Hydrogen Energy, Volume 31, Issue 2, February 2006, Pages 231-236.
53. Жиров Г. И. Экспериментальное наблюдение солитоноподобного движущегося выпучивания на поверхности сплава палладий–водород / Жиров Г. И., М. В.Гольцова. // Физика металлов и металловедение. – 2007. – Т. 104, № 6. – С. 634–640.
54. Гольцова М.В. Изменение зеренной и тонкой структуры палладия в результате водородофазового наклепа / Гольцова М.В., Жиров Г.И. // Металловедение и термическая обработка металлов.–2007.–№3 (621).–С. 49–54.
55. Гольцова М.В. Обратимые и необратимые структурные изменения индуцированные водородом в приповерхностных слоях палладия и его сплавов с водородом / Гольцова М.В., Жиров Г.И. // Металлофизика и новейшие технологии. – 2009, т. 31. - №2. – с. 135-145.
56. М.В. Гольцова. Особенности формирования градиентного сплава палладий-водород и формоизменение палладиевой пластины в процессе одностороннего насыщения водородом / М.В. Гольцова, Е.Н. Любименко. // Физика металлов и металловедение, 2011, т.112, №4, - 393-403.
57. Любименко Е.Н. Механизмы формоизменения палладиевой пластины при её одностороннем насыщении водородом / Любименко Е.Н., Гольцова М.В. // Вопросы атомной науки и техники. 2011, №4, с. 100-107.
58. Е.Н. Любименко. Формирование градиентного Pd-H сплава и формоизменение палладиевой пластины при одностороннем насыщении водородом / Е.Н. Любименко, М.В. Гольцова. // Металлофизика и новейшие технологии. – 2011, т. 33. - №6. – с.819-829.
59. М.В. Гольцова. Изменения структуры и формы палладия, индуцированные водородом / М.В. Гольцова, В.В. Васекин, Л.А. Спортсмен, Г.И. Жиров. // Цветные металлы, 2012. №5. С. 40-47.
60. М.В.Гольцова. Влияние температуры на формоизменение палладиевой пластины при её одностороннем насыщении водородом / М.В.Гольцова, Е.Н. Любименко // Физика металлов и металловедение, 2012, т.113, №2, с. 150-158.
61. М.В.Гольцова. Формоизменение палладиевой пластины при её одностороннем насыщении водородом: влияние скорости роста давления газообразного водорода / М.В.Гольцова, Е.Н. Любименко. // Физика металлов и металловедение, 2012, т.113, №11, с. 1073-1079.
62. М.В.Гольцова. Изменение механических свойств упрочненного β-гидрида палладия при отжиге в водороде / М.В.Гольцова, Г.И. Жиров // Металловедение и термическая обработка металлов. 2013. № 6 (696). С. 50-53.
63. Е.Н. Любименко. Формоизменение палладиевой пластины, индуцированное малыми односторонними водородными воздействиями / Е.Н. Любименко, М.В. Гольцова. // Металлофизика и новейшие технологии, 2014, т.36, №2, сс. 247-258.
64. Котельва Р.В. Формоизменение упругонапряженной палладиевой пластины при ее двустороннем насыщении водородом / Котельва Р.В., Гольцова М.В. // Международный научный журнал Альтернативная энергетика и экология, 2014. № 1 (141). С. 167-174.
65. М.В.Гольцова. Модуль упругости и нанотвердость ненаклепанного гидрида палладия / М.В.Гольцова, Е.Н. Любименко, Г.Н.Толмачева, Г.И. Жиров // Металлофизика и новейшие технологии, 2015. - т.37, - №8. – сс. 1135-1146.

66.М.В. Гольцова. Влияние степени водородофазового наклепа на кинети-ку дегазации водорода из гидрида палладия // Металлофизика и новейшие технологии, 2017, т.39, №4. – сс. 465 – 475.
67. Гольцова М.В.Структурные изменения в приповерхностных слоях палладия и сплавах палладий-водород, индуцированные водородом // Международный научный журнал Альтернативная энергетика и экология, 2014. № 1 (141). С. 97-110.
68. Гольцова М.В. Экспериментальные особенности и феноменологическая модель формоизменения палладиевой пластины при её одностороннем насыщении водородом / Гольцова М.В., Любименко Е.Н. // Альтернативная энергетика и экология, 2014, №1 (141), с.152-166.
69. Гольцова М.В. Об особой роли внутренних напряжений, индуцированных водородом в металлах: экспериментальные подтверждения // Международный научный журнал Альтернативная энергетика и экология, 2015. № 17-18. С. 82-92.
70. Жиров Г. И. Отожженный и водородофазонаклепанный гидрид палладия: методики получения и механические свойства // Физика и техника высоких давлений, 2003. – Т. 13, № 2. – С. 71–82.
71. Гольцов В.А., Редько А.Л., Глухова Ж.Л. Термодинамические основы явления водородоупругости // Физика металлов и металловедение, 2003. – 95, №1. – С. 21–26.

Глава 17 ПРОЧНОСТЬ СЦЕПЛЕНИЯ С ОСНОВОЙ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ. ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ АСПЕКТ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ РЕШЕНИЯ

Белоцерковский М.А.
Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,
г.Минск, Республика Беларусь, mbelotser@gmail.com

Введение.

Одним из путей повышения ресурса техники и снижения расходов на запасные части является внедрение в производство технологии восстановления и упрочнения деталей с использованием методов газотермического напыления. К настоящему времени разработаны различные виды напыляемых материалов (порошки, шнуры, проволоки), создано оборудование и технологии нанесения покрытий, что обусловливает возможность их широкого применения для упрочнения и восстановления быстроизнашивающихся деталей машин и элементов конструкций.

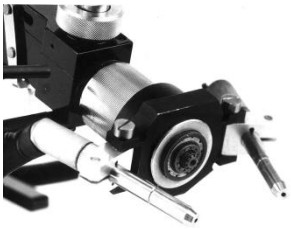
Надежность восстановленных и упрочненных деталей во многом зависит от качества напыляемых покрытий, которое определяется, прежде всего, прочностью сцепления их с основой. Адгезия, как показали исследования, зависит прежде всего от качества подготовки и шероховатости напыляемой поверхности и определяется механическим зацеплением, силами межмолекулярного взаимодействия и химическими связями. В связи с этим существенное влияние оказывают состав и структура основного материала, параметры шероховатости подготовленной поверхности, основные механические характеристики приповерхностного слоя, твердость, плотность, теплофизические свойства, величина и знак остаточных напряжений, толщина и свойства оксидной пленки и адсорбированных слоев, наличие и основные характеристики промежуточных подслоев.

Разработанные технические средства позволили увеличить срок службы элементов трибосопряжений, деталей корпусов и исполнительных органов, металлоконструкций и т. п. Однако, как правило, выбор потребителем технологии восстановления-упрочнения конкретного изделия основывается на результатах чужого или собственного опыта и определяется в основном финансовыми возможностями. Этим объясняется многообразие примеров восстановления одной детали различными способами. Анализ публикаций, посвященных методам нанесения покрытий на валы, оси, шейки коленчатых валов, подшипники скольжения, посадочные места в корпусных деталях, показывает, что промышленные предприятия и научные организации государств СНГ используют на практике самые различные методы наварки, наплавки, напыления, припекания [1–12]. Однако выбор того или иного метода нанесения покрытий основывается определяется эмпирическим путем с учетом стоимости оборудования.

В данной работе описана методология научно обоснованного выбора рационального метода и режимов восстановления, упрочнения и защиты детали, базирующегося на ее рассмотрении как элемента динамической системы, рассчитываемого на надежность. Использование положений прочностной надежности деталей с покрытиями позволяет не только оценить пределы использования каждого из методов газотермического напыления (ГТН), но прежде всего аналитическим путем установить необходимый уровень прочности сцепления покрытий на деталях узлов трения широко распространенного технологического оборудования и транспортных машин, который доложен быть обеспечен методами ГТН.

Оборудование и методики исследований.

Для экспериментальных исследований адгезии нанесение покрытий осуществлялось с использованием оборудования, разработанного в ОИМ НАН Беларуси: (рисунок 1).



а)

б)

в)

г)

Рисунок 1 - Оборудование для газотермического напыления: а – термораспылители для активированного газопламенного напыления металлических порошков; б – полимерный термораспылитель; в – проволочный термораспылитель ТЕРКО-2; г – аппарат для гиперзвуковой металлизации АДМ-10

Оценка прочности сцепления осуществлялась путем отрыва штифта нормально приложенной нагрузкой. Штифтовой метод оценки прочности сцепления прост в реализации и даёт возможность быстрого получения результатов с достаточно высокой точностью. Данные преимущества и возможность многократного применения используемых образцов для исследований обусловили его широкое распространение.

Образцы для определения адгезионной прочности штифтовым методом изготавливались из материала Сталь 45 ГОСТ 1050-88 (рисунок 2).

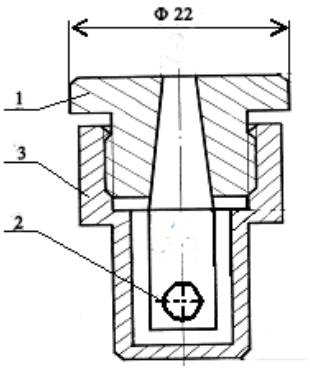


Рисунок 2 – Образец для измерения адгезионной прочности штифтовым методом

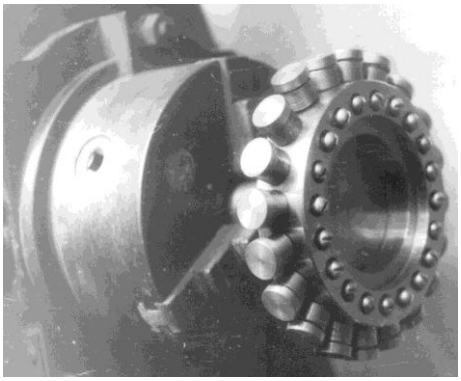


Рисунок 3 – Внешний вид приспособления с установленными образцами

Образец представлял собой сборочное изделие, состоящее из трёх деталей – корпуса 3, фланец – подложки 1 и штифта 2. Штифт, выполненный в виде конуса с отверстием, устанавливается в фланец – подложке, на которую наносится покрытие. Корпус предназначен для жёсткой фиксации штифта в фланец – подложке и для

установки образца в приспособлении для напыления (рисунок 3). Приспособление закреплялось в патроне токарного станка и позволяло наносить покрытия на выбранном режиме напыления или материале сразу на несколько образцов, что повышало точность получаемых результатов. После установки и фиксации в корпусе торец штифта обрабатывался совместно с поверхностью фланец – подложки для формирования ровной поверхности под напыление.

Следует отметить, что после проведения совместной предварительной обработки торца штифта и поверхности фланец – подложки, необходимо было извлекать штифт из подложки для устранения искажений результатов эксперимента, возникающих из-за появления «спаек», образующихся в результате совместной механической обработки штифта и подложки.

После формирования покрытия и охлаждения его до комнатной температуры фланец – подложку со штифтом извлекали из корпуса и устанавливали в разрывную машину или в устройство, включающее приспособление для установки образца, динамометр для определения усилия отрыва и гидропривод для приложения усилия. Замеряя усилие отрыва штифта от подложки и разделив полученные значения силы на площадь торца штифта (12,56 мм^2), получали величину адгезионной прочности покрытия.

Прочностная надежность деталей с покрытиями.

Основной критерий работоспособности поверхностных (рабочих) слоев деталей можно выразить исходя из ограничений по температурам $[T_{min}] \le T \le [T_{max}]$ (в квадратных скобках – допускаемые величины), средним контактным напряжениям $p \le [p]$, интенсивностям изнашивания $I_h \le [I_h]$, коэффициенту трения скольжения $f_{mp} \le [f_{mp}]$. Весьма важным критерием является также $pV_{ск}$-фактор, расчет по которому в приближенной форме помогает предупреждать интенсивный износ, перегрев и заедание. При этом главным фактором, обусловливающим характер и интенсивность изнашивания деталей машин являются контактные напряжения, определяемые отношением приложенной нагрузки к площади проекции опорной поверхности на плоскость, перпендикулярную направлению действия внешней нагрузки.

Указанные критерии относятся как к не упрочненным деталям, так и к деталям с покрытиями. Но прочностная надежность деталей с покрытиями определяется также и прочностью сцепления покрытий с основой – одним из немногих критериев, используемых в практике напыления для оценки применимости способа нанесения покрытия. При этом считают, что чем больше величины нагрузок на деталь, тем выбираемый метод напыления должен иметь более высокие значения энергии струи, поскольку достигается большая величина адгезии [11–13]. Однако численное соотношение между действующей нагрузкой и прочностью сцепления не установлено.

Изложенная далее концепция прочностной надежности деталей с покрытиями позволяет не только оценить пределы использования каждого из методов газотермического напыления, но прежде всего аналитическим путем установить необходимый уровень прочности сцепления покрытий на деталях узлов трения широко распространенного технологического оборудования и транспортных машин, который доложен быть обеспечен методами ГПН. Прочностная надежность покрытия зависит от его напряженного состояния, обусловленного контактными и касательными напряжениями, действующими на поверхность покрытия.

Оценка прочностной надежности покрытия может быть проведена с помощью эквивалентного напряжения $\sigma_{экв}$, зависящего от вида напряженного состояния и определенного по одной из теорий прочности [14, 15]. Наиболее распространенной является теория прочности Мора, по которой

$$\sigma_{экв} = \sigma_1 - \nu\sigma_3, \qquad (1)$$

где $\nu = \dfrac{\sigma_{вр}}{\sigma_{вс}}$ - отношение предела прочности при растяжении к пределу прочности при сжатии материала покрытия; σ_1, σ_3 - максимальные и минимальные главные напряжения, действующие в зоне сцепления покрытия с основой.

Учитывая, что для большинства деталей толщина покрытия незначительна по сравнению с размерами зоны сопряжения деталей, в первом приближении напряженное состояние в покрытии может быть описано с помощью стержневой модели [16] и в зоне сцепления покрытия с деталью может быть изображено с помощью элементарного параллелепипеда (рисунок 4).

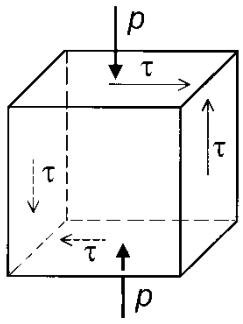


Рисунок 4 – Напряжение, действующее в зоне сцепления покрытия с деталью

Для этого случая, главные напряжения определяются из выражений:

$$\sigma_1 = -\frac{p}{2} + \sqrt{\left(\frac{p}{2}\right)^2 + \tau^2} \quad (2)$$

$$\sigma_3 = -\frac{p}{2} - \sqrt{\left(\frac{p}{2}\right)^2 + \tau^2} \; .$$

Тогда из (1), принимая ν =1,

$$\sigma_{экв} = \sqrt{p^2 + 4\tau^2} \quad ,$$

или с учетом законом Кулона $\tau = f \cdot p$ получаем:

$$\sigma_{экв} = p\sqrt{1 + 4f^2} \; . \qquad (3)$$

Условие прочностной надежности покрытия по критерию прочности его сцепления с деталью имеет вид:

$$\sigma_{экв} = \frac{\sigma_{сц}}{k_з} \quad \text{или} \quad \sigma_{экв}\, k_з \le [\sigma_{сц}] \quad , \qquad (4)$$

где $\sigma_{сц}$ – растягивающее напряжение (при нормально приложенной нагрузке), при котором происходит отрыв покрытия от основы, определяемое экспериментально (прочность сцепления на отрыв);$k_з$ – коэффициент запаса прочности.

Максимально допустимое для покрытия контактное давление определится после подстановки (3) в (4):

$$p_{\max} = \frac{\sigma_{сц}}{k_з \sqrt{1+4f^2}}. \qquad (5)$$

Следует отметить, что среднее контактное давление, как правило, в 2…7 раз меньше давления, реально действующего в зоне сопряжения деталей. Величина $p_{\max}$ обычно определяется из решения контактной задачи Герца [16], однако, в ряде случаев для его нахождения требуется использовать решение Штаермана [14].

Суть концепции научно обоснованного выбора рационального метода и режимов восстановления заключается в том, что деталь рассматривается как элемент динамической системы, рассчитываемый на надежность [17–20]. При этом учитывается динамическая нагруженность, определяемая тяговыми, изгибающими или сжимающими усилиями и динамическими нагрузками, носящими случайный характер. Любые напряжения, вызывающие деформацию всего изделия или отдельных участков, воздействуют на покрытие, адгезионные и когезионные характеристики которого и будут в конечном итоге определять его работоспособность. Зная максимальные напряжения, возникающие у поверхности детали, и имея данные о свойствах покрытия, можно расчетным путем оценить, какие методы необходимо использовать в данном случае. Соответствующий метод и режимы должны обеспечивать выполнение неравенства (4). Возможна постановка и обратной задачи, решение которой определит области рационального использования каждого из методов.

Теоретическая оценка необходимой прочности сцепления на отрыв покрытий, наносимых на различные типы деталей.

В случае валов и осей $\sigma_{экв}$ определяется согласно энергетической теории прочности [15], как:

$$\sigma_{экв} = (\sigma_и^2 + 3\tau_к^2)^{1/2}, \qquad (6)$$

где $\sigma_и$ и $\tau_к$ - соответственно наибольшие напряжения в расчетном сечении вала от изгиба моментом $M_и$ и кручения моментом $M_к$ (МПа).

Напряжения определяются как:

$$\sigma_и = \frac{M_и}{W_и},\ \tau_к = \frac{M_к}{W_к}, \qquad (7)$$

где $W_и$ и $W_к$ моменты сопротивления сечения вала при изгибе и кручении - соответственно, Н·м.

Для вала, форма сечения которого представляет окружность, $W_к = 2W_и$, и, следовательно, можно записать:

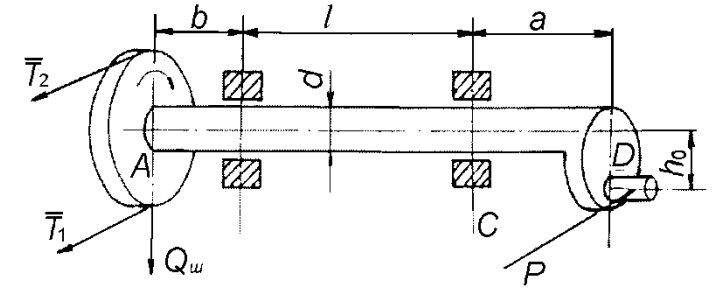
$$\sigma_{экв} = \frac{32}{\pi d^3}\left(M_и^2 + 0{,}75M_к^2\right)^{1/2}, \qquad (8)$$

где *d* - диаметр вала, м.

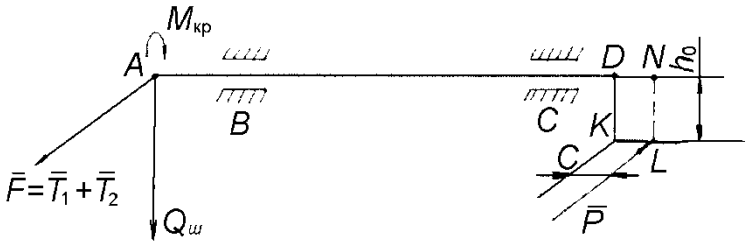
С учетом (4), выражение для оценки необходимой прочности сцепления покрытий, нанесенных на валы и оси, в общем случае будет иметь вид:

$$\sigma_{сц} \geq \frac{32k_з}{\pi d^3}\sqrt{M_и^2 + 0{,}75M_к^2} \quad . \qquad (9)$$

Одними из наиболее сложно нагруженных элементов приводов машин являются валы со шкивами и кривошипами, использующиеся в механизмах вибраторов, приводах льнотеребилок, вибросит комбайнов. Рассмотрим напряженное состояние такого вала (схема приведена на рисунке 5) и определим наиболее рациональные технологии восстановления его изношенных поверхностей.



а)



б)

Рисунок 5 – Схема элемента привода со шкивом и кривошипом

На шкив весом $Q_ш$, расположенный на левом конце вала, действуют силы натяжения ремня T_1 и T_2 ($T_1 > T_2$). На палец кривошипа действует горизонтальная сила P. Вал установлен в подшипниках В и С. Определим изгибающие и крутящие моменты для вала АД.

Силы T_2 и T_1 натяжения ремня заменим силой F ($F \approx (T_1 + T_2)\sin\frac{\alpha_ш}{2}$, где $\alpha_ш$ – угол обхвата шкива ремнем), приложенной в центре шкива, и парой с моментом $M_{кр} = (T_1 - T_2)R_o$, где R_o - радиус шкива. Сила F вместе с весом шкива $Q_ш$ изгибает вал, пара сил с моментом $M_{кр}$ скручивает вал, уравновешивается парой, приложенной к правому концу вала $M_{кр} = Ph_o$. Величина крутящего момента $M_{кр}$ может быть найдена, если известно число оборотов вала в единицу времени n (об/мин) и передаваемая шкивом мощность N (л.с.): $M_{кр} = 7162\frac{N}{n}$, (Н·м). Тогда $P = \frac{M_{кр}}{h_o}$ и $T_1 = \frac{M_{кр}}{R_o(1-m)}$, где $m = \frac{T_2}{T_1}$. Изгиб вала происходит под действием

вертикальной ($Q_ш$) и горизонтальных (T_1+T_2, P) сил. Построив суммарную эпюру моментов сил, определили, что опасное сечение будет либо в месте сопряжения с подшипником В, либо в месте сопряжения с подшипником С, в зависимости от соотношения числовых значений рассматриваемых сил. Суммарные изгибающие моменты в этих сечениях определятся как:

$$M_{u(B)} = b\sqrt{Q_ш{}^2 + (T_2 + T_1)^2};\ \ M_{u(C)} = Pa\ . \qquad (10)$$

Отсюда эквивалентные напряжения в поверхностном слое вала в сечениях В и С определятся как [18, 20]:

$$\sigma_{экв(B)} = \frac{32}{\pi d^3}\sqrt{b^2\left[Q_ш{}^2 + \left(T_2 + T_1\right)^2\right] + 0{,}75M_{кр}^2}\ , \qquad (11)$$

$$\sigma_{экв(C)} = \frac{32}{\pi d^3}\sqrt{P^2a^2 + 0{,}75M_{кр}^2}\ . \qquad (12)$$

Определим, можно ли использовать традиционную технологию газопламенного напыления порошковых материалов для восстановления изношенных поверхностей вала со шкивами и кривошипами (рисунок 5). Вал привода вибратора льнотеребилки имеет диаметр 0,045 м, шкив массой 4 кг, величина крутящего момента – около 300 Н·м, сила, действующая на палец кривошипа – около 1500 Н. В результате вычислений с использованием выражений (2.11) и (2.12) получено, что среднее значение эквивалентных напряжений составляет около 26 МПа. Учитывая коэффициент запаса прочности ($k_з$ = 1,2), прочность сцепления на отрыв составляет 31–32 МПа, что свидетельствует о невозможности применения традиционного процесса газопламенного напыления в данном случае.

Поскольку одним из наиболее сложных вопросов для производственников является выбор метода восстановления шеек коленчатых валов ДВС, был выполнен расчет, позволяющий прогнозировать требуемые прочностные свойства покрытий в зависимости от динамических параметров двигателей.

При наличии данных о пределах усталости материалов коленвалов (с учетом масштабного фактора) при изгибе и кручении рекомендуется методика расчета валов, разработанная в 40-х годах Кинасошвили Р.С. [21]. Однако при использовании этого метода следует учитывать, что в зависимости от степени прокаливаемости материалов валов при изменении их размеров по-разному изменяется предел усталости материала вала по сравнению с пределом усталости, определенном на стандартном образце, изготовленном из этого же материала. Кроме того, усталостные испытания валов очень продолжительны и достаточно сложны. Поэтому для оценки прочности напыленных слоев шеек валов воспользовались приближенными методами расчета, на основании которых определяются условные напряжения, не учитывающие усталостных явлений.

При работе двигателя на коленчатый вал через шатуны действуют силы давления газов в цилиндрах, силы инерции вращающихся масс и силы инерции масс, движущихся возвратно-поступательно. Действующие силы в совокупности вызывают значительные знакопеременные скручивающие изгибающие моменты, а также крутильные и продольные колебания, создающие при резонансе дополнительные напряжения. Поскольку эти силы и моменты переменны как по значению, так и по направлению, то при расчете учитывали самые неблагоприятные условия работы

вала. Это режим максимального движущего момента $M_{дв}$ при частоте вращения, равной 0,4–0,6 от номинальной частоты вращения вала $n_н$, когда давление газов в конце процесса сгорания достигает наибольшего значения $p_{r\,max}$.

Действием инерционных нагрузок пренебрегали, то есть рассматривали момент временной перегрузки, обычно возникающий при пуске двигателя.

Используя дифференциальное уравнение движения механической системы двигателя [22] и применяемые в инженерных расчетах приближенные зависимости [23, 24], подтвержденные практикой эксплуатации двигателей, производили оценку сил, действующих на движущиеся элементы двигателя [25].

Условие прочности для шатунной шейки в наиболее опасном сечении, согласно расчетов, приведенных в Приложении А, будет выглядеть следующим образом:

$$\left(\sigma_{экв}\right)_C = \frac{a+b+\frac{l}{2}}{0{,}4d_ш^{\,3}}\left[\left(1-\upsilon_T\right)\sqrt{Z^2+T^2}+\left(1+\upsilon_T\right)\sqrt{Z^2+T^2+4\left(\frac{r_o}{a+b+\frac{l}{2}}\right)^2 T^2}\right] \le \left[\sigma\right], \quad (13)$$

где: d – диаметр шейки; a – половина длины коренной шейки; l – длина шатунной шейки; b –ширина щеки вала; $\upsilon = \sigma_{Tp}/\sigma_{Tсж}$, где σ_{Tp} – предел текучести при растяжении, $\sigma_{Tсж}$ – предел текучести при сжатии; $T = (M_{дв})_{max} / r_0$, где r_0 – расстояние между осями шатунной и коренной шеек, $(M_{дв})_{max}$ – максимальный крутящий момент; $Z = F_п\left(P_{r\,max} - P_0\right)$, где $P_{r\,max}$ - максимальное давление газов на поршень, $F_п$– площадь поверхности торца поршня; P_0 – давление газов под поршнем.

Необходимо иметь в виду, что напряжение, эквивалентное максимальному в наиболее опасной точке, является растягивающим. Таким образом, значения предельного напряжения для покрытий определяются величиной прочности сцепления покрытий на отрыв.

Зная величину максимального движущего момента, развиваемого двигателем, геометрические параметры коленчатого вала, величину максимального давления газов в цилиндрах двигателя, можно определить из выражений (4) и (13) требуемую прочность сцепления покрытий с основой, а значит и оценить возможность использования того или иного метода нанесения покрытий для восстановления конкретного коленчатого вала.

Был выполнен расчет необходимых значений прочности сцепления покрытий, напыляемых на коленчатые валы ДВС различной мощности.

Анализ полученных результатов позволяет сделать весьма важный вывод о том, что с ростом мощности двигателя выше определенного предела (соответствует крутящему моменту около 450 Нм и давлению газов около $8\cdot10^6$ Н/м^2) нет необходимости выбирать способы напыления шеек валов, обеспечивающие значения прочности сцепления выше 50 МПа. Помимо того, для восстановления шеек коленчатых валов ДВС методами ГПН необходимо использовать какие либо активирующие процесс напыления факторы. Традиционными технологиями ГПН можно восстанавливать только валы двигателей, имеющих максимальный крутящий момент до 100 Н·м с давлением газов в цилиндрах до 3,8 МПа.

Был выполнен расчет величины адгезии покрытий, наносимых на цилиндрические и сферические трибосопряжения, при этом были использованы известные зависимости [26, 27], необходимые для оценки прочностной надежности покрытия цапфы вала, работающей в условиях сухого трения.

Анализ нагрузок, действующих на сферические опоры, показывает, что в качестве расчетных могут быть использованы статические нагрузки, обусловленные величиной массы конструкции, опирающейся на опору и квазистатические, обусловленные инерционными силами от вертикальных и взаимно угловых колебаний частей конструкции. Колебания в первом приближение можно принять гармоническими. Однако, вследствие наличия зазоров в сферических шарнирах и возможных перекосов между элементами конструкции, возможны существенные динамические нагрузки, вызванные ударами соприкасающихся тел. Величину этих нагрузок практически невозможно оценить аналитическим путем, поэтому ее необходимо определять экспериментально.

Расчет прочностной надежности цилиндрического шарнира сухого трения (на цапфу стального вала нанесли полиамидное покрытие, втулка выполнена из стали 40Х) показал, что адгезия покрытий должна быть не ниже 2,2 МПа [28, 29], что обеспечивается технологиями традиционного ГПН. Однако, при нанесении полимерных слоев на трубы, эксплуатирующиеся в температурном диапазоне - 25^0С…+ 50^0С прочность сцепления покрытий из большинства термопластичных полимеров должна превышать 11 МПа.

Адгезия полимерных покрытий к сталям составляет 7,7–9,5 МПа, причем повысить эти величины технологически достаточно сложно. Наиболее эффективным путем, позволяющим увеличить $\sigma_{сц}$, является снижение коэффициента термического расширения полимера $\alpha_{П}$. Это можно достичь, например, введением в наносимую полимерную шихту наполнителей (порошков оксидов или металлов). В результате выполненных расчетов для полиамида ПА 6, полиэтилентерефталата, поливинилбутираля, винипласта, полиэтиленов различных типов был построен график (рисунок 6), показывающий какой должна быть величина $\alpha_{П}$, чтобы при эксплуатации в определенном температурном интервале обеспечивалась прочность сцепления покрытия около 10 МПа.

Анализ полученной зависимости показывает, что снижая коэффициент термического расширения полимерного материала можно расширить температурный интервал работоспособности покрытия.

Таким образом, используя основные положения концепции прочностной надежности деталей с покрытиями и предложенные методики расчета необходимой величины адгезии покрытий, показано, что должны быть достигнуты следующие значения прочности сцепления на отрыв: на валах с кривошипами (при силе на палец кривошипа 1000 - 1500 Н) – не менее 30 МПа; на шейках коленчатых валов средненагруженных ДВС – не менее 35 МПа, на шейках коленчатых валов тяжелонагруженных ДВС – не менее 45 МПа; на деталях, покрываемых полимерами и эксплуатирующихся в атмосферных условиях РБ – не менее 10 МПа.

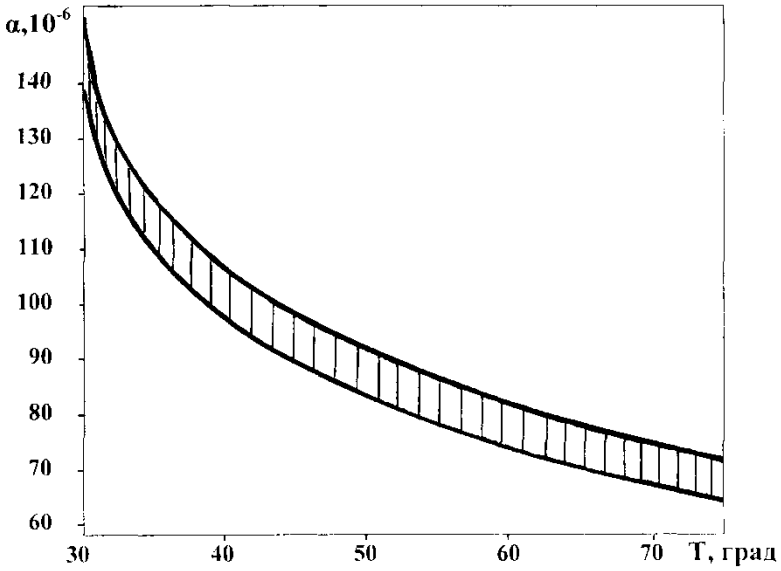


Рисунок 6 – Зависимость коэффициента термического расширения полимерного материала, нанесенного на стальную трубу с прочностью сцепления около 10 МПа, от температурного интервала эксплуатациитрубы

Расчет необходимой прочности сцепления покрытия, наносимого на шток гидроцилиндра.

В процессе эксплуатации вследствие износа и технологических зазоров возникает явление перекоса штока в направляющих гидроцилиндра (рисунок 7). Если опорные поверхности направляющих рассматривать как упругие, то давление на них будет распределяться по сложному закону, определяемому внешними нагрузками и упругими характеристиками штока и направляющих. Точное решение такой задачи представляет значительные трудности, вследствие этого применяются некоторые упрощающие предположения. Вследствие перекоса штока предполагается, что реакции опор приложены в точках *A* и *D*.

На рисунке 8 показана расчетная схема действия сил на штоке в случае его перекоса. Движущая сила $F_П$ приложена к штоку под углом γ к оси цилиндра. В точках *A* и *D* приложены нормальные реакции R_A и R_D, направленные перпендикулярно оси штока 0*x*, и силы трения F_{TA} и F_{TD}, направленные против скорости *V* движения поршня. Силы трения соответственно равны:

$$F_{TA} = f \cdot R_A;\ F_{TD} = f \cdot R_D, \qquad (14)$$

где *f* – коэффициент трения скольжения.

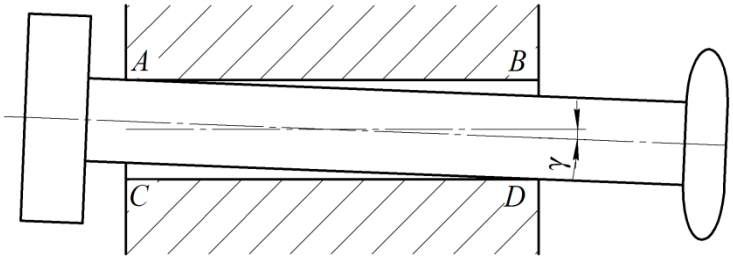


Рисунок 7 – Перекос в штоке вследствие износа и технологических зазоров

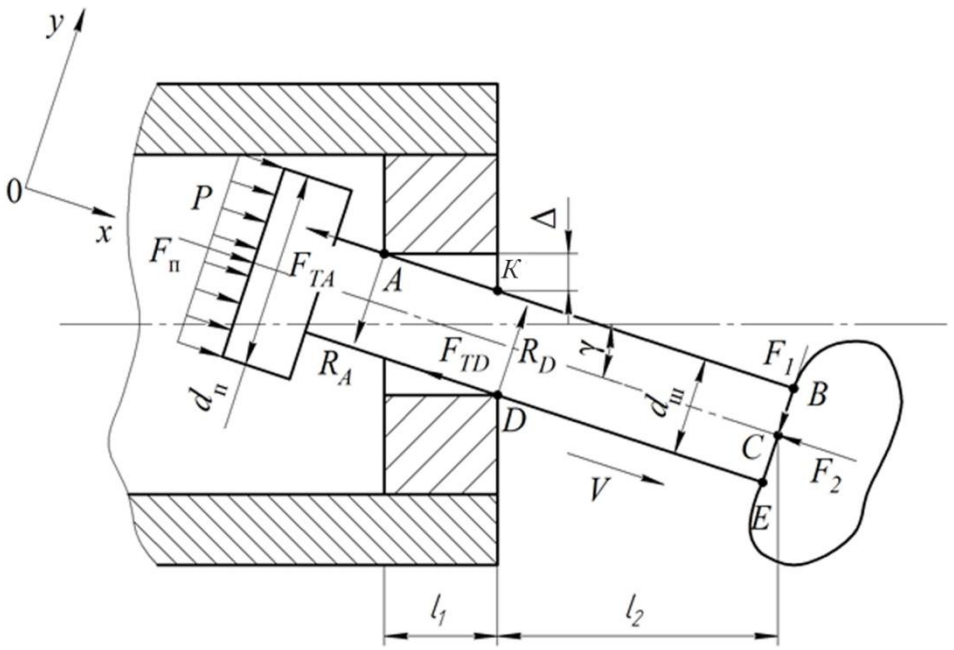


Рисунок 8 – Расчетная схема действия сил в случае перекоса штока в направляющих гидроцилиндра

Со стороны исполнительного механизма на шток действуют поперечная F_1 и осевая F_2 силы, связанные соотношением $F_1 = F_2 tg\gamma$.

Движущая сила $F_П$ определяется из выражения:

$$F_{П} = p \cdot \frac{\pi d_{П}^2}{4},$$

где p – давление жидкости в гидроцилиндре, МПа; $d_П$ – диаметр поршня штока, м.

Угол перекоса штока: $\gamma = arctg\,\frac{\Delta}{l_1}$,

где Δ – диаметральный зазор между штоком и направляющей (грундбуксой) гидроцилиндра; l_1 – длина направляющей.

Неизвестные силы R_A, R_D, F_2 находятся из условий равновесия сил, приложенных к штоку.

Уравнения равновесия сил, приложенных к штоку:

$$\sum F_{kx} = F_{П} - F_{TA} - F_{TD} - F_2 = 0, \quad (15)$$

$$\sum F_{ky} = -R_A + R_D - F_1 = 0, \quad (16)$$

$$\sum m_c F_k = 0,\ R_A \cdot AB - R_D \cdot DE + F_{TA} \cdot \frac{d_ш}{2} - F_{TD} \cdot \frac{d_ш}{2} = 0, \quad (17)$$

Решение уравнений (15)–(17) с учетом (14) дает следующие значения искомых сил:

$$F_2 = \beta \cdot F_{П};\ R_D = \alpha\beta \cdot F_1;\ R_A = (\alpha - 1) \cdot F_1,$$

где $\alpha = \dfrac{l_1 + l_2 + d_ш/2\,(\sin\gamma - f\cos\gamma)}{l_1 - d_ш \sin\gamma}$, $\beta = \dfrac{1}{1 + (2\alpha - 1) f \cdot tg\gamma}$

.

Для исследования напряжений в поперечных сечениях штока предлагается рассматривать расчетную схему штока как балки, работающей в условиях поперечного изгиба (рисунок 9). Максимальное напряжение изгиба имеет место в сечении D. Изгибающий момент в этом сечении:

$$M_D = F_1 \cdot l_2$$

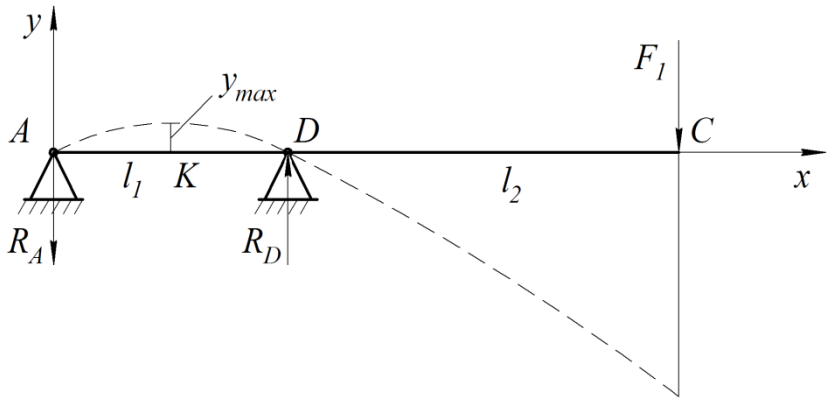


Рисунок 9 – Расчетная схема штока как балки, работающей в условиях поперечного изгиба

В зоне контакта штока с опорой *D* в поперечном сечении действует максимальное нормальное напряжение сжатие вследствие изгиба штока под действием силы F_1

$$\sigma_{F_1} = \frac{M_T}{W_z} = \frac{F_1 l_2}{W_z}, \qquad (18)$$

где $W_z = \frac{\pi d_ш^3}{32}$ – осевой момент сопротивления сечения штока.

Кроме того шток подвергается действию сжимающих сил $F_П$, F_2, действующих вдоль оси штока. Напряжение сжатия в сечении *D* будет равно:

$$\sigma_{F_2} = \frac{F_2}{S_ш} = \frac{4F_2}{\pi d_ш^2}, \qquad (19)$$

где $S_ш$ – площадь сечения штока.

Представляет интерес определение максимального прогиба штока y_{max}в зоне контакта штока с направляющими гидроцилиндра.

Для этого рассматривается уравнение упругих прогибов штока:

$$EI_z y = EI_z y_A + EI_z \theta_A x - \frac{R_A x^3}{6} + \frac{R_D (x - l_1)^3}{6}, \qquad (20)$$

где I_z = – момент инерции сечения штока относительно оси *z*, перпендикулярной плоскости рисунка, $I_z = \frac{\pi d_ш^4}{64}$;

Уравнение углов поворота θ сечений штока:

$$EI_z \theta = EI_z \theta_A - \frac{R_A x^2}{2} + \frac{R_D (x - l_1)^2}{2}, \qquad (21)$$

где *E* – модуль упругости материала штока.

Углы поворота θ_A и θ_D сечений штока A и D находятся из граничных условий:

1) $x=0$ $y_A=0$;

2) $x=l_1$ $y_D=0$.

Из граничных условий 1) и 2), и уравнения (20) следует:

$$EI_z 0 = EI_z 0 + EI_z \theta_A l_1 - \frac{R_A l_1^3}{6}.$$

Откуда

$$\theta_A = \frac{R_A l_1^2}{6EI_z}. \qquad (22)$$

Прогиб в сечении D определяется из уравнения (21):

$$EI_z \theta_D = EI_z \theta_A - \frac{R_A l_1^2}{2}. \qquad (23)$$

После подстановки в (23) выражения (22) получается:

$$\theta_D = -\frac{R_A l_1^2}{3EI_z}. \qquad (24)$$

С учетом (22), (24) уравнение прогибов на участке $0 \le x \le l_1$ (20) запишется в виде:

$$y = \theta_A \cdot x - \frac{R_A x^3}{6EI_z}. \qquad (25)$$

Максимальное значение прогиба сечения *K* штока найдется из уравнения:

$$\frac{dy}{dx} = 0 \Rightarrow \frac{dy}{dx} = \theta_A - \frac{R_A x_K^2}{2EI_z} = 0.$$

Откуда определяется координата сечения *K*:

$$x_K = \sqrt{\frac{2\theta_A \cdot EI_K}{R_A}} = l_1 \sqrt{\frac{1}{3}} = 0{,}5774 \cdot l_1. \qquad (26)$$

Подстановка (26) в (25) дает:

$$y_K = 0{,}0642 \cdot \frac{R_A}{EI_z}.$$

Для исследования напряженного состояния штока в наиболее опасном сечении *D* в зоне контакта с направляющими гидроцилиндра необходимо кроме напряжений сжатия σ_{F_1}, σ_{F_2}, определить величину максимального контактного напряжения. Это напряжение может быть определено на основе решения задачи контактного взаимодействия двух цилиндрических тел, радиусы которых почти равны между собой (рисунок 10).

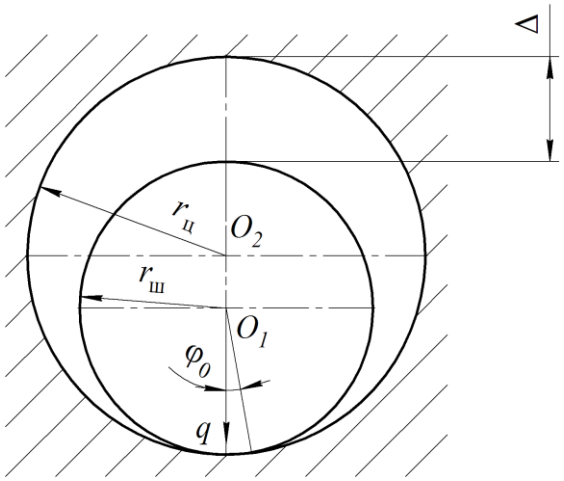


Рисунок 10 – Схема контактного взаимодействия штока с цилиндром

Сила q(рисунок 10), приходящаяся на единицу длины штока в зоне контакта:

$$q = \frac{R_D}{l_1} \quad .$$

Расчет угла φ_0, равного половине угла контакта, и максимального контакта давления p_{max} (при φ=0) производится по методике, изложенной в работе [30]. Рассчитывается коэффициент нагруженности β:

$$\beta = \frac{q}{\pi\varepsilon}\left(\frac{1-\nu_{ш}^2}{E_{ш}} + \frac{1-\nu_{ц}^2}{E_{ц}}\right), \qquad (27)$$

где $E_п$ и $E_ц$ – модули упругости слоя покрытия штока и цилиндра; $v_ш$ и $v_ц$ – коэффициенту Пуасона; $\varepsilon = \frac{\Delta}{2}$ – радиальный зазор.

Среднее контактное давление $p_{ср}$ определяется как: $p_{ср} = \frac{q}{2 \cdot r_{ш}}$.Максимальное контактное давление p_{max}: $p_{\max} = K \cdot p_{ср}$. Значение коэффициентов β и K в зависимости от половины угла контакта φ_0 представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Значение коэффициентов β и K, полученные из данных работы [30]

φ_0	β	K
5	0,00191	14,604
10	0,00774	7,3224
15	0,0178	4,9058
20	0,0326	3,7048
25	0,053	2,9908
30	0,0801	2,5206
35	0,1159	2,1902
40	0,163	1,9478
45	0,2256	1,7642
50	0,3099	1,6224
55	0,427	1,5112
60	0,5965	1,4234
65	0,8581	1,354
70	1,3045	1,3006
75	2,2178	1,2624
80	5,0493	1,2432

Для цилиндра и слоя стального покрытия штока упругие параметры имеют следующие значения: $E_ц$ = $2{,}15 \cdot 10^{11}$ Н/м^2, $E_{пш}$ = $1 \cdot 10^{11}$ Н/м^2, $\mu_ц$=$\mu_ш$=0,3. Величина ε=$\Delta_0/2$=$10 \cdot 10^{-6}$ м.

Параметр $\beta = \frac{1{,}373 \cdot 10^6}{\pi \cdot 10 \cdot 10^{-6}}\left(\frac{1-0{,}3^2}{2{,}15 \cdot 10^{11}} + \frac{1-0{,}3^2}{1 \cdot 10^{11}}\right) = 0{,}5827$. Откуда по таблице 1 определяется φ_0 и K: φ_0=59,59°; K=1,4305.

Среднее контактное давление $p_{ср}$:

$$p_{ср} = \frac{1{,}373 \cdot 10^6}{2 \cdot 0{,}025} = 27{,}46 \cdot 10^6 \text{ Н/м}^2.$$

Максимальное контактное давление p_{max}:

$p_{max} = 1{,}4305 \cdot 27{,}46 \cdot 10^6 = 27{,}46 \cdot 10^6$ Н/м².

Проведем исследование напряженного состояния в точке штока D.

Учитывая, что практически для любых штоков толщина покрытия незначительна по сравнению с размерами зоны сопряжения деталей, в первом приближении напряженное состояние в покрытии может быть описано с помощью стержневой модели [16] и в зоне сцепления покрытия с деталью может быть изображено с помощью элементарного параллелепипеда (рисунок 11).

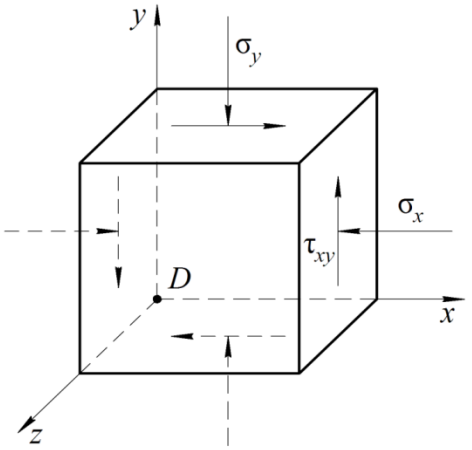


Рисунок 11 – Напряженное состояние в точке D штока

Оценка прочностной надежности покрытия может быть проведена с помощью эквивалентного напряжения $\sigma_{экв}$, зависящего от вида напряженного состояния и определенного по одной из теорий прочности [14]. Наиболее распространенной является теория прочности Мора, по которой

$$\sigma_{экв} = \sigma_1 - \nu\sigma_3, \qquad (28)$$

где $\nu = \dfrac{\sigma_{вр}}{\sigma_{вс}}$ – отношение предела прочности при растяжении к пределу прочности при сжатии материала покрытия; σ_1, σ_3 – максимальные и минимальные главные напряжения, действующие в зоне сцепления покрытия с основой.

Напряжение сжатия σ_x складывается из напряжений сжатия σ_{F2} от сжимающей силы F_2 и σ_{F1} от изгибающей силы F_1:

$$\sigma_x = \sigma_{F_2} + \sigma_{F_1}. \qquad (29)$$

Напряжение $\sigma_{F_2} = -\dfrac{F_2}{S_ш}$, где $S_ш = \dfrac{\pi \cdot d^2}{4}$ – площадь поперечного сечения штока.

Напряжение сжатия в точке D слоя покрытия штока от изгибающей силы F_1:

$$\sigma_{F_1} = \alpha \frac{M_D}{W_{изг}}, \qquad (30)$$

где $M_D = F_1 \cdot l_2$, $\alpha = \dfrac{E_n}{E_ш}$ - коэффициент, равный отношению модуля упругости покрытия к модулю упругости материала штока; $W_{изг} = \dfrac{\pi \cdot d_ш^3}{32}$ – осевой момент сопротивления, который приближенно равен $W_{изг} \approx 0{,}1d^3$.

Напряжение $\sigma_x = \sigma_{F_2} + \sigma_{F_1}$.

Напряжение σ_y равно контактному напряжению p_{max}: $\sigma_y = -p_{\max}$.

Касательное напряжение

$$\tau_{xy} = f \cdot p_{\max} = f \cdot \sigma_y . \qquad (31)$$

Определяем главные напряжения в точке D:

$$\sigma_1 = \sigma_z = 0$$

$$\sigma_{2,3} = \frac{\sigma_x + \sigma_y}{2} + \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\left(\sigma_x - \sigma_y\right)^2 + 4 \cdot \tau_{xy}^2}$$

Таким образом, эквивалентное напряжение определяется как:

$$\sigma_{экв} = \frac{1}{2}\left(\sigma_x + \sigma_y + \sqrt{\left(\sigma_x - \sigma_y\right)^2 + 4\tau_{xy}^2}\right) . \qquad (32)$$

С учетом того что:

$$\sigma_x = \frac{F_n}{d_ш^2}\left(\frac{\alpha \dfrac{\Delta}{l_1} l_2}{0{,}1d_ш} + \frac{4}{\pi}\right) = \frac{F_n}{d_ш^2}\left(\frac{E_n \cdot \Delta \cdot l_2}{E_ш 0{,}1 d_ш l_1} + \frac{4}{\pi}\right) , \qquad (33)$$

$$\sigma_y = K \frac{l - l_1}{l_1^2 d_ш} \cdot \frac{AF_n}{l_1} , \qquad (34)$$

выражение (32) перепишем в виде:

$$\sigma_{экв} = \frac{1}{2}\frac{F_n}{d_ш^2}\left[\left(10\frac{E_n \Delta l_2}{0{,}1E_ш d_ш l_1} + \frac{4}{\pi}\right) + K\frac{\left(l_2 - l_1\right)d_ш \Delta}{l_1^3} + \right.$$

$$\left. + \sqrt{\left(10\frac{E_n \Delta l_2}{E_ц d_ш l_1} + \frac{4}{\pi} - K\frac{\left(l_2 - l_1\right)d_ш \Delta}{l_1^3}\right)^2 + 4f^2\left(K\frac{l_2 - l_1}{l_1^2} \cdot \frac{d_ш \Delta}{l_1}\right)^2}\right] \qquad (35)$$

Применение на практике результатов анализа.

Условие прочностной надежности покрытия по критерию прочности его сцепления с деталью имеет вид:

$$\sigma_{экв} = \frac{\sigma_{сц}}{k_з} \quad \text{или} \quad \sigma_{экв} k_з \le [\sigma_{сц}] , \qquad (36)$$

где $\sigma_{сц}$ – растягивающее напряжение (при нормально приложенной нагрузке), при котором происходит отрыв покрытия от основы, определяемое экспериментально (прочность сцепления на отрыв); $k_з$ – коэффициент запаса прочности, который можно

принять как 1,15 для давлений рабочей жидкости в гидроцилиндрах до 25 МПа и равный 1,20 для более высоких давлений [30].

Выполним расчет для гидроцилиндра, имеющего следующие массогабаритные характеристики: полная масса 30,16 кг; внутренний диаметр 80мм; толщина стенки 7,5 мм; длина гидроцилиндра в моделируемом состоянии между осями проушин 1020 мм; диаметр штока 50 мм; давление в бесштоковой камере 20 МПа; осевая сила, действующая на шток = $5 \cdot 10^4$ Н; зазор $\Delta = 20 \cdot 10^{-6}$ м; l_1 = 0,075 м; l_2 = 0,8 м. Модуль упругости покрытия (стальное покрытие, полученное гиперзвуковой металлизацией проволоками из сталей 40Х13 м 95Х18) - $1 \cdot 10^{11}$ Н/м^2; модуль упругости материала штока и цилиндра - $2{,}15 \cdot 10^{11}$ Н/м^2.

Выражение для определения минимально возможной прочности сцепления покрытия со штоком имеет вид:

$$\sigma_{сц} \geq \frac{k_з}{2} \cdot \frac{F_n}{d_ш^2} \left[\left(10 \frac{E_n \Delta l_2}{E_ш d_ш l_1} + \frac{4}{\pi} \right) + K \frac{(l_2 - l_1) d_ш \Delta}{l_1^3} + \right.$$

$$\left. + \sqrt{\left(10 \frac{E_n \Delta l_2}{E_ц d_ш l_1} + \frac{4}{\pi} - K \frac{(l_2 - l_1) d_ш \Delta}{l_1^3} \right)^2 + 4 f^2 \left(K \frac{l_2 - l_1}{l_1^2} \cdot \frac{d_ш \Delta}{l_1} \right)^2} \right] \quad (37) \ .$$

Подставив в уравнение (37) численные значения величин определили, что прочность сцепления покрытий при восстановлении штока данного гидроцилиндра должна составлять не менее 29,7 МПа. В этом случае можно использовать технологии плазменного и газопламенного напыления стальных проволок, а также традиционную электродуговую металлизацию.

При уменьшении диаметра штока до 0,04 м и увеличении зазора до 30 мкм минимальная прочность сцепления составляет 47 МПа. Из этого следует, что гарантированный результат может обеспечить только процесс гиперзвуковой металлизации.

Результаты экспериментальных исследований.

В таблице 2 приведены данные о величине адгезии покрытий из металлических порошковых и проволочных материалов, полученные в ОИМ НАН Беларуси ходе исследования физико-механических свойств слоев, напыленных различными методами (с подслоем и без подслоя).

На основании полученных данных было предложено восстанавливать валы со шкивами и кривошипами, установленные в механизмах вибраторов и вибросит комбайнов, используя активированное газопламенное напыление проволочных материалов и гиперзвуковую металлизацию. Изношенные шейки коленчатых валов легковых автомобилей целесообразно восстанавливать активированным газопламенным напылением порошковых материалов и традиционной электродуговой металлизацией. Шейки коленчатых валов средненагруженных ДВС – активированным газопламенным распылением проволочных материалов, шейки коленчатых валов тяжелонагруженных ДВС – гиперзвуковой металлизацией.

Результаты, полученные в ходе проведенных исследований влияния среднего размера частиц распыленных проволок методом газопламенного напыления на физико-механические свойства покрытий показали (рисунок 12), что у бронзы и стали, как и предполагалось, наблюдается снижение адгезии с увеличением пористости. Однако для нихрома эта зависимость не соблюдается.

Повышение среднего размера распыленных частиц нихрома с 15 до 90 мкм позволяет повысить прочность сопротивления отрыву с 23 до 45 МПа, при этом общая пористость увеличивается почти вдвое. Этот факт можно объяснить тем, что температура плавления нихрома (1980…2040 К) выше, чем стальной подложки

(1680…1700 К), и это обусловливает возможность точечной микроприварки частиц нихрома на отдельных участках контактирующих металлов. Увеличение размера частиц нихрома повышает их теплосодержание и увеличивает площадь контакта.

Таблица 2 – Прочность сцепления со сталью 20 покрытий, полученных различными методами

Метод напыления	Наносимый материал	Толщина покрытия, мм	Прочность сцепления, МПа
1	2	3	4
Газопламенный без активирования	Порошок бронзы ПГ-19М-01	1,2 – 1,3	21,2 – 22,0
Газопламенный без активирования	Смесь порошков ПТ-19Н-01 + ПГ-19М-01	1,2 – 1,3	24,1 – 25,3
Активированный газопламенный	Порошок бронзы ПГ-19М-01	1,0 – 1,4	29,6 – 30,5
Активированный газопламенный	Смесь порошков ПТ-19Н-01 + ПГ-19М-01	1,2 – 1,4	32,7 – 33,4
Активированный газопламенный высокоскоростной	Смесь порошков ШХ-15 (шлам) – 30% + корунд – 5% + ПГ-ЮНХ15СР2 – 65%	0,8 – 1,0	39,5 – 45,3
Активированный газопламенный	Проволока сталь 30ХГСА	1,0 – 1,2	32,4 – 33,1
Активированный газопламенный	Смесь порошков полимеров ПА6 + ПЭНД	0,8 – 0,9	10,0 – 10,7
Активированный газопламенный	Смесь порошков полимер ПЭТФ + ситалл (15 об%)	0,8 – 0,9	8,2 – 9,0
Плазменный	Смесь порошков ПТ-19Н-01 + ПГ-19М-01	1,0	32,3 – 34,2
Электродуговая металлизация	Проволока сталь 40Х13	1,0	27,7 – 30,8
Гиперзвуковая металлизация	Проволока сталь 40Х13	0,9	48,3 – 52,1
Гиперзвуковая металлизация	Проволока сталь 30ХГСА	0,9	46,6 – 50,1
Гиперзвуковая металлизация	Проволока ПрЛ59	1,0	45,3 – 51,4

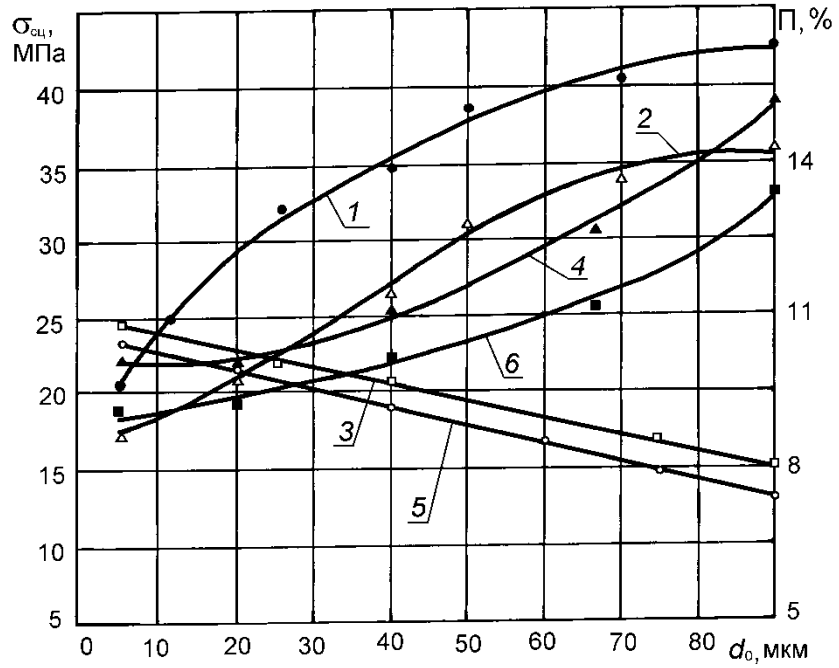


Рисунок 12 – Влияние среднего размера частиц распыленных методом газопламенного напыления проволок из нихрома Х20Н80 (*1, 2*), стали 40Х13 (*3, 4*), бронзы БрАЖ9-4 (*5, 6*) на прочность сцепления (*1, 3, 5*) и пористость (*2, 4, 6*) покрытий

Поскольку наиболее широко применяющейся технологией в последнее пятилетие стала гиперзвуковая металлизация, последующие исследования были связаны с оценкой адгезии покрытий, полученных распылением проволок именно этим методом.

Покрытия толщиной 0,56 – 0,58 мм наносили распылением проволоки СвА-95 на образцы из низкоуглеродистой стали, предварительно прошедшими подготовку поверхности струйно-абразивным методом. Подслой для повышения адгезии не наносился. Объемное содержание оксида алюминия в напыленных покрытиях оценивалось рентгеноструктурным методом. Относительная износостойкость покрытий определялась на машине трения типа Хрущева – Бабичева путем замера времени до образования лунки на всю толщину покрытия, вытираемой торцом вращающегося диска из стали 17Х20Н8Т на покрытии, погруженном в 8% раствор соляной кислоты. Глубина проникновения диска в покрытие определялась с помощью прибора «БИМП». Результаты исследований приведены в таблице 3.

Анализ полученных результатов показывает, что при распылении расплавленной алюминиевой проволоки потоком продуктов сгорания пропано-воздушной смеси, содержащей избыток пропана (соотношение объемов пропана к воздуху от 1:17 до 1:19 – «восстановительное пламя») происходит минимальное окисление распыляемых частиц, что позволяет достичь высоких значений прочности сцепления наносимого слоя с поверхностью детали. Повышение содержания воздуха в смеси до стехиометрического (1:22 – 1:26) вызывает интенсификацию процесса окисления частиц, что отрицательно сказывается на адгезии. Дальнейшее повышение содержания воздуха смеси (1:28 – 1:30 – «окислительное пламя») резко увеличивает количество оксида алюминия в покрытии. Необходимо отметить, что смесь с соотношением пропана и воздуха 1:16 горит неустойчивым коптящим пламенем, что вызывает появление частиц сажи в покрытиях. Горение смеси, содержащей воздух более, чем 30 об. частей, также неустойчиво и сопровождается периодическими обратными ударами пламени.

Таблица 3 – Влияние состава горючей смеси при гиперзвуковой металлизации проволоками СвА-95 на количество образующегося в покрытии оксида алюминия, прочность сцепления покрытий на отрыв и относительную стойкость

Соотношение пропана и воздуха в смеси	Количество Al_2O_3, об. %	Средняя прочность сцепления, МПа	Относительная износостойкость
1 : 16	≤ 5	45	1,0
1 : 17	≈ 5	45	1,0
1 : 18	6 – 9	43	1,3
1 : 20	11 – 14	39	2,1
1 : 22	15 – 18	37	2,4
1 : 23	20 – 25	34	2,6
1 : 25	25 – 30	30	3,1
1 : 26	34 – 40	27	3,6
1 : 28	55 – 63	22	4,2
1 : 30	67 - 74	19	4,7

Повышенная стойкость к коррозионно-механическому изнашиванию обеспечивается образованием в слоях, напыляемых продуктами сгорания пропано-воздушной смеси при отношении содержания пропана к воздуху в смеси от 1:28 до 1:30, корунда – α-фазы оксида алюминия.

Оксид алюминия (Al_2O_3) обладает исключительным набором свойств, таких как высокой твердостью (корунд является третьим по твердости, по шкале Мооса твердость 9), хорошей теплопроводностью, отличной коррозионной стойкостью в широком интервале температур. Все эти сочетания делают покрытия, содержащие оксид алюминия, не заменимыми при изготовлении коррозионностойких, износостойких, электроизоляционных и термостойких изделий для самых различных отраслей промышленности.

Исследование плотности и адгезии напыляемых методом гиперзвуковой металлизации стальных покрытий показало, что пористость резко возрастает при увеличении дистанции напыления свыше 200 мм (рисунок 12). Особенно это проявляется при минимально допустимых расходах сжатого воздуха 1 – 1,5 $м^3$/мин. При увеличении расходов воздуха до максимальных значений, пористость монотонно убывает. Минимальный расход определяется устойчивостью горения горючей смеси, максимальный – расходом горючего газа (пропана) из баллона. Дальнейшее увеличение расходов обеспечит рост качества покрытия, однако это потребует усложнения технологической схемы процесса для обеспечения необходимого расхода пропана, например, подачи пропана с рампы. В большинстве случаев такое удорожание процесса нецелесообразно.

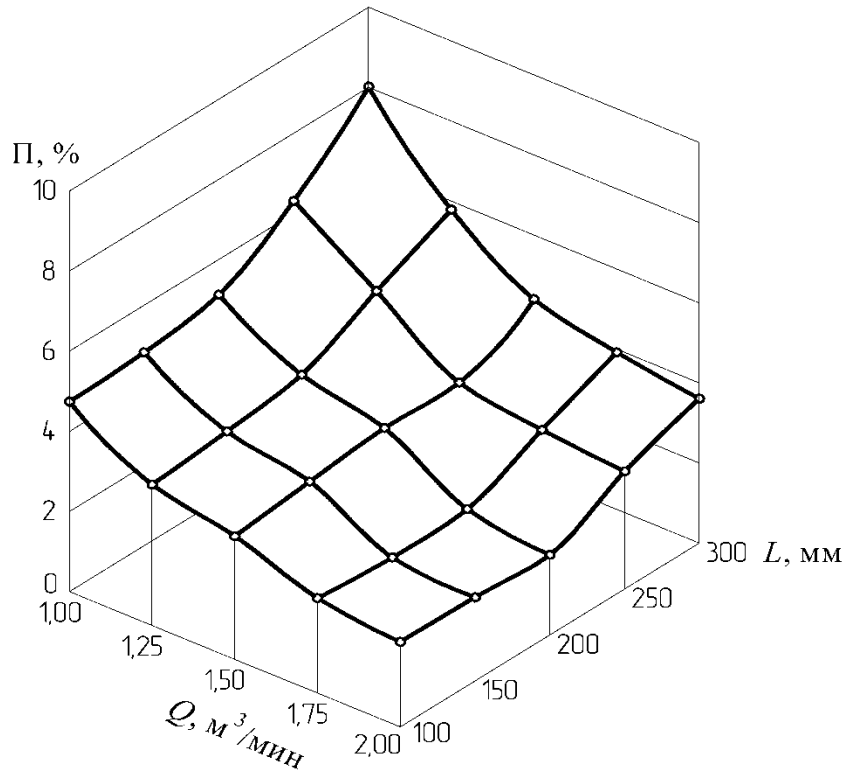


Рисунок 13 – Зависимость пористости стальных покрытий от расхода воздуха (*Q*) и дистанции напыления (*L*)

При увеличении дистанции напыления свыше 200 мм снижаются скорость и теплосодержание капель. При ударе по этой причине ухудшаются условия растекания жидкого металла капли по поверхности. Это приводит к повышению пористости покрытия. Малые дистанции, *L* = 100 – 150 мм, технологически сложно обеспечивать в углах и на выступах поверхности.

Таким образом, проведенные исследования показали, что наиболее плотные покрытия с допустимым количеством оксидов в процессе гиперзвуковой металлизации высоколегированных сталей образуются при использовании пропано-воздушной смеси с избытком пропана (β = 18 – 20), расходом воздуха в смеси *Q* = 1,75 – 2 м^3/мин., дистанциях напыления *L* = 150 – 170 мм.

Исследования, проведенные с полимерными покрытиями. полученными напылением порошков термопластичных полимеров в пламени пропан – воздух показали следующие результаты. Установлено (рисунок 14), что наибольшие значения прочности сцепления достигаются при использовании окислительного пламени и порошков с наименьшим размером частиц. Таким образом, наибольший эффект достигается при термоокислении порошков, у которых большая поверхностная площадь контакта частиц с кислородом воздуха способствует образованию значительного числа кислородосодержащих групп.

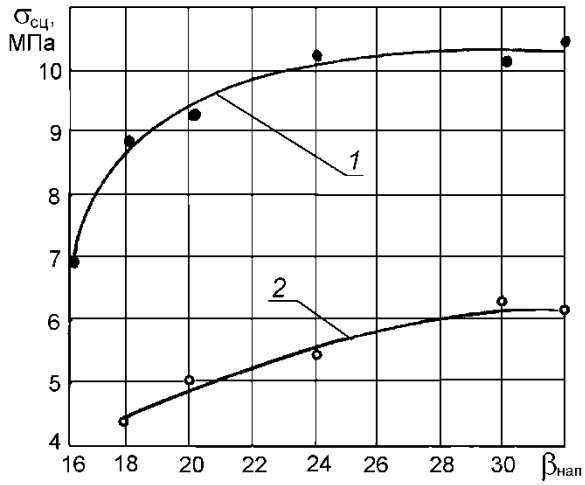


Рисунок 14 – Влияние состава горючей смеси на адгезию покрытий из ПА 6 – ПЭНД, напыленных частицами различного размера: 1 – частицы размером 50…63 мкм; 2 – частицы размером 100…200 мкм.

Для того чтобы обеспечить у напыленных порошковых слоев уровень физико-механических свойств, близких к свойствам литых полимеров, необходимо свести к минимуму воздействие как факела пламени, так и окислительной окружающей среды. Только исключив влияние внешних факторов можно прогнозировать характеристики формируемых покрытий. С этой целью предложено при напылении основного покрытия использовать относительно крупные частицы (размером более 100 мкм) и напыление производить «нормальным» пламенем (состав смеси соответствует стехиометрическому). В этом случае исключается значительное окисление материала покрытия, которое может вызвать снижение некоторых свойств полимера (например, триботехнических), а также отрицательно повлиять и на адгезию.

Последнее обусловлено тем, что диффундирующий кислород расходуется в основном на объемное окисление покрытия, вследствие чего окисление граничного с поверхностью основы промежуточного слоя уменьшается. Если производить напыление «восстановительным» пламенем, т.е. с избытком горючего газа, снизится плотность теплового потока факела терморасылителя, а соответственно и производительность процесса.

На завершающей операции – оплавлении поверхностного слоя напыленного покрытия, необходимо также исключить его окисление, что возможно реализовать путем термообработки факелом восстановительного пламени, т.е. пламени с избытком горючего газа относительно стехиометрического значения.

Экспериментальные исследования по определению влияния размера частиц напыляемого материала на адгезионную прочность проводились следующим образом. На предварительно подготовленную поверхность методом газопламенного напыления наносились смеси полимерных порошков с ситаллом (10 об.%) с размерами частиц до 350 мкм при d_{max}/d_{min} = 1,5 (здесь d_{max} – максимальный размер частиц напыляемого порошка, мкм; d_{min} – минимальный размер частиц напыляемого порошка, мкм). Толщина ситаллополимерных покрытий составляла 0,5÷1 мм и измерялась с помощью цифрового магнитного толщиномера МТЦ-3, разработанного Институтом прикладной физики НАН Беларуси.

Результаты экспериментальных исследований по определению влияния размера частиц на адгезию получаемого покрытия представлены на рисунке 15.

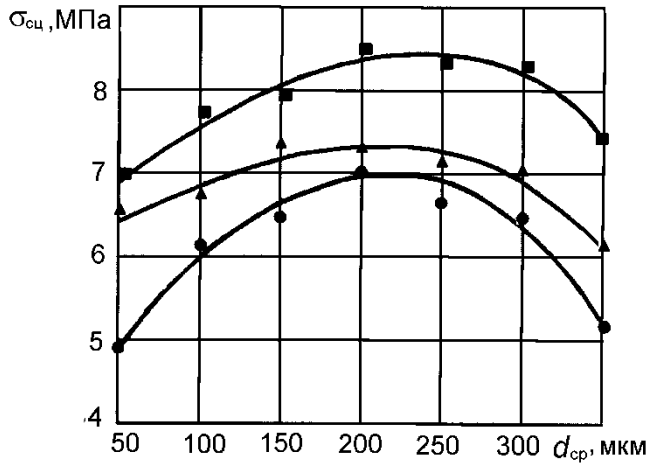


Рисунок 15– Зависимость прочности сцепления на отрыв покрытий от среднего размера частиц порошков полиэтилентерефталата (■), полиэтилена (▲) и полиамида (●)

Таким образом, при нанесении различных полимерных покрытий наибольшая адгезионная прочность достигается напылением порошков с размерами частиц от 150 до 300 мкм. Это можно объяснить следующим:

- при газопламенном напылении порошки с размерами частиц менее 100 мкм подвергаются повышенной термоокислительной деструкции, что приводит к попаданию не полностью сгоревших частиц непосредственно в зону контакта полимера и напыляемой поверхности, и, соответственно, снижению прочности сцепления;

- порошки с размерами частиц более 300 мкм не успевают расплавиться под действием тепла факела, что приводит к попаданию не полностью проплавленных частиц непосредственно в зону контакта полимера и напыляемой поверхности, и, соответственно, снижению прочности сцепления.

Очевидно, что при наличии в порошке крупных и мелких фракций их необходимо разделять, чтобы пользоваться при напылении каждой фракцией отдельно. Если порошок не разделён на фракции, нагрев и оплавление крупных и мелких частиц происходит неравномерно: крупные частицы не успевают полностью расплавиться, а мелкие сгорают. Это приводит к возникновению в напыляемом покрытии внутренних напряжений, появлению трещин и, как следствие, снижению адгезионной прочности соединения.

Заключение.

В результате рассмотрения детали с покрытием, как рассчитываемого на надежность элемента динамической системы, разработаны методики определения необходимой величины адгезии газотермических покрытий. Получены численные решения для покрытий, наносимых на валы со шкивами и кривошипами, коленчатые валы, шаровые опоры, тонкостенные сферические сочленения, цапфы подшипников скольжения, штоки гидроцилиндров. На основании выполненных теоретических исследований конкретизированы требования к газотермическим покрытиям триботехнического назначения.

Выполнена оценка значений прочности сцепления на отрыв металлических покрытий, полученных газопламенным напылением, электродуговой металлизацией, гиперзвуковой металлизацией. Определены условия, обеспечивающие максимальные значения плотности и прочности сцепления покрытий, наносимых гиперзвуковой металлизацией.

Показано влияние технологических факторов на прочность сцепления полимерных покрытий, получаемых газопламенным напылением порошков термопластичных полимеров.

Список литературы

1. Шаров, В. М. Металлизационные покрытия / В. М. Шаров. – Киев: Будівельник, 1981. – 80 с.

2. Восстановление деталей машин: справочник / Ф. И. Пантелеенко [и др.]; под ред. В. П. Иванова. – Москва: Машиностроение, 2003. – 672 с.

3. Формирование газотермических покрытий: теория и практика / А. Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск: Бестпринт, 2002. – 480 с.

4. Теория и практика нанесения защитных покрытий / П. А. Витязь [и др.]. – Минск: Беларус. навука, 1998. – 583 с.

5. Гузанов, Б. Н. Упрочняющие защитные покрытия в машиностроении / Б. Н. Гузанов, С. В. Косицын, Н. Б. Пугачева. – Екатеринбург: Изд-во УрО РАН, 2004. – 243 с.

6. Иващенко, С. А. Газотермические и вакуумно-плазменные покрытия со специальными физико-механическими свойствами / С. А. Иващенко, И. С. Фролов, Ж. А. Мрочек. – Минск: Технопринт, 2001. – 236 с.

7. Газотермическое напыление: учеб. пособие / под общ. ред. Л. Х. Балдаева. – Москва: Маркет ДС, 2007. – 344 с.

8. Ивашко, В. С. Электротермическая технология нанесения защит- ных покрытий / В. С. Ивашко, И. Л. Куприянов, А. И. Шевцов. – Минск: На- вука і тэхніка, 1996. – 375 с.

9. Pawlowsky, L. The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings / L. Pawlowsky. – Wiley, UK, 1994. – 402 p.

10. Ильющенко, А. Ф. Формирование износостойких плазменных покрытий на основе композиционных самосмазывающихся материалов / А. Ф. Ильющенко, В. А. Оковитый, А. И. Шевцов. – Минск: Бестпринт, 2005. – 253 с.

11. Молодык, Н. В. Восстановление деталей машин / Н. В. Молодык, А. С. Зенкин. – Москва: Машиностроение, 1989. – 480 с.

12. Сидоров, А. И. Восстановление деталей машин напылением и наплавкой / А. И. Сидоров. – Москва: Машиностроение, 1987. – 192 с.

13. Какуевицкий, В. А. Применение газотермических покрытий при изготовлении и ремонте машин / В. А. Какуевицкий. – Київ: Тэхніка, 1989. – 176 с.

14. Прочность, устойчивость, колебания: справочник: в 3 т. / Под общ. ред. И. А. Биргера, Я. Г. Пановко. – Москва: Машиностроение, 1968. – Т. 2. – 463 с.

15. Феодосьев, В. И. Сопротивление материалов / В. И. Феодосьев. – Москва: Наука, 1972. – 544 с.

16. Демидов, С. П. Теория упругости / С. П. Демидов. – Москва: Высшая школа, 1979. – 432 с.

17. Долонговский, В.А. Расчет на прочность шеек коленчатых валов, восстановленных газотермическим напылением / В.А. Долонговский, М.А. Белоцерковский, А. М. Гоман // Физика и технология тонкопленочных материалов: сб. науч. тр. БелГУТ. – Гомель, 1996. – Вып. 3. – С. 104–116.

18. Белоцерковский, М.А. Оценка надежности деталей с газотермическими покрытиями и безопасности их эксплуатации / М.А. Белоцерковский // Проблемы безопасности на транспорте: материалы IV МНПК / под общ. ред. В.И. Сенько. – Гомель: БелГУТ, 2007. – С. 50–51.

19. Белоцерковский, М.А. Расчетная оценка возможностей терморасылительных методов восстановления деталей / М.А. Белоцерковский // Материалы. Технологии. Инструменты. – 1997. – № 3. – С. 22–25.

20. Белоцерковский, М.А. Учет эксплуатационных нагрузок при выборе метода упрочнения-восстановления быстроизнашивающихся деталей / М.А. Белоцерковский, А.М. Гоман // Механика машин, механизмов и материалов. – 2008. – № 1(2). – С. 74–77.

21. Кинасошвили, Р. С. Расчет прочности коленчатых валов рядных авиационных двигателей / Р. С. Кинасошвили // Труды ЦИАМ. – Москва: Оборонгиз, 1945. – № 94. – С. 70.

22. Коловский, М. Э. Динамика машин / М. Э. Коловский. – Л.: Машиностроение, 1989. – 283 с.

23. Артоболевский, И. И. Теория механизмов и машин: учебник для ВТУЗов / И. И. Артоболевский. – 3-е изд., перераб., доп. – Москва: Наука, 1975. – 640 с.

24. Овсянников, М. К. Судовые дизельные установки: справочник / М. К. Овсянников, В. А. Петухов. – Л.: Судостроение, 1986. – 422 с.

25. Ярошевич, В.К. Технологические аспекты напыления коленчатых валов двигателей / В.К. Ярошевич, М.А. Белоцерковский // Математические модели физических процессов: сб. докладов 10-й Междунар. науч.-техн. конф., Таганрог, 29–30 июня 2003 г. –Таганрог: ТГПИ, 2004. – С.71–73.

26. Гольдман, А. Я. Прочность конструкционных пластмасс / А. Я. Гольдман. – Л.: Машиностроение, 1979. – 320 с.

27. Писаренко, Г. С. Сопротивление материалов деформированию при сложном напряженном состоянии / Г. С. Писаренко, А. А. Лебедев. – Киев: Наукова думка, 1969. – 211 с.

28. Белоцерковский, М.А. Расчет величины прочности сцепления антифрикционных покрытий с поверхностью шарнирных сферических сочленений / М.А. Белоцерковский, А.В. Голопятин, А.М. Гоман // Сварка и родственные технологии. – 2004. – № 6. – С. 62–64.

29. Витязь, П.А. / Методология выбора технологии нанесения покрытий при восстановлении, упрочнении и защите деталей / П.А. Витязь, М.А. Белоцерковский, А.М. Гоман // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. – 2005. – № 4. – С. 5–12.

30. Усов, П.П. Определение зоны контакта и контактных напряжений при внутреннем соприкосновении цилиндрических тел. — Машиноведение, 1981, №6, с. 75-81.

Глава 18 РАЗРАБОТКА АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ УПРОЧНЕНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ НА ОСНОВЕ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ И НАНЕСЕНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

[1]Константинов В.М., [2]Комаров Ф.Ф.,
[1]Ковальчук А.В., [2]Константинов С.В.
[1]Белорусский национальный технический университет,
г. Минск, Республика Беларусь,
vm.konstantinov@bntu.by
[2]Научно-исследовательское учреждение «Институт прикладных физических проблем имени А.Н. Севченко»
Белорусского государственного университета,
г. Минск, Республика Беларусь,
komarovF@bsu.by mymail3000@tut.by

Методами химико-термической обработки и реактивного магнетронного напыления получены новые двухслойные покрытия, формирующиеся в результате карбонитрации, карбидизации или борирования стальной подложки и последующего нанесения покрытия TiN или TiAlN общей толщиной 80…150 мкм и микротвердостью поверхности до 35 ГПа. Исследованы их структура, фазовый состав и свойства, определены условия эффективного применения для упрочнения прецизионных стальных деталей. Разработан способ комплексного поверхностного упрочнения, включающий карбонитрацию в порошковой среде и нанесение покрытия TiAlN методом магнетронного распыления для упрочнения прецизионных стальных деталей (патент РБ № 20986), предложены режимы комплексной обработки конструкционных и инструментальных углеродистых и низколегированных сталей, обеспечивающие повышение их микротвердости (до 19,5 раз), износостойкости (до 8,0 раз), коррозионной стойкости (до 2,5 раз).

Введение.

Одними из наиболее отработанных и технологичных упрочняющих покрытий являются покрытия на базе системы Ti-N [1-5]. Для них в широких пределах можно изменять структуру и свойства, так как сам нитрид титана имеет широкую область гомогенности [3, 6]. На базе системы Ti-N создаются высокоэффективные многокомпонентные покрытия, включающие Si, B, Al, Y, Ni и другие. [1-3, 7-25]. Использование разработанного еще в начале 90-х годов высокотехнологичного покрытия TiAlN с высоким комплексом физико-механических характеристик не теряет своей актуальности и в настоящее время. Кроме того, совершенствование способов получения покрытий и оптимизация соотношения элементов покрытия и его фазового состава позволили повысить уровень свойств покрытия TiAlN [4, 23-28]. Так, его микротвердость может достигать 40 ГПа [16, 17] в сочетании с низким коэффициентом трения и высокими адгезионными свойствами [30].

Широкое практическое применение находят покрытия TiN легированные нитридообразующими элементами, нитриды которых обладают неограниченной растворимостью с нитридом титана (Cr, Mo, V, Zr, Nb, Hf, Ta), повышают твердость и износостойкость покрытия, в том числе за счет механизма твердорастворного упрочнения и позволяют изменять состав и свойства легированного покрытия в широких пределах. Также широкое применение находят покрытия легированные нитридообразующими элементами, нитриды которых обладают ограниченной растворимостью с нитридом титана (B, Al, Si) и позволяют повысить твердость покрытий за счет механизма дисперсионного упрочнения. Диапазон рабочих температур покрытий на базе систем Ti-N и Ti-Al-N, как правило, ограничен температурами 500…800 °C, выше которых происходит их интенсивное окисление и старение.

Однако технико-экономический потенциал применения покрытий на базе TiN и TiAlN еще не реализован полностью. Можно выделить ряд традиционных направлений совершенствования указанных покрытий. К ним относится создание многокомпонентных покрытий на базе высокоэнтропийных соединений [3-15]. Так же весьма эффективным является наноструктурирование покрытий технологическими приемами и соответствующим легированием [6, 9, 11-15]. Уже традиционно значительное число исследований и практических разработок посвящено многослойным покрытиям [2-6, 32-38].

Известным механизмом управления структурой покрытий является изменение отношения температуры подложки к температуре плавления материала наносимого покрытия, а также давления в рабочей камере [15-17, 37-39]. В зависимости от этих параметров в соответствии с моделью Торнтона структура покрытий может изменяться от грубой пористой столбчатой до плотной зернистой. В соответствии с этой моделью с увеличением отношения температуры нагрева подложки T к температуре плавления материала наносимого покрытия $T_{пл}$, а также аналогично с уменьшением давления, покрытия приобретают все более зернистую плотную структуру, уходя от столбчатого строения.

Указанные направления, безусловно, позволяют повысить эксплуатационные свойства обсуждаемых покрытий. Общим для них является стремление упрочнить только покрытие. Однако следует отметить, что эксплуатационные характеристики рабочей поверхности стального или иного изделия с покрытием, не определяются полностью свойствами самого покрытия, а эксплуатационные свойства покрытий в свою очередь не определяются только их толщиной, химическим составом и структурой. Покрытие и стальная подложка являются слоистой системой, для которой эти значения не представляют собой независимые параметры, определяющие свойства всей композиции, так как свойства рабочей поверхности такой слоистой системы помимо всего прочего будут определяться свойствами подложки [3, 10, 40-48]. Частичным решением проблемы следует считать рассмотрение эффективных характеристик поверхности с покрытием – эффективной жесткости и эффективных пределов твердости и текучести, а также несущей способности, варианты расчета которых предложены авторами [40-42].

Подложка участвует в формировании фазового состава переходной зоны (границы раздела) между покрытием и подложкой [30, 31, 46], картины напряженного состояния поверхности [48, 49] и ее интегральных свойств. Топография поверхности подложки влияет на механизмы диффузии в тонкой пленке и на границе раздела между пленкой и подложкой, микроструктуру тонких пленок и их адгезию – силу и тип зацепления пленки на подложке: диффузионное, физическое или механическое зацепление, процессы рекристаллизации и вторичного структурообразования [3, 10, 46, 48, 49].

Толщины получаемых вакуумным осаждением покрытий (1…7 мкм) наряду с уровнем их эффективной жесткости на реальных деталях зачастую не в состоянии обеспечить высокую несущую способность покрытий. Это связано с тем, что свойства покрытий ограничиваются, в том числе, свойствами сплавов, на которые они наносятся, так как известно, что в процессе изнашивания помимо самого покрытия пластическую деформацию воспринимают и накапливают приповерхностные объемы деталей [10, 30, 43-45, 47] – сплав подложки.

Также известно, что при формировании тонких твердых PVD и CVD покрытий на металлической поверхности существует резкая граница в значениях твердости между покрытием и подложкой, скачок микротвердости может достигать более 40…60 ГПа. Если поверхность, на которую наносят покрытие, пластична и не обладает достаточной жесткостью, то, несмотря на высокую твердость, покрытие при повышенных удельных нагрузках в процессе трения прогибается и разрушается под влиянием контактной нагрузки при взаимодействии с контртелом. При этом разрушение покрытия может происходить при нагрузках меньше необходимых для появления пластической деформации в сплаве подложки [30, 41].

Это подтверждается исследованиями авторов [8, 17, 19-21, 30, 40-45], где достоверно установлено, что при недостаточном уровне жесткости металлической подложки для твердых и высокотвердых тонких покрытий может проявляться эффект снижения несущей способности – «снижение предельной нагрузки, действующей на покрытие, для появления пластической деформации в сплаве подложки по отношению к нагрузке, прикладываемой к подложке без покрытия и приводящей к такой же пластической деформации в ней» [41].

В механике контактного взаимодействия авторами [16, 40-42] покрытие и подложка рассматриваются как единая поверхностная композиция с интегральными свойствами, определяемыми вкладом сочетаемых материалов и называется «топокомпозитом» – «поверхностная конструкция, включающая поверхностный слоистый композиционный материал, представляющий из себя такой поверхностный слой, состоящий из материала основы и материала покрытия, внешние воздействия в котором воспринимаются и локализуются не только в материале покрытия, но и в материале основы» [42]. По сути, такой материал является композиционным в масштабах толщин вакуумного покрытия – или микрокомпозиционным, и обладает свойствами, отличными от свойств материала покрытия и сплава подложки в отдельности.

Аномальное поведение покрытий на «мягких» подложках под нагрузкой подтверждено исследованиями авторов [30, 44, 45, 47] и объясняется низкой демпфирующей способностью переходной зоны между покрытием и подложкой и недостаточной твердостью и прочностью последней (рисунок 1).

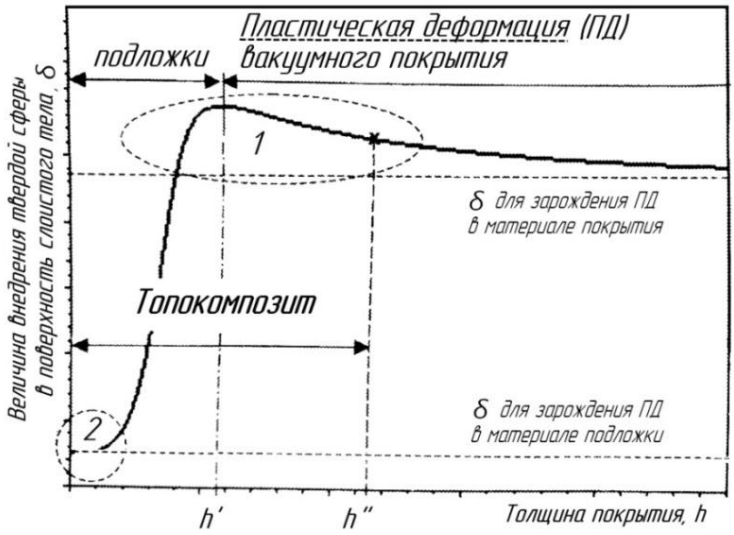


Рисунок 1 – Зависимость величины внедрения твердой сферы в поверхность слоистого тела от толщины покрытия [41]

Область 1 на рисунке 1 характеризует повышение пластичности топокомпозита. Зарождение пластической деформации в нем происходит при величинах внедрения жесткого сферического индентора меньших, чем для сплава подложки. Область 2 на рисунке 1 характеризует повышение прочности топокомпозита. В этом случае зарождение пластической деформации происходит при величинах внедрения жесткого сферического индентора больших, чем у тела, изготовленного из материала покрытия.

По некоторым малочисленным данным благоприятно сказывается на стойкости PVD покрытий подбор сплавов подложки и покрытия таким образом, чтобы разница в значениях их микротвердости не превышала 2…2,5 раза [10, 17, 41]. По-видимому, такое отношение микротвердости покрытия и подложки при традиционных толщинах покрытий до 7 мкм способствует повышению несущей способности покрытий – исключению их продавливания при более высоких значениях нагрузок.

Роль подложки в вопросах формирования свойств поверхности с покрытием отдельные авторы рассматривают именно с позиций топокомпозиционного металловедения [40-42], которое основано на создании новых конструкционных материалов – топокомпозитов. Однако в области топокомпозиционного металловедения существует ряд проблем, обусловленных практически полным отсутствием справочных достоверных данных о значениях физико-механических характеристик материала покрытия в тонкопленочном состоянии и в виде тонкого покрытия, жестко связанного с подложкой, отсутствии стандартизованных технических средств и методик определения механических свойств материалов покрытий и топокомпозитов, отсутствии методик создания и расчетов оптимальной конструкции топокомпозитов из различных групп материалов и других. Поэтому актуальными являются исследования, направленные на определение свойств «систем покрытия» – конкретных комбинаций материала вакуумного покрытия и сплава подложки.

Таким образом, уровень прочностных свойств подложки или их несоответствие свойствам наносимого покрытия могут являться лимитирующим фактором в вопросах эффективности упрочнения стальных деталей нанесением твердых PVD покрытий. В этой связи регламентирование свойств сплавов, используемых в качестве подложек, и разработка способов их упрочнения являются не менее важными, чем исследования вакуумных покрытий. Выполненный анализ влияния подложки на свойства поверхности с вакуумным PVD покрытием дает основания полагать, что предварительное поверхностное упрочнение стальной подложки, в частности, в результате химико-термической обработки, будет способствовать повышению несущей способности покрытия, увеличению фактически измеренной микро- и нанотвердости за счет вклада упрочненной подложки в упругое восстановление покрытия (поглощение энергии деформации), а также повышению ряда других механических характеристик поверхности с PVD покрытием.

Проведен анализ возможных твердых фаз, образующихся в диффузионных слоях в результате насыщения элементами B, C, N, Al, Si, Cr, Ti, Zn поверхности конструкционных сталей. По результатам проведенного анализа наряду с известным способом предварительного упрочнения стальных подложек для нанесения PVD/CVD покрытий – азотированием, выделены другие перспективные и ранее не исследованные способы ХТО стальных подложек для нанесения покрытий на базе систем Ti-N, Ti-Al-N, а также покрытий АПУ – карбонитрация, карбидизация и борирование.

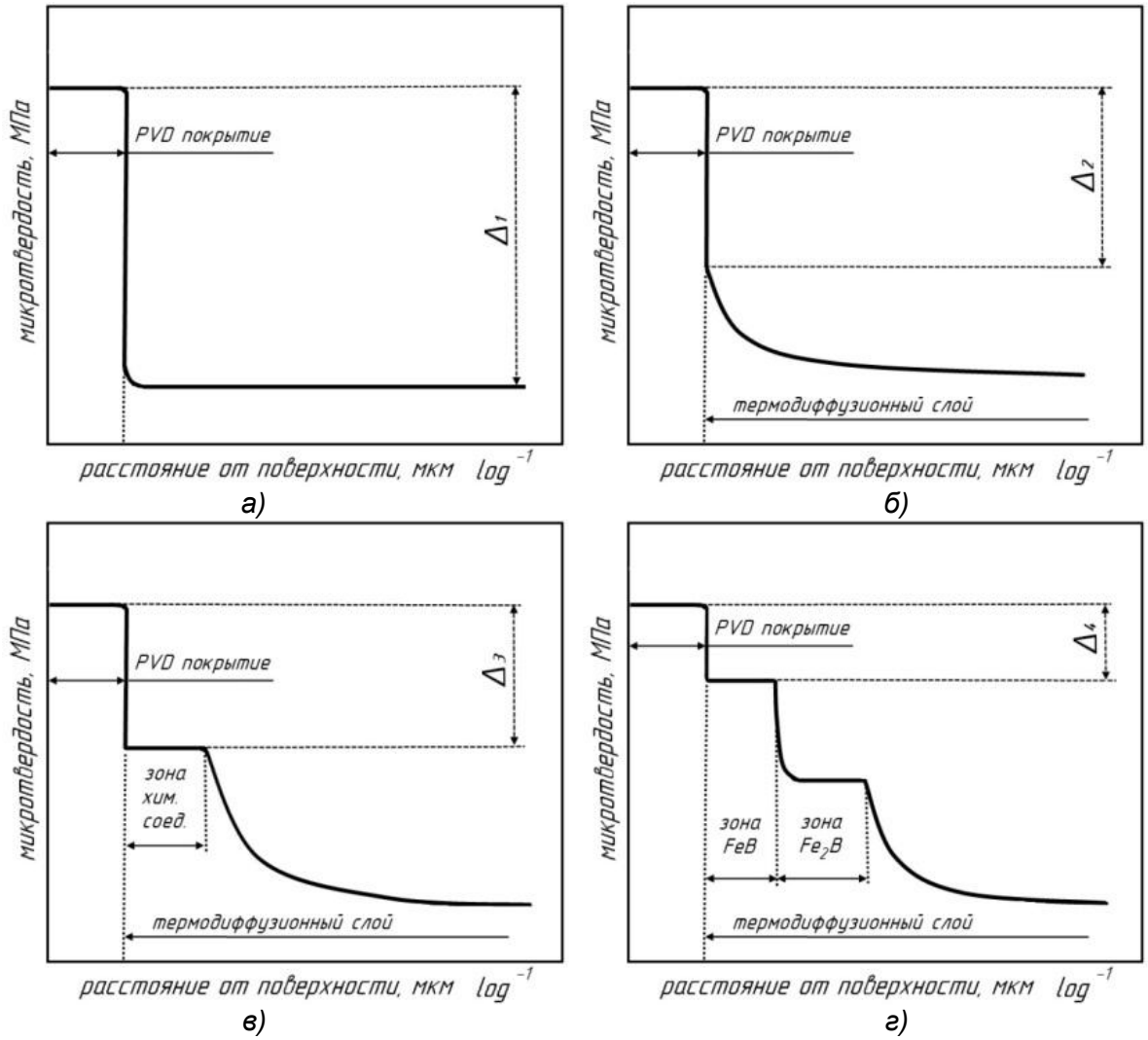
Одним из наиболее эффективных способов ХТО для повышения микротвердости стальных подложек является процесс борирования. В результате борирования на поверхности стали могут формироваться диффузионные слои, микротвердость которых может достигать 22 ГПа [50-53]. Наряду с боридными слоями высокую микротвердость имеют диффузионные слои и отдельные фазы, образующиеся на углеродистых и легированных сталях в результате карбонитрации (нитроцементации), карбидизации (цементации) и азотирования, имеющие микротвердость от 6 до 33,0 ГПа [53-56]. Весьма существенным является наличие высоких остаточных напряжений сжатия. на поверхности стали в результате борирования, азотирования, карбонитрации и карбидизации.

Авторский анализ величины Δ падения микротвердости на границе подложка-покрытие с учетом характера распределения микротвердости по толщине диффузионных слоев различных типов показал, что на стальных подложках с диффузионным двухфазным (Fe_2B+FeB) боридным слоем падение микротвердости будет являться наименьшим по сравнению с вариантами однофазного боридного слоя, карбидных, азотированных и карбонитридных слоев, как это отражено на авторских схемах (рисунок 2).

Следует отметить, что помимо отношения твердости покрытия к твердости подложки существенным для формирования высоких значений интегральной (фактически измеренной) твердости системы подложка-покрытие является характер распределения микротвердости по толщине модифицированного слоя подложки [16,

40, 47], а наиболее предпочтительным является плавное падение микротвердости по мере удаления от поверхности. Это связано с тем, что протяженность упрочненного «демпфирующего» подслоя подложки влияет на упругое восстановление PVD покрытия и его несущую способность.

Распределение микротвердости по толщине диффузионного двухфазного боридного слоя является ступенчатым с протяженными участками квазипостоянной микротвердости равными длине боридных игл фаз FeB с поверхности и Fe_2B ближе к основе, под которыми располагается подборидная зона. Такое распределение микротвердости, обусловленное строением боридного слоя, обеспечивает наибольшую эффективную толщину упрочненного слоя подложки в системе «термодиффузионный слой – PVD/CVD покрытие» по сравнению с однофазным борированием, карбидизацией, азотированием и карбонитрацией. При этом боридный слой и покрытия на базе систем Ti-N и Ti-Al-N, наносимые в условиях среднего или сильного вакуума, будут иметь схожее столбчатое (иглоподобное для боридного слоя) строение.



а – неупрочненная подложка, б – подложка с диффузионным карбонитридным или азотированным слоем, в – подложка с карбидным или однофазным боридным слоем, г – подложка с двухфазным боридным слоем, $\Delta_1>\Delta_2>\Delta_3>\Delta_4$;
Рисунок 2 – Схемы распределения микротвердости по сечению композиций «сталь – PVD покрытие»

Перспективными способами предварительного упрочнения стальных подложек для нанесения PVD/CVD покрытий также являются процессы карбидизации и

карбонитрации. Карбидизация высокохромистых сталей позволяет получить на их поверхности диффузионный слой со сплошным слоем карбидов хрома и комплексных карбидов, обладающих микротвердостью 10…16 ГПа и являющихся химически инертными [50]. Применение карбонитрации обеспечивает повышение усталостной прочности и износостойкости стали на 50…80 % большее по сравнению с цементацией и азотированием [52, 54]. Диффузионные карбонитридные слои, представленные на поверхности нитридными, карбидными и карбонитридными фазами с микротвердостью 4…22 ГПа, даже при отсутствии смазочного материала не проявляют склонности к схватыванию и последующему катастрофическому изнашиванию.

К наиболее важным контролируемым параметрам обсуждаемых вакуумных покрытий относят нанотвердость и микротвердость, модули упругости и жесткость, износостойкость и коэффициент трения, структурно-фазовое состояние, адгезионные свойства покрытий, в ряде случаев коррозионную стойкость, жаростойкость, радиационную стойкость и другие [3, 5-8, 10]. При этом тонкие твердые нанокристаллические покрытия являются сложным объектом для механических испытаний.

Подчеркнем, что, прямое измерение твердости тонких покрытий с использованием обычных методов определения микротвердости является не совсем корректным. Это связано с тем, что в процессе нагружения пластической деформации помимо покрытия, подвергается подложка. Деформация подложки имеет место уже при глубине вдавливания индентора более чем на десятую часть толщины покрытия. Полученное таким образом значение микротвердости является результатом совместного вклада покрытия и подложки. Для определения истинной микротвердости покрытия эти вклады принято разделять. Фактически, значения истинной микротвердости покрытия можно определить лишь при очень малых нагрузках (до 0,01 Н) и при глубине проникновения индентора до 10 % толщины покрытия. Во всем остальном диапазоне нагрузок на индентор значения твердости будут зависеть от влияния подложки и, как правило, будут занижены.

При измерении микротвердости поверхности с PVD покрытием даже на самых малых нагрузках (0,1 Н) глубина внедрения индентора, как правило, составляет более 10 % толщины покрытия. В этой связи важно отметить, что определяемая таким образом микротвердость поверхности является интегральной характеристикой, отражающей способность системы «подложка – PVD покрытие» противостоять внедрению индентора (пластической деформации) и в совокупности учитывает вклады подложки и покрытия.

Тонкие твердые нанокристаллические покрытия являются специфическим объектом для трибологических испытаний. Существует большое число факторов, влияющих на их износостойкость. Взгляды и теоретический базис трибологического тестирования этих покрытий весьма противоречивы. Поэтому на практике оценку степени упрочнения для деталей с покрытиями зачастую проводят с использованием методов определения износостойкости объемных материалов. Для этого применяют образцы, реализующие точечный или линейный контакт с контртелом. Полученные значения износостойкости также являются результатом вклада покрытия и подложки. Однако известно, что каждое PVD/CVD покрытие обладает уникальным набором свойств для определенного сочетания с подложкой [2-4, 8-10, 30, 41] и такие данные представляют практический интерес. Поэтому для сравнения свойств (поведения) покрытий на различных подложках, а также при решении задач оптимизации состава и

толщины покрытия вклад подложки и покрытия в износостойкость поверхности необходимо разделять.

В этой связи является актуальным применение способов расчета скорости изнашивания, позволяющих дифференцировать вклады подложки и покрытия при традиционных трибологических испытаниях с возможностью определения параметров изнашивания слоев (покрытия и подложки) при последующей простой математической обработке первичных результатов испытаний.

Цель данной работы заключалась в установлении влияния предварительной упрочняющей химико-термической обработки стальной подложки на свойства поверхности с вакуумными покрытиями TiN (TiAlN) и оценке эффекта упрочнения от аддитивной технологии ХТО и нанесения PVD покрытий.

Материалы и методики.

В ходе работы были исследованы свойства PVD покрытий на основе наноструктурированного нитрида титана TiN и TiAlN, нанесенных в различных режимах, на различных типах неупрочненных и упрочненных подложек. В качестве подложек использовали следующие сплавы: армко-железо (сталь 10895, ГОСТ 3836) и распространенные конструкционные и инструментальные стали для изготовления прецизионных деталей трения – У8А (ГОСТ 1435), 9ХС и Х12М (ГОСТ 5950), 38Х2МЮА (ГОСТ 4543), 12Х18Н9Т, ШХ15 и 95Х18 (ГОСТ 5632).

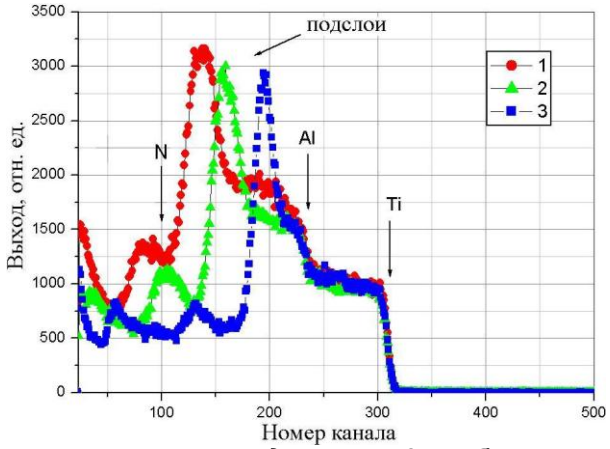
В качестве упрочняющей обработки подложек использовали следующие виды ХТО – карбонитрацию, газовое азотирование, ионно-плазменное азотирование борирование и карбидизацию. Нанесение покрытий TiN, TiAlN осуществляли на автоматизированной установке УРМ 327. Толщины покрытий TiAlN варьировались в диапазоне 1…7 мкм. Для определения элементного состава покрытий производилось их нанесение на подложки из технически чистого графита.

Элементный состав покрытий определялся методом Резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов He^+ с энергией 1.5 МэВ на ускорительном комплексе HVE-2500 фирмы High-Voltage Engineering (Europe). Энергетическое разрешение детектора частиц 15 кэВ. Структура покрытий исследовалась методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе Hitachi-H800. Микротвердость покрытий измеряли методом восстановленного отпечатка с помощью индентора Виккерса. Также проводилось измерение нанотвердости сформированных покрытий TiN, TiAlN на приборе Nanoindenter G200 (MES Systems, USA) по методике Оливера-Фарра [57], с применением трехгранного алмазного индентора Берковича с радиусом закругления вершины 20 нм при вдавливании на глубину до 200 нм. Адгезия покрытий исследовалась методом пробы Эриксена.

Для определения износостойкости слоистых композитов была разработана методика трибологических испытаний по схеме «вал – колодка». За основу был взят способ Жаннена, реализованный в машинах Шкода-Савина и Шпинделя. Для расчета износостойкости покрытия использовали значения величины линейного износа подложки и линейного износа поверхности с покрытием, полученные при одинаковых условиях испытаний. Значение скорости изнашивания покрытия определяли из суммарной скорости изнашивания поверхности за вычетом вклада подложки [43].

Результаты и их обсуждение. По результатам анализа элементного состава покрытий TiN, TiAlN методом РОР установлено, что титан и алюминий в покрытии TiAlN присутствуют примерно в равных пропорциях и их концентрации однородны по глубине покрытия (рисунок 3). Концентрация титана в покрытии TiN однородна по глубине. Концентрация азота также однородна по глубине с небольшим градиентом у

поверхности и на границе с подложкой в обоих покрытия TiN и TiAlN. Исходя из результатов анализа спектра РОР и рассчитанных концентраций элементов, можно предположить, что титан и алюминий находятся в покрытии в фазах нитридов. Адгезионный подслой представляет собой сплав Ti с Al. В случае покрытия TiN, адгезионный подслой представляет собой пленку Ti толщиной 200 нм. Наличие кислорода в покрытиях не установлено, что свидетельствует о высоком качестве полученных структур и об отсутствии крайне вредных для эксплуатационных свойств наноструктурированных тонкопленочных покрытий оксидов и оксидных пленок металлов.



1 – недостаток, 2 – стехиометрическое содержание, 3 – избыток реактивного газа N_2

Рисунок 3 – Спектры РОР ионов гелия с энергией 1,5 МэВ от покрытий TiAlN, осажденными в различных режимах

На рисунке 4 представлены результаты рентгеноструктурного фазового анализа покрытий TiN, TiAlN. Установлено, что покрытия имеют однофазную структуру с сильной текстурированностью типа (110). В случае покрытия TiN на подложке из стали 12Х18Н9Т обнаружены пики γ-Fe (от подложки) и TiN (рисунок 4 *а*). В случае покрытия TiAlN на подложке из стали 12Х18Н9Т обнаружены пики γ-Fe (от подложки) и комплексного нитрида (Ti, Al)N, представляющего собой твердый растров внедрения, где атомы алюминия замещают атомы титана в фазе нитрида (рисунок 4 *б*). Вследствие замещения атомов титана атомами алюминия происходит смещение пика на дифрактограмме комплексного нитрида (Ti, Al)N в сторону больших углов отражения. Рассчитанный, по формуле Селякова-Шеррера [18], размер кристаллитов покрытий составил величину 45-50 нм для TiN и 9,5-12,5 нм для TiAlN.

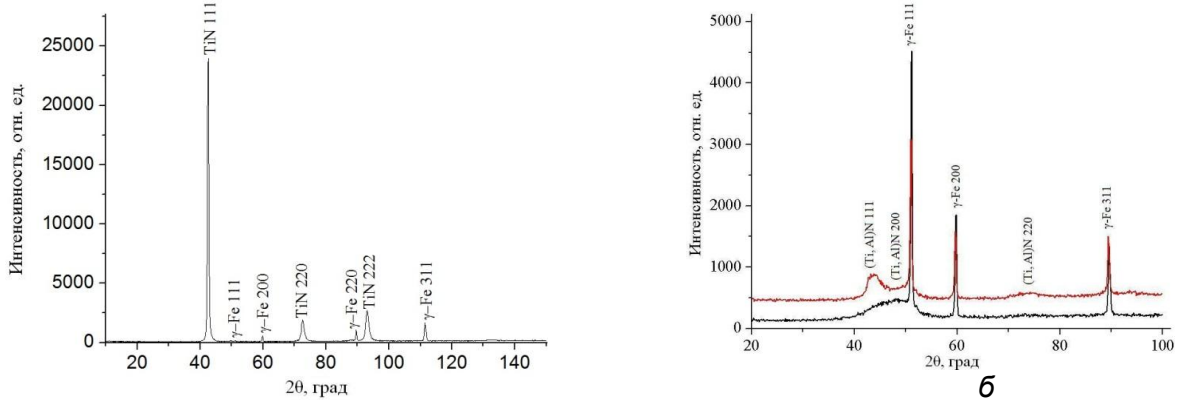
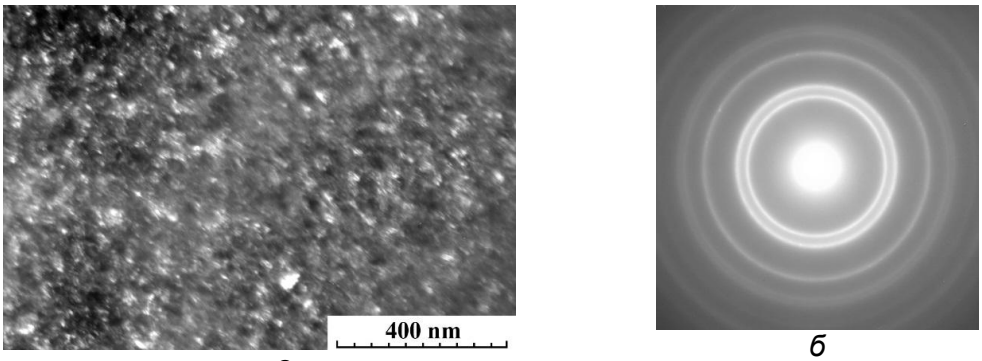


Рисунок 4 – Рентгеновские дифрактограммы от поверхности покрытий TiN *(а)* и TiAlN *(б)* на нержавеющей стали 12Х18Н9Т

Кристаллиты имеют мелкодисперсную, однородную наноструктуру. Факт сильного уширения дифракционных пиков на картинах дифракций электронов свидетельствует о наноструктурированности покрытий (рисунок 5). Размер кристаллитов покрытия TiAlN,

измеренный по результатам исследования просвечивающей электронной микроскопии составил величину 10…15 нм. Увеличение концентрации N в покрытиях приводит к измельчению кристаллитов от 15 нм для покрытий TiAlN, нанесенных в режиме с недостатком азота, до 5 нм для покрытий TiAlN, нанесенных в режиме с избытком азота.



а *б*

Рисунок 5 – Микрофотография ПЭМ покрытия TiAlN *(а)*, картина электронной дифракции от покрытия TiAlN *(б)*, нанесенных со стехиометрическим содержанием N_2

Были получены упрочненные подложки для последующего формирования композиций «диффузионный слой – твердое вакуумное покрытие» с различным фазовым составом и микротвердостью поверхности, толщиной упрочненного слоя (таблица 1).

Таблица 1 – Характеристики полученных подложек для последующего нанесения твердых покрытий.

Сплав	Вид ХТО	Толщина диффузионного слоя, мкм	Упрочняющие фазы	Микротвердость поверхности, МПа	Сравнительная износостойкость, отн. ед.
Армко-железо	Карбонитрация	80	Fe_3C	3520	1,0
Сталь 12Х18Н9Т	Карбонитрация	120	Fe_3C, CrN, Fe_4N	4840	1,2
38Х2МЮА	ИПА	95	Fe_4N, $Fe_{2-3}N$, CrN, AlN, MoN	8520	2,2
Х12М	ИПА	65	Fe_4N, $Fe_{2-3}N$, CrN	10800	2,7
Х12М	Карбидизация	70	Cr_7C_3, $Cr_{23}C_7$	11300	2,9
95Х18	Карбидизация	60	Cr_7C_3, $Cr_{23}C_7$	11900	3,0
Армко-железо	Однофазное борирование	80	Fe_2B	10300	2,6
У8А	Однофазное борирование	65	Fe_3C, Fe_2B	11200	2,9
9ХС	Однофазное борирование	60	Fe_3C, Fe_2B	10850	2,9
Армко-железо	Двухфазное борирование	120	Fe_2B, FeB	14600	3,7
У8А	Двухфазное борирование	125	Fe_3C, Fe_2B, FeB	16600	4,2
9ХС	Двухфазное борирование	110	Fe_3C, Fe_2B, FeB	16950	4,2

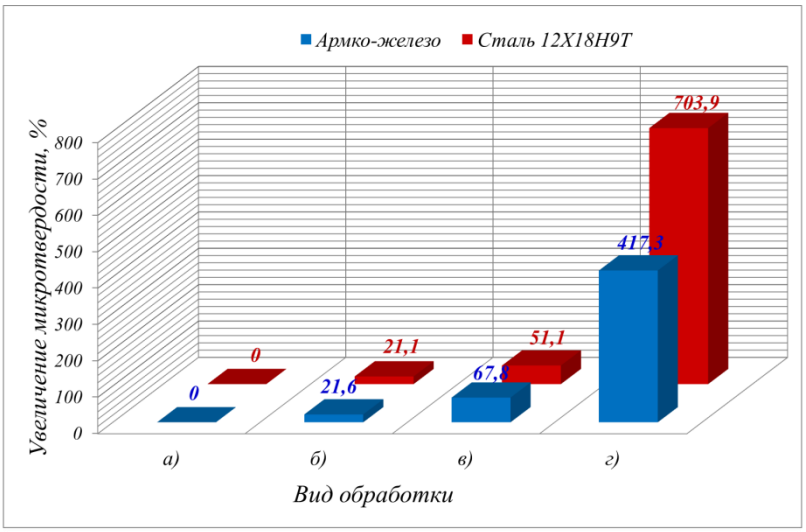
Наиболее твердыми и износостойкими из полученных диффузионных слоев являются слои, полученные в результате двухфазного борирования, далее однофазного борирования, карбидизации, азотирования и карбонитрации. Есть основания полагать, что эффективность полученных диффузионных слоев в сочетании с вакуумным покрытием будет разной. Следует ожидать увеличения эффективности вакуумных покрытий в составе композиций с диффузионными слоями в порядке возрастания в ряду «карбонитридный – азотированный – карбидный – однофазный боридный – двухфазный боридный» диффузионные слои. Кроме того, можно предположить, что чем выше микротвердость и износостойкость подложки, тем тверже можно нанести на нее вакуумное покрытие и исключить его продавливание по причине высокого градиента твердости на границе раздела «покрытие-подложка».

На следующем этапе работ на все образцы с диффузионными слоями и на стальные подложки без ХТО были нанесены покрытия TiAlN. Толщина полученных покрытий TiAlN, определенная с помощью сканирующей электронной микроскопии на всех образцах составила 1 мкм, коэффициент трения – 0,05. Размер кристаллитов покрытий TiAlN, измеренный по результатам просвечивающей электронной микроскопии составил величину 5…15 нм. Истинная микротвердость покрытия TiAlN на подложке из армко-железа составила 28…30 ГПа. Выявлено, что между вакуумным покрытием и подложкой присутствует промежуточная зона с пониженной травимостью, которая является адгезионным подслоем, формирующимся непосредственно перед осаждением покрытия и состоящая из Ti и Al.

Шероховатость R_a образцов с покрытиями TiN и TiAlN на неупрочненных подложках и подложках с карбонитридным, азотированным и карбидным слоем составила не более 0,012 мкм. Шероховатость поверхности образцов с покрытиями TiAlN на борированных подложках несколько выше и не превышала 0,020 мкм. Это обусловлено тем, что поверхность с боридным слоем отличается более сложным рельефом, так как она формируется иглами призматической формы фаз FeB или Fe_2B, которые сложно шлифуются и сполировываются по причине их высокой твердости на уровне 16…18 и 11…13 ГПа соответственно.

По результатам дюрометрических испытаний покрытий TiN на армко-железе и стали 12Х18Н9Т установлено, что наличие упрочненного карбонитридного слоя приводит к значительным изменениям в поведении покрытий TiN. Так, анализ влияния предварительного упрочнения подложек в указанных покрытиях и величины нагрузки на индентор при измерении микротвердости в системе подложка-покрытие показал, что на образцах с термодиффузионным слоем измеряемая с поверхности микротвердость существенно выше и увеличение ее с уменьшением нагрузки на индентор больше, чем на неупрочненных подложках. Это свидетельствует о том, что наличие более прочного термодиффузионного слоя в значительной степени снижает продавливание вакуумного покрытия при воздействии внешней нагрузки. В результате чего наблюдаемая микротвердость образцов с композициями «карбонитридный слой – покрытие TiN» при малых нагрузках в большей степени определяется микротвердостью вакуумного покрытия, которое на упрочненной подложке не продавливается или продавливается слабее. Это подтверждают значения микротвердости при нагрузках 0,25 Н и 0,1 Н, не характерные для сплавов подложек и полученных на них карбонитридных слоев. Следовательно, вклад PVD покрытия в интегральную микротвердость поверхности зависит от подложки и увеличивается с повышением микротвердости последней.

Установлено, что влияние наличия карбонитридного слоя на общую микротвердость поверхности с вакуумным покрытием является неаддитивным. Так, увеличение микротвердости поверхности армко-железа и стали 12Х18Н9Т от комплексной обработки, включающей ХТО и нанесение вакуумного покрытия, значительно превышает суммарное увеличение микротвердости от этих обработок в отдельности (рисунок 6).



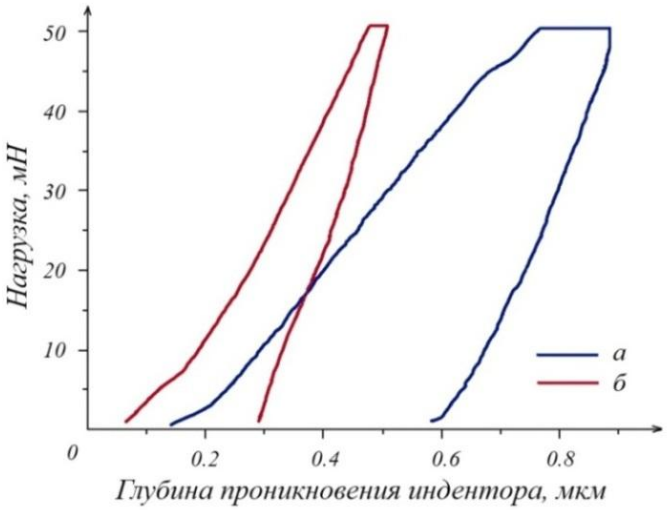
а – без обработки, б – ХТО, в – напыление TiN, г – ХТО и нанесение TiN

Рисунок 6 – Повышение микротвердости образцов от вида обработки

Повышение микротвердости поверхности в результате комплексной обработки составило 5,2 и 8,0 раза соответственно для армко-железа и стали 12Х18Н9Т, в то время как суммарное увеличение микротвердости поверхности от этих обработок в отдельности составило 1,9 раза для армко-железа и 1,7 раза для стали 12Х18Н9Т. При этом разница в микротвердости покрытий на подложках из армко-железа и стали 12Х18Н9Т составляет в среднем 300 МПа. После получения карбонитридного слоя микротвердость поверхности увеличивается в среднем до 6000 МПа, но разница в микротвердости подложек остается примерно на том же уровне, в сравнении с разницей в микротвердости при нанесенном покрытии, отличаясь незначительно.

Обнаруженное явление, по-видимому, связано с тем, что упрочнение подложки ХТО устраняет наличие резкой границы в твердости между подложкой и покрытием, тем самым демпфируя градиент твердости разнородных материалов, и существенно повышает несущую способность покрытия и интегральную микротвердость поверхности.

Подтверждение полученных результатов отражено на рисунке 7, где показаны кривые нагружения-разгрузки для аналогичных систем с покрытиями TiAlN, а также в таблице 2, где представлены результаты расчета прочностных характеристик покрытий по полученным кривым по методике Оливера-Фарра.



а – покрытия TiAlN, б – композиции «карбонитридный слой – TiAlN»

Рисунок 7 – Кривые нагружения-разгрузки, полученные при наноиндентировании

Таблица 2 – Характеристики покрытий на стали 12Х18Н9Т, определенные при кинетическом наноиндентировании.

Покрытие	H, ГПа	E, ГПа	k, Н/м	H/E*	H^2/E^*, ГПа	H^3/E^{*2}, ГПа
Покрытие TiAlN	28,07	210	2,47	0,122	3,41	0,415
Композиция «карбонитридный слой – TiAlN»	52,88	350	1,48	0,138	7,27	1,0

$E^*=E / (1 - v^2)$, где v = 0,3 (коэффициент Пуассона).

Угол наклона разгрузочной кривой (рисунок 7 *а*) для покрытия на неупрочненной подложке свидетельствует о высоких упругих свойствах покрытия, однако нанотвердость относительно невысокая. Упрочнение стальной подложки и формирование композиций «термодиффузионный слой – покрытие TiAlN» заметно меняет картину. Малый угол наклона разгрузочной кривой в этом случае (рисунок 7 *б*) свидетельствует о высокой упругости покрытия и его преимущественно вязком характере разрушения под действием нагрузки индентора.

Для оценки упругости и стойкости к пластической деформации покрытий был применен метод оценки параметра H^3/E^{*2}, разработанный автором [17]. Установлено, что покрытие TiAlN на мягкой подложке из стали 12Х18Н9Т имеет параметр H^3/E^{*2} равный 0,415, на упрочненной подложке из стали 12Х18Н9Т с карбонитридным слоем – 1,0. Это свидетельствует о том, что покрытие TiAlN на более твердой подложке становится более упругим, более стойким к пластической деформации, следовательно, его несущая способность повышается, как и повышается стойкость к ударным нагрузкам, ударная вязкость и трещиностойкость. Наличие термодиффузионного слоя под вакуумным покрытием TiAlN вызывает увеличение упругого восстановления отпечатка индентора после снятия нагрузки примерно в 2 раза, что видно из уменьшения интегральной площади под кривой *б* по отношению к площади под кривой *а* на рисунке 7. По приблизительной оценке, увеличение ударной вязкости систем подложка-покрытие, при нанесении покрытий TiAlN на предварительно упрочненные подложки (с карбонитридным слоем), по сравнению с неупрочненными, составляет 4,5 раза [30, 58].

Таким образом, впервые экспериментально показано, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации перед нанесением покрытия TiAlN приводит к повышению наблюдаемых значений нанотвердости, модуля упругости, индекса пластичности и показателей упругого восстановления и сопротивления пластической деформации поверхности с покрытием TiAlN. Обнаруженное явление связано с тем, что предварительное упрочнение подложки снижает градиент твердости между подложкой и покрытием, что предотвращает продавливание покрытия и существенно повышает его несущую способность. Упрочненная подложка привносит вклад в упругое восстановление покрытия и наноиндентационный отклик поверхности, о чем свидетельствует значение нанотвердости покрытия TiAlN на подложке с карбонитридным слоем равное 52,88 ГПа не характерное для данного покрытия.

Предварительное упрочнение подложки в результате карбонитрации приводит к повышению наблюдаемых значений нанотвердости поверхности с покрытием TiAlN толщиной 1 мкм, определяемой при индентировании на глубину до 0,1…0,9 мкм (нагрузка 50 мН) в 1,9 раза, модуля упругости в 1,7 раза, индекса пластичности H/E^* на 13 %, показателя упругого восстановления H^2/E^* и сопротивления пластической деформации H^3/E^{*2} более чем в 2,1 и 2,4 раза соответственно.

Оценку износостойкости проводили путем сопоставления износостойкости образцов с композициями «термодиффузионный слой – покрытие TiN» и однослойных покрытий TiN на неупрочненной подложке со скоростью изнашивания подложек, подвергнутых испытаниям в одинаковых условиях. Таким образом, оценивалась

скорость изнашивания покрытий TiN на подложках с термодиффузионным слоем и без него.

Установлено, что характер изнашивания покрытий на упрочненной и неупрочненной подложках имеет существенное различие. Покрытие TiN на неупрочненной подложке продавливалось уже на стадии приработки, в то время как покрытие на подложках с карбонитридным слоем изнашивалось равномерно на протяжении всего времени испытаний, а при продавливании процесс развития очага износа существенно тормозился за наличия под тонким покрытием TiN более твердого протяженного термодиффузионного подслоя.

Полученные результаты расчета скорости изнашивания свидетельствуют, что износостойкость покрытия TiN на упрочненной подложке из армко-железа выше на 23,5 %. Увеличение микротвердости железной подложки в результате карбонитрации на 21,6 % приводит к повышению стойкости покрытия TiN на 23,5 %. Отношение скорости изнашивания покрытия TiN на упрочненной подложке к скорости его изнашивания на не упрочненной подложке составило 1,24 (таблица 3).

Таблица 3 – Результаты трибологических испытаний армко-железа.

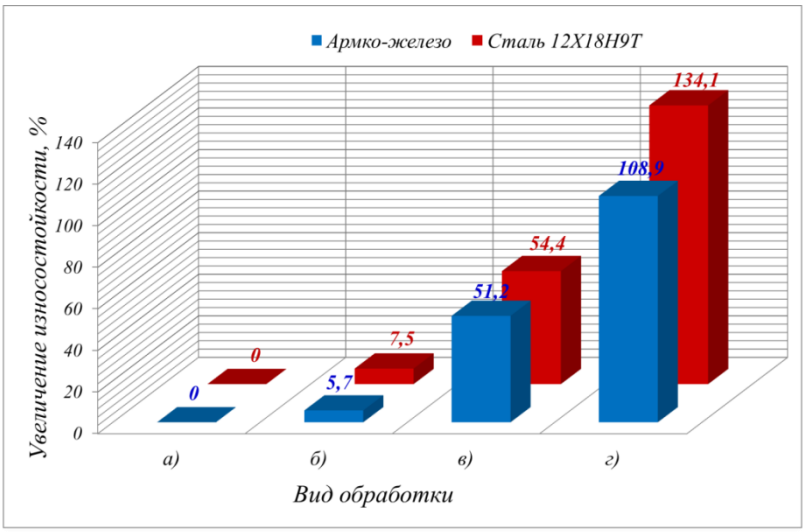
Состояние поверхности образца	Глубина лунки износа, мкм	Линейный износ, мкм	Объемный износ, мкм^3, $\times 10^3$	Скорость изнашивания, мкм/мин	
				подложки	покрытия
без обработки	4,80	1073,3	1718,0	0,0533	–
после ХТО	4,26	1010,7	1435,0	0,0473	–
с покрытием TiN	2,03	698,2	474,2	0,0533	0,0142
после ХТО с покрытием TiN	1,13	520,5	194,9	0,0473	0,0115

Увеличение твердости подложки из стали 12Х18Н9Т в результате карбонитрации на 21,1 % приводит к повышению стойкости покрытия TiN на 52,8 % (таблица 4). Отношение скорости изнашивания покрытия TiN на упрочненной подложке к скорости его изнашивания на неупрочненной подложке из стали 12Х18Н9Т составило 1,53.

Таблица 4 – Результаты трибологических испытаний стали 12Х18Н9Т.

Состояние поверхности образца	Глубина лунки износа, мкм	Линейный износ, мкм	Объемный износ, мкм^3, $\times 10^3$	Скорость изнашивания, мкм/мин	
				подложки	покрытия
без обработки	4,44	1032,2	1528,0	0,0493	–
после ХТО	3,83	958,8	1228,1	0,0426	–
с покрытием TiN	1,82	660,2	296,1	0,0493	0,0136
после ХТО с покрытием TiN	0,80	437,0	117,4	0,0426	0,0089

Следует отметить, что повышение износостойкости основного сплава от вида обработки не является аддитивным. Суммарный эффект повышения износостойкости от упрочнения сплава подложки в результате ХТО и нанесения покрытия TiN много меньше эффекта повышения износостойкости от комплексной обработки, включающей последовательное упрочнение подложки в результате ХТО с получением твердого карбонитридного слоя и нанесения вакуумного покрытия TiN (рисунок 8).



а – без обработки, б – ХТО, в – напыление TiN, г – ХТО и нанесение TiN
Рисунок 8 – Повышение износостойкости образцов от вида обработки

Повышение износостойкости от комплексной обработки по величине объемного износа составило более 8,8 и 13,0 раза соответственно для армко-железа и стали 12Х18Н9Т, в то время как в отдельности ХТО и нанесение покрытия дают повышение износостойкости в 1,2 и 3,6 раза для армко-железа и 1,3 и 5,2 раза соответственно.

Установленное явление неаддитивного влияния упрочнения подложки на износостойкость образцов с вакуумным покрытием можно объяснить следующим. Увеличение прочностных характеристик подложки в результате карбонитрации увеличивает время изнашивания до появления остаточной деформации в сплаве подложки (карбонитридном слое) и несколько нивелирует влияние разности в микротвердости между подложкой и твердым вакуумным покрытием, тем самым, исключая продавливание последнего. Вместе с этим образующиеся остаточные напряжения сжатия в термодиффузионном слое способствуют увеличению времени изнашивания до появления усталостных трещин. При наступлении начала последовательного разрушения вакуумного покрытия упрочненная подложка тормозит процесс развития очага разрушения и при полном разрушении вакуумного покрытия под контртелом работает дольше неупрочненной подложки.

Полученные результаты исследований нанотвердости, микротвердости и износостойкости образцов с PVD покрытиями на различных подложках позволили выявить закономерность, заключающуюся в том, что наибольшие микротвердость и износостойкость системы «подложка – покрытие TiN (TiAlN)» отвечают подложкам, подвергнутым предварительному упрочнению в результате ХТО. А значения свойств системы «подложка – покрытие TiN (TiAlN) стремятся к уровню свойств вакуумного покрытия тем больше, чем меньше градиент свойств на границе подложка-покрытие, то есть выше микротвердость термодиффузионного слоя.

Однако, следует отметить, что существует целый ряд факторов формирования интегральных свойств поверхности в системе подложка-покрытие, включая химический состав и структуру сплава подложки, состав и строение диффузионного слоя и другие, вклад и значимость которых крайне сложно полностью учесть при оценке влияния свойств подложки на свойства поверхности с вакуумным покрытием. Поэтому для оценки достоверности выводов о влиянии механических свойств подложки на свойства поверхности с вакуумным покрытием был проведен корреляционно-регрессионный анализ. Для анализа брались значения микротвердости и износостойкости использованных сплавов подложек независимо от их химического состава, наличия и типа диффузионных слоев и сравнивались со значениями указанных свойств в системах «подложка – покрытие TiAlN». В результате были получены уравнения

парной регрессии, описывающие зависимости микротвердости и износостойкости в системах «подложка – покрытие TiAlN» от микротвердости сплава подложки (индексы корреляции 0,95 и 0,94 соответственно).

Таким образом, можно утверждать, что микротвердость и износостойкость системы «подложка – покрытие TiAlN» в значительной степени определяется микротвердостью и износостойкостью подложки (коэффициенты детерминации соответственно 0,91 и 0,87) и слабо зависят от других факторов.

Испытания образцов с покрытиями TiAlN на подложках с азотированными, карбидными и боридными термодиффузионными слоями и вакуумным покрытием TiAlN подтвердили обнаруженные зависимости. В результате испытаний установлено, что микротвердость и износостойкость для всех композиций «термодиффузионный слой – покрытие TiAlN» выше, чем покрытий TiAlN на неупрочненных подложках. Так, по сравнению с покрытиями TiAlN на неупрочненных подложках микротвердость и износостойкость композиций, получаемых в результате предварительной карбонитрации и последующего нанесения покрытия TiAlN выше в 3,4…3,5 и 2,0…2,2 раза; предварительного ИПА – 3,2…3,9 и 1,8…2,1 раза; предварительной карбидизации – 3,4…4,3 и 2,0…2,2 раза; предварительного однофазного борирования – 9,4…11,5 и 2,6…2,9 раза; двухфазного борирования – 11,5…13,2 и 3,3…3,4 раза соответственно (таблица 5, рисунки 9, 10).

Таблица 5 - Свойства покрытий TiAlN на различных подложках.

№	Сталь-основа + вид обработки	Микротвердость (МПа) при нагрузке (Н)			Сравнит. износост., отн. ед.
		0,49	0,196	0,098	
1	Армко-железо	1750	1950	2110	1,0
2	Армко-железо + карбонитрация	3940	5240	7390	2,0
3	12Х18Н10Т	1870	2120	2440	1,1
4	12Х18Н10Т + карбонитрация	5650	6460	8470	2,2
5	38Х2МЮА	2120	2390	2810	1,3
6	38Х2МЮА + ИПА	8740	8900	9350	2,4
7	Х12М	3610	4070	4400	1,4
8	Х12М + ИПА	12820	13900	17260	2,9
9	Х12М + карбидизация	8230	9880	14920	2,8
10	95Х18	3840	4020	4290	1,4
11	95Х18 + карбидизация	8640	10860	18440	3,1
12	Армко-железо + однофазное борирование	12800	15300	18860	2,9
13	У8А	1920	2380	2710	1,4
14	У8А + однофазное борирование	15620	19860	25600	3,7
15	9ХС	1920	2300	2680	1,4
16	9ХС + однофазное борирование	15480	20430	26750	4,1
17	Армко-железо + двухфазное борирование	15300	18540	24330	3,3
18	У8А + двухфазное борирование	18900	24930	34060	4,6
19	9ХС + двухфазное борирование	17550	25750	35400	4,8

Обнаруженный факт обусловлен тем, что предварительное упрочнение в результате карбонитрации, ИПА, карбидизации или борирования увеличивает время до появления остаточной деформации в подложке и снижает градиент жесткости и

твердости между подложкой и покрытием. Образующиеся в результате термодиффузионного насыщения остаточные напряжения сжатия в поверхностном слое подложки увеличивают время до появления усталостных трещин. В результате карбонитрации формируются остаточные напряжения сжатия величиной около 400…800 МПа, ИПА – 600…800 МПа, борирования – 800…1000 МПа [53-56]. В то же время, при наступлении начала последовательного разрушения покрытия более жесткий термодиффузионный слой накапливает меньше остаточной деформации и тормозит развития очага разрушения, а при полном разрушении покрытия под контртелом работает дольше неупрочненной подложки.

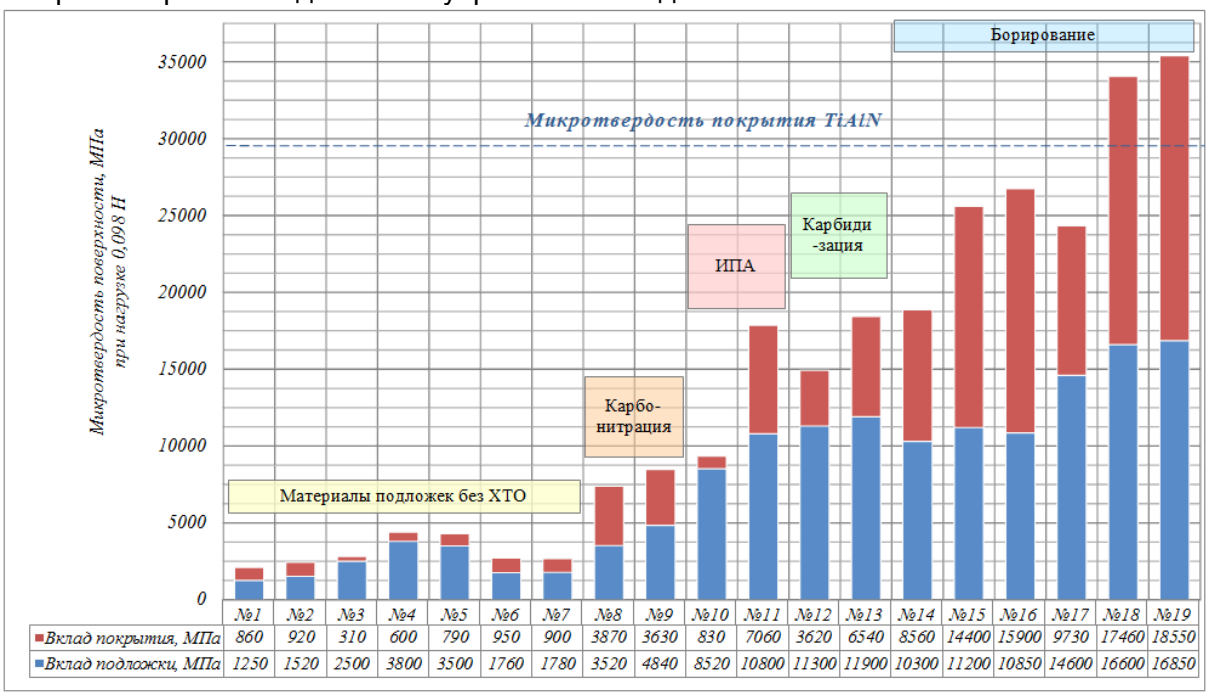


Рисунок 9 – Микротвердость поверхности стальных образцов с покрытием TiAlN на различных подложках (номера образцов из таблицы 5)

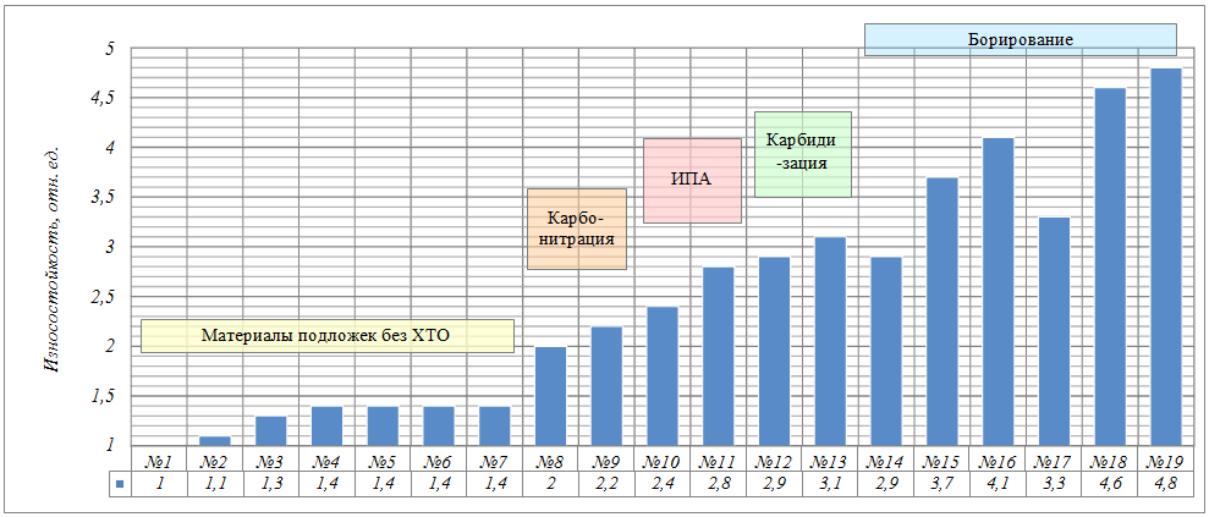


Рисунок 10 – Сравнение износостойкости стальных образцов с покрытием TiAlN на различных подложках (номера образцов из таблицы 5)

Существенным является то, что на протяжении трибологических испытаний все образцы с покрытиями показывали стабильные результаты, в трех точках измерения получались практически одинаковые дорожки износа. Это свидетельствует о равномерном распределении свойств покрытий по поверхности. Основной причиной появления повреждений на дорожках трения следует считать, главным образом,

хрупкое разрушение покрытий из-за их неспособности деформироваться и разрушение вследствие уменьшения толщины покрытия в очаге износа до некоторого критического значения. Вместе с этим разрушение покрытий также может быть обусловлено развитием трещин в подложке и на границе раздела с подложкой или термодиффузионным слоем в местах неоднородности структуры и скопления дефектов и распространению трещин в результате контактного воздействия.

Незначительный разброс значений объемного износа давали покрытия на подложках с двухфазным боридным слоем, что вероятнее всего обусловлено перепадом несущей способности по вакуумному покрытию вследствие наличия под ним характерной для боридных слоев топографии поверхности, представленной выступами боридных игл, растущими аксиально поверхности и имеющими призматическую форму.

Таким образом, установлено, что наиболее эффективным для повышения интегральной микротвердости и износостойкости поверхности с покрытием TiAlN является двухфазное борирование. В то же время однофазное борирование следует считать более эффективным по сравнению с карбидизацией, карбонитрацией и ИПА.

Из всех образцов с термодиффузионным слоем, полученным в результате борирования, наибольшую микротвердость и износостойкость имеют двухслойные композиции на стали 9ХС. Следует отметить, что при сопоставимой микротвердости подложек из сталей 9ХС и У8А после однофазного борирования, микротвердость композиций «боридный слой – TiAlN» на стали 9ХС при различных нагрузках отличается на 0,5…1,5 ГПа, что может быть обусловлено различной способностью к упругому восстановлению покрытий TiAlN на боридных слоях с отличающейся морфологией и напряженным состоянием, обусловленными разницей в химическом составе сталей У8А и 9ХС.

Следует отметить, что при разнице в микротвердости между однофазным и двухфазным боридными слоями на армко-железе, сталях У8А и 9ХС, составляющей до 4,2…6,0 ГПа, разница в наблюдаемых значениях микротвердости двухслойных композиций с TiAlN при нагрузке 0,49 Н составляет не более 2,1…3,3 ГПа. То есть вклад покрытия TiAlN в интегральную микротвердость поверхности на однофазных боридных слоях больше по сравнению с двухфазными. Это можно объяснить большей деформацией разрушения и запасом пластичности однофазных боридных слоев, позволяющей им привносить несколько больший вклад в упругое восстановление покрытия TiAlN при сопоставимых нагрузках. Однако при уменьшении нагрузки на индентор разница в значениях микротвердости увеличивается и при нагрузке 0,098 Н может составлять более 5,5…8,6 ГПа, что указывает на первоочередную роль жесткости подложки и величины градиента микротвердости на границе раздела подложка-покрытие в повышении несущей способности покрытий. Это подтверждается результатами сравнения вклада покрытия TiAlN в интегральную микротвердость поверхности на подложках с термодиффузионным слоем и не упрочненных подложках. Показано, что в зависимости от типа подложки, покрытия TiAlN дают различный вклад в интегральное значение микротвердости и, таким образом, «добавленная» микротвердость от нанесения покрытий TiAlN на более жестких подложках выше.

Наибольшая «добавленная» микротвердость от нанесения покрытий TiAlN наблюдается на подложках из армко-железа и сталей У8А и 9ХС с однофазным и двухфазным боридным слоем. Более высокие значения микротвердости композиций «боридный слой – TiAlN», по-видимому, обусловлены наибольшей микротвердостью боридного слоя в сравнении с азотированным, карбидным и карбонитрированным. Следовательно, падение микротвердости на границе раздела «покрытие TiAlN – подложка» является наименьшим, а отношение микротвердости покрытия к подложке в указанных системах не превышает 2,7 раз для подложек с однофазным боридным слоем и 1,9 раз с двухфазным боридным слоем.

Полученные результаты хорошо согласуются с представлениями о вкладе подложки в формирование интегральных (эффективных) свойств поверхности с покрытием [17, 25, 40-42]. Повышение жесткости подложки может приводить, в том

числе, к непропорциональному повышению интегральной микротвердости поверхности и, достигая определенного уровня свойств подложки, в данном случае термодиффузионного слоя, результирующая микротвердость поверхности с покрытием может сравниться с истинной микротвердостью покрытия и даже превысить ее за счет большего упругого восстановления покрытия. Такие результаты получены для покрытий TiAlN на сталях У8А и 9ХС с двухфазными боридными слоями толщиной соответственно 125 и 110 мкм.

Таким образом, проанализировав полученные результаты оценки свойств покрытий TiAlN на подложках с карбонитридным, карбидным и боридным слоями, и сравнив их с известными и воспроизведенными в работе результатами для подложек с азотированным слоем, показана эффективность применения карбонитрации, карбидизации и борирования для повышения свойств стальных поверхностей с покрытиями TiAlN. Экспериментально показано, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате выбранных способов ХТО позволяет повысить эффективность покрытий TiAlN, заключающуюся в существенном повышении их несущей способности, повышении микроиндентационного отклика, а также износостойкости поверхности с покрытием. Установлено, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации, карбидизации или борирования позволяет до 3,4…13,2 раза повысить интегральную микротвердость и до 2,0…3,4 раза износостойкость поверхности с покрытием TiAlN.

Полученные экспериментальные результаты и анализ известных подходов к материаловедению композитов позволяют полагать, что получаемые в результате ХТО и последующего вакуумного нанесения композиции «термодиффузионный слой – покрытие TiAlN» представляют собой новые микрокомпозиционные материалы, так как в этой системе выполняются все современные условия, по которым происходит их определение [10], а именно:

– рассматриваемая система состоит из двух разнородных по составу, структуре и свойствам материалов, имеющих границу раздела;

– термодиффузионный слой и вакуумное покрытие образуют оригинальную систему своим объемным сочетанием;

– обсуждаемые двухслойные композиции характеризуются свойствами, не достижимыми в отдельности материалами вакуумного покрытия и термодиффузионно упрочненной стальной подложки.

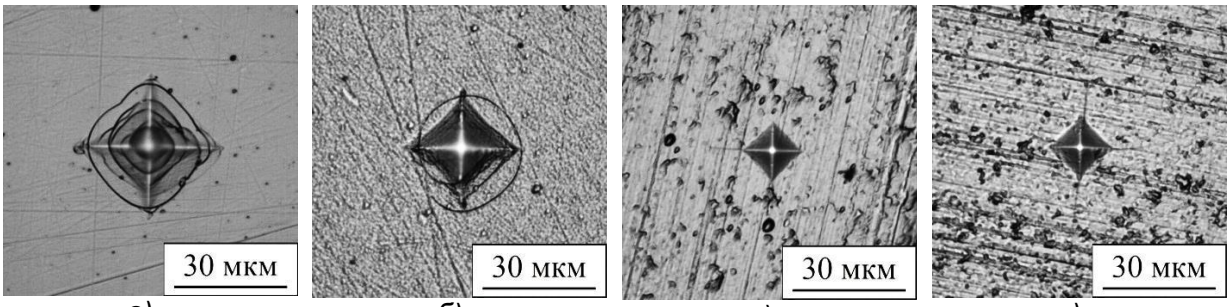
Полученные прочностные характеристики рассматриваемых композиций справедливо рассматривать с учетом адгезионных свойств покрытий. Были проведены исследования трещиностойкости покрытий. Трещиностойкость оценивали как интегральную сумму трещин вокруг отпечатка индентора при нагрузке 1,96 Н (таблица 6).

Таблица 6 – Суммарная длина трещин при нагрузке на индентор 1,96 Н на покрытиях TiAlN (мкм) стехиометрической концентрации N_2.

Подложка	Толщина покрытия, мкм	
	7	12
Сталь 12Х18Н9Т без упрочнения	258	110
Сталь 12Х18Н9Т после карбонитрации	10	35

Наибольшая суммарная длина трещин при нагрузке на индентор 1,96 Н была зафиксирована на образце с покрытием TiAlN на стали 12Х18Н9Т. Это покрытие является наименее трещиностойким и наиболее склонным к хрупкому разрушению. Наименьшая суммарная длина трещин была зафиксирована на образце с покрытием TiAlN на подложке из стали 12Х18Н9Т после карбонитрации (рисунок 11). Это покрытие

является наиболее трещиностойким и не склонно к хрупкому разрушению. Аналогичные особенности по трещиностойкости наблюдаются и при других условиях нагружения индентора (2,94 Н и 4,9 Н) [59].



а) *б)* *в)* *г)*

а) 7 мкм; *б)* 12 мкм; *в)* после ХТО, 7 мкм; *г)* после ХТО, 12 мкм

Рисунок 11 – Покрытия TiAlN различной толщины на подложке их стали 12Х18Н9Т

Данные результаты обусловлены формированием в образцах с упрочненной подложкой переходного диффузионного слоя между подложкой и покрытием и, как следствие, диффузионному зацеплению последнего. О наличии переходного слоя свидетельствуют результаты по элементному анализу методом Резерфордовского обратного рассеяния ионов гелия [7], из которых следует факт диффузионного азотирования поверхностного слоя подложки в процессе магнетронного напыления вследствие термического разогрева. Факт наличия переходного слоя между покрытием и подложкой также доказывается результатами рентгеноструктурного фазового анализа [15, 30], которые выявили наличие в подложке твердого раствора алюминия.

Таким образом, на более мягкой подложке (отожженная сталь 12Х18Н9Т без упрочняющей обработки) покрытия более склонны к хрупкому разрушению, и трещиностойкость их меньше чем на более твердой подложке из стали 12Х18Н9Т, подвергнутой ХТО, где наблюдается преимущественно вязкий характер разрушения покрытий.

Выполненный комплекс исследований дает основания полагать, что эквивалентное по механическим свойствам замещение дорогостоящих сплавов подложек для нанесения твердых вакуумных покрытий из высоколегированных конструкционных и инструментальных сталей более дешевыми, поверхностно упрочненными (поверхностно-легированными в результате ХТО) сталями должно привести к получению близких свойств поверхности с PVD покрытием и одновременно к положительному экономическому эффекту. Экономический эффект может быть достигнут в том числе за счет научно обоснованного снижения толщины вакуумных покрытий, за счет обеспечения их несущей способности путем формирования когезионно связанного с основным сплавом твердого термодиффузионного слоя.

Заключение.

Теоретически обосновано и экспериментально доказано, что предварительное упрочнение подложки из армко-железа и некоторых конструкционных и инструментальных сталей в результате ХТО позволяет повысить интегральную микротвердость и износостойкость поверхности с покрытием TiAlN за счет формирования протяженного упрочненного подслоя, который снижает градиент твердости материалов и привносит вклад в упругое восстановление покрытия и индентационный отклик поверхности. Так, по сравнению с покрытиями TiAlN на неупрочненных подложках микротвердость и износостойкость двухслойных композиций, получаемых в результате предварительной карбонитрации и последующего нанесения TiAlN выше в 3,4…3,5 и 2,0…2,2 раза; предварительного ИПА – 3,2…3,9 и 1,8…2,1 раза; предварительной карбидизации – 3,4…4,3 и 2,0…2,2 раза; предварительного однофазного борирования – 9,4…11,5 и 2,6…2,9 раза;

предварительного двухфазного борирования – 11,5…13,2 и 3,3…3,4 раза соответственно. Показано, что вклад покрытия TiAlN в интегральную микротвердость поверхности определяется жесткостью подложки и на упрочненных подложках существенно выше. Покрытия TiAlN на подложках с упрочняющим термодиффузионным слоем демонстрируют большую несущую способность и способны не продавливаться при больших нагрузках. Показано, что композиция «термодиффузионный слой – покрытие TiAlN» может обладать свойствами, не достижимыми сплавом подложки и материалом покрытия в отдельности и, по сути, представлять новый микрокомпозиционный материал, так как выполняются все современные условия по которым происходит их определение, а именно: оно состоит из двух разнородных по составу, структуре и свойствам материалов, имеющих границу раздела; термодиффузионный слой и вакуумное покрытие образуют оригинальную систему своим объемным сочетанием; обсуждаемая двухслойная композиция характеризуются свойствами, не достижимыми в отдельности материалом вакуумного покрытия и термодиффузионно упрочненной стальной подложкой. Так, установлено, что для покрытий TiAlN на компактных двухфазных боридных слоях на сталях У8А и 9ХС значения интегральной (фактически измеренной) микротвердости поверхности могут достигать 34…35 Гпа при собственной микротвердости покрытия TiAlN на уровне 28…32 ГПа. Установлено неаддитивное повышение микротвердости и износостойкости поверхности в результате комплексной обработки, включающей карбонитрацию и нанесение покрытия TiN. Так, увеличение микротвердости и износостойкости стальной поверхности от комплексной обработки более чем в 3,0…6,2 и 2,4…10,8 раза, соответственно, превышает суммарное увеличение свойств от карбонитрации и нанесения вакуумного покрытия в отдельности.

Экспериментально показано, что предварительное упрочнение стальной подложки в результате карбонитрации перед нанесением покрытия TiAlN приводит к повышению наблюдаемых значений нанотвердости поверхности с покрытием TiAlN толщиной 1 мкм, определяемой при индентировании на глубину до 0,1…0,9 мкм (нагрузка 50 мН) в 1,9 раза, модуля упругости в 1,7 раза, индекса пластичности H/E^* на 13 %, показателя упругого восстановления H^2/E^* и сопротивления пластической деформации H^3/E^{*2} более чем в 2,1 и 2,4 раза соответственно, а также к увеличению вязкости разрушения в 4,5 раза. Обнаруженное явление связано с тем, что предварительное упрочнение подложки снижает градиент твердости между подложкой и покрытием, что предотвращает продавливание покрытия и существенно повышает его несущую способность. Упрочненная подложка привносит вклад в упругое восстановление покрытия и наноиндентационный отклик поверхности, о чем свидетельствует значение нанотвердости покрытия на упрочненной подложке равное 52,9 ГПа и не характерное для данного покрытия.

Полученные результаты позволяют повысить эффективность традиционного упрочнения сталей за счет синергизма при сочетании борирования с нанесением твердых ионно-плазменных покрытий для упрочнения широкого класса деталей и сделать научно обоснованным снижение толщины покрытий типа TiN и TiAlN и аналогичных покрытий на стальных подложках с термодиффузионными слоями без потери в свойствах упрочняемой поверхности.

Список литературы:

1. Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure.// Acta mater., 2000. V.48. – P.1–29.

2. Семенов А.П. [и др.] Методы и средства упрочнения поверхностей деталей машин концентрированными потоками энергии. / М: Наука, 1992. – 404 с.

3. Хоккинг, М. Металлические и керамические покрытия: получение, свойства и применение / М. Хоккинг, В. Вассантари, П. Сидки: Пер. с англ. – М.: Мир, 2000. – 518 с.

4. Структура и свойства твердых и сверхтвердых нанокомпозитных покрытий А.Д. Погребняк [и др.] // Успехи физических наук, 2009. № 1 (179). – С. 35–64.

5. Погребняк, А.Д. Свойства нанокомпозитных нитридных покрытий / А.Д. Погребняк, В.М. Береснев, О.В. Соболь, Д.А. Колесников, П.В. Турбин // Физическая инженерия поверхности. – 2011. – Т. 9. – № 4. – С. 284–321.

6. Shengli, M.T. Composite of nitrided steel and TiN coatings by plasma duplex treatment and the effect of pre-nitriding / M.T. Shengli // Surface and Coatings Technology. 2001. – № 137. – P. 116–121.

7. Komarov, F.F. The influence of aluminum on the structure and mechanical properties of nanostructured coatings based on TiN / F.F. Komarov, S.V. Konstantinov, V.A. Kukareko, V.V. Pilko // Metallurgy: republic interagency miscellany of scientific works, 2014 – V. 35. – P.108–125.

8. Hausner, H.H. Coatings of High-Temperature Materials / H.H. Hausner – New York: Springer Science & Business Media, 2013. – 296 p.

9. Microstructural design of hard coatings. / P.H. Mayrhofer [et al.] // Progress in Materials Science. – 2006. – Vol. 51. – № 8. – P. 1032–1114.

10. Nanostructured Coatings / Eds. A. Gavaleiro, J.T. De Hosson. – Berlin: Springer-Verlag, 2006. – 648 p.

11. Polok, M. Comparison of the PVD coatings deposited onto plasma nitrited steel / M. Polok // Journal of achievements in materials and manufacturing engineering. 2010. – V.42. – № 2. – P. 172–179.

12. Junia, C. Plasma nitriding and PAPVD hard coating: a critical overview of duplex coating processing. / C. Junia, B. Avelar, C. Godoy, R.D. Mancosu // Jornadas Sam Caonamet Simposio Materia, 2003. – P. 600–603.

13. Holmberg, K., Coatings tribology – properties, techniques and applications in surface engineering. / K. Holmberg, A. Matthews // Elsevier Tribology Series, 28, 1994. – 442 p.

14. Pogrebnjak, A.D. Structure and properties of hard and superhard nanocomposite coatings / A.D. Pogrebnjak, A.P. Shpak, N.A. Azarenkov, V.M. Beresnev // Physics-Uspekhi, 2009. – V. 52- 1 – P. 29–54.

15. Komarov, F.F. Formation of nanostructured TiAlN, TiCrN, and TiSiN coatings using reactive magnetron sputtering / F.F. Komarov, S.V. Konstantinov, V.V. Pilko // Journal of Friction and Wear, 2014. – V. 35. – P. 215–223.

16. Veprek, S. A concept for the design of novel superhard coatings / S. Veprek, S. Reiprich // Thin Solid Films, 1995. – V. 265. – P. 64–71.

17. Musil, J. Physical and mechanical properties of hard nanocomposite films prepared by reactive magnetron sputtering / J. Musil // Chapter 10 in Nanostructured Coatings, J.T.M. DeHosson and A. Cavaleiro (Eds.) – New York, Springer Science and Business Media LCC, 2006. – P. 407–463.

18. Береснев, В.М. Нанокристаллические и нанокомпозитные покрытия, структура, свойства / В.М. Береснев, А.Д. Погребняк, Н.А. Азаренков, В.И. Фареник, Г.В. Кирик // Физическая инженерия поверхности. – 2007. – Т. 5. – № 1-2. – С. 4–27.

19. J.-W. Yeh, Y.-L. Chen, S.-J. Lin, and S.-K. Chen, “High-entropy alloys – a new era of exploitation,”Materials Science Forum, vol. 560, pp. 1–9, 2007.

20. S.-Y. Lin, S.-Y. Chang, Y.-C. Huang, F.-S. Shieu, and J.-W. Yeh, “Mechanical performance and nanoindenting deformation of (AlCrTaTiZr)NCy multi-component coatings co-sputtered with bias” Surface and Coatings Technology, vol. 206, no. 24, pp. 5096–5102, 2012.

21. A. Li and X. Zhang, “Thermodynamic analysis of the simple microstructure of AlCrFeNiCu high-entropy alloy with multiprincipal elements,” Acta Metallurgica Sinica, vol. 22, no. 3, pp. 219–224, 2009.

22. T. Reeswinkel, D. G. Sangiovanni, V. Chirita, L. Hultman, J. M. Schneider Structure and mechanical properties of TiAlN–WN_x thin films // Surface and Coatings Technology vol. 205 (2011), p. 4821–4827.

23. H. Du, H. Zhao, J. Xiong, G. Xian Effect of interlayers on the structure and properties of TiAlN based coatings on WC-Co cemented carbide substrate // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials 37 (2013) 60–66.

24. Y.–Y. Chang, C.-J. Wu Mechanical properties and impact resistance of multilayered TiAlN/ZrN coatings // Surface and Coatings Technology vol. 231 (2013), p. 62-66.

25. G. Cheng, D. Han, C. Liang, X. Wu, R. Zheng Influence of residual stress on mechanical properties of TiAlN thin films // Surface and Coatings Technology vol. 228 (2013), p. s328-s330.

26. Y. Zhu, K. Fujita, N. Iwamoto, H. Nagasaka, T. Kataoka Influence of boron ion implantation on the wear resistance of TiAlN coatings // Surface and Coatings Technology vol. 158-159 (2002), p. 664-668.

27. Латушкина, С.Д. Многокомпонентные защитные покрытия, осаждаемые вакуумно-дуговым методом / С.Д. Латушкина, А.Г. Жижченко, В.М. Комаровская, И.М. Романов // Вести НАН Беларуси. – 2016. – №1. – С. 56- 61.

28. Гордиенко, А.И. Применение высокоэнергетических вакуумных технологий для упрочнения деталей машиностроения / А.И. Гордиенко // Механика машин, механизмов и материалов, 2012. – № 3 (20) - № 4 (21). – С. 121-125.

29. Астапчик, С.А. Лазерные технологии в машиностроении и металлообработке / С.А. Астапчик, В.С. Голубев, А.Г. Маслаков. – Минск: Беларуская навука, 2008. – 251 с.

30. Komarov, F.F. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings / F.F. Komarov, V.M. Konstantinov, A.V. Kovalchuk, S.V. Konstantinov, H.A. Tkachenko // Wear. – 2016. – Vol. 352-353. – P. 92–101.

31. Ковальчук, А. В. Методический подход к созданию топокомпозита триботехнического назначения «сталь – PVD покрытие» / А. В. Ковальчук, Г. А. Ткаченко // Современные методы и технологии создания и обработки материалов : сборник научных трудов : в 3 кн. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2014. – Книга 1. – С. 164–174.

32. Дробышевская, А.А. Нанокомпозитные покрытия на основе нитридов переходных металлов / А.А. Дробышевская, Г.А. Сердюк, Е.В. Фурсова, В.М. Береснев // Физическая инженерия поверхности. – 2008. – Т. 6. – № 1-2. – С. 81–88.

33. Костюк, Г.И. Перспективы и реальность применения комбинированных технологий упрочнения и нанесения покрытий для упрочнения деталей машиностроения и в инструментальном производстве (I. Физические и технические аспекты) / Г.И. Костюк // Физическая инженерия поверхности. – 2003. – Т. 1. – № 3-4. – С. 258–293.

34. Костюк, Г.И. Перспективы и реальность применения комбинированных технологий упрочнения и нанесения покрытий для упрочнения деталей машиностроения и в инструментальном производстве (II. Теоретические и системные аспекты) / Г.И. Костюк // Физическая инженерия поверхности. – 2004. – Т. 2. – № 1-2. – С. 4–23.

35. Huang X., Etsion I., Shao T. Effects of elastic modulus mismatch between coating and substrate on the friction and wear properties of TiN and TiAlN coating systems // Wear, 2015. – Vol. 338-339. – P. 54-61.

36. Mechanical properties and machining performance of $Ti_{1-x}Al_xN$-coated cutting tools plating / A. Horling [et al.] // Surf. And Coat. Technol. – 2005. – Vol. 191. – P. 384–392.

37. Методы упрочнения поверхностей деталей машин под ред. Г.В. Москвитина – М.: КРАСАНД, 2008. – 400 с.

38. Табаков В.П. Формирование износостойких ионно-плазменных покрытий режущего инструмента. – М.: Машиностроение, 2008. – 311 с.

39. Лучанинов, А.А. Покрытия системы Ti-Al-N, нанесенные PVD методами / А.А. Лучанинов, В.Е. Стрельницкий // Физическая инженерия поверхности. – 2012. – Т. 10. – № 1. – С. 4–21.

40. Воронин Н.А. Особенности и прикладной аспект механики контактного взаимодействия жесткого сферического штампа с упруго-пластичным слоистым полупространством // Межвуз. сб. науч. тр. Механика и физика процессов на поверхности и в контакте твердых тел и деталей машин. Тверь: ТГТУ, 2006. – С. 32–55.

41. Воронин Н.А. Топокомпозиты – новый класс конструкционных материалов триботехнического назначения. Ч.1 // Трение и износ, 1999. – Т. 20. – № 3. – С. 533-544.

42. Воронин, Н.А. Вакуумные ионно-плазменные технологии упрочнения деталей машин триботехнического назначения / Н.А. Воронин, А.П. Семенов / в кн. Методы и средства упрочнения поверхностей деталей машин. / под ред. А.П. Гусенкова, М.: Наука, 1992. – С. 174–402.

43. Комаров, Ф.Ф. Исследование трибологических свойств модифицированных покрытий на основе TiN на упрочненных стальных подложках / Ф.Ф. Комаров, В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, С.В. Константинов, В.В. Пилько // Трибология и надежность : сборник труд. XIV Междунар. науч.-техн. конф., 17-19 сентября 2014 г. / редкол. : гл. ред. К. Н. Войнов. – Санкт-Петербург: Нестор-история, 2014. – С. 263–275.

44. Константинов, В.М. Свойства двухслойных износостойких покрытий «термодиффузионный слой – TiAlN» на сталях / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, В.Г. Дашкевич // Журнал физики и инженерии поверхности, 2016. – Т. 1 – № 2. – С. 213-224.

45. Константинов, В.М. Повышение эффективности PVD/CVD покрытий путем согласования свойств на границе «покрытие-подложка» / В.М. Константинов, А.В. Ковальчук, А.И. Шостыр // Материалы для работы в экстремальных условиях – 7: материалы междунар. науч. конф., 30 ноября – 2 декабря 2017 г. – Киев: Киевский политехнический институт им. И.И. Сикорского, 2017. – 152-155.

46. Ходасевич, В.В. Роль предварительного облучения и нагрева подложки в модификации переходного слоя и механических свойств покрытий TiN / В.В. Ходасевич, И.А. Солодухин // Материалы 3-й международной конференции «Взаимодействие излучений с твердым телом». (Минск, 6-8 октября) – Минск: БГУ, 1999. – С.109-111.

47. Ковальчук, А.В. Неаддитивность формирования трибомеханических свойств поверхности сталей с термодиффузионными слоями и покрытием TiAlN / А.В. Ковальчук // Металлургия : республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск: БНТУ, 2017. – Вып. 38. – С. 189-204.

48. Nanohardness and residual stress in TiN coatings / L.C. Hernandes [et. al.]. – Materials, 2011. – Vol. 4. – P. 929-940.

49. Komarov F.F. Formation and characterization of nanostructured composite coatings based on the TiN phase / F.F. Komarov, S.V. Konstantinov, A.D. Pogrebnjak, V.V. Pilko, C. Kozak, M. Opielak // Acta Physica Polonica A. – 2014. – Vol. 20. – P. 109-113.

50. Boron and Refractory Borides / Eds. V.I. Matkovich – New York: Springer Science & Business Media, 2012. – 656 p.

51. Konstantinov, V.M. Surface engineering of slider valves of fluid power motors made of tool steels by using boriding saturation mixture / V.M. Konstantinov, V.G. Dashkevich, A.V. Kovalchuk // Agricultural Engineering. – 2015. – Vol. 47. – P. 1–6.

52. Кухарева, Н.Г. Получение высокобористых диффузионных покрытий на углеродистых сталях / Н.Г. Кухарева, С.Н. Петрович, Г.В. Стасевич // Металлургия : респ. межвед. сб. научн. тр. – Минск: БНТУ, 2013 – Вып. 34, – Ч. 2. – С. 9–15.

53. Восстановление деталей машин: Справочник / Ф.И. Пантелеенко, В.П. Лялякин, В.П. Иванов, В.М. Константинов Под ред. В.П. Иванова. – М.: Машиностроение, 2013. – 672 с.

54. Davis, J.R. (Ed.) Surface Hardening of Steels: Understanding the Basics. – Ohio: ASM International, Materials Park, 2002. – 319 p.

55. Mittemeijer, E.J. Thermochemical surface engineering of steels: Improving Materials Performance: 2d ed. / E.J. Mittemeijer, M.A.J. Somers – Oxford: Elsevier, 2014. – 816 p.

56. Douglas, B.E. Structure and chemistry of crystalline solids / S.-M. Ho. – New York: Springer, 2006. – 346 p.

57. Oliver, W.C. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / W.C. Oliver; G.M. Pharr // Journal of materials research. – 1992. – V. 7. – № 6. – P. 1564-1583.

58. Способ получения износостойкого покрытия : пат. 20986 Респ. Беларусь, МПК C 23 C 14/35 / В.М. Константинов, Ф.Ф. Комаров, Г.А. Ткаченко, А.В. Ковальчук, В.В. Пилько, С.В. Константинов ; заявитель Белорусский национальный технический ун-т. – № a 20131487 ; заявл. 11.12.13 ; опубл. 30.04.17 // Афіцыйны бюл. / Нац. цэнтр інтэлектуал. уласнасці. – 2017. – № 2 (115). – С. 92.

59. Константинов, В. М. Адгезия покрытий Ti-N на модифицированной стальной подложке / В. М. Константинов, Г. А. Ткаченко, А. В. Ковальчук // Металлургия : республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск: БНТУ, 2014. – Вып. 35. – С. 272–282.

Глава 19 НОВЫЕ ПОДХОДЫ К ОЦЕНКЕ МЕХАНИЗМОВ ИЗНАШИВАНИЯ В РЕАЛЬНОМ ВРЕМЕНИ ПО ДАННЫМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

Растегаев И.А., Мерсон Д.Л.
Тольяттинский государственный университет,
г.Тольятти, Россия, RastIgAev@yandex.ru, D.Merson@tltsu.ru

Введение

Одним из важнейших эксплуатационных свойств новых разрабатываемых материалов является сопротивление износу. Для изучения механизма износа требуются методы, позволяющие проводить их распознавание и оценку в реальном времени, что, с одной стороны, обеспечивает большую достоверность результатов по сравнению с традиционным подходом, когда исследования контактирующих поверхностей проводят после периодических остановок процесса трибоиспытаний, а, с другой стороны, позволяет резко сократить время исследований. Многими авторами показано [1, 2 и др.], что к числу наиболее эффективных средств контроля трибоиспытаний относится метод акустической эмиссии (АЭ).

Явление АЭ известно человечеству давно (треск ненадежного льда/моста под ногой, треск сучьев под крадущимся хищником, шум кипения воды, рокот вулкана, землетрясение и т.д.), но как физическое явление начало изучаться и фиксироваться человечеством начиная с 1916 г., когда Г. Чохральский описал треск, возникающий при разрушении цинка и олова [3]. Первоначально явление АЭ трактовалось, как акустическое излучение, сопровождающее локальную и динамическую перестройку внутренней структуры материала. Однако сегодня, благодаря накопленному за более чем 100-летний период экспериментальному и теоретическому материалу, это явление формулируется более широко: *Акустическая Эмиссия* - явление излучения объектом контроля (испытаний) акустических волн под воздействием нагрузки или влияния других факторов [3, 4]. Под *источником АЭ* понимается некоторая область объекта, в которой происходит преобразование какого-либо вида энергии в акустическую. По нашему мнению любые источники (рисунок 1) по отношению к объекту, с которого фиксируется АЭ, условно можно разделить на: внутренние, поверхностные и внешние. Внутренние источники – это пластическая деформация, фазовые превращения, трещинообразование и др. явления, происходящие в объеме материала объекта, с которого регистрируется АЭ. Поверхностные источники – трение и износ, коррозия, воздействие лазером и др. явления, приводящие к повреждению поверхности объекта с которого регистрируется АЭ при прямом воздействии на него извне. Внешние источники АЭ – это источники (внутренние или внешние) действующие в стороннем объекте непосредственно с которого не регистрируется АЭ, но который акустически связан через жидкую или твердую среду с объектом с которого происходит запись АЭ (при трении это схемы записи АЭ работы подшипника через корпус механизма, зубчатой передачи через масло и корпус редуктора и т.д.) Источниками АЭ являются практически все известные физико-химические процессы, а АЭ волны распространяются на большие расстояния, поэтому существует принципиальная возможность решения чрезвычайно важной обратной задачи: путем расшифровки зарегистрированной АЭ-информации физически обоснованно судить о происходящих в материалах и изделиях всевозможных процессах. Эта заманчивая перспектива и объясняет большое многообразие и количество исследований АЭ в различных областях науки и техники. Однако явление АЭ и причины ее возникновения оказались более сложными, чем изначально представлялось. По-видимому, наиболее продуктивным периодом развития метода АЭ являются 70-е годы XX века. Именно тогда была осознана проблема сложности интерпретации АЭ данных, разработана высокочувствительная АЭ аппаратура, накоплен базовый экспериментальный материал, достаточный для решения исследовательских и технических задач. К этому же периоду относится и появление метода АЭ, как средства неразрушающего контроля (НК) и технической диагностики [1, 3].

Метод АЭ – метод оценки состояния изделия (объекта контроля), основанный на анализе зарегистрированных с помощью высокочувствительных преобразователей (датчиков) АЭ сигналов, отражающих параметры механических колебаний поверхности материала под действием источников АЭ (рисунок 1).

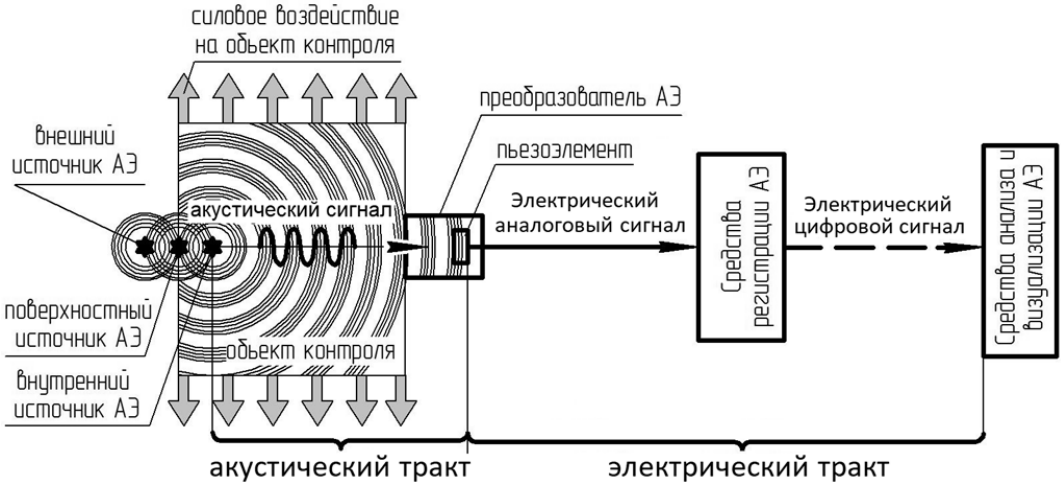


Рисунок 1 - Принципиальная схема реализации метода акустической эмиссии

В методе АЭ различают акустический и электрический сигнал [4, 5]. Под *акустическим сигналом* понимают генерируемое источником АЭ акустическое поле, параметры которого несут информацию об источнике и объекте испытаний. При взаимодействии с пьезоэлементом регистрирующего датчика акустический сигнал преобразуется в *аналоговый электрический*, который представляет собой электрическое напряжение или ток, свидетельствующие о наличии АЭ. После прохождения аналого-цифрового преобразователя аналоговый электрический сигнал становится *цифровым*. Путь, который проходит акустический сигнал от источника до преобразователя АЭ, называют *акустическим трактом* или *каналом*, а путь электрического сигнала от преобразователя АЭ и далее – *электрическим трактом / каналом* (рисунок 1).

В настоящее время метод АЭ применяется в двух направлениях: в качестве метода исследований экспериментальной физики (для изучения природы самого явления АЭ и изучения с его помощью кинетики механизмов деформации и разрушения материалов) и в качестве метода НК (для оценки повреждённости материалов/изделий/технических объектов, как до (после изготовления), так и во время их эксплуатации).

Метод АЭ обладает, как существенными преимуществами перед другими неразрушающими методами исследований и контроля, так и серьезными недостатками, сдерживающими его развитие и широкое внедрение. Преимущества и связанные с ним ограничения применения метода АЭ сведены в таблицу 1.

Таблица 1 - Основные преимущества и ограничения метода АЭ по применению

Преимущества применения метода АЭ	Ограничения применения метода АЭ
Высокая чувствительность метода	Значительное влияние мешающих факторов, особенно шумов. Требуются специальные алгоритмы фильтрации и распознавания (детектирования) сигналов АЭ в общем потоке данных
Возможность определения координат (локация) источника АЭ с большой точностью в одно- (линия), двух- (плоскость) и трех- (тело) мерном пространстве	Трансформация и искажение акустических сигналов при распространении: геометрия объекта контроля существенно влияет на погрешность локации АЭ источников
Возможность обнаруживать и следить за поведением только развивающихся дефектов, т.е. представляющих наибольшую опасность для объекта контроля. Позволяет подтвердить опасность дефекта, выявленного другими методами НК	Нечувствителен к неразвивающимся (статическим) дефектам даже критических (недопустимых) размеров. Нечувствителен к низкоэнергетичным процессам, развивающимся с малой скоростью
Метод АЭ *единственный метод НК,* позволяющий классифицировать источники по степени опасности для эксплуатации объекта контроля	Не позволяет оценить дефекты/источники по форме, размерам и ориентации в объекте контроля. При действии нескольких источников возникает проблема разделения сигналов друг от друга
Возможность дистанционного контроля большой площади объекта неподвижно расположенным преобразователем – без сканирования. Позволяет обеспечить безопасность проведения разрушающих испытаний объекта. Метод АЭ – является пассивным методом, т.е. не имеет источников излучения, никак не воздействует на объект контроля и, следовательно, не изменяет его свойства	Необходимость в обязательном порядке общего или локального нагружения объекта контроля малошумящим способом (давление, вес, температура). Требуется разработка дополнительных мер по безопасному проведению испытаний объекта, т.к. существует вероятность его разрушения при нагружении/испытании
Относительная простота использования метода, заключающаяся в установке датчиков, записи и оценке АЭ	Сложность интерпретации АЭ данных, установлении вида источников и оценки их класса опасности для объекта контроля
Возможность применения для контроля изделий, изготовленных из разнообразных материалов (как однородных, так и неоднородных). Положение и ориентация объекта контроля и дефектов не влияют на их обнаружение. Возможен контроль недоступных и труднодоступных объектов, когда применение других методов НК затруднено или невозможно	Активность, трансформация, рассеивание, поглощение и др. явления излучения, затухания и искажения сигналов АЭ в объекте и, следовательно, выявляемость дефектов существенно зависят от вида применяемых конструкционных материалов и способа их соединения

Преимущества применения метода АЭ	Ограничения применения метода АЭ
Метод является интегральным и обеспечивает контроль объекта с использованием одного или нескольких преобразователей в случае необходимости определения места нахождения (локации) источника	Усложнение и удорожание используемой аппаратуры, в основном, в области согласования и обеспечения непрерывности сбора и анализа АЭ данных по нескольким каналам регистрации
Метод позволяет сократить общий объём применения регламентируемых методов НК при техническом диагностировании объекта контроля до зон, назначенных по результатам АЭ контроля	При обнаружении методом АЭ на объекте контроля каждого дефекта в обязательном порядке требуется подтверждение этого факта с помощью других дополнительных методов НК
Метод позволяет проводить непрерывный контроль (мониторинг) исследуемых объектов в реальном масштабе времени с целью их остановки в случае появления и развития опасных дефектов	Сложность организации хранения и обработки большого массива поступающей информации и принятия решения только по АЭ данным без технологических данных и результатов применения других методов НК
Метод позволяет проводить контроль различных технологических процессов и может быть системой обратной связи для управления технологическим процессом	Узкая номенклатура техники, для которой документально установлена взаимосвязь между АЭ и протекающими процессами и явлениями в достаточном объёме для применения метода АЭ в качестве самостоятельного метода

Несмотря на то, что АЭ при трении человек всегда воспринимал, как чрезвычайно важную информацию о событиях, происходящих в окружающем мире (грохот схода лавины, скрип колеса телеги / петель двери и т.д. требующих смазки, визг чистой посуды и др.), начало применения метода АЭ для диагностики узлов трения также приходится на 70-е годы XX века [1].

При трении источниками АЭ являются: динамическое взаимодействие микровыступов контактирующих поверхностей; пластическая деформация; трещинообразование и отделение частиц износа; микрорезание; окисление (коррозия) поверхностей; колебания при движении трущихся тел; фазовые превращения; сварка, разрыв и вырывание микровыступов и т.д. Т.е. это те же элементарные явления и источники, которые встречаются и при других видах разрушения материалов, однако есть и важное отличие: при трении одновременно действует множество источников АЭ различной природы, сосредоточенных на небольшой контактной площади, а их набор определяется условиями взаимодействия тел. Всё это приводит к тому, что при трении АЭ представляет собой суперпозицию акустических колебаний от всех действующих источников и изменяется в широком частотном и амплитудном (энергетическом) диапазонах. По литературным оценкам [1, 2, 6, 7] при трении интенсивность потока сигналов АЭ может достигать величины порядка 10^5 импульсов в секунду в диапазоне частот до 3,0 МГц и амплитуд до 80 дБ. При этом сигналы частотой до 100 кГц могут быть акустическими шумами, связанными с работой машин и механизмов.

Наличие множества источников акустических сигналов, их случайный характер происхождения, волновые трансформации при распространении, сложность и недостаточная изученность самого процесса трения, малые размеры и сложность доступа для исследования трибоконтакта в системе «тело-смазочный материал-контр тело» в совокупности приводит к трудностям разделения регистрируемых сигналов АЭ на группы, связанные с доминирующими (главными) источниками АЭ и, соответственно, трудности решения обратной, наиболее важной для практики задачи:

установление по сигналам АЭ инициирующих их источники в реальном времени. Без решения указанных вопросов невозможно в полной мере использовать заложенный в методе АЭ потенциал для решения трибологических задач. Поэтому необходимы новые подходы к обработке акустических сигналов, регистрируемых при трибологических испытаниях. Прежде всего, рассмотрим существующее аппаратные и программные подходы к записи и анализу АЭ при трении и изнашивании.

1. Аппаратура исследований

Изначально АЭ аппаратура представляла собой лабораторные приборные комплексы, со следующим типичным составом: амплитудный детектор, амплитудный дискриминатор, анализатор амплитуд, анализатор спектра, счетчик импульсов, запоминающий осциллограф, устройства записи и печати [6]. Начиная с 90-х годов, АЭ аппаратура стала одномодульной, в которой вышеперечисленные аппаратные модули встраивались в персональный компьютер. Высокопроизводительная АЭ аппаратура последнего поколения осуществляет только первичную обработку (фильтрацию) и регистрацию АЭ, а обработка и анализ данных полностью перенесена с аппаратных моделей на программные средства. Поэтому, несмотря на обширную область применения метода АЭ, его аппаратное исполнение принципиально не отличается, а алгоритмы анализа АЭ настолько универсальны, что могут применяться без особых изменений в разных областях науки и техники. В связи с этим, в настоящее время основное развитие метода АЭ происходит по пути совершенствования цифровых алгоритмов анализа данных, а аппаратура может быть в принципе любая.

В настоящих исследованиях использовалась аппаратура последнего поколения, состоящая из (рисунок 2): переносного персонального компьютера (1) с универсальной платой (2) аналого-цифрового преобразования (АЦП). Плата (2) с (4) преобразователем АЭ (ПАЭ) соединяется через предварительный усилитель (3). В зависимости от задачи и требуемого диапазона регистрации АЭ в экспериментах в качестве АЦП использовались: плата La-N20-12PCI производства ЗАО «Центр АЦП Руднев-Шиляев» (Россия), плата PCI-2 - Physical Acoustic Corporation (США), плата X3-10M - Innovative Integration (США). АЭ с объекта исследований регистрировалась с помощью пьезопреобразователей: AE-900S-WB производства Fuji Ceramics Corporation (Япония) и MSAE-1300WB - Microsensors AE Ltd (Россия). Для усиления и фильтрации АЭ после преобразователя использовались широкополосные внешние усилители: MSAE-FA010 производства Microsensors AE Ltd (Россия) и 2/4/6 - Physical Acoustic Corporation (США). Основным требованием, предъявляемым к АЭ аппаратуре, было обеспечение возможности реализации нового подхода, заключающегося в широкополосной непрерывной и беспороговой записи АЭ. Чтобы понять преимущество и недостатки данного подхода рассмотрим существующие технические решения при регистрации АЭ.

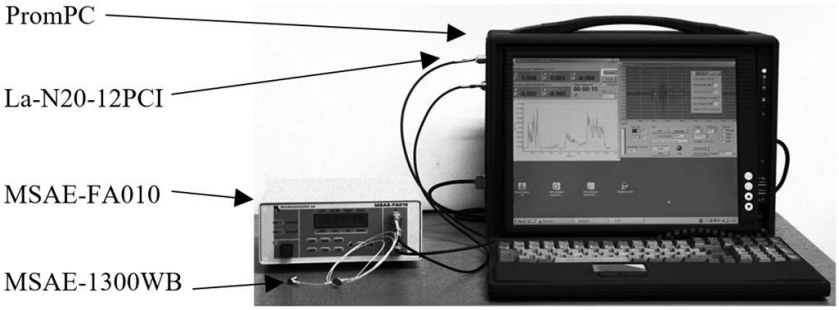


Рисунок 2 - Общий вид средств регистрации АЭ на базе промышленного компьютера

В настоящее время при регистрации и анализе АЭ применяется так называемая пороговая и беспороговая аппаратура. Пороговая аппаратура в своем составе имеет амплитудный дискриминатор, который регистрирует только те сигналы, амплитуда которых превышает некоторый заданный уровень/порог (рисунок 3). Такой подход сформировался изначально, исходя из существовавшего в то время уровня техники:

технических ограничений АЦП и ЭВМ по объему передаваемых и хранимых данных. Однако такой простой и наиболее распространенный пороговый подход в настоящее время, практически, достиг предела своего развития, что объясняется следующими причинами:

1) система порогового детектирования приводит к потере сигналов АЭ, амплитуда которых ниже уровня дискриминации, следовательно, значительная доля «полезной» АЭ информации остается за бортом анализа, и принципиально не позволяет обеспечить ранее обнаружение предвестников негативных процессов (разрушения);

2) критериальные значения большинства оценочных параметров АЭ зависят от уровня порога дискриминации;

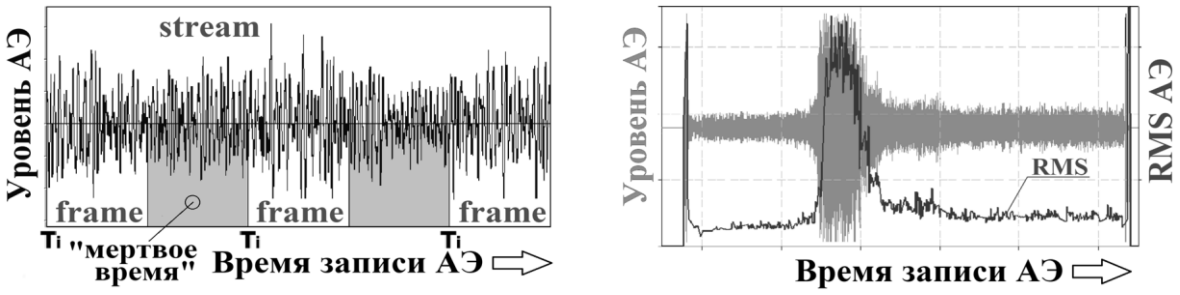
3) постоянное присутствие шума трения, сопоставимого с уровнем порога дискриминации, приводит к сбою в работе детектора и, соответственно, к ошибочным измерениям и оценкам АЭ;

4) «пороговые параметры» оценки АЭ существенно ограничены в применении алгоритмов распознавания источников АЭ различного происхождения (механизмов повреждения).

Беспороговый подход, заключается в непрерывной записи всех поступающих сигналов АЭ (рисунок 3), с высокой частотой дискретизации, благодаря чему по сравнению с пороговым способом, он подразумевает работу с гораздо большим объемом хранимой, передаваемой и анализируемой информации, но при этом, естественно, требует применение более прогрессивных алгоритмов обработки АЭ.

В настоящее время применяются три способа регистрации АЭ в беспороговом режиме (рисунок 4): непрерывная запись (stream), кадровая запись (frame) и запись при «вычислении на лету». Запись stream – полная запись волновой формы АЭ, требует большой объём дискового пространства и высокопроизводительных аппаратных средств. Кадровая запись волновой формы АЭ приводит к частичной потере первичной информации, так как изначально подразумевает наличие «мёртвого времени», которое задаётся либо таймером, как равные промежутки времени между кадрами – (T_i), либо возможностями работы АЭ аппаратуры (пока обрабатывается предыдущий кадр, новый не может быть записан). При «вычислении на лету» аппаратура АЭ обсчитывает и сохраняет только ограниченное число оценочных параметров, характеризующих АЭ, без сохранения её волновой формы.

Рисунок 3. Принципиальная схема, демонстрирующая недостатки и преимущества современных подходов к записи и обработки АЭ данных



а б

Рисунок 4 - Пример stream, frame записи АЭ (а) и (б) записи АЭ при «вычислении на лету» параметра RMS (среднеквадратичное значение сигнала АЭ)

Stream-запись АЭ стала возможной в последнее время благодаря высокому быстродействию современных ЭВМ, появлению возможности накапливать, хранить, передавать и обрабатывать большие массивы данных за короткое время. Однако переход на новый уровень требует и разработки новых подходов к фильтрации, сортировке и обработке большого количества АЭ данных, повышению помехоустойчивости метода, и, самое главное, к поиску связей между регистрируемыми акустическими сигналами и протекающими процессами, приводящими в конечном итоге к критическому состоянию объекта исследования. Целью настоящей главы является освещение ряда разработанных и апробированных в Тольяттинском государственном университете подходов, позволяющих решить вышеуказанные проблемы и уже готовых решений к применению в практике оценки разрушения контактирующих и смазочных материалов по данным АЭ при трибологических испытаниях.

2. Методы акустических исследований

Под акустическими исследованиями будем понимать оценку результатов использования различных сочетаний алгоритмов фильтрации, детектирования сигналов и распознавания источников АЭ, примененных к оцифрованным АЭ данным, с точки зрения достижения максимальной корреляции между результатами детектирования АЭ событий и наблюдаемыми трибологическими процессами и явлениями.

Любой непрерывный аналоговый сигнал $a(t)$, приходящий с ПАЭ в АЦП подвергается дискретизации по времени и квантованию по уровню. Такое преобразование называется – оцифровкой, итогом которой является сигнал в цифровой форме $a_i \in \{a_1, a_2, \ldots, a_n\}$, где a_i – амплитудное значение сигнала, i – отсчет или дискретное время, n – длина выборки. Очевидно, что при оцифровке АЭ сигнала могут возникнуть ошибки: дискретизации по времени или квантования по уровню.

Первая ошибка устраняется правильным выбором частоты дискретизации АЦП (f_d). В соответствии с теоремой отсчетов Котельникова (за рубежом Найквиста-Шеннона) [8], корректной оцифровке поддаются сигналы, если $f_d > 2 \cdot f_{max}$, где f_{max} – наивысшая частота в спектре исходного сигнала $a(t)$ или частота среза фильтра низких частот. В противном случае, могут возникнуть проблемы: подмена частот, маскировка частот и алиасинг.

Вторая ошибка устраняется правильным выбором разрядности АЦП (m) и рассчитывается в соответствии со следующим известным выражением:

$$m = E\left\{\log_2\left(\frac{D \cdot \sqrt{3}}{2 \cdot \rho \cdot \Delta A} + 1\right)\right\} \qquad (1)$$

где: ρ – доля погрешности датчика, приходящаяся на АЦП ($0 \le \rho \le 0{,}5$); ΔA – погрешность (точность) АЦП (обычно ΔA = 1 дБ); D – динамический диапазон изменения амплитуды АЭ в дБ; операция $E\{\ldots\}$ – округление результата до ближайшего целого стандартного значения разряда АЦП в большую сторону. Ошибка выбора m приводит к низкому разрешению по уровню сигнала, некорректному расчету амплитуды и нехватке динамический диапазона для регистрации АЭ («зашкалу»).

В настоящей работе АЭ анализировалась в диапазоне изменения частот Δf = 50÷1000 кГц, т.к. ниже 50 кГц АЭ в большей мере составляют механические шумы, а частоты выше 1 МГц затухают вблизи источника, не успевая достичь датчика АЭ. Частота дискретизации f_d при этом составляла: либо 5, либо 6,25 МГц. В экспериментах применялся АЦП с минимальной разрядностью m = 12 бит, что обеспечивало динамический диапазон около 66 дБ (при условии записи знакопеременного сигнала (–1 бит) с отношением сигнал/шум 6 дБ на каждый бит разрядности). Общий диапазон измерения амплитуды АЦП минимально составлял ±2047 ед., т.е. разрешение по амплитуде составляло 0,03 дБ/1ед.АЦП (≈ 1 мкВ/1ед.АЦП). Следовательно, выбранный частотный диапазон и точность

измерения волновой формы АЭ достаточны для получения результатов, приводимых в настоящей главе.

Для обеспечения положительного эффекта от беспороговой широкополосной stream-записи АЭ при ее дальнейшей обработке также не должны применяться исключающие потерю «полезных» данных алгоритмы фильтрации, детектирования и кластеризации данных. С целью проверки этого условия были исследованы несколько способов широкополосной обработки и анализа данных скользящим окном, которые позволяют выделить АЭ от доминирующих (главных) источников АЭ, связанных с процессами повреждения (разрушения) поверхностей трения, и снизить вклад или подавить АЭ от не исследуемых (второстепенных) процессов с минимальным искажением исходного сигнала. Здесь и далее под «не исследуемыми процессами» понимаются любые возникающие при трении и изнашивании эффекты и явления, не представляющие интерес в данных исследованиях (это может быть вибрация, трибоэлектрические явления, рабочий шум машины трения, помехи, шум трения присущий нормальному режиму изнашивания и др.). Рассмотрим более детально сущность использованных алгоритмов.

2.1. Алгоритмы фильтрации АЭ данных. Широкополосная фильтрация АЭ данных строилась на применении двух алгоритмов: спектрального вычитания шума (СВШ) [9] и быстрого преобразования Фурье (БПФ-фильтр) [10]. Для их применения АЭ сигнал и шум переводятся из амплитудно-временной в частотную форму представления и получают амплитудный ($S(f)$) и фазовые ($\omega(f)$) спектры через дискретное преобразование Фурье (Discrete Fourier Transform) [8]:

$$A_f = \sum_{i=0}^{n-1} a_i \cdot e^{-\frac{2\cdot\pi\cdot j}{n}\cdot f\cdot i} \qquad (2)$$

где: a_t – значение амплитуды сигнала в дискретной временной точке i ($i \in 0…n-1$, n – длина выборки или общее количество значений сигнала в рассматриваемом периоде записи АЭ); A_f – комплексная амплитуда составляющих исходного сигнала соответствующей частоты f ($f \in 0…n-1$); j – мнимая единица. Откуда получаем: $S(f) = \{|A_i|/n\}$, $\omega(f)= \{arg(A_i)\}$.

Далее принимается, что шум аддитивен и квазистационарен и что амплитудная составляющая сигнала $S_y(f)$ и шума $S_n(f)$ несет основную информацию по сравнению с фазовыми, соответственно $\omega_y(f)$ и $\omega_n(f)$, поэтому спектральное вычитание проводится по следующему правилу [9, 11]:

$$S_x(f) = \left[\left|S_y(f)\right|^{\beta} - \alpha \cdot \left|S_n(f)\right|^{\beta} \right]^{\frac{1}{\beta}} \qquad (3)$$

где: α – масштабный фактор, взвешивающий оценку шума или коэффициент подавления; β – фактор, который настраивается с целью получения оптимальной компенсации шума. Чтобы при использовании (3) не получить отрицательные значения $S_x(f)$, используется дополнительное правило:

$$S_x(f) = \max\left\{S_y(f) - \alpha \cdot S_n(f), \lambda\right\} \qquad (4)$$

где λ – базовый уровень. В нашей реализации принимался $\lambda = 0$.

Учитывая, что коэффициенты $S_y(f)$ и $S_n(f)$ статистически случайны, то применение алгоритма СВШ приводит к неравномерному подавлению шума на различных частотах. В результате, итоговый спектр $S_x(f)$ содержит кратковременные и ограниченные по частоте всплески амплитуды. Для подавления этого артефакта используется следующая процедура сглаживания спектра [9]:

$$\overline{S}_x(f) = \overline{S}_x(f-1) + h\cdot(S_x(f) - \overline{S}_x(f-1)) \qquad (5)$$

где: $\overline{S}_x(f)$ и $\overline{S}_x(f-1)$ – соответственно текущее (f) и предшествующее ($f-1$) значение сглаженной функции $S_x(f)$.

Фазовая составляющая исходного сигнала $\omega_y(f)$ при этом не подвергается изменениям и добавляется к $\overline{S}_x(f)$ для получения комплексной амплитуды составляющих отфильтрованного сигнала:

$$\hat{A}_f = \overline{S}_x(f) \cdot \exp\, j\omega_y(f), \tag{6}$$

которую путем обратного преобразования Фурье переводим из частотной формы в амплитудно-временную и получаем запись АЭ по времени с подавленным шумом:

$$\hat{a}_i = \frac{1}{n}\sum_{f=0}^{n-1} \hat{A}_f \cdot e^{\frac{2\cdot\pi\cdot j}{n}\cdot f\cdot i} \tag{7}$$

БПФ-фильтр (или оконный фильтр) выполняется аналогично СВШ по (2)÷(7) и отличается тем, что вместо спектра шума в процедуре фильтрации используется некоторая заданная функция *K(f)*, представляющая собой набор коэффициентов передачи фильтра для каждой *f* (или коэффициенты корректировки спектра), а процедура шумопонижения выполняется не по (3), а по следующему правилу:

$$S_x(f) = S_y(f) \cdot K(f) \tag{8}$$

Если *K(f)* = 1, то значение $S_y(f)$ не изменяется, если *K(f)* < 1 то $S_y(f)$ кратно ослабляется, если *K(f)* > 1 то усиливается. При этом следует соблюдать следующее правило. При БПФ-фильтрации с известным или заданным динамическим диапазоном *D* необходимо выбирать такую функцию *K(f)*, чтобы уровень ее боковых лепестков спектра был меньше заданного динамического диапазона. В противном случае некоторые спектральные составляющие исходного сигнала *a(t)* могут быть не обнаружены.

2.2. Алгоритмы детектирования и кластеризации АЭ данных. Обнаружение и распознавание сигналов в непрерывном потоке данных относится к разделу науки об автоматическом принятии решений и является объектом исследования теории детектирования [12]. Амплитудный порог дискриминации (рисунок 3) при всех его недостатках является простейшим способом обнаружения сигналов АЭ, при котором длительность сигнала определяется как время между точками пересечение амплитуды сигнала заданного порога на стадиях возрастания и снижения. Поэтому при переходе на беспороговый режим регистрации (рисунок 3) основной трудностью является проблема обнаружения сигналов АЭ на фоне непрерывного общего шума. Данная задача осложняется еще и тем, что при трение и изнашивании число элементарных событий, приводящих к возникновению упругих волн, велико, а энергия, высвобождаемая при каждом событии мала, из-за чего преимущественно регистрируется сигналы без явно выраженной формы (шумоподобный сигнал). Такую АЭ принято называть акустической эмиссией непрерывного вида [4, 5]. В настоящее время предложено много алгоритмов обнаружения сигналов и событий во временном ряду, основанных преимущественно на оценке изменений нестационарности потока данных. В данной работе подобную оценку АЭ проводили параллельно по интегральным и локальным изменениям АЭ.

Для оценки интегральных изменений АЭ использовали два параметра: огибающая АЭ (*Y(t)*) и среднеквадратичное отклонение сигнала (*RMS(t)*):

$$Y(t) = \frac{1}{T}\sum_{0}^{T} |a_i| \tag{9}$$

$$RMS(t) = \sqrt{\frac{1}{T}\sum_{0}^{T} a_i^2} \tag{10}$$

где: *T* – время осреднения; a_i - значение амплитуды исходного сигнала *a(t)* или после шумоподавления *â(t)* в дискретной временной точке *i*. В экспериментах *T* составляло 0,1 с и было подобрано эмпирически для сглаживания электрических

помех и отдельных импульсных сигналов АЭ, что позволяет оценивать общее изменение тренда АЭ.

Оценка локальных изменений АЭ и процесс детектирования сигналов в нашем подходе возложен на алгоритмы классификации и кластеризации АЭ событий и проводился следующим образом.

2.2.1 Stream-запись АЭ после шумоподавления $\hat{a}(t)$ делится на кадры длиной L (применяли L = 8192 отсчета). Таким образом, получаем по времени записи массив кадров АЭ $\hat{a}(t) = \{\hat{a}_q(t)\}$, ($q \in 0…+\infty$).

2.2.2 Для каждого кадра $\hat{a}_q(t)$ вычислялась спектральная плотность мощности ($G_q(f)$) методом модифицированных периодограмм (метод Уэлча) [13], при котором каждый кадр $\hat{a}_q(t)$ еще раз разбивается на сегменты $\hat{a}_{qp}(t)$ длиной l отсчетов ($l<L$), которые сдвинуты друг от друга на Δl отсчетов. Получаем $\hat{a}_{qp}(t) = \hat{a}[t+p\cdot\Delta l]$, где: p – количество сегментов. Далее каждый сегмент $\hat{a}_{qp}(t)$ взвешивается оконной функцией $W(t)$, выполняется определение комплексной амплитуды составляющих отфильтрованного сигнала через преобразование Фурье $A_{qp}(f)$, расчет периодограммы $I_{qp}(f_f)$ и вычисление сглаженной оценки спектральной плотности мощности $G_q(f)$:

$$A_{qp}(f) = \frac{1}{l}\sum_{t=0}^{l-1}\hat{a}_{qp}(t)\cdot W(t)\cdot e^{-\frac{2\cdot\pi\cdot j}{l}\cdot f\cdot t} \tag{11}$$

$$I_{qp}(f_f) = \frac{l}{U}\cdot\left|A_{qp}(f)\right|^2 \tag{12}$$

$$G_q(f) = \frac{l}{p}\cdot\sum_{p=0}^{p-1} I_{qp}(f_f) \tag{13}$$

где: $f_f = t/l$ – частоты преобразования, U – энергия окна:

$$U = \sum_{t=0}^{l-1} W(t)^2 \tag{14}$$

В качестве $W(t)$ использовалось окно (весовой функции) Хэмминга:

$$W(t) = 0{,}53836 - 0{,}46164\cdot\cos\left(\frac{2\cdot\pi\cdot t}{l-1}\right) \tag{15}$$

Данный метод был выбран в виду того, что при его использовании дисперсия $G_q(f)$ примерно обратно пропорциональна числу скользящих окон (сегментов), использующихся при расчете $G_q(f)$. Таким образом увеличивая количество сегментов, уменьшается дисперсия $G_q(f)$. Конечно, использование данного метода ухудшает разрешение $G_q(f)$ по частоте, но позволяет ослабить эффекты «растекания спектра», из-за боковых лепестков, и уменьшить смещение оценок.

При получении экспериментальных данных, приводимых в настоящей главе, для расчета $G_q(f)$ использовали l = 1024 отсчета, величина смещения скользящего окна Δl = 0,5·l = 512 отсчетов. Таким образом, частотное разрешение спектральной плотности мощности составляло $R_f = f_d/2\cdot l$ = 2,4 и 0,8 кГц соответственно при f_d = 5 или 6,25 МГц, а интервал осреднения спектров плотности мощности соответственно 1,63 мс или 1,31 мс, количество кадров осреднения $L-l/\Delta l+1$ = 14.

2.2.3. Параллельно выполнению п. 2.2.2 для каждого кадра $\hat{a}_q(t)$ вычисляются следующие информативные параметры АЭ:

во временной области:

- пиковая амплитуда сигнала: $\hat{a}_{q\,peak} = max\,|\,\hat{a}_q(t)\,|,\ t = 0…l-1;$ (16)
- средняя амплитуда сигнала: $\hat{a}_{q\,mean} = \Sigma\,\hat{a}_q(t)\,/\,l;$ (17)
- среднеквадратичное значение сигнала: $\hat{a}_{q\,rms} = [\Sigma\,\hat{a}_q(t)^2\,/\,l\,]^{0,5};$ (18)
- энергия сигнала: $E_q = \Sigma\,\hat{a}_q(t)^2;$ (19)
- дисперсия сигнала: $\sigma_{q\hat{a}} = [\Sigma(\hat{a}_q(t) - \hat{a}_{q\,mean})^2/(l-1)]^{0,5};$ (20)
- эксцесс (kurtosis) сигнала: $\gamma_{q\hat{a}} = \{\Sigma[(\hat{a}_q(t) - \hat{a}_{q\,mean})/\,\sigma_{\hat{a}}]^4\} - 3;$ (21)

- асимметрия (skewness) сигнала: $s_{q\hat{a}} = \Sigma[(\hat{a}_q(t) - \hat{a}_{q\,mean})/\,\sigma_{\hat{a}}]^3$. (22)

в спектральной области:

- положение максимума спектра: $f_{q\,peak}$ *при* $G_{q\,peak} = max\ G_q(f)$; (23)
- медианная частота: $f_{q\,med}$ *при* $G_{qm} = (\Sigma G_q(f))/2$; (24)
- мощность сигнала: $W_q = \Sigma\ G_q(f)$; (25)
- эффективная ширина спектра: $W_{q\,eff} = W_q\ /\ G_{q\,peak}$; (26)
- среднее значение спектра: $G_{q\,mean} = \Sigma G_q(f)\ /\ f_{max}$; (27)
- среднеквадратичное значение спектра: $G_{q\,rms} = [\Sigma G_q(f)^2\ /\ f_{max}]^{0,5}$; (28)
- энтропия: $H_q = -\Sigma[\,f \cdot G_q(f) \cdot log_2(f \cdot Gq(f))]$; (29)
- дисперсия спектра: $\sigma_{qG} = [\Sigma(G_q(f) - G_{q\,mean})^2/(f\text{-}1)]^{0,5}$; (30)
- эксцесс (kurtosis) спектра: $\gamma_{qG} = \{\Sigma[(G_q(f) - G_{q\,mean})/\,\sigma_G]^4\} - 3$; (31)
- асимметрия (skewness) спектра: $s_{qG} = \Sigma[G_q(f) - G_{q\,mean})/\,\sigma_G]^3$. (32)

По окончании выполнения п. 2.2.3 по каждому кадру $\hat{a}_{qp}(t)$ получаем следующие выходные данные для всей stream-записи АЭ $\hat{a}(t)$: (i) массив кривых спектральной плотности мощности сигнала (СПМ) $\{G_1(f),\ G_2(f) \ldots\ G_q(f)\}$; (ii) массив изменения информативных параметров АЭ по времени $\{\hat{a}_{q\,peak}(t),\ \hat{a}_{q\,mean}(t) \ldots\ \gamma_{qG}(t),\ s_{qG}(t)\}$, с шагом оценки информативного параметра, равным L (длине кадра).

2.2.4. Завершающим этапом обработки является детектирование (обнаружение) событий в записи АЭ. Под термином «событие» будем понимать группу сигналов АЭ, обладающих подобными (схожими) классификационными признаками или удовлетворяющих условиям кластеризации и характеризующую конкретный доминирующим механизм изнашивания поверхностей трения (микрорезание, адгезионное схватывание, пластическая деформация и т.д.). Таким образом, сама процедура детектирование событий заключается в разбиении полученного массива данных на группы по схожести интегральных и локальных оценочных параметров АЭ. С трибологической точки зрения, данный подход основан на предположении, что схожие при трении процессы и явления, в конечном счёте, приводят к разрушению контактных поверхностей по доминирующим механизмам изнашивания, обладающих рядом общих физических закономерностей: периодичность (возникают каждый раз при возникновении схожих условий); малый типаж (ограниченное число видов разрушения); явное выделение на фоне общего акустического шума при переходе на новый масштабный уровень разрушения. Поэтому все изменения АЭ должны происходить вокруг некоторого ограниченного количества событий, доминирующих на каком-то определенном участке времени или чередующихся с периодичностью, аналогичной периодичности изменения условий трения и изнашивания. Для проверки данного предположения в исследованиях применялись три принципиально разных подхода к детектированию событий АЭ. В первом и втором подходе используется оценка изменения частоты и мощности (интенсивности) АЭ во временной и спектральной области (как определяющие физическую природу источника АЭ), а третий по изменению многопараметрического образа источника АЭ (который теоретически у каждого источника должен быть уникален).

2.2.4.1. Первый подход предложен в работе [14]. Обнаружение событий проводится по положению характеристического вектора $r(\alpha, \beta)$ в координатах скорости изменения интенсивности АЭ (α) и скорости изменения ее дисперсии (β). При нашей реализации в качестве меры интенсивности АЭ использовался интегральный параметр RMS, формула (10), поэтому формулы определения параметров классификации α и β по сравнению с [14] отличаются и имеют следующий вид:

$$\alpha = \frac{1}{T \cdot Z} \sum_{0}^{ZT} \ln\left|RMS_Z(m+1) - RMS_Z(m)\right| \tag{33}$$

$$\beta = \frac{1}{T \cdot Z} \sum_{0}^{ZT} \left[RMS_Z(m+1) - RMS_Z(m)\right]^2 \tag{34}$$

где: T – время осреднения; Z – время наблюдения для расчёта одной пары α и β (принимали $Z = 5 \cdot T$); m – порядковый номер фрейма (1…Z/T).

Границы разделения событий при реализации способа формировались аналогично [14], но имели следующие значения: $-22 < \alpha \le -16$ и $10^{-19} < \beta < 10^{-14}$ – событие I; $-20 < \alpha \le -12$ и $10^{-14} < \beta < 10^{-11}$ – событие II; $-18 < \alpha \le -6$ и $10^{-11} < \beta < 10^{-6}$ – событие III.

2.2.4.2. Второй подход предложен в работе [15]. Обнаружение событий основано на сравнении степени схожести кривых спектральной плотности мощности $G_q(f)$. Чтобы результаты статистического сравнения не зависели от мощности сигнала, площадь под кривой СПМ $G_q(f)$ нормировали на полную мощность W_q (формула (25)) и, получали, тем самым, нормированные функции мощности спектральной плотности $\tilde{G}_q(f) = G_q(f) / W_q$, интегралы от которых по всему частотному диапазону равны единице ($\sum \tilde{G}_q(f)=1$, $f=f_{min}\ldots f_{max}$).

В качестве метрики сравнения $\tilde{G}_q(f)$ используется применяющийся в математической статистике коэффициент достоверности аппроксимации (R^2). Величина R^2 для любой пары кривых $\tilde{G}_q(f)$ определялась как:

$$R^2 = 1 - \frac{\overline{S}_r^2}{\overline{S}_G^2} \tag{35}$$

$$\overline{S}_r^2 = \frac{\sum_1^{f\max} (\tilde{G}_0(f) - \tilde{G}_q(f))^2}{f_{\max} - 2} \tag{36}$$

$$\overline{S}_G^2 = \frac{\sum_1^{f\max} \tilde{G}(f)^2 - \frac{1}{f_{\max}} \left(\sum_1^{f\max} \tilde{G}(f) \right)^2}{f_{\max} - 1} \tag{37}$$

где: $\overline{S}_r^2$ и $\overline{S}_G^2$ – соответственно остаточная и общая дисперсии сравниваемой функции $\tilde{G}_q(f)$; $\tilde{G}_0(f)$ – функция, выбранная за эталонную при сравнении; $\tilde{G}_0(f)$ и $\tilde{G}_q(f)$ – значение сравниваемых функций при f-аргументе; f_{max} – верхняя частота анализируемого диапазона.

Выражение (37) рассчитывается при $\tilde{G}(f)= \tilde{G}_0(f)$ и $\tilde{G}(f)= \tilde{G}_q(f)$, поэтому для каждой пары сравнения получаем два значения величины R^2, характеризующих достоверность прямой и обратной аппроксимации. Чем меньше $\overline{S}_r^2$ вдоль линии линейной регрессии по отношению к $\overline{S}_G^2$, тем лучше совпадение СПМ. Из (35) видно, что идеальное совпадение $\tilde{G}_0(f)$ и $\tilde{G}_q(f)$ (R^2=1) если $\overline{S}_r^2 / \overline{S}_G^2 = 0$ и нет корреляционной связи между ними (R^2=0) при $\overline{S}_r^2 / \overline{S}_G^2 = 1$. В качестве эталона поочередно берется один из СПМ ($\tilde{G}_0(f)$), с которым последовательно сравниваются все остальные ($\tilde{G}_q(f)$). Если $R^2 < [R^2]$, где $[R^2]$ – заданный коэффициент подобия событий, то СПМ признаются подобными, если $R^2 > [R^2]$, то формируется новое событие (кластер). Эта процедура повторяется многократно и прекращается, как только количество выявленных кластеров становится неизменным и удовлетворяющим условию подобия. При этом в настоящее время нет аргументированных методов подбора [R^2]. В данной работе были выполнены пробные тесты в которых задавались величины $[R^2]$ = 0,3; 0,6; 0,8 и 0,95. В результате логическая связь между проявлением АЭ и доминирующими механизмами изнашивания наблюдалась только при уровне $[R^2] \ge 0{,}8$, поэтому в исследованиях задавали $[R^2] = 0{,}85$.

2.2.4.3. Третий подход представляет собой метод кластеризации k-средних [16], который заключается в минимизации суммарного квадратичного отклонения точек кластеров от центров этих кластеров, т.е.:

$$V = \sum_{j=1}^{k} \sum_{x_i \in S_j} \left\| x_i - c_j \right\|^2 \tag{38}$$

где: k – число заданных кластеров; S_j – полученные кластеры, j = 1,2,3…k; c_j – центр масс векторов $x_i \in S_j$; x_i – точка данных в выбранном пространстве признаков, i = 1,2,3…∞; $||x_i-c_j||^2$ – выбранная мера измерения расстояния в пространстве признаков между точкой данных $x_i \in S_j$ и соответствующим центроидом c_j. В качестве меры измерения использовалась расстояние Махаланобиса [17], которое определяет дистанцию между заданной точкой и центром масс кластера, делённое на ширину эллипсоида кластера в направлении заданной точки (то есть, приводящая к нулевому среднему и единичной дисперсии). Расстояние Махаланобиса для массива данных любой размерности задаётся как:

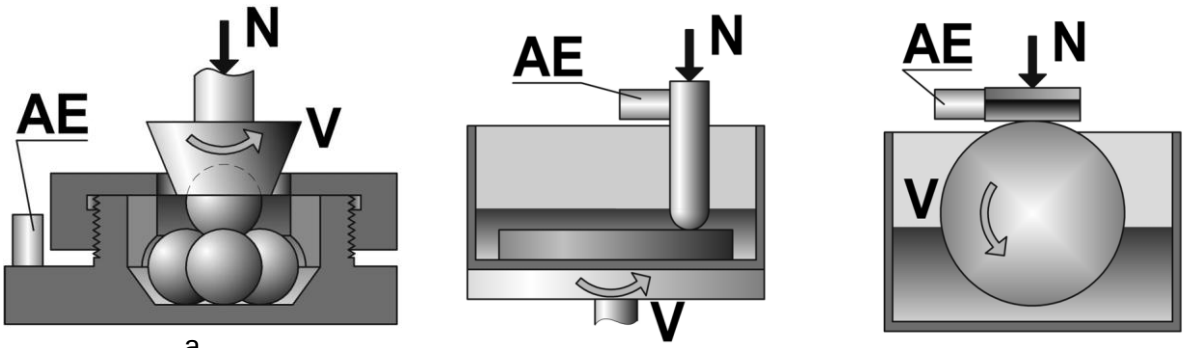
$$d(A,B) = \sum_{1}^{t}\left(\frac{a_t - b_t}{\sigma_t}\right)^2 \qquad (39)$$

где: (a_1, a_2, … a_t) и (b_1, b_2, … b_t) – наборы параметров кластеризации, соответствующие, соответственно, событиям A и B, а (σ_1, σ_2, … σ_t) – стандартные дисперсии, рассчитанные по всему набору данных.

Поскольку АЭ представляет собой сложное явление, являющееся следствием (суперпозицией) наложения волн от всех действующих источников, проявляется всегда как случайный процесс, поэтому сравнение одного или двух информативных параметров АЭ, ведет к получению ограниченной информации, не позволяющей адекватно описать или идентифицировать событие. В рамках нашей реализации вводилось следующее допущение: максимально надежное сравнение сигналов возможно обеспечить только в многомерном пространстве информативных признаков АЭ, число которых, чтобы описать все особенности АЭ, должно быть достаточно большим. В наших экспериментах сравнение проводилось в 12–мерном пространстве следующих информативных параметров (см. формулы (16)÷(32)): $\hat{a}_{q\ rms}$; E_q; $\sigma_{q\hat{a}}$; $\gamma_{q\hat{a}}$; $s_{q\hat{a}}$; $f_{q\ med}$; W_q; $G_{q\ rms}$; H_q; σ_{qG}; γ_{qG}; s_{qG}.

3. Методы и материалы трибологических испытаний

Предлагаемые подходы к анализу АЭ данных использовались при исследовании разрушения нескольких контактных материалов при заданных условиях смазывания в стандартных узлах трения (рисунок 5): (1) четырехшариковый (ЧШМ) [18-20], (2) стержень-диск [21] и (3) цилиндр-кольцо, аналогичный [22]. Методики испытания стандартизированы, ссылки на них приведены выше, поэтому в рамках сокращения объема материала их описание не приводится.



a b c

Рисунок 5 - Принципиальные схемы трибологических испытаний: (a) четырехшариковая [18-20], (b) стержень-диск [21], (c) цилиндр-кольцо [22], N – Load, V – направление вращения, AE – место установки и положение преобразователя АЭ.

В исследованиях использовались контактные материалы: шарики диаметром 12,7 мм из стали ШХ-15 (метод [18-20]); шарики диаметром 6,0 мм из стали ШХ-15 и пластины 30×40×5 мм из сталей 20 и 45 (метод [21]); цилиндры ø 8 мм из стали

40CrNiMo22 и алюминиевого сплава типа АМг3, ролик ø 50 мм, ширина 5 мм из износостойкого чугуна Gh190 (метод [22]).

Условия смазывания контактных тел: сухое трение, вода и пластичные и жидкие смазочные материалы. Маркировка смазок и их характеристики приведены в таблице 2.

Таблица 2

Обозначение	Тип смазки	Базовое масло	Загуститель	Твердая присадк	υ, сСт (+40°С)	П, 10^{-1}мм (+25°С)	Трибологические характеристики [18-20] (+25°С)		
							Из, Н	Рк, Н	Рс, Н
L1	П	М	Li	+	150	270	770	1200	6300
L2	П	С		–	25	320	360	840	2370
L3	П	М		–	65	230	280	630	1600
L4	П	М		–	115	235	300	710	2240
L5	П	М		–	50	320	310	800	1780
L6	Ж	М	–	–	90	–	970	1190	1880
где: П – пластичная (консистентная) смазка, Ж – жидкая смазка, М – минеральное масло, С – синтетическое, Li – литиевое мыло, υ – вязкость базового масло, П – число пенетрации, Из – индекс задира, Рк – критическая нагрузка, Рс – нагрузка сваривания									

4. Результаты акустических исследований и их обсуждение

Из описаний алгоритмов фильтрации в п. 2.1 видно, что результат достигается функциями $S_n(f)$ и $K(f)$, с помощью которых можно подавить любой квазистационарный шум или помеху. Применительно к проблемам оценки трения и изнашивания мешающими факторами являются: 1) шум экспериментальной установки; 2) шум нормального трения (контактирования микронеровностей); 3) постоянная помеха или шум связанные с периодичностью работы механизмов; 4) амплитудно-частотная характеристика (собственные резонансы) преобразователя АЭ и 5) не исследуемые высокоэнергетические процессы. Поэтому нами были разработаны фильтры [23], позволяющие повысить соотношение сигнал-шум при описанных выше ситуациях. Описание фильтров приведено в таблице 3.

Целью применения фильтра Ф1 являлась оценка влияния на результат детектирования АЭ событий всех механических и электрических помех, возникающих при работающей машине трения с включенным двигателем, но не связанных с процессами трения и изнашивания исследуемых образцов. Фильтра Ф2 – оценка влияния на результат детектирования АЭ снижения общего фона трения за счет подавления энергии от не исследуемых процессов. Фильтра Ф3 – оценка влияние на результат детектирования циклического (периодического) шума, постоянно возникающего и присутствующего при трибологическом испытании из-за неравномерного повреждения образцов вдоль дорожки трения.

Таблица 3

№ п/п	Тип фильтра	Описание функции шумоподавления	Этап трибоиспытания для получения функций $S_n(f)$ и $K(f)$
Ф1	СВШ	$S_n(f)$ – средний спектр АЭ шума работы машины трения на холостом ходу (без процессов трения и изнашивания)	АЭ записывается до проведения рабочего испытания, при этом активируются все механизмы и электрические схемы, участвующие при испытании, но без контакта поверхностей исследуемого узла трения
Ф2	СВШ	$S_n(f)$ – средний спектр АЭ шума трения исследуемых образцов, но на минимальной нагрузке, при которой не происходит их существенное повреждение	АЭ записывается при условиях испытаний, на которых активация исследуемых процессов невозможна или, когда уровнем энергии при их действии можно пренебречь. Способ получения данного шума требует проведения специального эксперимента в условиях схожих с будущим испытанием
Ф3	СВШ	$S_n(f)$ – средний спектр АЭ-постоянной трибологического испытания. Представляет собой спектр пятых автокорреляционных функции всех кадров записи АЭ	АЭ записывается при типовом рабочем, либо специальном испытании оборудования, имитирующем все возможные эксплуатационные нагрузки или механизмы разрушения в исследуемом оборудовании. Энергия фильтра Ф3 перед применением нормируется до уровня фильтра Ф2
Ф4	СВШ	$S_n(f)$ – средняя амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) преобразователя АЭ и волновода	АЭ записывается при калибровке преобразователей. Допускается составлять $S_n(f)$ по паспортным АЧХ преобразователей. Энергия фильтра Ф4 перед применением нормируется до уровня фильтра Ф2
Ф5	БПФ	$K(f)$ – функция, позволяющая привести спектры кадров АЭ к среднему энергетическому уровню во всем диапазоне частот (до неравномерности не более ± 5÷10 дБ). Энергия несущего процесса приводится к равной взвешенной степени значимости в каждой выделенной полосе частот	АЭ записывается аналогично Ф-3 с той разницей, что далее из записи АЭ отбираются кадры АЭ, принадлежащие значимым событиям, которые исследователь считает важным внести в рассмотрение и по ним строится средний спектр. Затем средний спектр относительно задаваемого уровня чувствительности АЧХ (в основном это уровень 0,3÷0,5 энергетической шкалы спектра) переводится в коэффициенты коррекции, при этом на задаваемом уровне чувствительности значение $K(f)$ = 1. Энергия фильтра Ф5 перед применением нормируется до уровня фильтра Ф2

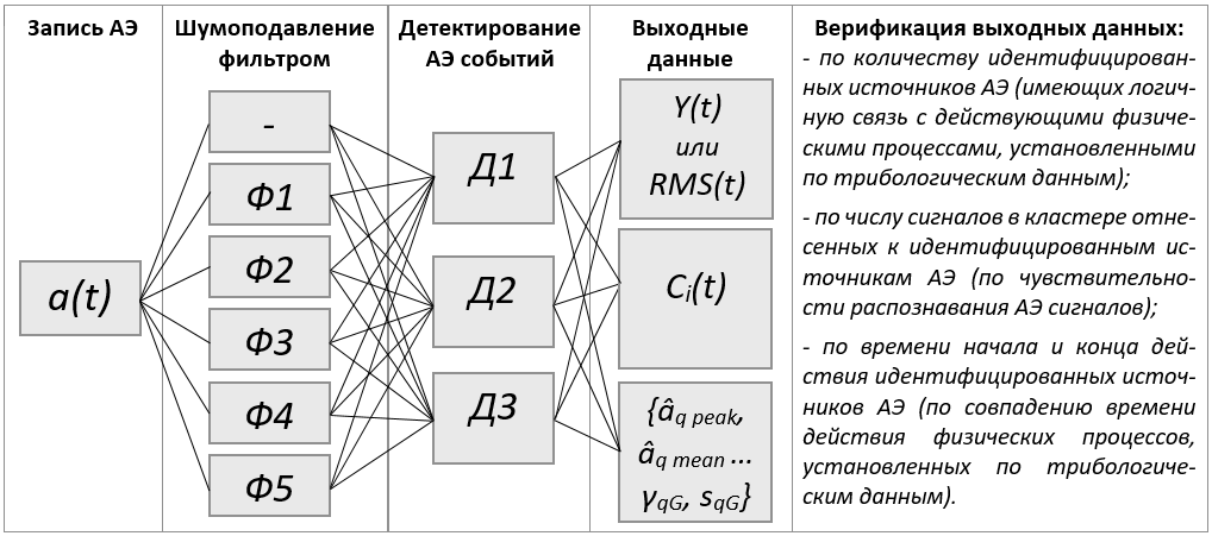


Рисунок 6 - Общая схема проведения акустических исследований. Обозначения описаны в тексте п. 2 и 4

Фильтра Ф4 – компенсация искажения спектра АЭ сигналов из-за неравномерного пропускания различных частот преобразователем АЭ и нивелировка влияния на результат кластеризации АЧХ преобразователя АЭ. Фильтра Ф5 – оценка влияния на результат кластеризации неравномерности приращения изменений в спектре сигналов на различных частотах (более высокого на низких частотах и малозначительного на высоких частотах).

Обозначим алгоритмы детектирования АЭ, описанные в п. 2.2.4, как: Д1 – алгоритм *r(α, β)* (п. 2.2.4.1), Д2 – алгоритм R^2 (п. 2.2.4.2) и Д3 – алгоритм *k*-средних (п. 2.2.4.3) и рассмотрим результаты акустических исследований схем различных сочетаний алгоритмов фильтрации и детектирования, представленных на рисунке 6.

В большинстве работ, посвященных исследованию эффективности алгоритмов обработки сигналов, производят сравнение тестовых искусственно генерируемых выборок (сигналов) с заданными свойствами. Однако в случае исследования чувствительности алгоритма к конкретному событию АЭ сгенерировать искусственные сигналы, напоминающие реальный во всем диапазоне проявления источника АЭ, практически невозможно. Поэтому исследования были проведены на представительном объеме экспериментальных АЭ данных *a(t)*, полученных при действии различных доминирующих механизмов изнашивания, наступление которых подтверждены средствами трибологических испытаний и микроскопических исследований. При верификации данных было установлено следующее.

Результаты детектирования АЭ событий показали, что процедура анализа АЭ сигналов, зарегистрированных на этапах трения предшествующему задиру, во время задира и после задира в результате выполнения множества итераций достигает оптимума при итоговом разделении сигналов на три (иногда четыре) события. Это наблюдается независимо от режима испытания (нагрузка, скорость скольжения, температура), схемы испытаний и условий смазывания, что косвенно говорит о схожести происходящих процессов. Типичный вид проявления АЭ показан на рисунках 7, 9, 11 и 13. Доля в процентном соотношении среднего число сигналов, отнесенным к советующим событиям, от общего числа при различных схемах анализа данных составляет: (Ф1+Д1) – 35 / 22 / 14 / 29 %, (Ф1+Д2) – 66 / 16 / 4 / 4 %, (Ф2+Д1) – 35 / 22 / 35 / 8 %, (Ф2+Д2) – 62 / 16 / 6 / 3 %; (Ф3+Д2) – 61 / 17 / 11 / 3 %, (Ф5+Д1) – 56 / 18 / 11 / 10%, (Ф5+Д2) – 53 / 23 / 11 / 5 %, (Ф4+Д1) – 40 / 25 / 17 / 11 / 7 %, (Ф4+Д2) – 37 / 24 / 17 / 8 / 7 / 1 %, (Ф2+Д3) – 67 / 22 / 6 %, (Ф3+Д1) – 40 / 25 / 17 %, (Ф1+Д3) – 92 / 5%, (Ф3+Д3) – 89 / 8 %, (Ф4+Д3) – 85 / 10 % и (Ф5+Д3) – 98%. Видно, что в некоторых вариантах получено 4 ÷ 6 событий.

Большее количество выявленных событий в этих вариантах явилось следствием дробления крупных кластеров на несколько более мелких. Данный результат допустим, т.к. не приводит к потере данных и устраняется простым объединением кластеров. Однако здесь может возникнуть некоторая путаница, т.к. в зависимости от типа контактирующих материалов, схемы узла трения и смазки АЭ сигналы в различных группах событий могут иметь несколько разные формы СПМ и параметрические образы. Тем не менее, АЭ события четко различимы по их проявлению при соответствующих трибологических признаках. Рассмотрим это на примере верификации результатов анализа данных полученных на ЧШМ по методике испытаний [18-20]. Важно, что обозначенные в нем выкладки справедливы и для других опробованных трибологических схем испытаний, описанных в п. 3.

Сигналы групп 1 и 3 в основном регистрируются при нагрузках на узел трения, не приводящих к задиру (рисунки 7 и 8). При этом пятно контакта имеет зеркальный вид и состоит из мелких царапин в направлении скольжения и точек адгезионного схватывания материала. Повреждения редкие и между ними просматривается исходная поверхность (рисунок 7а-г). По мере приработки значение амплитуды огибающей АЭ снижается и выходит на постоянный уровень, при этом количество сигналов 3 группы уменьшается вплоть до полного прекращения их регистрации (рисунок 7д и 7е).

Сигналы группы 2 регистрируются при нагрузках на узел трения, приводящих к задиру и свариванию поверхностей (рисунок 9, 11 и 13). При этом размер пятна контакта от предзадирного состояния резко увеличивается в 1,35±0,15 раза (рисунок 10), что соответствует идентификационным признакам задира по методике трибоиспытаний [18-20]. Профиль пятен контакта формируется бороздами послойно пластически оттеснённого металла в направлении скольжения (рисунок 9г и 12), наблюдаются трещины разрыва металла сдвигом (рисунок 9в), места схватывания в виде точек и областей с синевой перегрева, а также частицы внедрений ранее отделившегося материала (рисунок 9б).

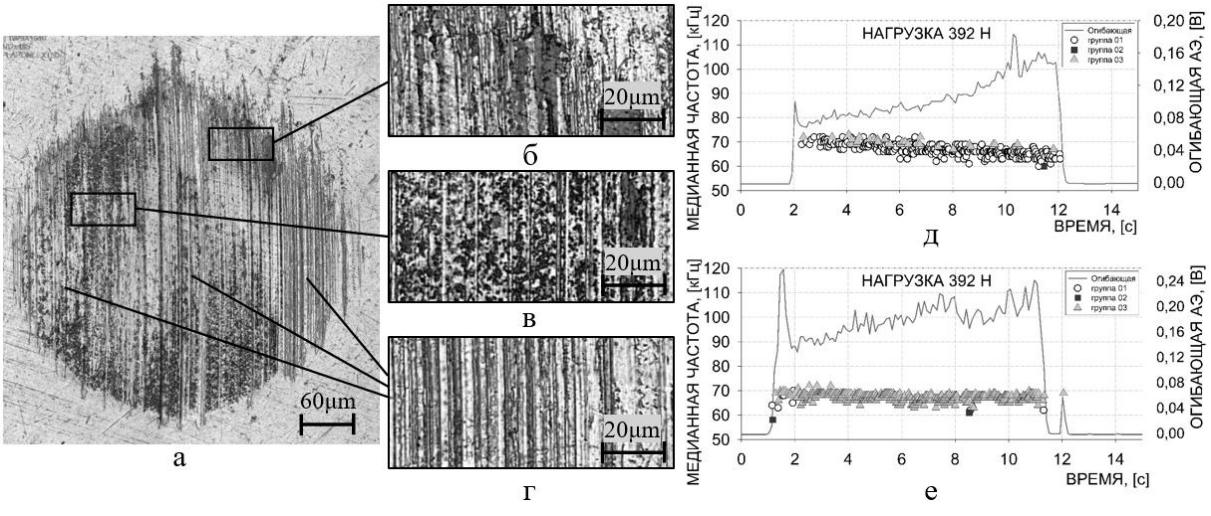


Рисунок 7 - Типичный вид микроскопического изображения пятна износа (а) и его увеличенные фрагменты, соответствующие признакам повреждения в виде: адгезионного схватывания в областях (б) и точках (в), и микроцарапины (г), а также характерный вид изменения интегральных, спектральных параметров и групп кластеров АЭ для смазки L3 (д) и L5 (е) при нагрузке менее критической по [18-20]

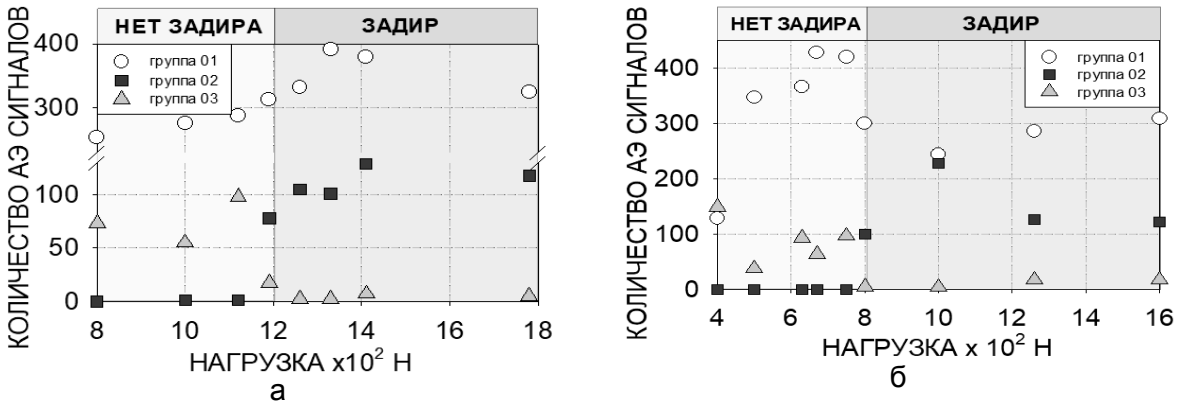


Рисунок 8 - Пример, показывающий изменение в количестве сигналов АЭ в каждой группе событий, регистрируемых при различных нагрузках в испытаниях по методике [18-20] для моторного масла L6 (а) и консистентной смазки L5 (б)

Уровень огибающей АЭ до и после задира изменяется пропорционально размеру пятна контакта, а во время задира эта закономерность нарушается (рисунок 10) [24]: во время задира уровень огибающей АЭ становится в 1,1÷3 раза выше предзадирного. После задира происходит приработка поверхностей трения и уровень огибающей снижается до величины, соответствующей линейному режиму изнашивания с соответствующей площадью трения. При этом количество сигналов группы 2 уменьшается вплоть до полного исчезновения (рисунок 9д, 11 и 13б).

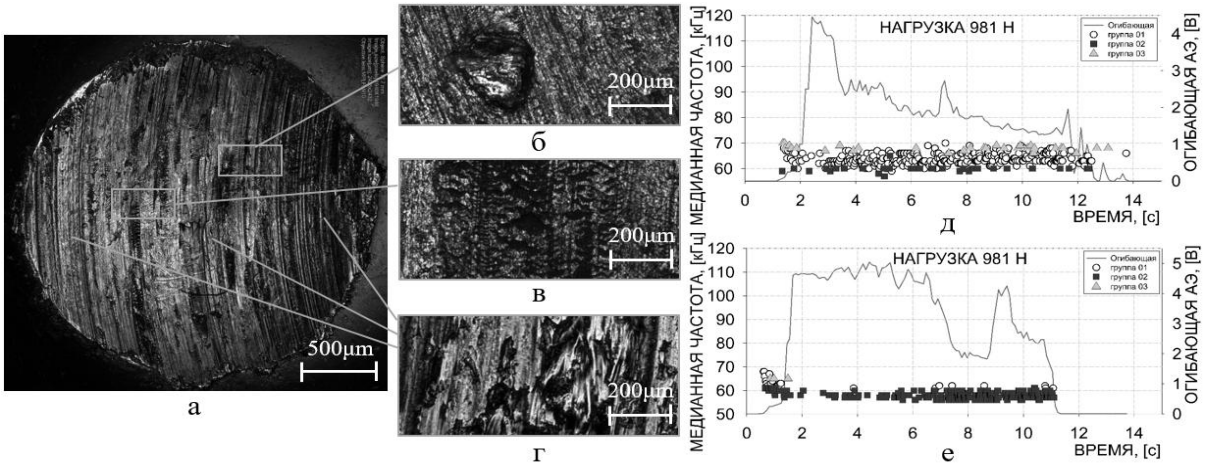


Рисунок 9 - Типичный вид микроскопического изображения пятна износа (а) и его увеличенные фрагменты, соответствующие признакам повреждения в виде: внедрения частиц износа (б), трещины разрыва металла сдвигом (в) и пластическое оттеснение металла (г), а также характерный вид изменения интегральных, спектральных параметров и групп кластеров АЭ для смазки L3 (д) и L5 (е) при нагрузке выше критической по [18-20]

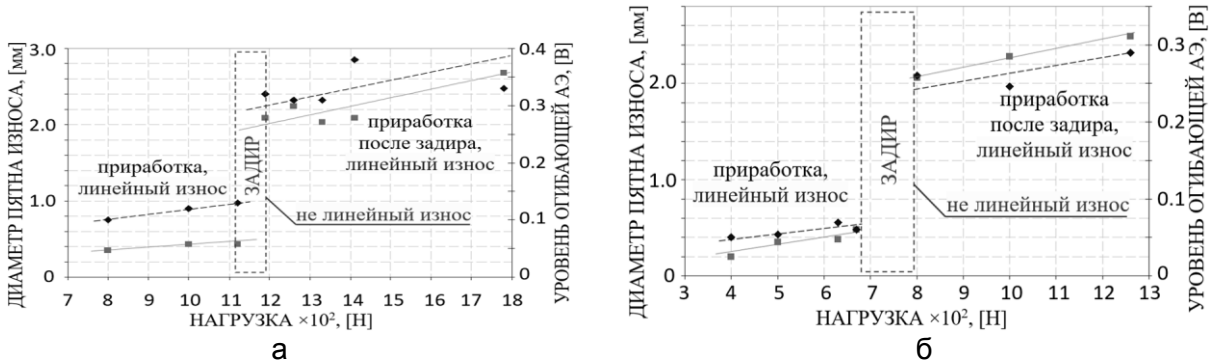


Рисунок 10 - Средний уровень огибающей АЭ (U_{bg}) и диаметр пятна износа при испытании на четырёх-шариковой машине трения по стандартной методике [18-20], где: ■ – диаметр пятна износа, ♦ - средний уровень огибающей АЭ, (а) и (б) – соответственно смазка L6 и L5 (табл. 2)

Обобщая полученные данные можно сформулировать следующие условия появления сигналов определенной группы и их связь с механизмами повреждения поверхностей трения:

- сигналы 1 группы генерируют источники АЭ, связанные с взаимодействием микронеровностей, в результате которого образуются микроцарапины и создается общий фон трения;
- сигналы 2 группы создают источники, связанные с интенсификацией пластической деформации и оттеснением металла, которые приводят к задиру и свариванию поверхностей трения;
- сигналы 3 группы инициируют источники АЭ, связанные с адгезионным изнашиванием за счет схватывания и разрыва поверхностей трения в отдельных точках.

После установления принадлежности событий каждой группы сигналов АЭ конкретным доминирующим механизмам изнашивания поверхностей трения, проводилась верификация АЭ данных по критерию совпадения проявления событий АЭ со временем действия процесса разрушения по типу установленных источников. Установлено, что все схемы, кроме сочетаний (Ф1+Д3), (Ф3+Д3), (Ф4+Д3) и (Ф5+Д3) позволяют установить основные механизмы повреждения узла трения, но с разной чувствительностью (количество сигналов, отнесенных к соответствующей группе) и детализацией (совпадение времени действия источника со временем регистрации сигналов соответствующих групп). Наиболее эффективными оказались схемы (Ф1+Д1) и (Ф1+Д2). Приемлемый результат позволяют получить схемы: (Ф2+Д1); (Ф2+Д2); (Ф3+Д2); (Ф4+Д1) и (Ф4+Д2). Учитывая, что алгоритм R^2 (Д2) показал большую инвариантность к способам фильтрации и более логичные переходы в точках смены доминирующих механизмов изнашивания, то схема (Ф1+Д2) выбрана за базовый вариант при обработке АЭ данных. Несмотря на негативный результат, полученный с помощью алгоритма Д3 (*k*-средних), считаем его нельзя отбрасывать со счетов, т.к. он не имеет ограничений по количеству сравниваемых параметров и их виду (число, функция). Полученный данные просто свидетельствуют о том, что при детектировании событий неэффективно использовать только стандартные оценочные параметры АЭ, т.е. к ним нужно добавлять параметры, отображающие изменения частоты и мощности (интенсивности) АЭ. Считаем, что добавление в многопараметрический образ источника АЭ кривой СПМ позволит повысить результативность алгоритма Д3 до уровня Д1 и Д2.

Вариант применения алгоритмов детектирования без фильтрации данных показывает результат близкий к варианту с фильтром Ф1, что вполне объяснимо, т.к. при Ф1 подавляется малая часть энергии сигнала и вносятся минимальные искажения. Однако без фильтрации количество нераспознанных сигналов АЭ (отнесенных к кластеру общего шума) самое большое. Поэтому сделан выводы о том, что без шумоподавления невозможно повысить разрешающую способность алгоритмов детектирования.

5. Применение результатов исследований

5.1. Определение критических точек трения и изнашивания

Под «критическими точками» (КТ) понимаются точки перегиба на кривой зависимости износа от пути трения – *I(S)*, которые свидетельствуют о переходе от одного вида контактного взаимодействия к другому. Данные о КТ особенно актуальны при проведении многофакторных трибоиспытаний и используются, как для классификации видов износа, так и для установления границ применимости известных расчётных зависимостей [25-27 и др.].

Согласно [25] в процессах трения и изнашивания основными считают критические точки:

- перехода от упругого деформирования к пластическому или от упругого деформирования к разрушению;
- перехода от пластического оттеснения к микрорезанию или задиру;

- разрушения адсорбционной плёнки;
- формирования хемосорбционной плёнки (химического соединения);
- разрушения хемосорбционной плёнки;
- разрыхления поверхностного слоя за счёт изменения структуры твёрдого тела;
- общего размягчения контактной зоны, приводящей к намазыванию.

В настоящее время наука о трении и износе позволяет прогнозировать появление некоторых КТ, главным образом, на основе анализа соотношений h/r и τ/σ_m в зависимости от температуры, где: h – глубина внедрения единичной неровности; r – радиус единичной неровности; τ – тангенциальная прочность молекулярной связи; σ_m – предел текучести материала основы. Учитывая многофакторность и скоротечность элементарных процессов трения и изнашивания, необходимо признать, что в настоящее время определение конкретных положений КТ на кривых $I(S)$ расчётным путём представляется практически не выполнимой задачей. Поэтому данная задача решается экспериментально методом измерения износа в серии одинаковых испытаний, отличающихся путём трения или нагрузкой трения. Однако и при таком подходе остается неоднозначность определения КТ в пределах пути (времени) трения, из-за неустранимости отклонений (не повторяемости) в начальных и экспериментальных условиях каждого испытания даже в серии одинаковых трибоиспытаний, выполняемых одним оператором на одной машине трения. В связи с этим, требуется привлечение дополнительных исследовательских методов.

Ниже продемонстрировано, что для решения задачи по определению КТ с необходимой точностью, достаточно использовать ограниченный набор информативных параметров сигнала АЭ. Например, сочетание интегрального параметра $\bar{U}$ (здесь под обозначением $\bar{U}$ равнозначно понимаются параметры Y(t) и RMS(t), т.к. при их применении дает аналогичные результаты) и времени регистрации групп событий различимых по форме функции СПМ позволило нам установить КТ и их АЭ-признаки разрушения поверхностей трения в следующем объеме (рисунки 11 и 12) [24]:

5.1.1. По наличию отдельных выбросов интегральных параметров амплитудой $\bar{U}_{peak} \geq (1{,}1 \div 3) \cdot \bar{U}_{bg}$ длительностью $\Delta\tau = 0{,}1 \div 0{,}5$ с или более при детектировании событий группы № 3 возможно установить начало и продолжительность изнашивания по преимущественно адгезионному механизму за счет схватывания-разрыва разрозненных точек контакта, занимающих не более 30% его площади (рисунки 7 и 11). Здесь и далее $\bar{U}_{bg}$ – величина интегральных параметров при нормальном (линейном) режиме изнашивания по адгезионно-усталостному механизму.

5.1.2. По пику общего уровня $\bar{U} \geq 3 \cdot \bar{U}_{bg}$ с $\Delta\tau \approx 1 \div 5$ с при $P \approx P_к$ (критическая нагрузка по условиям смазывания – см. п. 3) или $\Delta\tau \approx 10 \div 80$ с при $P < 0{,}6 \cdot P_к$, по высокой дисперсии $\bar{U}$ при детектировании событий группы № 2 возможно установить начало и продолжительность задира по механизму пластического оттеснения материала по всей площади пятна контакта (рисунки 9 и 11). При этом повышение масштабного уровня процессов изнашивания и повреждения контактирующих материалов при трении сопровождается увеличением энергии в сочетании со снижением медианной частоты сигналов АЭ (рисунок 13).

5.1.3. По общему уровню $\bar{U}_{bg}$ при отсутствии пиков, указанных в п. 5.1.2, при детектировании событий группы № 1 и 3 возможно идентифицировать адгезионно-усталостный механизм изнашивания с суммарными областями схватывания не более 15÷20 % от общей площади и по АЭ данным определить прирост площади пятна контакта с использованием известных линейных критериев [24]. При наличии задира приращение площади износа происходит по более сложной зависимости (рисунок 10) и пока не поддается прогнозированию.

5.1.4. По спаду общего уровня $\bar{U}_{bg}$ возможно идентифицировать время/скорость приработки поверхностей трения после начала трения и после задира. Процесс приработки является переходным процессом, поэтому в момент приработки/задира могут наблюдаться две или три основных группы событий АЭ (см. п. 5.1.1 и п. 5.1.2), но к окончанию приработки остается только одна основная группа событий – № 1, т.к.

изнашивание приходит к нормальному (линейному) закону (равновесному состоянию), описанному в п. 5.1.3.

5.1.5. По количеству пиков общего уровня $\bar{U}$, наблюдаемых на протяжении всего испытания или во временя задира (Δτ), и пиков активности регистрации событий группы № 2 (см. п. 5.1.2) возможно при точечном контакте оценить равномерность задира по площади пятна контакта и количество критических событий, благодаря которым произошел основной прирост этого пятна (рисунки 9д, 11 и 12). Механизм изнашивания при этом соответствует п. 5.1.2.

5.1.6. По степени похожести изменения формы $\bar{U}$ и повторяемости сценария регистрации номеров групп сигналов АЭ при соответствующих событиях (описанных в 5.1.2, 5.1.4 и 5.1.5) принципиально возможно при разных видах трибоиспытаний одного узла трения идентифицировать механизмы изнашивания, оценить состояние поверхности и динамику изнашивания поверхностей трения (рисунок 12). Это связано с тем, что при подобных механизмах изнашивания рельеф поверхности трения получается однотипным (по шероховатости, волнистости, глубине и площади, т.е. потерянному объёму), а сопутствующая этому процессу АЭ – также близка между собой (в пределах некоторого коэффициента подобия).

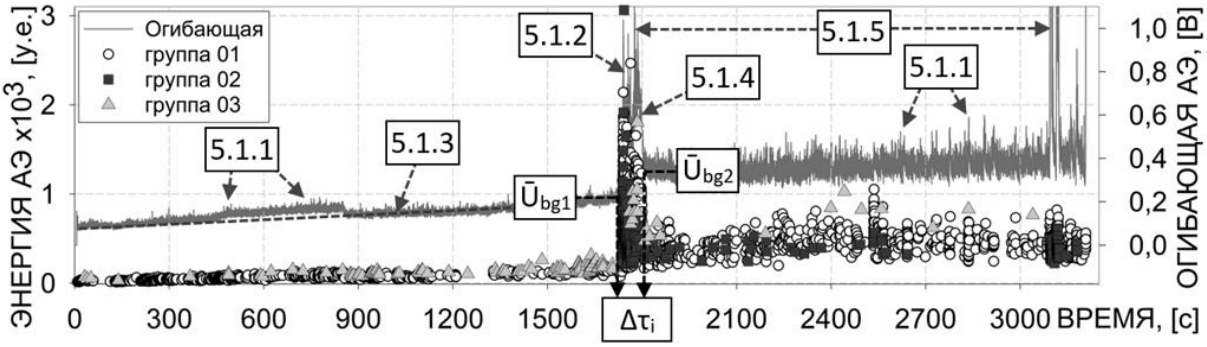
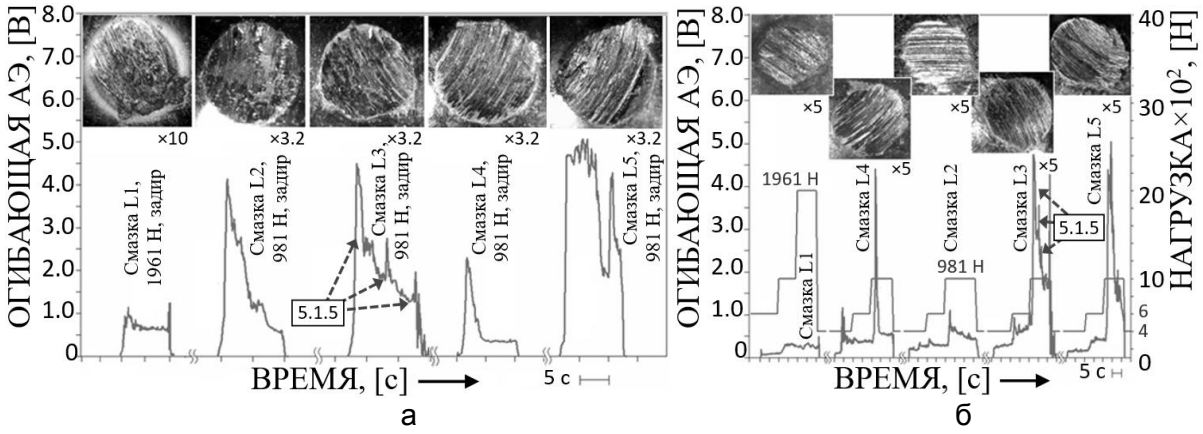


Рисунок 11 - Поясняющий рисунок к описанию АЭ признаков КТ на примере результатов длительного испытания смазки L6 на ЧШМ



а б

Рисунок 12 - Пример схожести проявления АЭ для одних и тех же смазочных и контактирующих материалов при разных условиях испытания: а) стандарт испытание на ЧШМ [18-20], б) нестандартное испытание на ЧШМ (см. п. 5.1.6)

5.2. Восстановление хронологии разрушения узла трения

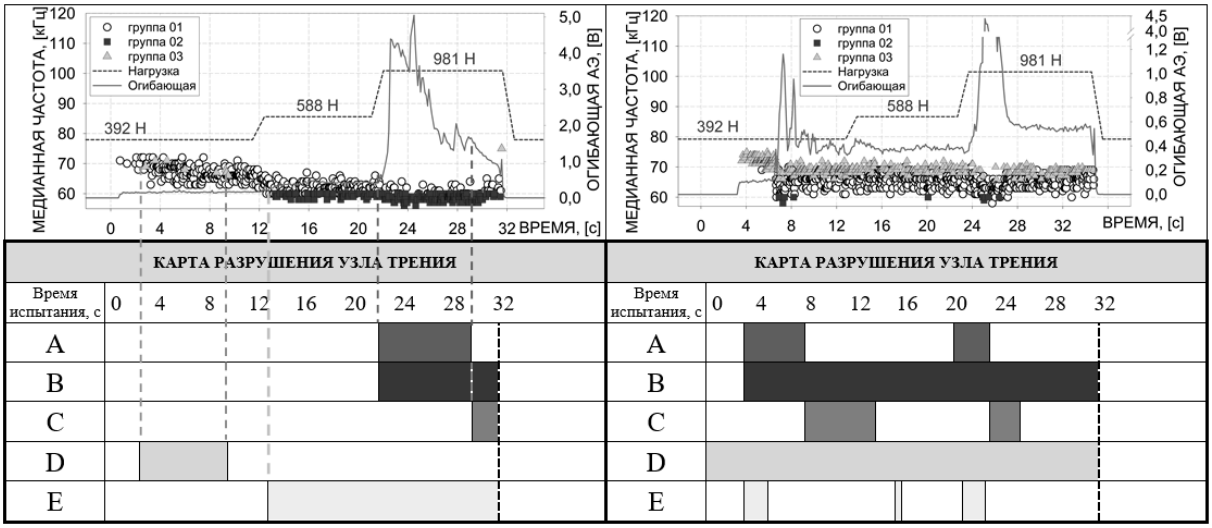
На основании полученных результатов по определению критических точек трения и изнашивания, описанных в п. 5.1, предложено проводить восстановление хронологии разрушения контактирующих материалов с высоким уровнем детализации по времени и при этом выявлять изменение состояния трибосистемы. Для этого требуется проведение анализа поведения интегральных параметров оценки АЭ и появления

сигналов АЭ различных групп во время теста в сопоставлении с результатами трибологических измерений (коэффициента трения, температуры и др.).

Восстановление хронологии работы и разрушения узла трения требуется тогда, когда при испытании разных смазочных и контактирующих материалов по окончанию теста формируются повреждения внешне одинакового износа, тогда, как на самом деле, рельеф поверхностей трения успевает затереться и невозможно: установить условия, при которых смазочный материал теряет защитную способность; описать стадийность накопления повреждений поверхностями трения; идентифицировать доминирующие механизмы повреждения поверхностей трения и время их проявления; сравнить характер разрушения различных материалов и т.д.

Суть способа восстановления и его описание проследим на следующем практическом примере. На рисунке 13 приведены АЭ испытания двух смазочных материалов L5 и L4 (таблица 2) на потерю защитных свойств при режиме нагружения узла трения, отличном от стандартного (со ступенчатым повышением нагрузки). Хронология процесса разрушения поверхностей трения восстанавливается путем нанесения на общую временную развертку испытания (рисунок 13 – верхняя часть) признаков КТ (п. 5.1), время появления и действия доминирующих механизмов изнашивания (п. 4) и точки изменения трибологических параметров (нагрузки, температуры и т.д.). При этом в строке «A» по признаку п. 5.1.2 и 5.1.5 отмечается начало и продолжительность задира. В строке «B» по признаку п. 5.1.3 и зависимостям, аналогичным рисунку 10, отмечается момент времени, в который пятно контакта превысило допустимое значение (например, для данного случая [18-20]). В строке «C» по признаку п. 5.1.4 отмечается время приработки узла трения. В строке «D» и «E» соответственно по признакам п. 5.1.1 и 5.1.2 отмечается время действия каждого доминирующего механизма изнашивания за время испытания.

Рисунок 13 наглядно показывает, что смазочные материалы L5 и L4 при одинаковых условиях испытания и итоговом размере износа работали не одинаково и допустили разрушение контактирующих поверхностей не одновременно. Так, смазка L5 (Рисунок 13а) при 392 Н практически не допускает схватывания поверхностей трения вплоть до нагрузки величиной 588 Н, с превышением которой начинает происходить пробой смазочного слоя в сочетании с пластическим оттеснением металла в микрообъеме. Задир по механизму пластического оттеснения макрослоя металла поверхностей происходит при нагрузке 981 Н и локализован по времени в конце теста. Смазка L4, во-первых, допускает возникновение не одного, а двух задиров (при нагрузках 392 и 981 Н). Во-вторых, на всем протяжении испытания происходит пробой смазочного слоя со схватыванием поверхностей в отдельных точках и областях. То есть, критическая нагрузка смазки L4, при которой она не обеспечивает смазывающие свойства, находится уже на начальном уровне (392 Н), соответственно, задир по времени локализован в начале теста. Важно, что по трибологическим данным (диаметр пятна разрушения) фактическую величину критической нагрузки для смазки L4 установить было не возможно. Таким образом, при длительных, сложных однофакторных и многофакторных видах трибологических испытаний (когда во время испытаний изменяются условия трения и изнашивания) восстановление хронологии разрушения контактирующих материалов позволяет расширить информативность трибологических испытаний и снизить вероятность ошибок в выводах.



а б

Рисунок 13 - Диаграммы изменения параметров АЭ и составленные по ним хронологические карты разрушения поверхностей узла трения при применении смазочных материалов L5 (а) и L4 (б)

Для формализации процедуры записи и обработки АЭ данных при восстановлении хронологии разрушения узлов трения была разработана карта оформления результатов исследований с применением АЭ, которая при автоматизации обработки экспериментальных данных однотипных исследований позволяет выделить главные результаты, облегчить восприятие информации и ускорить анализ данных и их сравнение. Карта представлена в нижней части рисунка 13.

Особенности применения предлагаемого подхода анализа АЭ данных

К особенностям, а, по сути, недостаткам и трудностям реализации и применения предлагаемого подхода по оценке механизмов изнашивания в реальном времени по АЭ данным можно отнести:

- необходимость применения для регистрации АЭ широкополосной аппаратуры (минимум до 1 МГц) с высокой частотой дискретизации (минимум 3÷5 МГц) и динамическим диапазоном (минимум 60 дБ), обеспечивающей непрерывный режим регистрации данных (stream-запись);
- необходимость хранения большого объема АЭ данных и наличия высокопроизводительных программно-аппаратных средств для их обработки и анализа;
- необходимость «обучения/переобучения АЭ аппаратуры» на каждую машину и узел трения и трудность установления зависимости между происходящими процессами и параметрами АЭ.

Первые две особенности не представляют особых проблем для реализации предлагаемого подхода с учетом современного состояния рынка микроэлектроники и АЭ аппаратуры и универсальных программно-вычислительных средств с визуальным сопровождением (MathCAD, Octave, Python и др.). Последняя особенность пока не имеет универсального решения, однако нами предложена методика «обучения АЭ аппаратуры», в которой, сведено до минимума число необходимых «постановочных» трибологических испытаний и время, требуемое на настройку АЭ аппаратуры. Суть методики заключается в имитации условий трения, необходимых для реализации основных механизмов изнашивания, с регистрацией АЭ, при этом достоверность связи АЭ с конкретными механизмами изнашивания устанавливается на основе сопоставления морфологии пятна износа после остановки испытания в моменты времени теста, соответствующие КТ согласно данным АЭ. Более подробную информацию о данной методике можно найти в работе [28].

Заключение

Трение и изнашивание преимущественно порождает АЭ шумоподобного вида, которая при пороговом способе детектировании АЭ обычно игнорируется, что приводит к потере значительного объема полезной информации. Дальнейшее повышение эффективности метода АЭ при трибологических испытаниях возможно только за счет применение высокоуровневых прогрессивных алгоритмов фильтрации и анализа АЭ. Приведенные в данной работе результаты убедительно демонстрируют, что использование спектрально-корреляционных алгоритмов слежения за изменением энергии и частоты АЭ в беспороговом режиме позволяет поднять чувствительность метода АЭ к процессам трения и износа на принципиально новый уровень.

Для эффективного решения различных задач могут быть рекомендованы разные сочетания измеряемых параметров АЭ:

- для характеристики процесса трения в целом и при поиске критических точек – огибающая АЭ (или RMS) с медианной частотой;
- для детализации процессов изнашивания и разрушения по виду – амплитуда, энергия, медианная частота и форма кривой СПМ.

Предложено итоговые результаты трибоиспытаний с регистрацией АЭ оформлять в виде хронологических карт разрушения поверхностей трения, которые позволяют заменить сложные графики изменения параметров АЭ на более понятную для трибологов информацию и эффективно решать следующие трибологические задачи:

- выявление КТ и отслеживание их смещения по времени теста, как внутри серии испытаний одного материала, так и в серии испытаний разных материалов;
- остановка испытания для исследования поверхности пятна контакта именно в тот момент, когда действует критический механизм разрушения;
- оперативное установление факта отклонения начальных условий трибоиспытаний (грубая шероховатость, плохая очистка поверхности, неправильное приложение нагрузки или подогрев образцов и др.);
- определение времени окончания и площади повреждения после приработки поверхностей трения, а также времени износа защитных покрытий или закаленного слоя;
- сравнение различных смазочных материалов по действующим механизмам изнашивания, времени и последовательности их действия;
- снижение времени испытаний и исключение некоторых вспомогательных средств трибоиспытаний, например, микроскопии.

Необходимо отметить, что полученные результаты можно использовать не только для обеспечения стандартных трибоиспытаний, но и для разработки методик диагностики технического состояния узлов трения-скольжения в режима непрерывного мониторинга с целью недопущения перехода их работы в критическое состояние и своевременной корректировки технологического процесса. Например, изменять режим работы механизмов или влиять на условия работы трибосопряжений путем управления дозированной подачей смазочной жидкости, что позволит существенно продлить жизнь дорогостоящего оборудования.

Очевидно, что разработанные подходы категоризации шумоподобных сигналов по спектральным признакам применимы и для задач анализа АЭ данных других шумоподобных явлений, сопровождающих: гидродинамические процессы в жидкости, утечки продукта из ёмкостного оборудования, работу насосного и компрессорного оборудования, работу электроприводов, трансформаторов и т.д, а также в вибро- и шумометрии, т.е. везде, где анализируемый процесс может быть представлен как квазистационарный случайный и когда нужно ранжировать его состояния.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации проект № 11.8236.2017/9.10.

Список литературы:

1. Баранов В.М. Акустическая эмиссия при трении / В.М. Баранов, Е.М. Кудрявцев, Г.А. Сарычев, В.М. Щавелин – М.: Энергоатомиздат, 1998. – 256 с.

2. Свириденок А.И. Акустические и электрические методы в триботехнике / А.И. Свириденок, Н.К. Мышкин, Т.Ф. Калмыкова, О.В. Холодилов – Минск: Наука и техника, 1987. – 280 с.

3. Иванов В.И. Акустико-эмиссионная диагностика / В.И. Иванов, В.А. Барат – М: Спектр, 2017. – 362 с.

4. ГОСТ Р 55045-2012. Техническая диагностика. Акустико-эмиссионная диагностика. Термины, определения и обозначения.

5. ГОСТ Р ИСО 12716-2009. Контроль неразрушающий. Акустическая эмиссия. Словарь.

6. Грешников В.А. Акустическая эмиссия. Применение для испытаний материалов и изделий / В.А. Грешников, Ю.В. Дробот – М.: Изд-во стандартов, 1976. – 276 с.

7. Щавелин В.М. Акустический контроль узлов трения ЯЭУ / В.М. Щавелин, Г.А. Сарычев – М.: Энергоатомиздат, 1988. – 176 с.

8. Сергиенко А.Б. Цифровая обработка сигналов. / А.Б. Сергиенко – Санкт-Петербург: Питер, 2002. – 608 с.

9. Saeed V.V. Advanced Digital Signal Processing and Noise Reduction, Second Edition / John Wiley & Sons Ltd, 2000. – 466 p.

10. Allen J.B. Short Time Spectral Analysis, Synthesis, and Modification by Discrete Fourier Transform / IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing, 1977. – Vol. ASSP-25. – № 3. – p. 235-238.

11. Deller J.R. Discrete Time Processing of Speech Signals / J.R. Deller, J.H.L. Hansen, J.G. Proakis – NY: IEEE Press, 2000. – 1041 p.

12. Kay S.M. Fundamentals of Statistical Signal Processing: Detection theory / Prentice Hall PTR, 1998. – p. 672.

13. Welch P.D. The use of fast Fourier transform for the estimation of power spectra: A method based on time averaging over short, modified periodograms / IEEE Transactions on Audio and Electroacoustics, 1967. –Vol.15. – № 2. – p.70-73.

14. Патент № RU 2051368. Способ оценки состояния пар трения / О.В. Холодилов, Е.И. Островский, Т.М. Калмыкова – [Электронный ресурс]. URL: http://www1.fips.ru (дата обращения 02.03.2018).

15. Мерсон Д.Л. Применение методики анализа спектральных образов сигналов акустической эмиссии для исследования повреждаемости покрытий TiN на стальной подложке / Д.Л. Мерсон, А.А. Разуваев, А.Ю. Виноградов – Дефектоскопия, 2002. – № 7. – с. 37-46.

16. Everitt B. Cluster analysis [5th ed] / B. Everitt, S. Landau, M. Leese, D. Stahl – John Wiley & Sons, 2011. – 360 p.

17. De Maesschalck R. The Mahalanobis distance / R. De Maesschalck, D. Jouan-Rimbaud, D. Massart – Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2000. – V. 50. – p. 1-18.

18. ГОСТ 9490-75. Материалы смазочные жидкие и пластичные. Метод определения трибологических характеристик на четырёхшариковой машине.

19. ASTM D2596. Standard Test Method for Measurement of Extreme-Pressure Properties of Lubricating Grease (Four-Ball Method).

20. ASTM D2783. Standard Test Method for Measurement of Extreme-Pressure Properties of Lubricating Fluids (Four-Ball Method).

21. ASTM G99. Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus.

22. ASTM G77. Standard Test Method for Ranking Resistance of Materials to Sliding Wear Using Block-on-Ring Wear Test.

23. Растегаев И.А. Анализ шумоподобных сигналов акустической эмиссии способами широкополосной фильтрации / И.А. Растегаев, А.В. Данюк, А.Ю. Виноградов, Д.Л. Мерсон, И.И. Растегаева – Контроль. Диагностика, 2014. – № 8 – с. 49-56.

24. Rastegaev I.A. Real time acoustic emission methodology in effective tribology testing / I.A. Rastegaev, D.L. Merson, A.Yu. Vinogradov –International Journal Microstructure and Materials Properties, 2014. – Vol. 9 – № 3/4/5 – p. 360-373.

25. Крагельский И.В. Трение и износ / М.: МАШГИЗ, 1962. – 384 с.

26. Крагельский И.В. Основы расчётов на трение и износ / И.В. Крагельский, М.Н. Добычин, В.С. Комбалов – М.: Машиностроение, 1977. – 576 с.

27. Польцер Г. Основы трения и изнашивания / Г. Польцер, Ф. Майсснер – М: Машиностроение, 1984. – 264 с.

28. Растегаев И.А. Методика определения критических точек при трибологических испытаниях с применением метода акустической эмиссии / И.А. Растегаев, Д.Л. Мерсон, А.Ю. Виноградов, А.В. Данюк – Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 2016. – Том 82 – № 3 – с. 60-67 (Inorganic Materials, 2017. – Vol. 53. – No. 15. – p. 1506-1512).

Глава 20 КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ И ФУЛЛЕРЕНОВ

Шпилевский Э.М.
Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси,
г.Минск, Республика Беларусь. eshpilevsky@rambler.ru

Введение

Фуллерены являются уникальными углеродными наночастицами. Удивительные свойства этих частиц позволили рассматривать их как инструмент формирования новых материалов [1-3]. Молекулы фуллеренов, диаметр которых составляет около 0,7 нм, в композиционных материалах на основе металлов и фуллеренов выполняют наноструктурирующую функцию. Особенность таких материалов заключается не только в нанометровом размере составляющих структурных элементов, а еще в том, что сам размер этих элементов является параметром свойств материала.

Широкие перспективы возможных применений материалов на основе фуллеренов и фуллереноподобных частиц в различных областях деятельности человека привлекают все новых исследователей. Поток информации по исследованию фуллеренов, фуллереноподобных частиц, их взаимодействию с другими атомами и молекулами продолжает быть большим. Ссылки на некоторые из них приведены в [4-7].

Настоящая работа отражает результаты исследований, проведенных автором в последние годы, по получению продуктов, содержащих фуллерены, экстракции фуллеренов из полученного продукта, выделению кристаллической фазы, содержащей только молекулы фуллеренов, а так же по разработке методов формирования фуллеренсодержащих композиционных материалов на основе металлических матриц и последующему изучению свойств композитов, содержащих различные доли фуллеренов.

1. Фуллерены, фуллериты, фуллериды

Фуллерены

Фуллерены – углеродные кластеры с четным, более 20, количеством атомов углерода, образующих три связи друг с другом. Атомы углерода в молекулах фуллеренов расположены на поверхности сфероида в вершинах гексагонов и пентагонов. Схематическое изображение некоторых фуллеренов приведены на рис. 1.

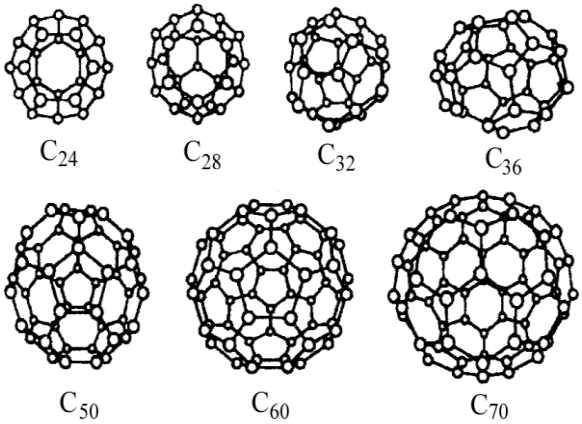


Рисунок 1 - Примеры фуллеренов

Фуллерены с количеством атомов более 70 (например, C_{76}, C_{78}, C_{84}, C_{96}) называют высшими фуллеренами.

Молекула C_{60} обладает наиболее высокой симметрией и наибольшей температурной устойчивостью среди фуллеренов. Атомы углерода в молекуле C_{60} размещаются на сферической поверхности в вершинах 20 неправильных гексагонов и

12 правильных пентагонов и связаны между собой ковалентной связью. Эта связь осуществляется обобществлением валентных электронов атомов. Валентные электроны каждого атома находятся в sp^2-гибридизованных состояниях, сходных с состояниями электронов в графите [5, 8].

Длина связи С–С в пентагоне составляет 1,43 Å, такая же длина стороны гексагона, являющейся общей для обеих фигур, но сторона, общая для двух гексагонов, имеет длину около 1,39 Å. Радиус молекулы C_{60} составляет 0,357 нм.

Фуллерены имеют высокую химическую инертность к процессу молекулярного распада: молекула C_{60}, например, сохраняет стабильность в инертной среде до 1700 К. При окислении одна молекула C_{60} может присоединять 12 атомов кислорода. В химических процессах фуллерены проявляют себя как слабые окислители [1, 5].

Диаграмма энергетических уровней изолированной молекулы фуллеренов C_{60} схематически показана на рис. 2. Колебательные состояния, связанные с каждым электронным состоянием, лежат выше соответствующего бесколебательного уровня на энергию (Е), равную целому числу квантов энергии колебаний. Поглощение и испускание света между основным и первым возбужденным синглетным состоянием должны отсутствовать из-за того, что такие переходы запрещены по соображениям симметрии. Поэтому оптические переходы между этими состояниями могут происходить только при участии фононов.

Экспериментальные и теоретические работы свидетельствуют о том, что энергия электронных переходов между наивысшей заполненной и наинизшей (незаполненной) молекулярными орбиталями (HOMO–LUMO) в фуллеренах C_{60} (как в изолированной молекуле, так и в конденсированном состоянии) лежит в оптическом диапазоне [9,10].

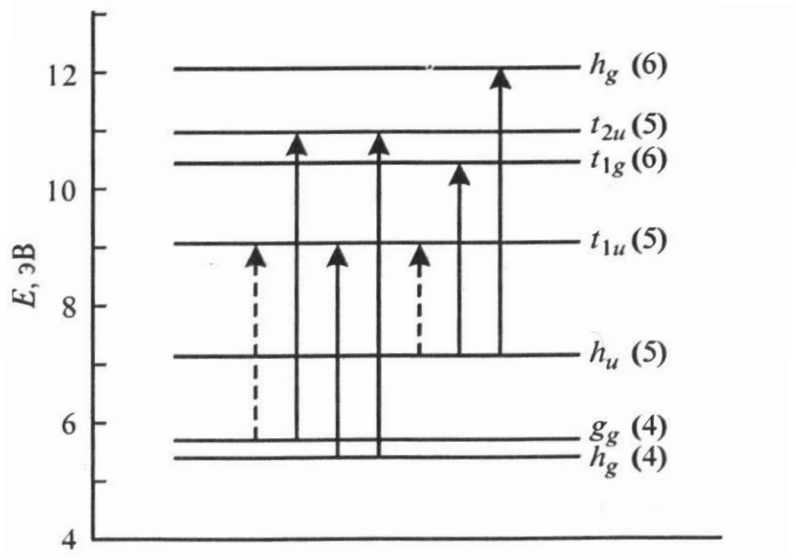


Рисунок 2 - Диаграмма энергетических уровней изолированной молекулы C_{60}

Физические свойства молекулы определяются ее электронной структурой, и в этом отношении фуллерены C_{60} не имеет аналогов. В молекуле фуллеренов C_{60} имеется 60 σ-электронов, которые находятся в наименее связанных состояниях и, таким образом, определяют, как C_{60} будет связываться с другими атомами или молекулами в твердом состоянии.

Фуллериты

Молекулы фуллеренов могут образовывать кристаллические фазы – фуллериты, как эндоэдральной, так и экзоэдральной структуры.

Фуллериты достаточно легко растворяются в неполярных растворителях. Наиболее известные растворители образуют следующий ряд в порядке уменьшения

растворимости фуллеритов: сероуглерод (CS_2), толуол (C_7H_8), бензол (C_6H_6), тетрахлорметан (CCl_4), декан ($C_{10}H_{22}$), гексан (C_6H_{14}), пентан (C_5H_{12}).

Фуллерены могут вступать в соединения как друг с другом, так и с другими молекулами и атомами. На рис. 3 приведен пример димера фуллерена $(C_{60})_2$ [11,12]. Процессы объединения молекул фуллерена лежат в основе явления «полимеризации фуллерена».

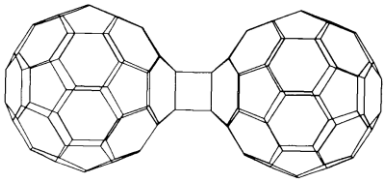


Рисунок 3 - Модель димера фуллерена $(C_{60})_2$

Кристаллические фазы, состоящие из молекул фуллеренов, называют фуллеритами.

1.2.1. Получение фуллеренсодержащей черни и фуллерита

В проведенных исследованиях молекулы фуллеренов, ультрадисперсные агрегаты углерода (УДАУ) получали на автоматизированном технологическом комплексе, разработанном с участием автора настоящей работы [13]. Технологический процесс базируется на деструкции графита электрическим дуговым разрядом, происходящем в разреженной атмосфере гелия, заполняющего предварительно вакуумированную камеру. Структурная схема комплекса приведена на рис. 4.

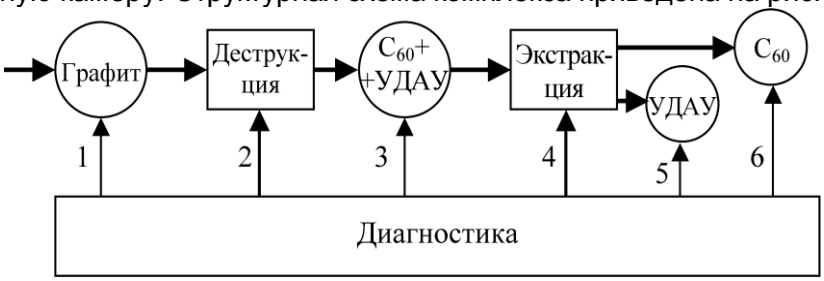


Рисунок 4 - Структурная схема технологического комплекса по производству фуллеренов. 1, 3, 5, 6 – операции контроля качества материалов; 2, 4 – операции контроля технологических режимов

Оптимизация технологии деструкции графита обеспечивается выбором и автоматической стабилизацией режима дугового разряда, выбором расстояния между электродами, давления инертного газа и режима его циркуляции.

Получаемый деструкцией графита продукт содержит большое разнообразие УДАУ и молекул фуллеренов как адсорбированных на углеродных агрегатах, так и в виде мельчайших агрегатов и кристалликов из фуллереновых молекул. Этот продукт называют фуллеренсодержащей сажей или фуллеренсодержащей чернью и используют как наполнитель, модифицирующий различные материалы.

1.2.2. Получение фуллерита из фуллеренсодержащей черни

Способность фуллеренов растворяться в неполярных растворителях используется для выделения их из фуллеренсодержащей черни путем экстракции (в проведенных работах использовался толуол или бензол) [14]. Однако в растворе содержатся фуллерены с различным числом атомов углерода. При электродуговом

способе получения фуллеренов экспериментально установлены примерные соотношения $C_{60} : C_{70} : C_{78} : C_{84} = 1 : 0,1 : 0,01 : 0,001$ при массовой доле фуллеренов C_{60} в фуллеренсодержащей саже 10–20вес.%. Схема процесса разделения фуллеренов представлена на рис. 5.

Смеси фуллеренов$C_{60,}$ $C_{70,}$ C_{78} и C_{84} разделяли хроматографическим методом, изменяя состав наполнителя, тип элюента, способ введения смеси.

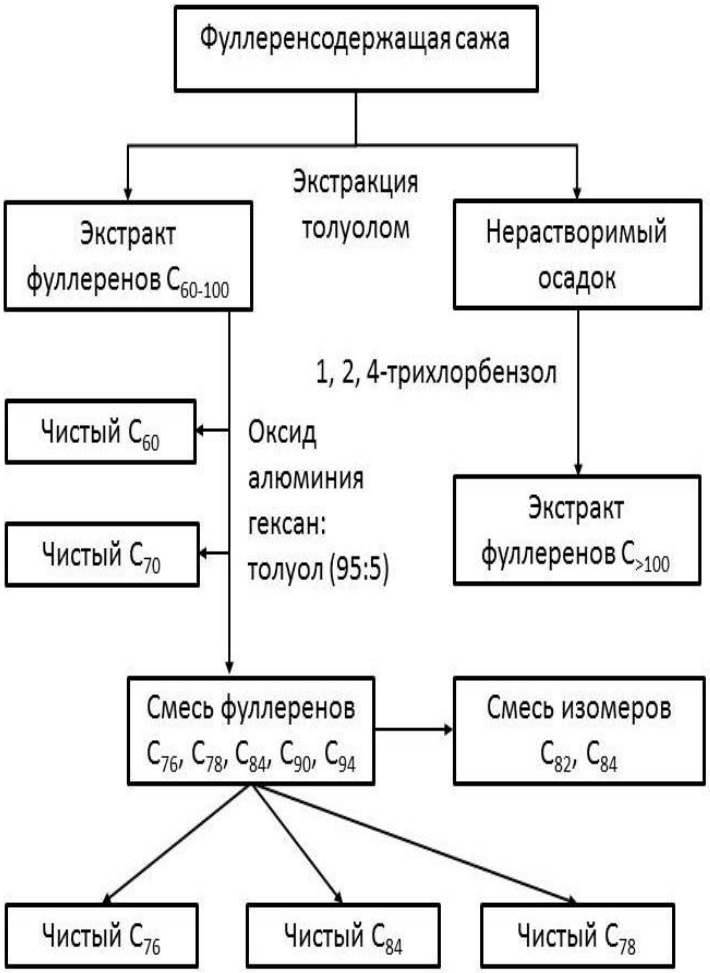


Рисунок 5 - Схема процесса разделения фуллеренов

Установлено, что выход фуллеренов зависит в первую очередь от давления газовой среды, которое диктует частоту столкновений малых углеродных кластеров и условия охлаждения синтезированных молекул [15]. На рис. 6 представлены зависимости массовой доли фуллеренов от давления гелия в реакторной камере при разных значениях тока электрической дуги.

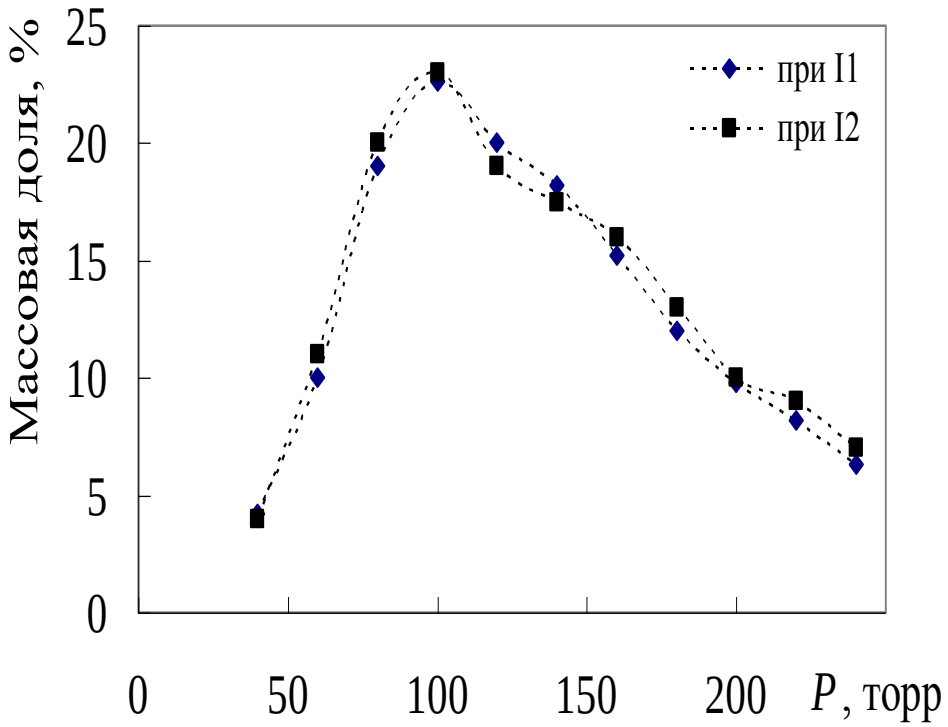


Рисунок 6 - Зависимость массовой доли фуллеренов от давления гелия в реакторной камере (I_1 = 30 А, I_2 = 40 А)

После выпаривания растворителей получают порошки фуллеритов с соответствующим количеством атомов углерода (C_{60}, C_{70}, C_{80}, C_{84}, C_{96}). После экстракции, хроматографического разделения и испарения растворителя порошок фуллерита C_{60} содержит кристаллиты размером 5–20 мкм. На рис. 7 представлен типичный вид кристаллов порошка фуллерита C_{60}, а на рис. 8 – рентгеновская дифрактограмма, отражающая ГЦК-структуру кристаллов C_{60} [16–18].

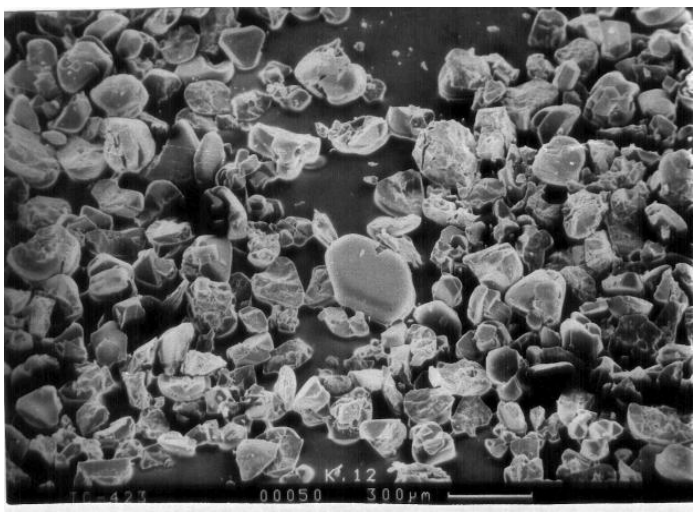


Рисунок 7 - Порошок фуллерита, полученного из фуллеренсодержащей черни (растворитель–толуол)

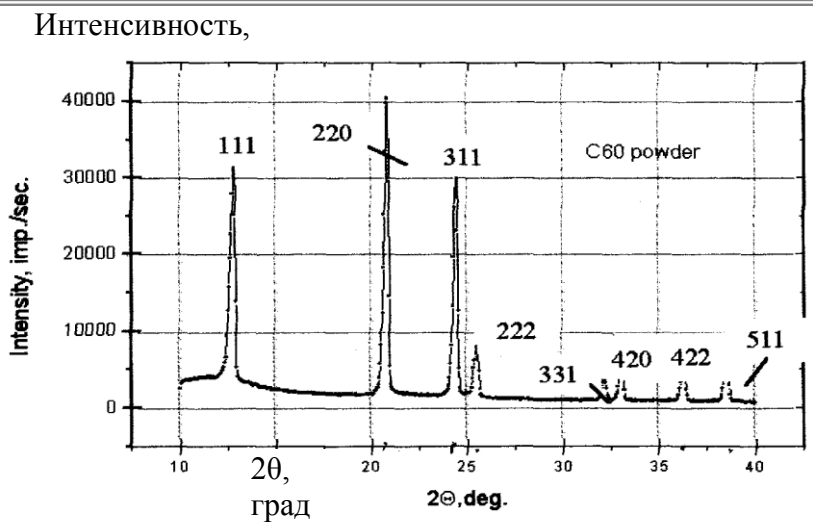


Рисунок 8 - Рентгеновская дифрактограмма порошка C_{60}

Свойства фуллеритов

Фуллериты являются полупроводниками. Допируя фуллериты различными примесями, можно получить полупроводниковые материалы с различными энергетическими уровнями примесей, а следовательно, с разными электрическими и оптическими свойствами. Твердые растворы различных элементов в фуллеритах могут быть не только полупроводниками, но и проводниками.

Наиболее изученными являются фуллериты, состоящие из молекул C_{60}. Известны фуллериты и с другим количеством атомов углерода в молекулах. Фуллерит C_{60} при комнатной температуре имеет ГЦК- либо ГПУ-структуру, причем ГЦК-решетка является более вероятной. ГЦК-кристаллы имеют параметр решетки 1,417 нм, а кристаллы с ГПУ-решеткой – параметры a = 0,9896 нм, c = 1,675 нм. Плотность кристаллов фуллерита 1,698 г/см^3. При комнатной температуре молекулы C_{60} могут вращаться в узлах решетки. Отдельные молекулы связаны друг с другом относительно слабыми ван-дер-ваальсовскими связями. При повышенных температуре и давлении фуллериты могут полимеризоваться. Полимеризованные фуллериты обладают высокой твердостью [19–21].

Фуллериты достаточно устойчивы химически и термически, хотя и представляют собой фазу, термодинамически невыгодную относительно графита. Они сохраняют стабильность в инертной атмосфере вплоть до температур порядка 1200 К, при которых происходит образование графита. Образования жидкой фазы вплоть до этих температур не наблюдается. В присутствии кислорода уже при 500 К наблюдается заметное окисление с образованием CO и CO_2. Химической деструкции фуллерита также способствует наличие следов растворителей. Фуллериты достаточно легко растворяются в неполярных ароматических растворителях и в сероуглероде CS_2.

Благодаря тому, что молекулы фуллеренов в фуллерите сближены, из них могут быть получены различные олигомеры и полимерные фазы под действием света, облучения электронами или давления. При давлении до 10 ГПа получены и охарактеризованы орторомбическая фаза, состоящая из линейных цепочек связанных между собой молекул C_{60} [22], а также тетрагональная и ромбоэдрическая фазы, состоящие из слоев с тетрагональной и гексагональной сетями межмолекулярных связей соответственно[23, 24],

Существуют данные об образовании из фуллерита ферромагнитных полимеризованных фаз (так называемый магнитный углерод) под действием давления и температуры, хотя природа этого явления и сами данные не вполне однозначны [22,23]. Существование таких фаз может быть связано с образованием дефектов, присутствием примесных атомов и частиц, а также с частичным разрушением молекул фуллерена. При давлениях свыше 10 ГПа и температурах свыше 1800 К происходит образование алмазных фаз, причем при определенных условиях могут быть получены

нанокристаллические алмазы_[25]. Отметим, что образование алмазов из фуллерита происходит при более низких температурах по сравнению с графитом.

Фуллериды

Фуллеридами называют химические соединения фуллеренов с другими химическими элементами или их комплексами. Различают экзофуллериды (соединения с образованием связей на внешней стороне сферического каркаса фуллерена) и эндофуллериды (соединения с расположением чужеродных атомов внутри сферического каркаса фуллерена). Известны экзофуллериды K_3C_{60}, Rb_3C_{60}, Cs_3C_{60}, Cu_6C_{60}, $(OH)_{24}C_{60}$ [26-28].

Для обозначения эндофуллеридов используется формула $M_m@C_n$, где M – инкапсулированный атом или молекула, а нижние индексы *m* и *n* указывают на число таких атомов и атомов углерода в молекуле фуллерена соответственно. Например, $K@C_{60}$ читается: «fullerene60-*incar*-kalium». К настоящему времени получено большое разнообразие эндофуллеридов: $Li@C_{60}$, $Na@C_{60}$, $K@C_{60}$, $N@C_{60}$, $Pr@C_{60}$, $Nd@C_{60}$, $Gd@C_{60}$, $La@C_{60}$ и $La_2@C_{60}$, $La@C_{82}$, $Er@C_{82}$ и др. В зависимости от типа и количества атомов внутри сферического каркаса эндофуллериды могут обладать как акцепторными, так и донорными свойствами [29,30].

1.3.1. Получение экзофуллеридов

Получение химических соединений фуллеренов с внешним расположением атомов чужеродных элементов осуществляется по обычной схеме химических реакций: сближение до необходимого расстояния и обеспечение необходимого температурного режима, позволяющего не только занять, но и не уйти с определенного геометрического и энергетического положения.

Особенностью фуллеритов является присутствие сравнительно больших межмолекулярных пустот, в которые могут быть внедрены атомы и небольшие молекулы. В результате заполнения этих пустот атомами щелочных металлов получают фуллериды, проявляющие сверхпроводящие свойства при температурах до 20–40 К. Обнаружены сверхпроводящие свойства фуллеридов; установлено, что температура сверхпроводящего перехода фуллеридов щелочных металлов линейно зависит от постоянной решетки [27]. Для фуллерида меди температура сверхпроводящего перехода равна 120 К [27]. Получено новое вещество Cu_6C_{60} [26], показавшее высокие эмиссионные свойства [31].

Большое внимание уделяется синтезу и изучению гидридов фуллеренов как с внешним расположением атомов водорода H_nC_{60}, так с эндоэдральным $H_n@C_{60}$. Интерес к этим соединениям обусловлен принципиальной возможностью использования их для компактного и безопасного хранения водорода. Исследование соединений $(OH)_nC_{60}$ привело к получению водорастворимых форм фуллеренов. Многообразие химических соединений фуллеренов обеспечивает широкое разнообразие их химических и физических свойств в зависимости от внедренного металла или комплекса, что вызывает большой интерес к этим соеди-нениям [32-34].

Химия фуллеренов определяется реакционной способностью сопряженных двойных связей. В проведенных экспериментах фуллериды меди получали в результате отжига двухслойной пленки $Cu–C_{60}$. При отжиге за счет диффузии меди по границам зерен фуллерита зарождается и растет новая фаза. На рис. 9 приведен характерный вид поверхности двухслойной пленки $Cu–C_{60}$ после диффузионного отжига, указывающий на рост новой фазы в фуллеритовом слое пленки. Новая фаза формируется вдоль границ зерен, образуя конусообразные выступы и еще раз подтверждая диффузионную природу их роста.

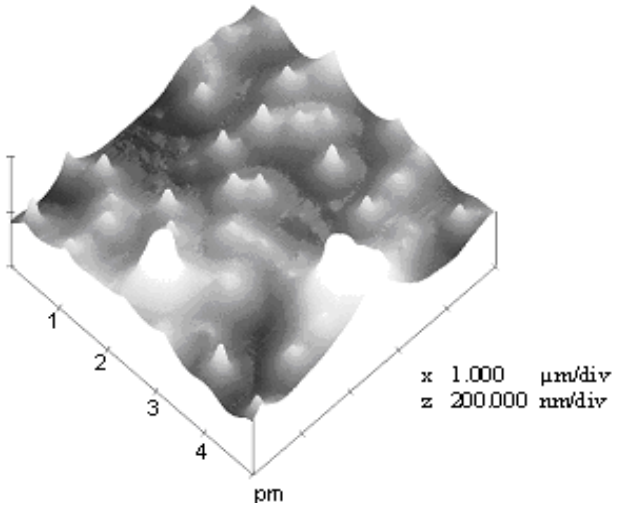


Рисунок 9 - АСМ-изображение поверхности двухслойной пленки Cu–C_{60} после отжига (T = 573 К, t = 7 ч)

Методами рентгенографии и оже-спектроскопии эта фаза была идентифицирована как Cu_6C_{60}. Дифрактограмма аналогичной пленки медь–фуллерен, представленная на рис. 10, демонстрирует линии (отмеченные знаком «х»), не принадлежащие ни меди, ни фуллерриту.

Как показано в работе [31], полученное новое вещество Cu_6C_{60} имеет высокие эмиссионные свойства. Рядом исследователей были получены экзофуллериды: K_3C_{60}, Rb_3C_{60}, Cs_3C_{60}, Cu_6C_{60}, $H_{36}C_{60}$, $H_{48}C_{60}$ и др.

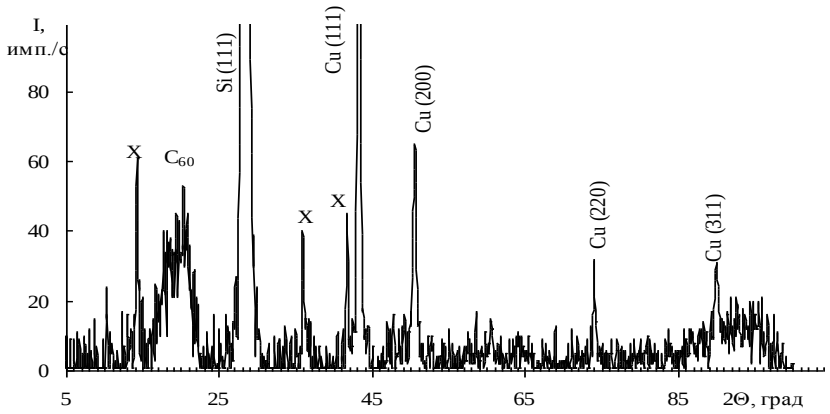


Рисунок 10 - Дифрактограмма двухслойной пленки медь–фуллерен после отжига (T = 623 К, t = 7 ч)

1.3.2. Получение эндофуллеридов

Для образования эндофуллеридов чужеродным атомам необходимо преодолеть более высокий энергетический барьер и проникнуть вовнутрь каркаса фуллереновой молекулы. Это может быть достигнуто двумя различными способами [28,29]:

– созданием таких условий, когда уже в процессе синтеза фуллеренов некоторая доля молекул оказывается заполненной атомами или молекулами элемента, присутствующего в зоне синтеза;

– внедрением атомов или молекул внутрь углеродного каркаса уже готовых молекул фуллерена.

Для осуществления первого способа наиболее часто применяется электродуговой метод, который позволяет получать эндофуллериды в макроколичествах. Для осуществления второго способа используют ионную имплантацию. Для проникновения чужеродных атомов внутрь каркаса молекулы

фуллерена требуется затратить определенную энергию, определяемую типом имплантированного атома. При ионной имплантации доля эндоэдральных молекул мала. На рис. 11 представлены зависимости отношения количества эндофуллеридов к количеству полых фуллеренов от энергии ионов щелочных металлов, используемых для бомбардировки фуллереновой пленки. Выделение фуллеридов в обоих случаях осуществляется методами экстракции и хроматографии. Тонкие пленки фуллеридов получают традиционным методом испарения и конденсации в вакууме.

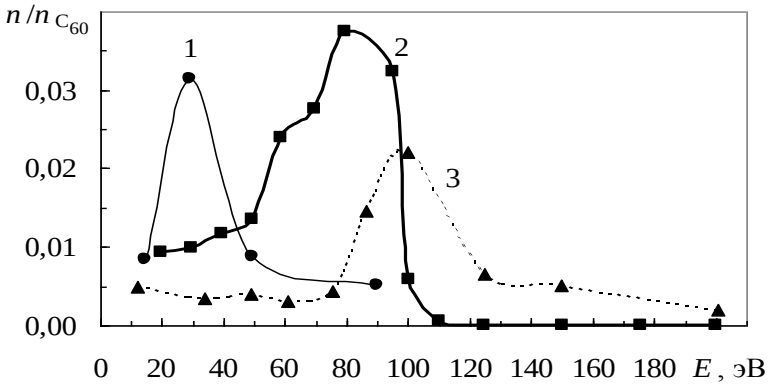


Рисунок 11 - Зависимости отношения количества эндофуллеридов к количеству полых фуллеренов от энергии ионов, используемых для бомбардировки фуллереновой пленки: *1* – Li@C_{60}; *2* – K@C_{60}; *3* – Rb@C_{60}

Однако процедура выделения эндоэдральных фуллеридов в чистом виде в макроскопическом количестве остается весьма трудоемкой. Так, в работе [35] указывается, что для получения 10 мг Y@C_{82} необходимо выполнить 40–50 хроматографических загрузок в течение 25–35 ч, при этом требуется 30–40 л толуола.

Физико-химические свойства эндофуллеридов определяются особенностями их электронной структуры. Поскольку внутренний диаметр фуллереновой оболочки значительно больше диаметра инкапсулированного атома, при передаче валентных электронов на внешнюю поверхность фуллереновой оболочки происходит смещение равновесного положения инкапсулированного атома относительно геометрического центра фуллереновой оболочки. Этим определяется наличие у таких молекул довольно значительного постоянного дипольного момента. В табл. 1 приведены значения потенциала ионизации IP, сродства к электрону EA фуллеренов и некоторых эндофуллеридов.

Таблица 1 -Потенциал ионизации IP, сродство к электрону EA фуллеренов и эндофуллеридов

Вещество	IP, эВ	EA, эВ
C_{60}	7,78	2,57
C_{70}	7,64	2,69
C_{82}	7,96	2,37
Sc@C_{82}	6,45	3,08
Y@C_{82}	6,22	3,20
La@C_{82}	6,19	3,22

Такие кристаллы должны обладать анизотропными свойствами и могут найти интересные применения в электронных устройствах. Рядом исследователей получены эндофуллериды $Li@C_{60}$, $La@C_{60}$, $Na@C_{60}$, $K@C_{60}$, $N@C_{60}$ и др[25-27,30].

В свою очередь, дипольный момент молекул придает им определенную ориентацию в кристалле, обеспечивая постоянную поляризуемость таких кристаллов. Эндофуллериды, как правило, обладают сильно выраженными анизотропными свойствами, многие из них являются сегнетоэлектриками.

Перестройка электронной структуры эндоэдрального комплекса приводит к тому, что атомы металла передают, частично или полностью, свои валентные электроны на внешнюю часть фуллереновой оболочки, практически теряя свою химическую индивидуальность. Переход валентных электронов металла на внешнюю оболочку отражается на таких электронных характеристиках молекул, как ее потенциал ионизации и сродство к электрону.

Структура и свойства фуллеридов имеют ряд особенностей и зависят от типа присоединенного или инкапсулированного комплекса. Фуллериды представляют собой новый класс объектов, которые обладают уникальными физико-химическими свойствами и чрезвычайно перспективны для практического использования. Например, фуллерид меди обладает высокими эмиссионными свойствами [37]. Эндофуллерид дейтерия перспективен для применения в мишенях нейтронного генератора, так как позволяет получать потоки нейтронов с энергией 2,5 МэВ высокой плотности [38]. Фуллериды металлоценов: $C_{60}(Fe(C_6H_5CO)_2)_2$, $C_{60}(Ni(C_6H_5CO)_2)_2$, $C_{60}(Co(C_6H_5CO)_2)_2$, замедляющие пролиферацию клеточных культур, могут найти применение в качестве бактерицидных препаратов. Как показано в работе [39], фуллерид ферроцена $C_{60}(Fe(C_6H_5CO)_2)_2$), ускоряет пролиферацию клеточных культур и может найти применение в разведении клеточных культур. Эти свойства важны как для диагностических целей, так и для ускоренного восстановления поврежденных органов и тканей у человека и животных или для ускорения биотехнологических процессов (например, для ускорения роста дрожжей). Применение фуллерида ферроцена для обработки семян рапса и пустырника сердечного привели к увеличению всхожести семян до 16,5 % и стимулировали рост взошедших растений в сравнении с контрольными посевами [40].

2. КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ И ФУЛЛЕРЕНОВ

В настоящем исследовании были апробированы различные методы получения композиционных материалов, содержащих фуллерены, изучены их структура и некоторые физические и физико-химические свойства. Для изготовления фуллеренсодержащих композитов применялись различные методы:

1) электрический дуговой разряд, 2) конденсация из совмещенных атомно-молекулярных потоков, 3) гальванический метод, 4) металлургический метод, 5) метод порошковой металлургии, 6) метод ударно-волнового динамического нагружения.

Исследован широкий спектр фуллеренсодержащих материалов на основе различных металлических матриц: меди, серебра, золота, алюминия, титана, никеля, железа, олова, индия. При этом для получения композитов на основе каждого из металлов использовались различные соотношения атомов металла и молекул фуллерена C_{60}.

2.1. Металл-фуллереновые материалы, полученные в дуговом разряде

Основные принципы: 1) выбранный металл выполняет функции анода и подложки для конденсации металл-фуллерено-вого сплава; 2) создается инертная газовая среда

для осуществления электрического дугового разряда; 3) подбираются необходимые режимы. Исследованы материалысистем: Fe–C_{60}, Cu–C_{60}, Ti–C_{60}.

Процессы получения наночастиц и их внедрения в матрицу металла, полимера, керамики обычно разделены. В наших исследованиях эти процессы были совмещены. Металл – углеродные наночастицы получены в дуговом разряде в гелиевой среде при давлении (13–65)·10^3 Па на той же установке, на которой синтезировались фуллерены и УНТ [13]. В процессе дугового разряда происходит интенсивная деструкция анода, при этом наряду с образованием наночастиц на охлаждаемой поверхности катода образуется осадок, который содержит графит, фуллерены и ультрадисперсные агрегаты углерода. Катодный осадок (депозит) в виде пористого гриба с переменной плотностью вырастает всегда при электродуговом синтезе фуллеренов или углеродных нанотрубок. В процессе получения покрытий варьировались технологические условия: давление гелия в реакционной камере, расстояние между электродами, значение тока дуги, тепловой режим при осаждении и последующем охлаждении покрытия. Изменение давления гелия изменяет соотношение количеств синтезируемых фуллеренов, углеродных нанотрубок, ультрадисперсных агрегатов углерода, ибо молекулы гелия при столкновении с элементами деструкции графита изменяют их энергию и свободный пробег, обеспечивая, таким образом, при разных давлениях более благоприятные условия синтеза того или другого продукта. При больших токах наблюдается образование кратеров, плавление края катода, появление капель металла на поверхности покрытия. Малые токи не обеспечивают стабильности горения дуги. При прочих идентичных условиях изменение расстояния между электродами приводит к изменению плотности потока частиц и их энергии при соударении с катодом. Температура катода влияет на структуру покрытия, т. к. она в значительной мере определяет диффузионные процессы при конденсации и последующей перестройке структуры сконденсированных слоёв. Время осаждения влияет не только на толщину покрытия, но существенно изменяет режимы дугового разряда и конденсации покрытия (ток, температуру и т.д.). Введение фуллеренов в металлическую матрицу значительно повышает механические свойства материалов.

Проведенные исследования структуры и свойств композиционных материалов, полученных при разных режимах, позволили выявить технологические условия, обеспечивающие получение плотных, однородных (без кратеров и наростов) материалов, имеющих высокую электропроводность, характерную для металлов. В табл. 2 приведены характеристики сплавов, изготовленных в разных режимах.

Таблица 2. Характеристики сплавов, изготовленных методом электрического дугового разряда при токе дуги 30 А и давлениях:
1– P = 180 Торр; 2 – 450 Торр; 3 –150 Торр

Характеристики	1	2	3
Плотность, г·$см^{-3}$	2,3	1,9	2,4
Удельное электросопротивление, 10^{-4} Ом·$см^{-1}$	6,2	8,8	5,9
Микротвердость, ГПа	6,9	6,2	8,2
Коэффициент трения	0,22	0,24	0,20
Модуль Юнга, ГПа	68	76	96

.

Таким образом, установлено, что используя электродугой метод можно получать сплавы на основе металлов и углеродных наночастиц с высокими значениями твёрдости и характерной для металлов электропроводностью.

2.2. Металл-фуллереновые материалы, полученные из совмещенных атомно-молекулярных потоков

Основные принципы: 1) испарения из двух источников; 2) совместная конденсация на подложке. Исследованы материалы систем: Au–C_{60}, Ag–C_{60}, Cu–C_{60}, Al–C_{60}, Sn–C_{60}, Ti–C_{60}, Ga–C_{60}, In–C_{60}, Fe–C_{60}, Ni–C_{60}.

Формирование металл-фуллереновых материалов из совмещенного атомно-молекулярного потока в вакууме осуществляется в три стадии: 1) деструкция исходных веществ; 2) доставка строительных компонентов к подложке; 3) структурирование пленки на подложке.

Поскольку фуллерены начинают сублимировать при температурах ниже 700 К, а температуры испарения металлов составляют, как правило, более 1200 К, для получения совмещенных атомно-молекулярных потоков использовали два испарителя.

Необходимая концентрация фуллеренов в пленке обеспечивалась поддержанием определенного соотношения скоростей поступления фуллерена и металла. Плотности потока молекул фуллерена и атомов металлов определялись с помощью экспериментально построенных номограмм температурной зависимости скоростей испарения металлов и фуллеренов.

Проведенные исследования показывают, что добавление молекул C_{60} в металлы даже в небольших концентрациях уменьшает размер структурных элементов до нанометровых, что может быть использовано для получения наноструктурированных материалов, обладающих рядом уникальных свойств.

Как иллюстрирует рис. 12, при изменении долевого состава компонентов размер зерен металл-фуллереновых материалов уменьшается с увеличением гетерогенности. Введение фуллеренов в металлическую матрицу значительно повышает механические свойства материалов.

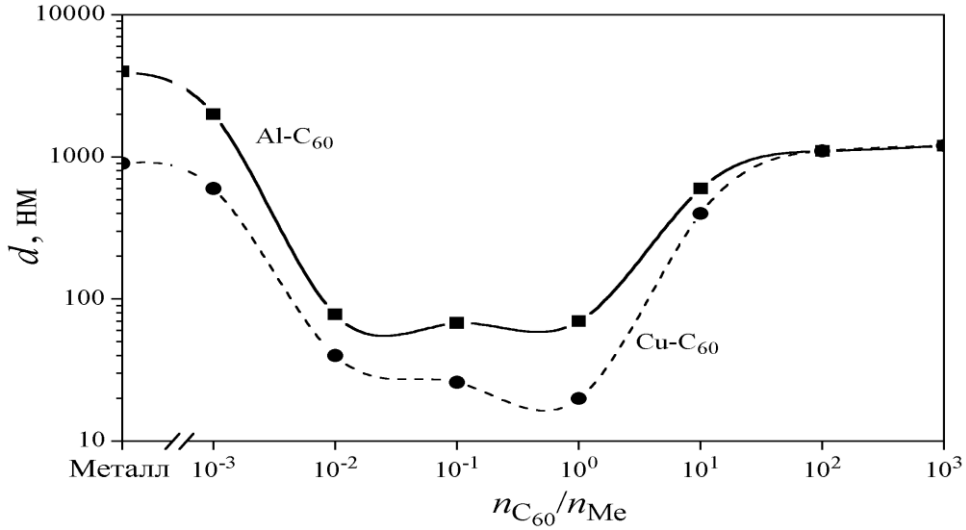


Рисунок 12 - Зависимость среднего размера зерен в металл-фуллереновых материалах от соотношения числа молекул C_{60} и числа атомов металла

Установлено, что допирование металлов фуллеренами приводит к значительному повышению прочности материала, снижению коэффициента трения, изменению электрических, оптических и других свойств материала.

Для систем $Cu–C_{60}$ и $Sn–C_{60}$ при некоторых соотношениях числа молекул C_{60} и числа атомов металла на дифрактограммах наблюдаются рефлексы, которые не принадлежат ни металлу, ни фуллериту. Штриховые рентгенограммы фуллерита, олова и их сплавов, приведенные на рис. 13, демонстрируют этот экспериментальный факт. Необходимо подчеркнуть, что химическое взаимодействие между атомами как меди, так и олова с атомами или молекулами углерода никем не наблюдалось, а растворимость атомов углерода в решетках меди и олова очень мала [26, 27].

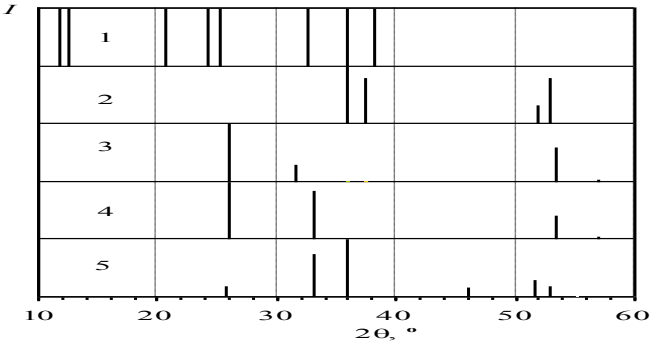


Рисунок 13 - Штриховые рентгенограммы фуллерита, олова и их сплавов:
1 – C_{60}; 2 – Sn; 3 – Sn + 8,9% C_{60}; 4 – Sn + 10,5% C_{60}; 5 – Sn + 18,5% C_{60}

Таким образом, вакуумными технологиями получены материалы, уникальные свойства которых указывают на широкие возможности использования этих материалов в приборостроении, биомедицине, оптоэлектронике и других областях хозяйственной деятельности.

2.3. Металл-фуллереновые материалы, полученные гальваническим методом

Основные принципы метода: 1) выбирается подходящий электролит; 2) раствор фуллеренов вводится в электролит; 3) прово-дится УЗ-диспергирование электролита с раствором $C_{60,}$ 4) подбираются необходимые режимы. Исследованы материалы систем: 1) Cu–C_{60}, 2) Ni–C_{60}, 3) Sn–C_{60}.

Электрохимическое осаждение проводилось из нескольких электролитов (оловянирование, меднение и никелирование) при различных комбинациях таких влияющих факторов, как плотность тока, концентрация фуллерена в электролите и стимулирующее воздействие лазерного излучения [41].

Фуллеренсодержащий порошок добавлялся в электролиты непосредственно или предварительно растворенным в бензоле. Плотность тока и время протекания процесса варьировались таким образом, чтобы получить пленки одинаковой толщины. Перед нанесением электрохимических покрытий проводилось химическое обезжиривание образцов ацетоном и спиртом.

Подложки погружались в электролит строго горизонтально таким образом, чтобы расстояние между ними и поверхностью электролита было 5 мм. При использовании лазера его луч, сфокусированный в пятно на поверхности подложки диаметром 1 мм, сканировал поверхность со скоростью 1 мм/с по замкнутой траектории общей площадью 1,5 $см^2$.

Были исследованы пленки Ni, Ni–C_{60}, Sn и Sn–C_{60} толщиной 10 мкм, полученные электрохимическим осаждением на пленку из нержавеющей стали толщиной 0,1 мкм, предварительно нанесенную вакуумным осаждением на стеклянную подложку.

Получение композиционных гальванических покрытий на основе металла и углеродных наночастиц электрохимическим осаждением включало приготовление электролита, химическое обезжиривание деталей в щелочном растворе, электрохимическое обезжиривание в том же растворе, травление химическое матовое и глянцевое, активирование химическое в слабом растворе кислоты, гальваническое осаждение в электролите.

Удельное электрическое сопротивление композиционных покрытий зависит от плотности тока при их осаждении нелинейно (рис. 14).

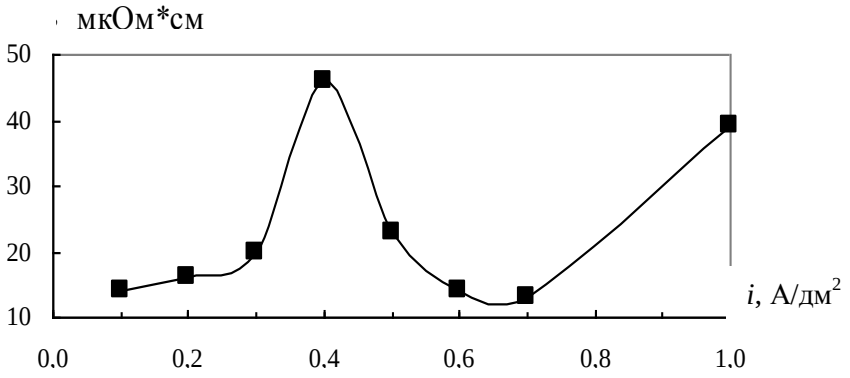


Рисунок 14 - Зависимость удельного электрического сопротивления покрытий Ni–C_{60} от плотности тока при электролитическом осаждении

Установлено, что сплавы на основе металлов и фуллеренов, полученные гальваническим методом, обладают высокой электропроводностью и низким коэффициентом трения. Такая зависимость удельного электрического сопротивления покрытий Ni–C_{60} обусловлена зависимостью скорости дрейфа нанокапель раствора фуллеренов, образовавшихся под ультразвуковым воздействием, от плотности тока при осаждении.

Полученные электролитическим методом сплавы Ni–C_{60} имели коэффициент трения в 2,5–3,0 раза меньше, чем никелевое покрытие, полученное таким же способом. На рис. 15 представлены зависимости коэффициента сухого трения от количества циклов для чистого никеля и никель-фуллереновых сплавов.

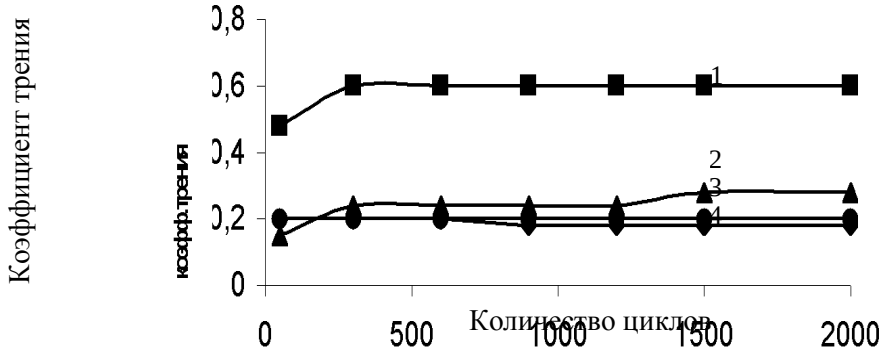


Рисунок 15 - Зависимости коэффициента сухого трения от количества циклов: 1 – Ni; 2, 3, 4 – Ni–C_{60} ($C_{фул}$ = 0,1 г/л; T = 50 °С; $i_{кср}$ = 5 А/дм^2)

2.4. Металлургический метод получения металл-фуллереновых материалов

Основные принципы метода: 1) в расплавленный металл вводится порошок фуллерита C_{60}; 2) проводится УЗ-диспергирование смеси Me–C_{60}; 3) подбираются необходимые режимы охлаждения; 4) проводится охлаждение. Исследованы материалы систем: Ga–C_{60}, In–C_{60}, Al–C_{60}.

При получении композиционных материалов металлургическим сплавлением раствор фуллеренов добавляли в расплав металла при интенсивном ультразвуковом перемешивании расплава [42].

Установлено, что введение фуллеренов в расплавы металлов приводит к тому, что их кристаллизация начинается при значительном переохлаждении. Переохлажденный расплав металлов, содержащий 1 мас.% фуллеренов может находиться в жидком состоянии длительное время. На рис. 16 показаны диаграммы нагрева и охлаждения галлия с введенными молекулами фуллерена C_{60}.

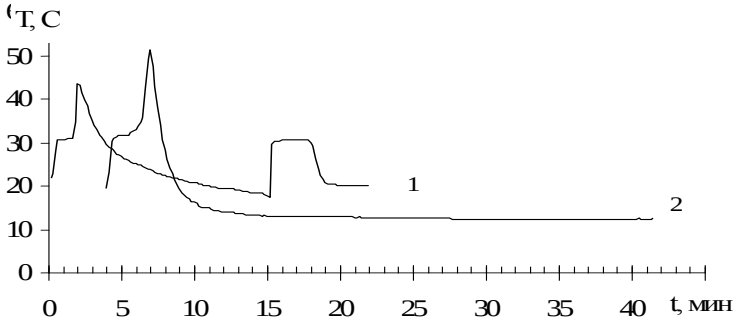


Рисунок 16 - Изменение температуры образцов галлия с 1 мас.% C_{60} при нагревании и охлаждении

По-видимому, кластерное структурирование расплавов металла фуллеренами создает сеть внутренних поверхностей, которые препятствуют образованию зародышей критического размера.

Достоинства метода: высокая производительность, возможность получения изделий заданной формы, а недостаток – низкая однородность состава материала.

2.5. Металл-фуллереновые материалы, полученные методом порошковой металлургии

Основные принципы: 1) порошки металла и фуллерита тщательно перемешиваются; 2) смесь порошков помещается в специальные пресс-формы; 3) подбираются необходимые режимы давления и температуры; 4) при выбранных режимах заготовка выдерживается t минут; 5) проводится сброс давления и охлаждение.Исследованы материалы систем: Fe–C_{60}, Al–C_{60}.

Металл-фуллереновые образцы изготавливались из шихты, представляющей собой смесь порошка карбонильного железа с 5–7 мас.% фуллеренсодержащей сажей. Спрессованные заготовки спекались на прессовой установке ДО 137А в устройстве высокого давления типа «наковальня с углублением» при давлении 6 ГПа и температуре 1800 К в течение 120 с.

Металлографический анализ позволил выявить три фазы, содержащие разные доли углерода [43]. На рис. 17 приведена структура шлифа сплава железо–фуллерен.

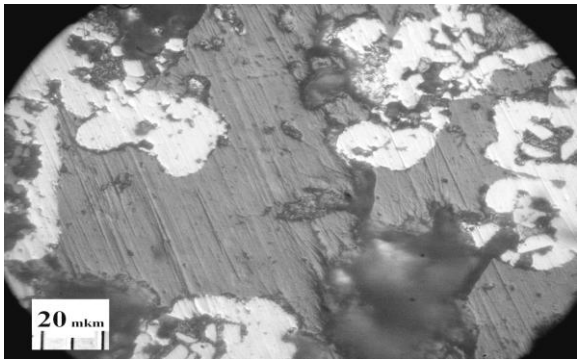


Рисунок 17 - Структура сплава железо–фуллерен

Микротвердость одной из фаз (на рис. 17 – темного цвета) оказалась очень высокой (5,8–6,7 ГПа).

2.6. Металл-фуллереновые материалы, полученные методом ударно-волнового динамического нагружения

Основные принципы: 1) порошки металла и фуллерита тщательно перемешиваются; 2) смесь порошков помещается в специальные пресс-формы; 3)

подбираются необходимые режимы давления и температуры; 4) при выбранных режимах заготовка выдерживается t минут; 5) проводится сброс давления и охлаждение. Исследованы материалы сисатем: Fe – C_{60}, Al – C_{60}.

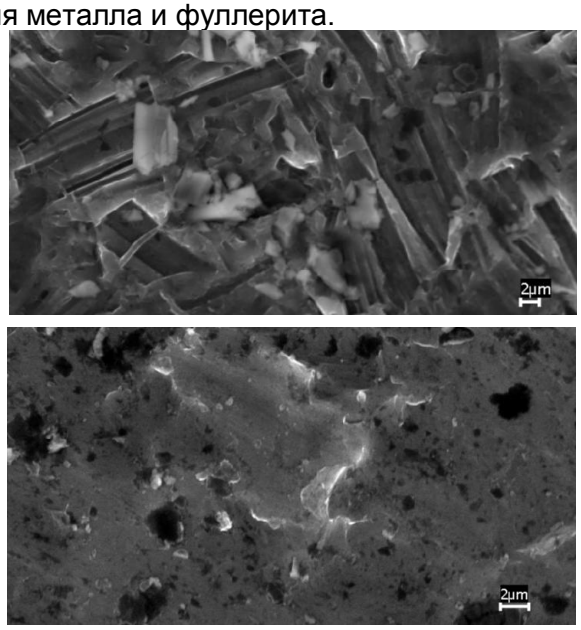
Между двумя пакетами, в которых чередовались слои меди и алюминия, размещалась смесь порошков Al_2O_3 и C_{60} [44, 45].

Предполагалось, что при взрыве C_{60} сублимирует, частицы Al_2O_3 (диаметр 70 нм) и молекулы C_{60} (диаметр 0,71 нм) будут имплантированы в металлические фольги. После импульсной ударно-волновой обработки пакетов анализировались как металлические фольги, так и образовавшаяся в результате взрыва оксидная прессовка с фуллеритовыми вкраплениями.

На поверхности фольг из алюминия и были получены необычные структуры (рис. 18). Поверхность алюминиевой фольги испещрена выступами и впадинами, которые по своим размерам и конфигурации соответствуют структуре поверхности, прилегающей к порошковой прессовке. Кроме того, видны достаточно большие (до 2–3 мкм) отверстия, по-видимому, от порошинок фуллерита (рис. 18, *а*). С обратной стороны этой фольги наблюдаются «выходы прострелов», свидетельствующие о проходе через нее частиц (рис. 18, *б*).

Таким образом, показана возможность внедрения углеродных наночастиц в металлы методами импульсной ударно-волновой обработки.

Удельное электросопротивление металл-фуллереновых пленок (если не образуются новые фазы) может изменяться в пределах значений удельного электросопротивления металла и фуллерита.



а

б

Рисунок 18 - РЭМ-изображение поверхностей алюминиевой фольги:
а – сторона соприкасающаяся с порошком C_{60}; *б* – обратная сторона фольги

Взаимодействие молекул C_{60} между собой и с атомами металла может приводить к возникновению упорядоченных структур. Фазовые включения могут существенно изменять вид концентрационной зависимости удельного электрического сопротивления.

2.7. Особенности свойств металл-фуллереновых композитов

Важнейшей особенностью металл-фуллереновых композитов не зависимо от способов их получения является ультрадисперстность их кристаллической структуры. Физические и физико-химические свойства фуллеренсодержащих композитов зависят как от типа металла, так и от долевых соотношений молекул C_{60} и атомов металла.

2.7.1. Механические свойства

Механические свойства исследовались по диаграммам растяжения и определения микпротвердости. Для всех исследованных систем наблюдалось значительное увеличение модуля Юнга и прочности металлов. Для тонких пленок испытания на твёрдость проводились трёхгранным индентором Берковича на нанотвердомере «Nano Indenter II» при малых нагрузках (<20 мН) [46,47]. На рис. 19 представлена типичная диаграмма внедрения индентора Берковича для фуллеритовых плёнок.

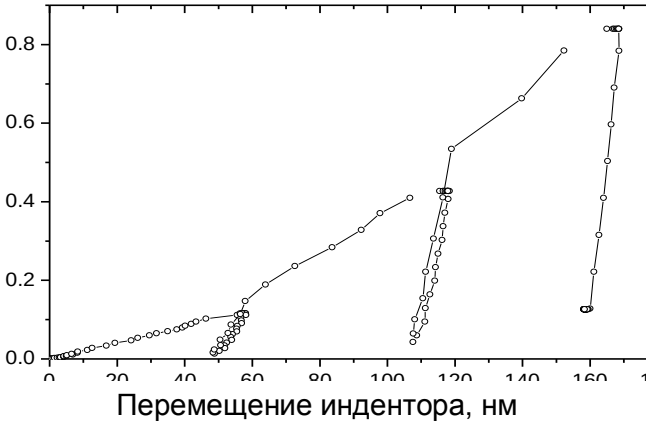


Рисунок 19 - Диаграмма внедрения индентора Берковича для фуллеритовых плёнок

Установлено, что нанотвёрдость фуллеритовой плёнки, осажденной на неподогреваемую подложку из окисленного кремния, составляет 0,8 ГПа. Нанотвёрдость плёнок C_{60} (150 нм) – Ti (60 нм), осажденных на подогреваемую подложку ($T_п$ = 420 К), оказалась в два раза меньше, несмотря на слой титана (рис. 20). Различие значений нанотвёрдости объясняется влиянием структуры.

При осаждении на неподогреваемую подложку формируется мелкодисперсная структура фуллеритовой плёнки со средним размером зерна 30 нм. При конденсации на подогреваемую подложку размер зёрен достигает значений 250-270 нм., а слой титана очень тонкий (60 нм), поэтому нанотвёрдость фуллерита значительно не увеличивается.

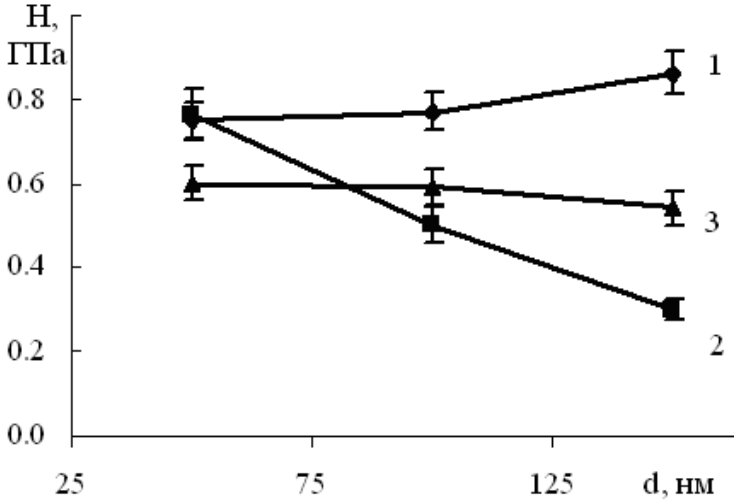


Рисунок 20 - Зависимость нанотвёрдости плёнок от глубины проникновения Индентора: 1 – C_{60} (d = 300 нм); 2 – C_{60} (d = 3 мкм) – Ti (d = 60 нм); 3 – C_{60} (d = 3 мкм) – Ti (d = 60 нм) после отжига при T = 470 К, t = 10 ч

Для наноматериалов свойственна зависимость механических свойств от размера зерна [47]. Например, микротвердость пропорциональна пределу текучести σ_y, зависимость которого от размера зерен d определяется законом Холла-Петча:

$\sigma_y=\sigma_o+k_y d^{-1/2}$.

На рис.21 представлена зависимость микротвердости меди и армко-железа от размера зерен.

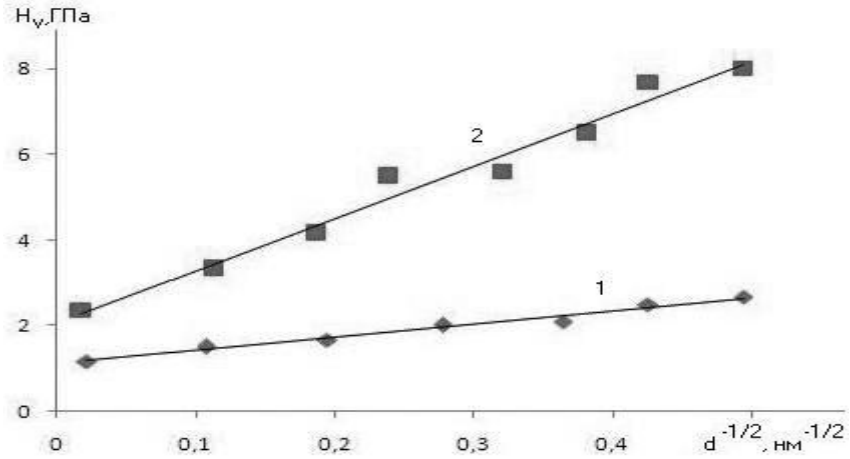


Рисунок 21 - Влияние размера зерен на микротвердость металлов:
1- для меди, 2-для армко-железа

Введением фуллеренов в металлическую матрицу может быть достигнуто значительное увеличение модуля Юнга и прочности металлов. Например, добавление 1 масс. % C_{60} в титан приводит к увеличению модуля Юнга на 40%, а напряжения на разрыв – на 25% [47, 48].

2.7.2. Электрические свойства

Особенности электрических свойств металл-фуллереновых материалов хорошо продемонстрированы в работе [49]. На рис. 22 представлены типичные частотные зависимости относительного изменения полного электрического сопротивления металл-фуллереновых пленок. Увеличение доли фуллеритовых наночастиц в металл-фуллереновой структуре для переменного тока влечет за собой изменение значения как емкостной, так и резистивной составляющих электросопротивления.

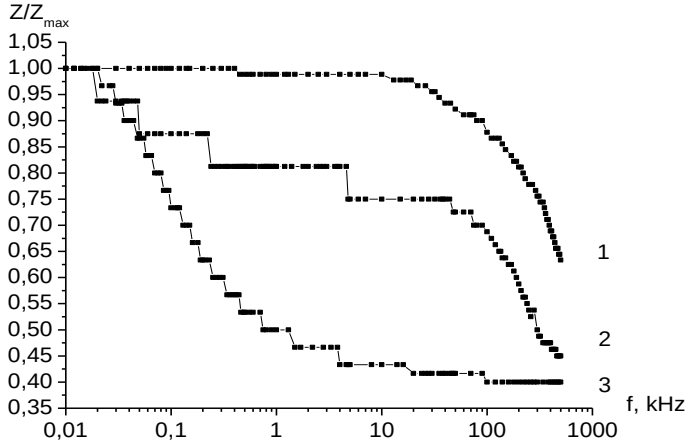


Рисунок 22 - Зависимость относительного изменения полного электросопротивления Z/Z_{max} титан-фуллереновых пленок от частоты переменного тока: *1* – 2,0 мас.% C_{60}; *2* – 5,3; *3* – 12,0

Это изменение приводит к сдвигу минимума сопротивления в область более низких частот. Таким образом, металл-фуллереновые структуры на переменном токе проявляют свойства R–C–L-цепочек и могут использоваться как материал электротехнического назначения.

Получен титан-фуллереновый материал, который на переменном токе проявляет свойства R–C–L-цепочек. На основе этого материала разработан фильтр верхних частот, для которого положение минимума электрического сопротвления на частотной зависимости определяется долевым соотношением титана и фуллерита [49,50].

На рис. 23 представлены зависимости изменения электри-ческого сопротивления пленок Ti–C_{60} от частоты при различных долевых соотношениях атомов Ti к числу молекул C_{60}.

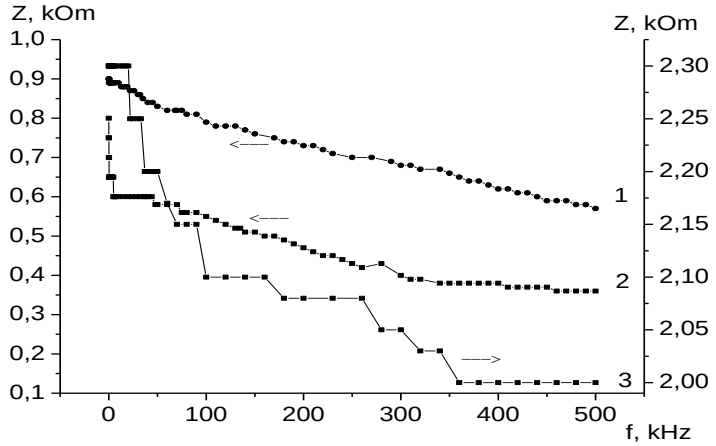


Рисунок 23 - Зависимость изменения электрического сопротивления пленок от частоты при различных соотношениях компонентов n_{Ti}/n_{C60}: 1 – 680, 2 – 270, 3 –140

На рис. 24 представлены зависимости удельного сопротивления пленок Cu–C_{60} от концентрации меди. Выявляется локальный минимум, соответствующий n_{Cu}/n_{C60} = 12, что, вероятно, связано с образованием фазы $Cu_{12}C_{60}$.

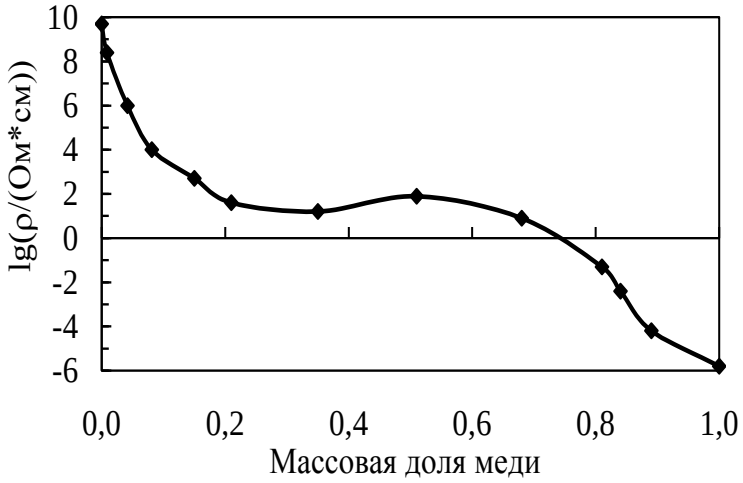


Рисунок 24 - Зависимость удельного электросопротивления пленок Cu-C_{60} от массовой доли меди

Электрические свойства пленок с высокой концентрацией фуллеренов нестабильны. Электрическое сопротивление и температурный коэффициент электросопротивления одной и той же пленки может меняться с температурой и временем хранения [51]. Изменение электрических свойств при изменении температуры и пропускании тока указывают на присутствие как обратимых, так и необратимых структурных изменений при взаимодействии пленок с окружающей средой (рис. 25).

Металл-фуллереновые пленки являются хорошими сорбентами. На рис. 23 приведена зависимость изменения электросопротивления пленки Cu–C_{60} с разным содержанием фуллерена от времени их хранения на воздухе.

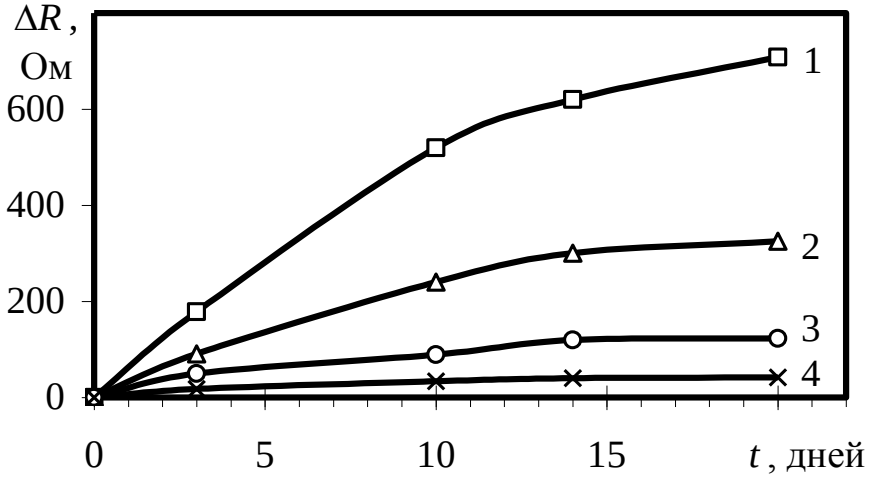


Рисунок 25 - Изменение электросопротивления пленок Cu-C_{60} с разным соотношением компонентов n_{Cu}/n_{C60} при хранении на воздухе:
1 – 6; 2 – 7; 3 – 9; 4 – 12

Эффект изменения электросопротивления пленок в данном случае можно связать с сорбцией газов, обусловленной сорбционными свойствами фуллерена C_{60}.

2.7.3. Тензоэлектрические свойства метал-фуллереновых композитов

Тензоэлектрические свойства материала чаще всего характеризуют коэффициентом тензочуствительности γ, который определяется как частное от деления относительного изменения электрического сопротивления ΔR/R на относительную деформацию Δl/l [52]

Результаты изменения коэффициента тензочуствительности (γ) для материалов системы Ti-C_{60} с разными долевыми отношениями N_{Ti}/N_{C60}, приведены в таблице 3.

Таблица 3 -Параметры структур Ti +C_{60}.

№ Обр.	N_{Ti}/N_{C60}	h, нм	$\rho \cdot 10^{-3}$· Ом·см	$\gamma_{ср}$
1	280	230	2,75	14,8
2	170	270	3,04	5,8
3	90	300	5,268	2,5
4	60	360	9,42	3,6
5	40	250	34,22	3,8

График зависимости удельного электросопротивления ρ и коэффициента тензочувствительности γ от соотношения числа атомов титана и меди к числу молекул фуллерена N_{Me}/N_{C60} в композите приведен на рисунках 26 и 27.

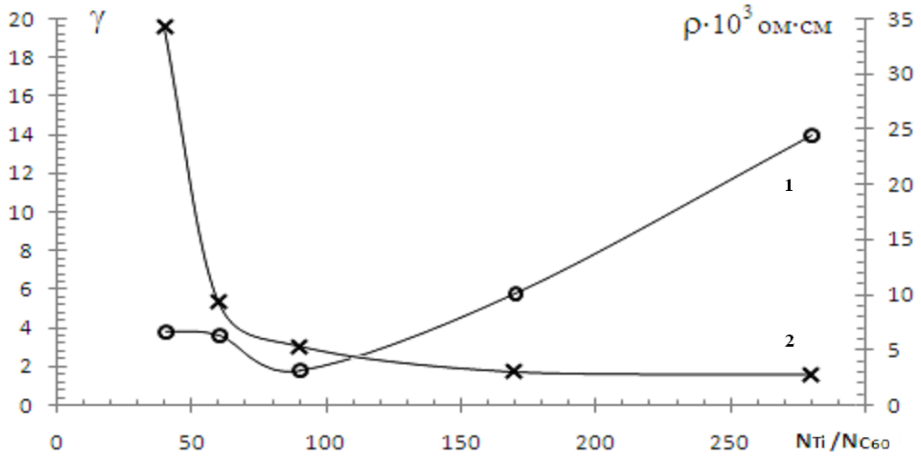


Рисунок 26 - Изменение коэффициента тензочувствительности γ (1) и удельного сопротивления ρ (2) от долевого отношения N_{Ti}/N_{C60}

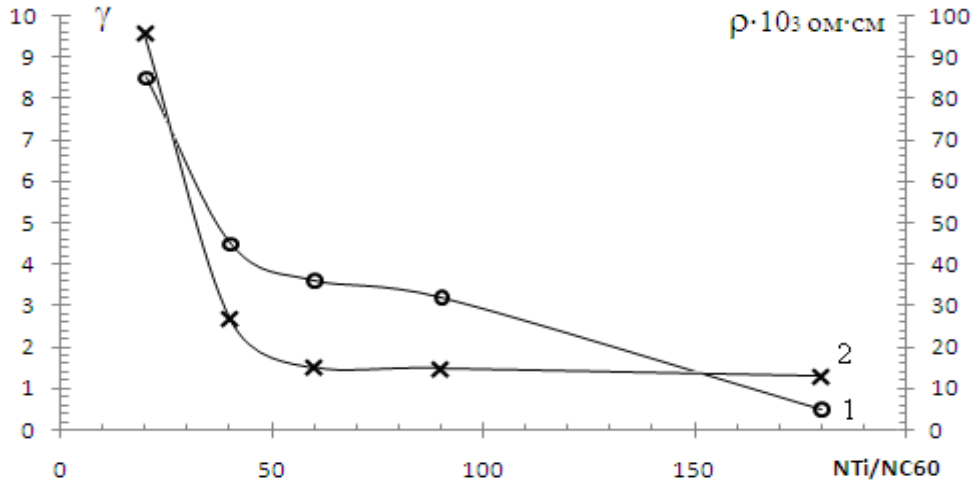


Рисунок 27 - Изменение коэффициента тензочувствительности γ (1) и удельного сопротивления ρ (2) от долевого отношения N_{Cu}/N_{C60}

Наибольшее значение коэффициента тензосопротивления γ = 14,8 у титана с долевым отношением n/n= 280. Дальнейшее добавление C_{60} приводит к его (γ) уменьшению. Причина в изменении проводимости при добавлении C_{60}. Изменение проводимости – появление реактивной составляющей.

2.7. 4. Термоэлектрические свойства метал-фуллереновых композитов

Из всех термоэлектрических коэффициентов наиболее надежно поддается измерениям коэффициент, обусловленный эффектом Зеебека или просто - термоэдс. В композитах Ме-C_{60} чем выше концентрация C_{60}, тем более высокие значения термоэдс [53].

Для примера рассмотрим изменения термоэдс в композитах системы Ti-C_{60}. Термоэдс титана в паре со свинцом при комнатной температуре имеет значение α= -3 мкВ/К. Плёнки из титана толщиной d=100 нм имеют отрицательное значение α=–5,6 мкв/К. График зависимости изменения термоэдс плёнок титана от толщины приведен на рис.28.

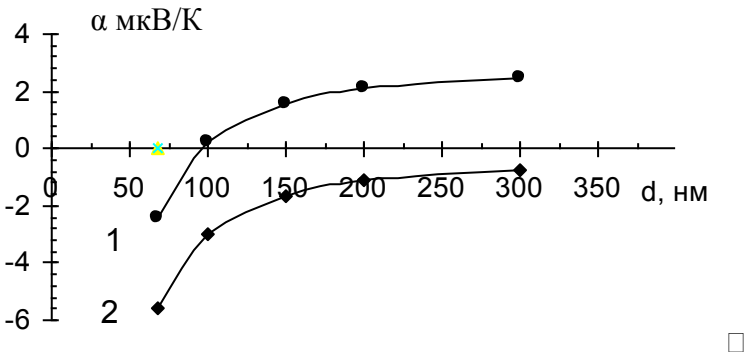


Рисунок 28 - Значения термоэдс плёнки титана от толщины.
1.- относительно Pb, 2.- относительно Cu.

При толщине плёнки Ti более 100 нм значение термоэдс α равнометно возрастает с толщиной и при толщинах более 300 нм её значение приближается к значению термоэдс объёмного материала.

Плёнки композиционного материала Ti-C_{60} с долевым отношением n/n=1400 имеют положительное значение α=+12 мкв/К. Внедрение молекул фуллерена в титан даже в небольших количествах, приводит к изменению знака и увеличению значения термоэдс.

Зависимость термоэдс от долевого соотношения n/n для плёнок Ti-C_{60} приведены на рис. 29.

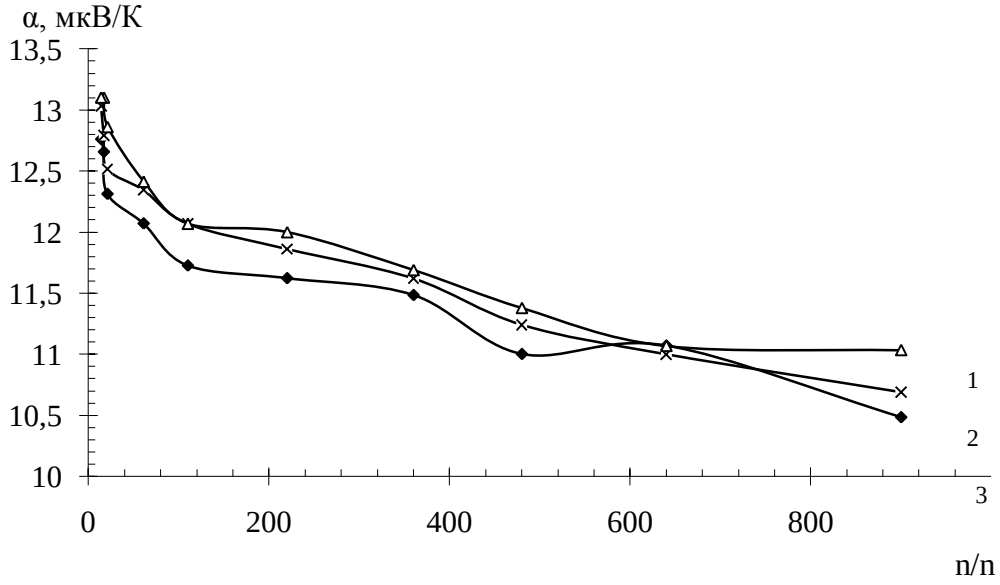


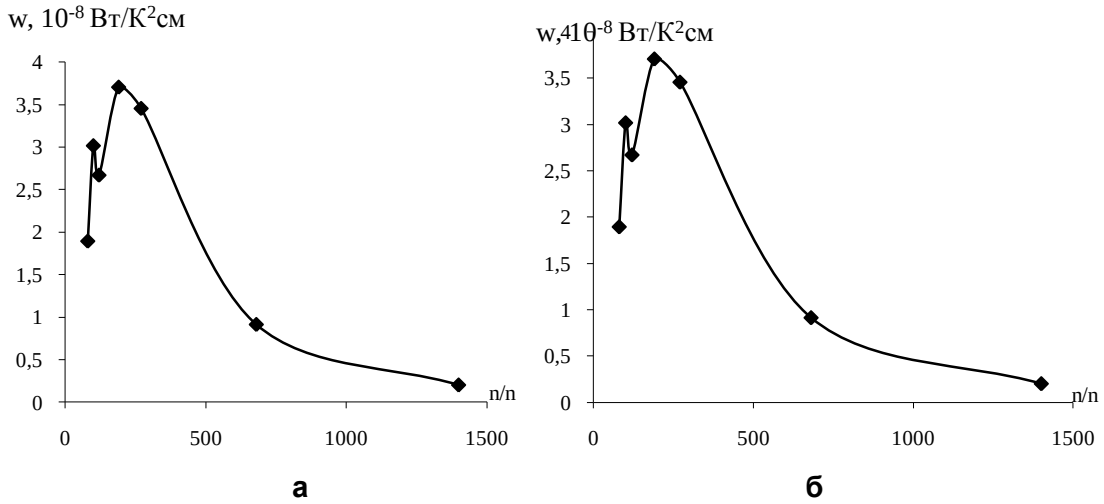
Рисунок 29 -. Зависимость термо ЭДС от долевого отношения Ti-C_{60} с различным толщинами:
1). d=150 нм. 2). d=110 нм. 3). d=86 нм.

Значение термоэдс покрытий Ti-C_{60} сильно зависят от долевого отношения Ti/C_{60} и может достигать 30 мкВ/К. В тоже время влияное толщины покрытия на термоэдс не значительно.

Графики термоэдс имеют два участка. Участок с долевыми соотношениями $n_{ме}/n_{C60}$>120 до $n_{ме}/n_{C60}$≤860, на котором значения термоэдс мало изменяются от концентрации и участок с долевыми соотношениями менее $n_{ме}/n_{C60}$≤120, на котором с уменьшением доли металла наблюдается сильный рост термоэдс.

С уменьшением доли титана $n_{ме}/n_{C60}$≤120, наблюдается рост термоэдс в несколько раз (в 5 раз для данных образцов). Однако использование этого эффекта затруднено

из-за малой термоэлектрической эффективности $w=\alpha^2/p$. Зависимость термоэлектрической эффективности от долевого соотношения n/n для различных толщин плёнок приведена на рис.30.



а **б**

Рисунок 30 - Зависимость термоэлектрической эффективности плёнок Ti-C_{60} от их долевого состава для различных толщин плёнок: а - $d_{ср}$ = 50 нм., б - $d_{ср}$ = 110 нм.

Для зависимостей термоэлектрической эффективности от долевого состава имеется максимум соответствующий долевому отношению Ti/C_{60} n/n≈120.

2.7.5. Трибологические свойства

Введение фуллеренов в покрытия оказывает существенное влияние на их трибологические характеристики [54,55]. Экспериментально установлено, что коэффициент трения и износостойкость металл-фуллереновых пленок зависит от типа металла, концентрации компонентов, температуры подложки и толщины пленок. Рис. 31 иллюстрирует зависимости коэффициента трения от продолжительности испытаний трибопары пленка Ti–C_{60}–титан.

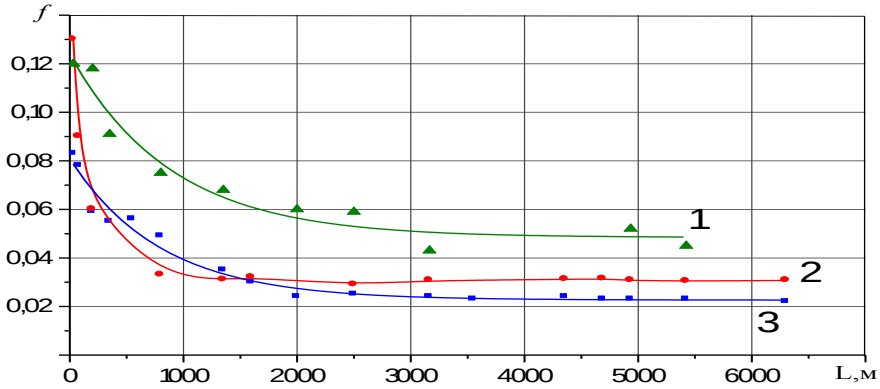


Рисунок 31 - Зависимость коэффициента трения пары пленка Ti–C_{60}–титан от пути трения: 1 – Ti/C_{60} = 20; 2 – 120; 3 – 260

Анализ данных показывает, что значения износостойкости металл-фуллереновых пленок существенно больше значений для пленок чистых металлов. На рис. 32 приведены данные объёмного износа от нагрузки на узел трения для пленок никеля и композитных пленок с соотношением компонет n_{Ni}/nc_{60}= 1000.

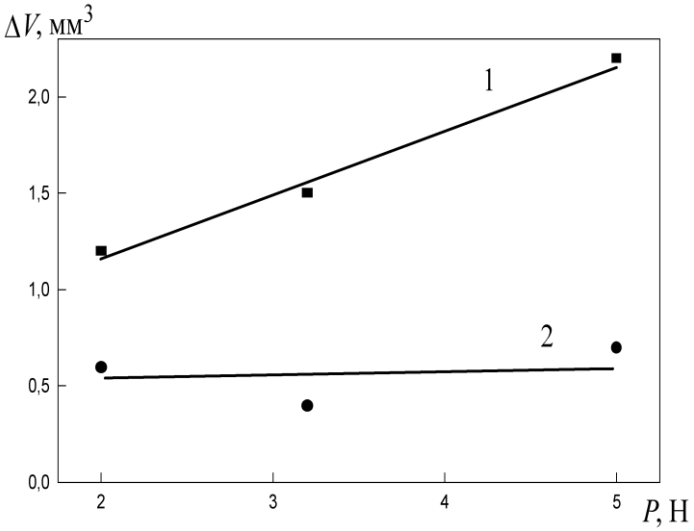


Рисунок 32 — Зависимость объёмного износа от нагрузки:
1 — подложка без покрытия; 2 — подложка с покрытием Ni-C_{60}

Таким образом, рассмотрев способы получения фуллеренсодержащих композитов на основе металлических матриц и результаты исследования их структуры и физических свойств, легко сделать вывод, что композиционные материалы на основе металлов и фуллеренов имеют хорошие перспективы для их применения в различных областях техники, сенсорной электроники и биомедицине.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Фуллерены – это особый вид углеродных молекул-кластеров нанометровых размеров, обладающих значительно большей устойчивостью в сравнении с обычными кластерами-конгломератами атомов. С их открытием материаловеды получили многообещающие возможности как по модификации имеющихся, так и по разработке новых материалов и веществ.

Металл-фуллереновые материалы обладают самым широким диапазоном изменения физических и физико-химических свойств. Введение фуллеренов в материалы даже в небольших долях (до 1,0 мас.%) существенно (в некоторых случаях в разы) изменяет их физические и физико-химические свойства.

Разработаны различные методы получения новых типов нанокомпозитных металл-фуллереновых материалов.

Уникальные свойства углеродных фуллеренов и материалов, их содержащих, указывают на перспективы использования этих материалов в качестве покрытий в машиностроении, оптоэлектронике, биомедицине, авиастроении и в других областях хозяйственной деятельности, значительно увеличивая возможности приборов и механизмов.

Работа выполнена в рамках международного сотрудничества между Институтом тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси и Киевским национальным университетом имени Тараса Шевченко (код проекта Ф16К-075).

Список литературы:

1. Трефилов В. И., Щур Д. В., Тарасов Б. П. и др. Фуллерены – основа материалов будущего. Киев: АДЕФ, 2001. – 148 с.
2. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: Физматлит. 2005. – 416 с.
3. Сидоров Л. Н., Юровская М. А. Фуллерены. М.: МГУ, 2004. – 688 с.
4. Витязь П. А., Свидунович Н. А., Куис Д. В. Наноматериаловедение: учеб. Пособие. Минск: Высш. шк., 2015. – 511 с.
5. Губин С. П., Ткачев С. В. Графен и родственные наноформы углерода. М.: Книжный дом «Либроком», 2012. – 104 с.

6. Трошин П. А., Трошина О. А., Любовская Р. Н., Разумов В. Ф. Функциональные производные фуллеренов: методы синтеза и перспективы использования в органической электронике и биомедицине. Иваново: ИвГУ, 2008. – 309 с.

7. Витязь П. А., Стельмах В. Ф., Шпилевский Э. М. Фуллерены и фуллеренсодержащие материалы // Фуллерены и фуллеренсодержащие материалы: сб. науч. тр. Минск: БГУ, 2002. С. 5–26.

8. Hirahara K., Bandow S., Koto H., Okazaki T., Chino-hara H. One-dimenshional metallofullerene crystal generated inside single-walled carbon nanotubes // Phys. Rev. Lett. 2000. No. 85. P. 5384–5387.

9. Prinzbach H., Weiler A., Landenberger P. et al. Gas-phase production and photoelectron spectroscopy of the smallest fullerene C_{20} // Nature. 2000. Vol. 407, No. 6800. P. 60–63.

10. Поклонский Н. А., Кисляков Е. Ф., Бубель О. Н., Вырко С. А. Кулоновская дисторсия карбододекаэдра C_{20}^{2+} // Журн. Прикл. спектроскопии. 2002. Т. 69, № 3. С. 283–286.

11. Станкевич И. В., Соколов В. И. Достижения химии фуллеренов // Изв. РАН. Сер. хим. 2004. № 9. С. 1749–1769.

12. Елецкий А. В., Смирнов Б. М. Фуллерены и структуры углерода // Успехи физ. наук, 1995. Т. 165. № 9. С. 977–1009.

13. Патент РБ № 80, МПК 6 B 01J 19/00. Устройство для получения фуллеренов (авторы: С. В. Адашкевич, К. В. Войтик, А. С. Дрозд, В. Е. Матюшков, И. А. Самарин, В. Ф. Стельмах, Э. М. Шпилевский). Дата публ. 30.12.1999.

14. Патент РБ № 78, МПК 6 B 01D 11/00. Устройство для экстракции растворимых веществ. (авторы: С. В. Адашкевич, О. А. Ивашкевич, А. Г. Солдатов, В. Ф. Стельмах, Э. М. Шпилевский, Т. М. Шункевич). Дата публ. 30.12.1999.

15. Zhdanok S. A., Shpilevsky E. M., Shpilevsky M. E, Vasiliev I. I. Production of the materials containing carbon nanoparticles in plasma the electroarc // Nonequilibrium processes in combustion and plasmabased technologies. Contributed papers. Minsk: A. V. Luikov Heat and Mass Transfer Institute, 2006. P. 194–197.

16. Zhdanok S. A., Stelmakh V. F., Shpilevsky. E. M., Shilagardi G., Stelmakh V. F. Phisical properties of metal-fullerene materials.Ulaanbaator: University Press, 2005. P. 127–134.

17. Шпилевский Э. М. Фуллерены – новые молекулы для новых материалов// Наука и инновации, 2006. № 5. С. 32–38.

18. Хмыль А. А., Ланин В. Л., Шпилевский Э. М. Композиционные покрытия на основе проводящих металлов и углеродных кластеров для подвижных электрических контактов// Вестн. Полоцкого гос. ун-та. Сер. фундам. науки. Физика, 2006. № 4. С. 74–79.

19. Дмитренко О. П., Шпилевский Э. М., Кулиш Н. П. и др. Электронная и колебательная структура пленок C_{60} с металлами // Физ. и хим. поверхности, 2007. № 4. С. 152–156.

20. Жданок С. А., Шпилевский Э. М., Шпилевский М. Э. Синтез металл-фуллереновых материалов в вакууме // Вакуумная наука и техника: сб. науч. ст. М.: МИЭМ, 2007. С. 112–117.

21. Витязь П. А., Жданок С. А., Шпилевский Э. М. Вещества и материалы на основе углеродных наночастиц // Фуллерены и фуллереноподобные структуры: сб. науч. ст. Минск: Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, 2005. С. 3–14.

22. Gu Z., Khabashek V.N., Davydov V.A., Rakhmanina A.V., AgafonovV.I. “Fluorination of Crystalline Polymerized Phases of C60 Fullerene”, Fullerenes, Nanotubes, and Carbon Nanostructures, 2006. V.14, No 2-3, p. 303-306.

23. Булавін Л. А., Дмитренко О. П., Білий М. М., уліш М. П., Попенко В. І., Прилуцький Ю. І., Стащук В. С., Павленко О. Л., Погорєлов О. Є., Шпилєвський Е. М.,

Шарф П. Електронна та коливна структура плівок C_{60} з металами // Фізика і хімія твердого тіла, 2008. Т. 9, № 2. С. 328–332.

24. Шпилевский Э. М., Тувшинтур Шилагарди Г., Филатов С. А. Вакуумные технологии получения материалов, содержащих углеродные наночастицы // Вакуумная техника, материалы и технология. М.: НОВЕЛЛА, 2016. С. 135–140.

25. Popov M., Buga S., Vysikaylo Ph., Stepanov P., Tatyanin E., Medvedev V., Kirichenko A., Skok V., Blank V. // Phys. Status Solidi, 2011. Vol. A 208. P. 2783–2789.

26. Баран Л. В., Шпилевский Э. М., Ухов В. А. Образование фаз в слоях медь-фуллерит при отжиге в вакууме // Вакуумная техника и технология, 2004. Т. 14. №1. С. 41–46.

27. Шпилевский Э.М. Физико-химия фуллеренов.//Актуальные проблемы физики твердого тела. Минск: Вараксин, 2011. Т.3. С. 286-290.

28. Шульга Ю.М., Тарасов Б.П. Кристаллические гидрофуллерены: получение и свойства.//Фуллерены и фуллереноподобные структуры. Минск: БГУ, 2000. -С.14-19.

29. Шпилевский Э. М., Шпилевский М. Э., Горох Г. Г. Химическая физика фуллеридов // Recueil des exposes des participants VII Conference internationale scientifique et methodique «Les problemes contemporains de la technosphere et de la formation des cadres d'ingenieurs» du 8–16 octobre 2013 Suss (Tunisie). Donetsk, 2013. P. 242–245.

30. ШпилевскийЭ.М., ШпилевскийМ.Э., Соловей Д.В. Получение и изучение пленок фуллерида меди.. //Вакуумная техника, материалы и технология. М.: ФГУП «НИИ вакуумной техники им. С.А. Векшинского», 2013. С. 151-155.

31. Евтух А. А., Матвеева Л. А., Литовченко В. Г., Семененко Н. А., Шпилевский Э. М. Электронная полевая эмиссия нанокомпозитов Cu–C_{60} на кремнии // Фуллерены и фуллереноподобные структуры в конденсированных средах: сб. науч. ст. Минск: Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, 2004. С. 204–206.

32. Soldatov A., Shpilevsky E., Goranov V., Kulchitsky V., Tuna F. The $C_{60}(FeCp_2)_2$-Based Cell Proliferation Accelerator // J. of Chemistry. 2013. Vol. 169. P. 186–189. Article ID 840614, http://dx.doi.org/10.1155/2013/840614.

33. Pushkarchuk A., Kulchitsky V., Kuten S., Pushkarchuk V., Soldatov A., Shpilevsky E., Kilin S. DFT simulation and spin properties of $C_{60}(FeCp_2)_2$ complex // J. Noncryst. Solids, 2013. Vol. 414. P. 6344–6347.

34. Пушкарчук А. Л., Солдатов А. Г., Килин С. Я., Низовцев А. П., Кутень С. А., Поткин В. И., Шпилевский Э. М., Пушкарчук В. А. Моделирование методом DFT электронных и спиновых свойств комплексов $C_{60}(OH)_{24}$ $(Fe(CpCOOH)_2)_2$ и $C_{60}(OH)_{24}$ $(Ni(CpCOOH)_2)_2$ // Наночастицы в конденсированных средах: сб. науч. ст. Минск: ИТМО имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, 2014. С. 132–137.

35. Markin A. V., Smirnova N. N., Bykova T. A., Ruchenin V. A., Titova S. N., Gorina E. A., Kalakutskaya L. V., Ob'edkov A. M., Ketkov S. Yu., Domra-chev G. A. // J. of Chemical Thermodynamics, 2007. Vol. 39. No 5. P. 798–803.

36. Шпилевский Э. М., Горох Г. Г., Шпилевский М. Э. Функциональные покрытия, содержащие фуллерены // Высокие технологии в промышленности России. Наноинженерия. М.: МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2014. С. 82–90.

37. Shpilevsky E. M., Shpilevsky E. M., Prylutskyy Y. I., Matzuy L. Y., Zakharenko M. I., Le Normand F. Structure and properties of C_{60} fullerene films with titanium atoms // Mat.-wiss. u. Werkstofftech, 2011. Vol. 42, № 1. P. 59–63.

38. Шпилевский Э.М., Шпилевский М.Э., ЕлисеевД.И., СальниковЛ.Л., Дмитренко О.П., Кулиш Н.П. Свойства пленок фуллерита C_{60} с примесью титана разной концентрации. «Фуллерены и наноструктуры в конденсированных средах» Мн.: Изд. Центр БГУ, 2011. С. 80-85.

39. Исследование физических и антибактериальных свойств металлов и металлоценов, выявление возможностей их применения в покрытиях медицинских инструментов. Отчет заключ. № гос. Регистр.20151253. (рук. Шпилевский Э.М., исп.: Филатов С.А., Солдатов А.Г., Горанов В.А.) ИТМО им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, 2017. –50 с.

40. Шпилевский Э.М., Филатов С.А., Г. Шилагард Г., Тувшинтур П., Богорош А.Т. Фуллеренсодержащие материалы: свойства и возможные применения//Перспективные материалы и технологии. Витебск: ИТА НАН Беларуси, 2015. С.120-123.

41. ХмыльА.А., ДостанкоА.П., ЕмельяновВ.А., ШапчицА.В., Шпилевский Э.М.Свойства композиционных покрытий никель-фуллерен, осажденных электрохимическим способом// Фуллерены и фуллереноподобные структуры. Минск: БГУ, 2000. - С.83-89.

42. Жданок С. А., Шпилевский Э. М., Марукович Е. И., Стеценко В. Ю. Изучение структурирующих возможностей углеродных наночастиц в металлургическом процессе // Материалы с нанометровыми элементами структуры: сб. науч. ст. – Минск: Изд. центр БГУ, 2008. С. 3–24.

43. Шпилевский Э. М., Васильев И. И., Свидунович Н. А., Окатова Г. П., Урбанович В. С. Структура и свойства сплавов Fe–C_{60} // Углеродные наноструктуры. Минск: Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, 2006. С. 358–363.

44. Шпилевский Э.М., Жданок С.А., Овчинников В.И. Легирование металлов фуллеренами и углеродными нанотрубками методом взрыва Шпилевский Э.М Инженерия материалов, включающих фуллерены. Машиностроение и техносфера XXI века. Сб. науч. Тр. XVI Межд. Науч.-техн. Конфер.(Севастополь, 14-19.09.2009).В 4-х томах.- Донецк: ДонНТУ, 2009. Т.3. С. 31-34.

45. Овчинников В.И., Шпилевский Э.М. Наноструктурирование металлов фуллеренами и углеродными нанотрубками методом взрыва.//Порошковая металлургия.- Минск: Беларус. Навука, 2009.- Вып.32. – С.99-102.

46. Milman Yu.V., Golubenko A.A., Dub S.N. Indentation size effect in nanohardness // Acta Materialia, 2011. Vol.59. P. 7480-7487.

47. Shpilevsky E. M., Zhdanok S. A., Schur D. V. Containing carbon nanoparticles materials in hydrogen energy. Hydrogen Carbon Nanomaterials in Clean Energy Hydrogen Systems – II. Dordrecht: Springer Science, 2011. P. 23–39.

48. Витязь П.А., Шпилевский Э.М., Жорник В.И., Урбанович В.С. Новые наноструктурированные углеродсодержащие материалы.//Наноструктуры в конденсированных средах. Сб. науч. Статей. Минск: ИТМО им. А.В. Лыкова НАН Беларуси, 2013. С. 3-18.

49. Vityaz P.A., Shpilevsky E.M. Fullerenes in matrices of different substances. Journal of Engineering Physics and Thermophysics, 2012.Vol. 85, № 4. P. 780-787.

50. Шпилевский Э. М., Жданок С. А., Шпилевский М. Э. Конструирование металл-фуллереновых материалов // Тонкие пленки в электронике. М: ОАО ЦНИТИ «ТЕХНОМАШ», 2007. С. 114–120.

51. Шпилевский Э.М.Структура и физические свойства металл-фуллереновых тонких пленок. //Вакуумная наука и технология, 2014. Т.23, №1. С. 73-77.

52. Добрего К.В., Хандмаа Ц., Шпилевский Э.М. и др.Тензоэлектрические свойства металл-фуллереновых пленок разной толщины.//МУИС-ийн Эрдем Шинжилгээний Бичиг. Физик. 2014, №397(18). С.66-68.

53. ШпилевскийЭ.М., ШпилевскийМ.Э., Шилагарди Г. Электрические и термоэектрические свойства тонких пленок титан-фуллерен..// Вакуумная техника, материалы и технология. М.: ФГУП «НИИ вакуумной техники им. С.А. Векшинского», 2012. С. 111-115.

54. Shpilevsky E.M., Penyazkov O.G., Filatov S.A., Shilagardi G., Tuvshintur P., Timur-Bator D., Ulam-Orgikh D. Modification of materials by carbon nanoparticles//Solid State Phenomena Shweizarland, 2018.Vol. 271. P.70-75.

55. Шпилевский Э.М., Филатов С.А., Шилагарди Г, Тувшинтур П., Хандмаа Ц. Некоторые применения фуллеренсодержащих материалов**/**/Наночастицы в конденсированных средах. Сб. науч. Статей. Минск: ИТМО им. А.В. Лыкова НАН Беларуси. 2015. С. 30-34.

Глава 21 ДЕТЕКТИРОВАНИЕ ПЕРИОДИЧЕСКОГО УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ТРЕНИИ МЕТОДОМ КЕЛЬВИНА

Жарин А.Л., Пантелеев К.В., Свистун А.И.,
Белорусский национальный технический университет,
г.Минск, Республика Беларусь, nilpt@tut.by

Аннотация. С использованием непрерывного неразрушающего контроля трущейся поверхности методом Кельвина экспериментально обнаружены периодические изменения ее работы выхода электрона (РВЭ).

Исследования комплексом независимых методов показали, что периодические изменения РВЭ являются следствием усталостных процессов, протекающих в относительно толстых подповерхностных слоях, т.е., по сути, позволили обнаружить новый вид изнашивания материалов при тяжелых режимах трения. Проведенный анализ периодических изменений РВЭ трущейся поверхности показал, что они являются воспроизводимыми и незатухающими, следовательно, могут применяться для анализа кинетики протекания процессов усталостного разрушения при трении.

С учетом общности закономерностей объемного и поверхностного деформирования, один цикл периодических изменений РВЭ трущейся поверхности будет соответствовать сломанному образцу при классических усталостных испытаниях, а с учетом того, что регистрация РВЭ производится интегрально по дорожке трения, то один цикл периодических изменений соответствует статистически обработанной серии результатов испытаний на усталость. Из вышесказанного следует, что поиск корреляции между результатами испытаний на объемную усталость и установленными периодическими изменениями РВЭ при трении может привести к созданию ряда экспрессных методов испытания материалов на объемную усталость.

Введение

Оценка фактического состояния трущихся сопряжений является важной задачей обеспечения стабильности качества и надежной эксплуатации изделий триботехнического назначения. Среди различных механизмов повреждаемости материала особый интерес вызывают усталостные процессы. Доступные методы и технические средства экспериментальной оценки процесса усталостного износа обеспечивают исследования объемных параметров деформации и разрушения материала. При этом, практически все методы сводятся к тому, что в изучаемом материале вызывают состояние неустойчивости, приводящее со временем к вынужденному разрушению материала под нагрузкой [1]. Между тем при трении, очаги разрушения зарождаются в поверхностных слоях материалов трущихся пар. Учитывая, что трибологические поверхности являются техническими, т.е. сильно неоднородными, особый интерес представляет интегральная оценка их свойств по значимому участку трущейся поверхности. Для подавляющего большинства экспериментальных методов требования интегральности и локальности в глубь поверхностного слоя являются взаимоисключающими. Поэтому, вопросы выбора физических параметров, позволяющих контролировать кинетику усталостной повреждаемости и разрушения поверхности трения, и, соответственно, методов и технических средств оценки этих параметров остаются наиболее актуальными в области трибологии.

Работа выхода электрона (РВЭ) поверхности является чувствительным параметрам к состоянию поверхности материалов и процессам, имеющим место при трении твердых тел [2–4]. Бесконтактные измерения РВЭ зондовыми методами позволяют с высокой чувствительностью определять такие неоднородности поверхности металлов и сплавов, как химические загрязнения, микротрещины, внутренние механические напряжения [5–6], дислокации и другие дефекты кристаллической решетки [7, 8]. Для контроля состояния трущейся поверхности и оценки протекающих при этом процессов наиболее удобен метод Кельвина [9, 10]. Он

позволяет определять относительное значение РВЭ по контактной разности потенциалов (КРП). Отличительной особенностью методов КРП является измерение относительно большого участка поверхности (до нескольких квадратных миллиметров). При этом получают информацию о состоянии слоя металлических материалов субнаноразмерной толщины. Кроме того, отдельные модификации зонда Кельвина позволяют проводить бесконтактные неразрушающие измерения на воздухе или в иных условиях окружающей среды (в вакууме, контролируемых средах, при смазке и др.) [10, 11], что в совокупности определяет их эффективность для трибологических исследований.

Мониторинг процессов трения по работе выхода электрона

Современные методы исследования в области трибологии имеют одну общую тенденцию – обеспечение возможности прямого изучения явлений на фрикционном контакте, т.е. тенденцию оснащения машины трения (или реального узла трения) каким-либо физическим измерительным прибором, обеспечивающим непрерывный мониторинг изменений регистрируемого параметра в процессе трения. К сожалению, круг физических методов, принципиально позволяющих регистрировать физические свойства поверхности в процессе трения, весьма ограничен.

В этой связи, весьма привлекательным является использование РВЭ для исследования поверхностей трения [10–14]. Существующие методы регистрации РВЭ допускают модификации, позволяющие проводить мониторинг трущейся поверхности непосредственно в процессе трения.

На рисунке 1 показана типовая схема установки для мониторинга РВЭ трущейся поверхности методом Кельвина. Следует отметить, что метод может быть реализован для различных машин и узлов трения с неполным перекрытием поверхностей [4, 13].

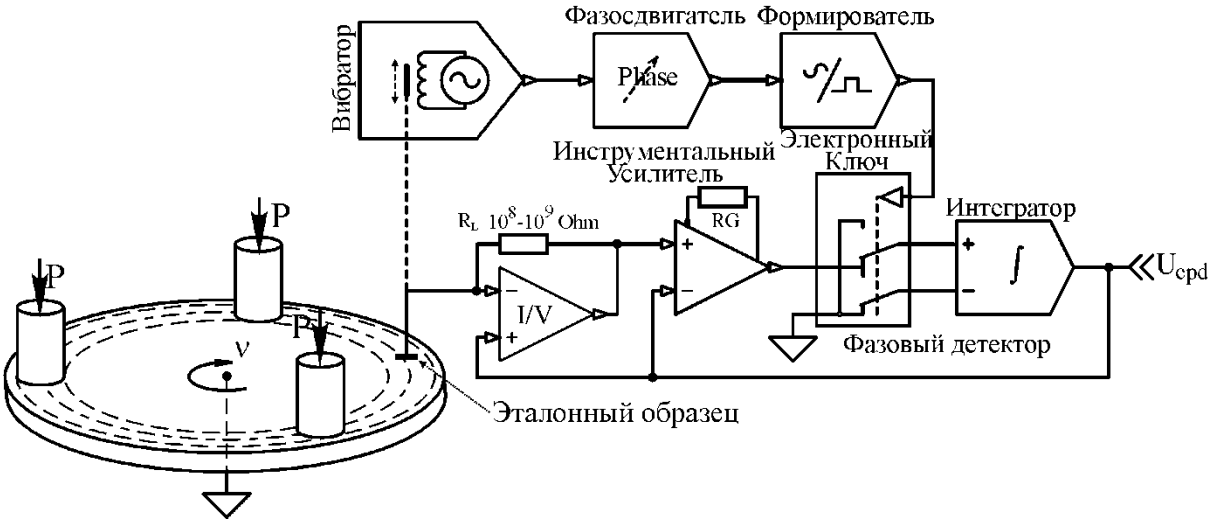


Рисунок 1 - Схема установки для мониторинга процессов трения зондом Кельвина. Измерительный конденсатор образован дорожкой трения *M*1 и вибрирующим эталонным образцом *M*2 [13]

Измеритель непрерывно отслеживает изменения КРП между эталонным и измеряемым образцами по фазе сигнала. Считая РВЭ эталонного образца постоянной, установка непрерывно регистрирует изменения РВЭ трущейся поверхности.

Кинематическая схема узла трения приведена на рисунке 2. Образец в виде диска имеет вертикальную ось вращения. Три цилиндрических контртела размещены в углах

равностороннего треугольника, прижимаются сверху через нагружающий механизм рычажного типа. Над свободным участком поверхности трения вращающегося образца закреплен измеритель КРП.

Возможны две схемы эксперимента при использовании метода [13]: регистрация РВЭ с малым временем интегрирования сигнала и ее синхронизация с положения образца, что позволяет исследовать эволюцию топологии распределения РВЭ по дорожке трения; регистрация РВЭ с использованием дополнительного интегратора со временем интегрирования, значительно большим периода вращения образца пары трения, что позволяет исследовать кинетику изменений интегрального значения РВЭ всей трущейся поверхности.

В данной работе время интегрирования выбрано значительно большим времени одного оборота образца. Такая схема регистрации позволила проследить изменения РВЭ в процессе длительных испытаний по всей трущейся поверхности.

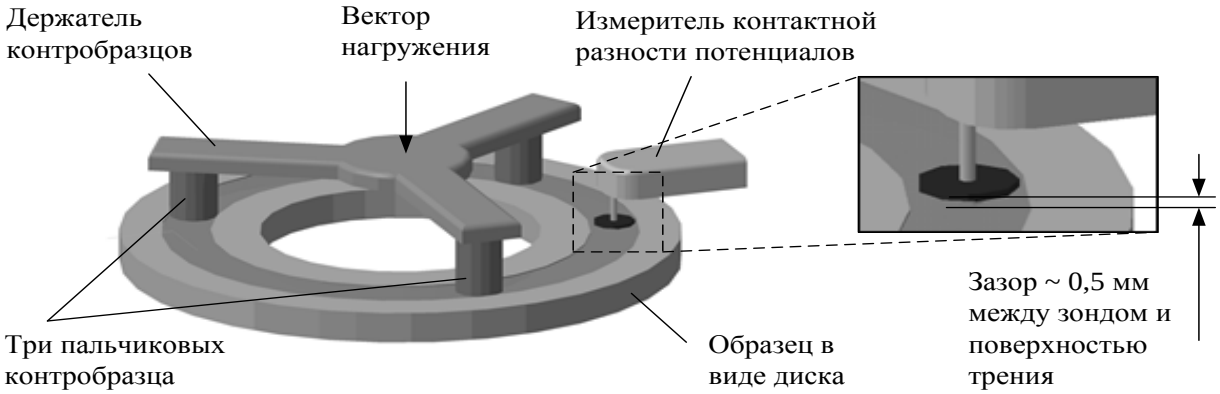


Рисунок 2 – Кинематическая схема узла трения при измерении работы выхода электрона трущейся поверхности

Периодические изменения РВЭ трущейся поверхности

С использованием метода непрерывного неразрушающего контроля РВЭ трущейся поверхности были экспериментально обнаружены периодические изменения РВЭ трущейся поверхности [2].

На рисунке 3 показаны зависимости интегрального значения РВЭ от времени сухого трения. Общим для приведенных кривых является резкое понижение работы выхода в начальные моменты трения относительно исходного значения. Это, по всей вероятности, объясняется удалением с поверхности исходного окисного слоя. Далее РВЭ монотонно повышается до установившегося значения. Отсюда можно точно определить момент перехода от этапа приработки к установившемуся режиму трения.

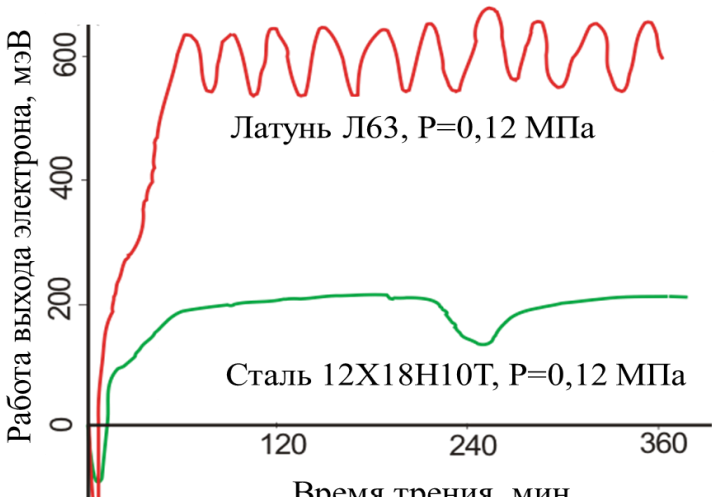


Рисунок 3 – Зависимость интегрального значения работы выхода электрона трущейся поверхности от времени трения

Исследование РВЭ в установившемся режиме трения показало, что для широкого ряда исследуемых материалов после процесса приработки наблюдаются периодические изменения РВЭ (рисунок 3) [2]. Для медных сплавов изменения РВЭ имеют форму близкую к синусоидальной (латунь Л63 на рисунке 3), а для сплавов на основе железа изменения РВЭ характеризуются пилообразной формой – РВЭ относительно медленно повышается и затем происходит ее быстрое понижение (нержавеющая сталь 12Х18Н10Т, рисунок 3).

Из числа исследуемых материалов наиболее отчетливо периодические изменения РВЭ наблюдались в случае трения латуни Л63. На рисунке 5 приведена кинетика изменений РВЭ при установившемся режиме трения латуни Л63 в паре с бронзой БрОФ6,5-0,15. Испытания проведены в течение 8 часов при нормальной нагрузке 0,17 МПа и скорости скольжения 0,12 м/с. Из рисунка 4 видно, что амплитуда периодических изменений РВЭ трущейся поверхности латуни превосходит 100 мэВ, а период составляет более 30 минут, т.е. на несколько порядков больше периода вращения образца (0,42 $с^{-1}$). Следует отметить, что на величину амплитуды и длительности периода РВЭ значительное влияние оказывают режимные факторы трения (с увеличением нормального давления амплитуда периодических изменений РВЭ возрастает, а длительность уменьшается).

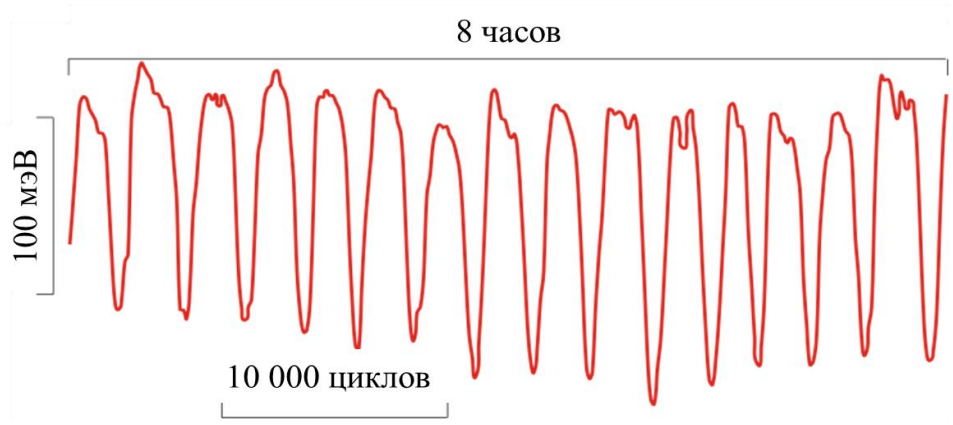


Рисунок 4 – Регистрация периодических изменений работы выхода электрона трущейся поверхности образца латуни марки Л63

Результаты исследования статистической закономерности периодических изменений РВЭ проводились в режиме сухого трения пары латунь Л63 бронзы БрОФ6,5-0,15 в тождественных условиях с увеличением длительности трения (~ 300 часов) показали, что они являются статистически устойчивыми и не затухающими. Кроме того, периодические изменения РВЭ сохраняют фазу периода после остановки и последующего возобновления процесса трения, что позволяет останавливать процесс трения в требуемых точках периода изменения РВЭ и исследовать состояние поверхности различными методами физического материаловедения.

Исследование периодических изменений РВЭ комплексом независимых методов

С целью выяснения природы периодических изменений РВЭ трущейся поверхности было проведено исследование состояния поверхностных и подповерхностных слоев материала в четырех характерных точках по периоду изменения работы выхода электрона [15]. В качестве таких точек выбраны: положительный и отрицательный экстремумы (рисунок 5, *a* и *c*) и середины участков возрастания и уменьшения РВЭ (рисунок 5, *b* и *d*). Для этого, при достижении интересующей точки, процесс трения прерывался, образцы препарировались и проводилось исследование с помощью доступных методов физического материаловедения.

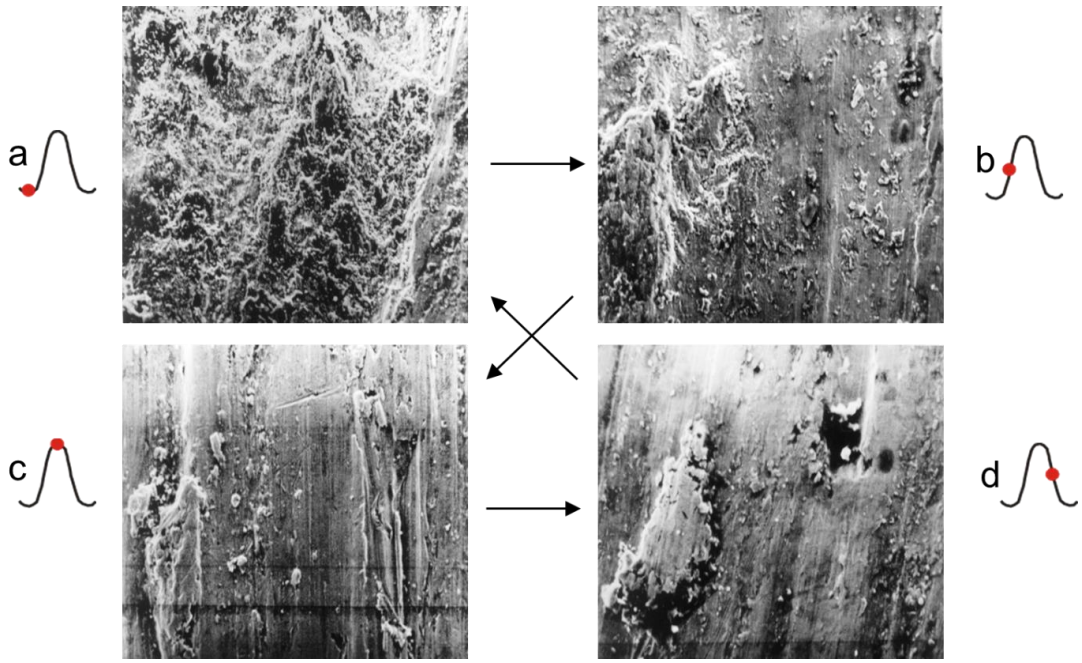


Рисунок 5 – Микрофотографии изношенной поверхности латуни марки Л63
в четырех характеристических точках по периоду изменения работы выхода электрона

Исследования методом растровой электронной микроскопии показали существенное отличие вида поверхности трения в указанных выше точках (рисунок 5). Из рисунка 5 видно, что наибольшую дефектность поверхность имеет в точке отрицательного экстремума (точка *a*). Далее с временем трения поверхность сглаживается. На середине участка возрастания РВЭ (рисунок 5, *b*) наблюдаются только отдельные места, содержащие макродефекты. Наиболее гладкая поверхность была в точке положительного экстремума (рисунок 5, *c*). Далее на поверхности трения появляются отдельные места разрушения (рисунок 5, *d*), и, при достижении работой выхода электрона отрицательного экстремума, поверхность трения опять приобретает вид близкий к приведенному на рисунке 5, *a*. Это, очевидно, соответствует расширению мест разрушения на большую часть поверхности трения.

Таким образом, представленные выше результаты показали, что периодичность РВЭ трущейся поверхности связана с периодически повторяющимися процессами разрушения поверхностного слоя. Причем на участке понижения РВЭ идет процесс разрушения поверхности трения, а на участке возрастания – процесс выглаживания поверхности трения контртелом.

Исследование шлифов материала, перпендикулярных поверхности трения, показало наличие трещин и отдельных мест разрушения только на образцах, соответствующих середине участка понижения РВЭ (точка *d* по периоду изменения РВЭ), т.е. на стадии предразрушения поверхностного слоя (рисунок 6). На шлифах образцов, соответствующих другим фазам по периоду РВЭ, трещин и отдельных мест разрушения не наблюдалось. При этом трещины в материале располагались преимущественно в направлении скольжения. Расстояние от поверхности трения до места залегания трещин, а также глубина разрушенного слоя поверхности трения, были относительно большими (~ 40 мкм). Таким образом, на участке уменьшения РВЭ идут процессы зарождения и распространения трещин, параллельных поверхности, с последующим отделением слоя материала, лежащего между поверхностью трения и трещиной.

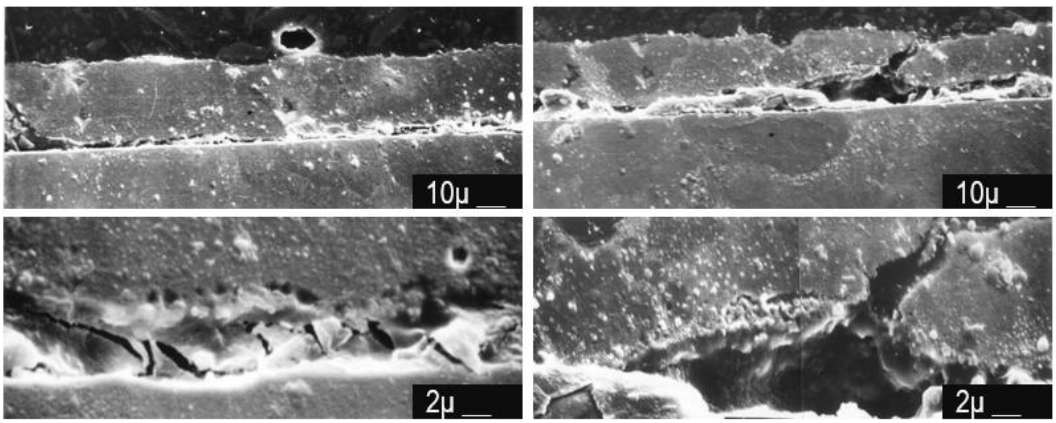


Рисунок 6 – Микрофотографии поперечных сечений изношенной поверхности на стадии предразрушения (точка *d* по периоду изменения работы выхода электрона)

С целью определения распределения микродефектов в поверхностном слое материала, а также с целью выяснения причины преимущественного распространения трещин параллельно поверхности трения исследовалось распределение микротвердости материала у поверхности трения образцов, соответствующих описанным выше четырем характерным точкам. Исследования проводились на шлифах, расположенных под небольшими углами к поверхности трения при нагрузке на алмазную пирамидку 10 грамм и времени приложения нагрузки 10 секунд. Расстояние между отпечатками выбиралось не менее удвоенной диагонали отпечатка. Исследуемые шлифы приготавливались механической полировкой с помощью алмазной пасты. Для устранения влияния наклепа поверхности при механической полировке серии отсчетов с одного ряда нормировалась на микротвердость в объеме образца, измеренную при большой нагрузке на алмазную пирамидку (500 грамм). Затем результаты серий отсчетов по одному и тому же образцу обрабатывались по методу наименьших квадратов в логарифмических координатах и из них исключались выпадающие точки. Измерения микротвердости образцов, соответствующих середине участка уменьшения РВЭ, производились в местах, свободных от трещин.

Обработанные вышеописанным образом результаты по распределению микротвердости у поверхности трения представлены на рисунке 7. Из них видно, что минимальное упрочнение подповерхностных слоев наблюдается в точке отрицательного экстремума по РВЭ (точка *a*). При дальнейшем скольжении

упрочнение подповерхностных слоев увеличивается. Причем форма кривой распределения микротвердости остается неизменной и аппроксимируется степенной кривой вида:

$$Hv = aS^b, \tag{7}$$

где S – расстояние от поверхности; a и b – параметры кривой.

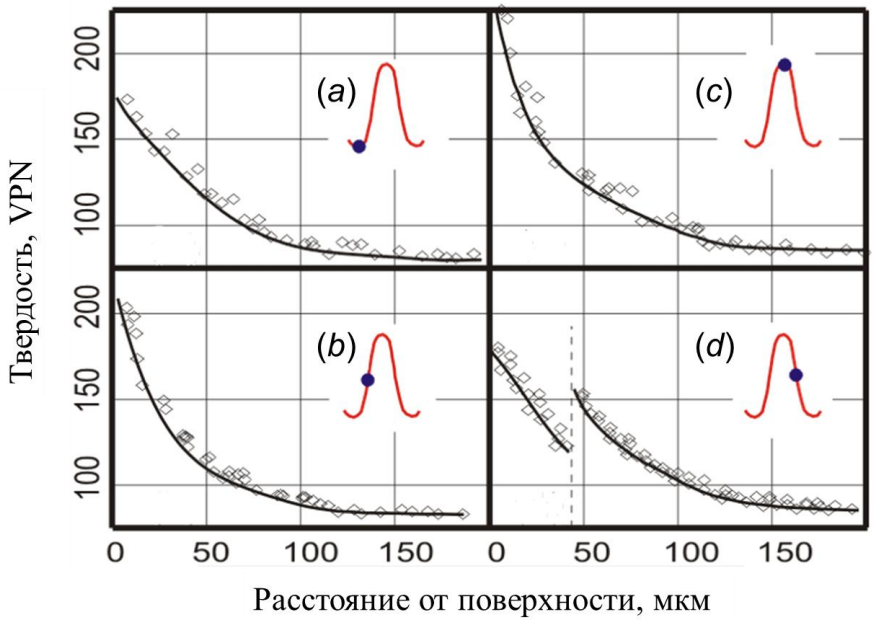


Рисунок 7 – Распределение микротвердости у поверхности трения в четырех характерных точках по периоду изменения работы выхода электрона

У образцов, соответствующих середине участка уменьшения РВЭ (точка *d*), форма кривой распределения микротвердости изменяется кардинально. На зависимости появляется точка разрыва (в математическом смысле), лежащая на расстоянии ~ 40 мкм от поверхности трения, т.е. на той же глубине, где наблюдались подповерхностные трещины (рисунок 6). На глубинах более 50 мкм распределение микротвердости описывается кривой вида (7), т.е. вид распределения остается таким же, как для ранее описанных случаев. В области глубин до 40 мкм микротвердость распределена по линейному закону, причем своего максимального значения она достигает у поверхности трения. Авторами работы [16] показано, что упрочнение подповерхностных слоев в меди при трении происходит вследствие повышения концентрации дислокаций. По аналогии здесь также будем считать, что наблюдаемое упрочнение обусловлено повышением концентрации дислокаций. Тогда, качественно, картина процесса разрушения поверхностного слоя выглядит следующим образом. При достижении концентрацией дислокаций некоторой критической величины отдельные дислокации в подповерхностном слое коалесцируют с образованием микропор и микротрещин [17], что вызывает разупрочнение материала в поверхностном слое и изменение вида распределения микротвердости (рисунок 7, *d*). Далее, на границе раздела между материалами, обогащенной, с одной стороны, дислокациями, а с другой стороны – микротрещинами и микропорами, происходит развитие магистральной трещины, параллельной поверхности трения. При достижении магистральной трещиной критической величины слой материала, обогащенный микропорами и микротрещинами, отделяется, т.е. образуется частица износа. Далее поверхностью трения становится одна из поверхностей магистральной трещины (рисунок 7, *a*), и описанный выше процесс повторяется.

Проведено также исследование распределения компонентов сплава в подповерхностных слоях. Исследование проводилось на шлифах, перпендикулярных поверхности трения образцов, соответствующих описанным ранее четырем характерным точкам по периоду РВЭ, с помощью микрорентгеноспектрального анализатора.

Концентрационные неоднородности компонентов сплава обнаружены только на образцах, соответствующих середине участка уменьшения РВЭ (точка *d*). Кривые (*а*) на рисунке 8 получены при измерении в месте залегания подповерхностной трещины. Трещина выявилась одновременным понижением концентрации обоих компонентов сплава. В местах, свободных от подповерхностных трещин, на той же глубине, где они наблюдались (~ 40 мкм), обнаружено повышение концентрации цинка за счет уменьшения концентрации меди. Как видно из рисунка 8, *б* и *в*, концентрации цинка увеличена на значительную величину, доходящую до 8%. Наличие перераспределения компонентов сплава подтверждается также фотографией подповерхностной трещины в характеристическом излучении цинка (рисунок 8). Учитывая, что испытания на трение проводились при низкой скорости скольжения, и, что повышение концентрации цинка наблюдалось на довольно большом расстоянии от поверхности трения, можно утверждать, что такое перераспределение компонентов сплава не связано с тепловыми эффектами в поверхностных слоях. Наиболее вероятным объяснением такого перераспределения компонентов сплава является перенос атомов цинка дефектами кристаллической решетки в зону скопления последних. Как известно, дефекты кристаллической решетки могут повышать скорость диффузии компонентов сплава за счет вакансионного механизма и за счет образования атмосфер из атомов диффундирующего компонента на дислокациях и миграции их вместе с дислокациями. При использовании любого из этих механизмов диффузии, из полученных результатов следует, что максимальная концентрация дефектов кристаллической решетки образуется не на поверхности трения, а на некотором расстоянии от нее, в данном случае, на расстоянии ~ 40 мкм.

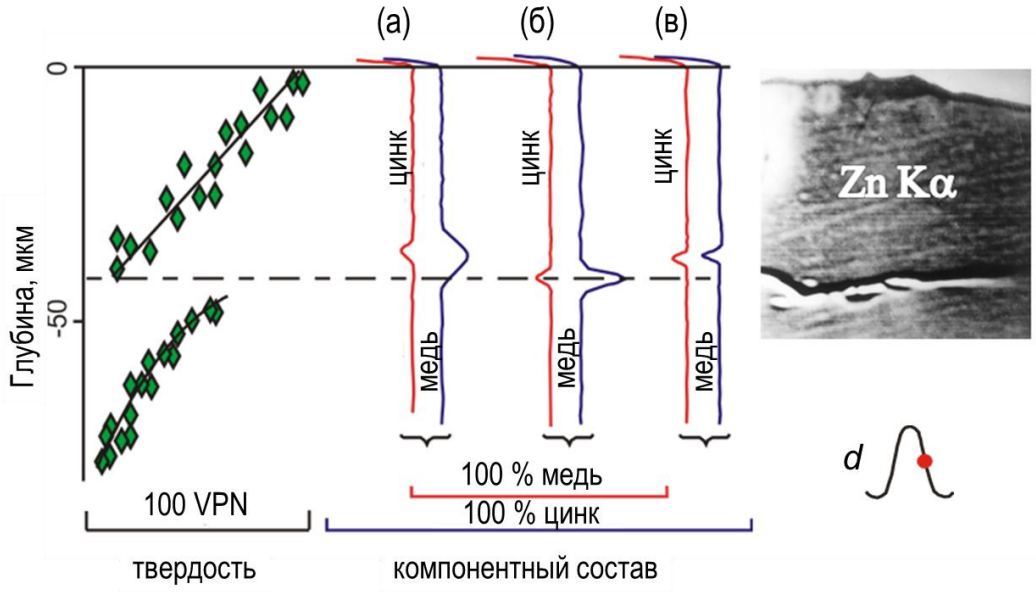


Рисунок 8 – Распределения микротвердости и компонентов латуни Л63 под поверхностью трения образцов в точке *d* по периоду РВЭ трущейся поверхности: *а* – в месте залегания подповерхностной тещины; *б* и *в* – в местах свободных от трещин

Отсюда следует, что после отделения изношенного слоя, непосредственно на поверхности трения будет появляться слой, обогащенный цинком, т.е. на поверхности

трения будет периодически изменяться концентрация компонентов сплава. Для объяснения этого может быть применен описанный в настоящей работе механизм.

Таким образом, исследования периодичности изменений РВЭ электрона трущейся поверхности независимыми методами показали, что оно вызвано периодическим накоплением дефектов кристаллической решетки в подповерхностных слоях с последующим разрушением поверхностного слоя. При этом, преимущественно, разрушение начинается не на поверхности трения, а на некотором расстоянии от нее. Периодичность изменения РВЭ трущейся поверхности объясняется сопутствующими такому разрушению периодическими изменениями концентрации дефектов и концентрации компонентов сплава непосредственно на поверхности трения. Такая схема разрушения поверхности трения характерна для усталостных процессов.

Периодические изменения параметров трения фрагментарно наблюдались рядом авторов. Для их объяснения привлекались различные механизмы. Однако большинство из механизмов включали процессы накопления или роста (дефектов, вторичных структур, пленок и т.д.) и последующего разрушения, т.е. они содержали отличительные особенности процессов усталости. Эти результаты и результаты исследования периодичности РВЭ трущейся поверхности дают нам основание рассматривать известные из литературы случаи наблюдения периодических изменений параметров процесса трения с позиций усталостного разрушения.

Следует подчеркнуть методологическое значение описанных выше результатов. Из них следует, что состояние поверхностных и подповерхностных слоев поверхности трения сильно изменяется с изменением фазы периода разрушения. Поэтому, при исследовании поверхности трения различными физическими методами, очевидно, трудно получить воспроизводимые результаты без фиксации момента измерений по фазе изменений РВЭ.

Как было показано ранее, периодические изменения РВЭ трущейся поверхности, как интегральной характеристики процесса трения, являются статистически устойчивыми и не затухающими. Также результаты проверки периодических изменений РВЭ на примере латуни Л63 подтвердили, что они имеют усталостную природу, и показали, что состояние поверхностных и подповерхностных слоев материала значительно отличается в четырех характерных точках по периоду изменения РВЭ и особенно интересно на этапе предразрушения. В развитие этого были проведены аналогичные исследования со специально приготовленными модельными медно-оловянными сплавами: Cu + 6% Sn (БрО6) и Cu + 8% (БрО8). Следует отметить, что в соответствии с диаграммой состояния медь-олово, первый сплав относится к α-твердым растворам, а второй содержит включения δ-фазы.

Так же, как и в случае латуни Л63, в этих материалах наблюдались трещины, параллельные поверхности трения, причем глубина залегания подповерхностных трещин для БрО6 составляла 35–40 мкм, а для БрО8 – 70–75 мкм. На рисунке 9 представлены микрофотографии (увеличение 200 крат) шлифов, перпендикулярных поверхности трения (БрО6 – рисунок 9, а и б, БрО8 – рисунок 9, *в*). Из представленных фотографий видно, что подповерхностные трещины имеют значительную величину. В некоторых случаях они распространялись практически на всю ширину дорожки трения (8 мм). Причем, если в направлении, перпендикулярном скольжению, сплошность слоя материала между поверхностью трения и трещиной практически не нарушается, то в направлении вдоль дорожки трения слой материала характеризуется значительными разрывами (рисунок 10).

Полученные результаты показывают, что в тяжелых режимах сухого трения медных сплавов процессы усталостного разрушения могут протекать в

подповерхностных слоях материала, т.е. в слоях, намного превышающих по толщине уровень шероховатостей.

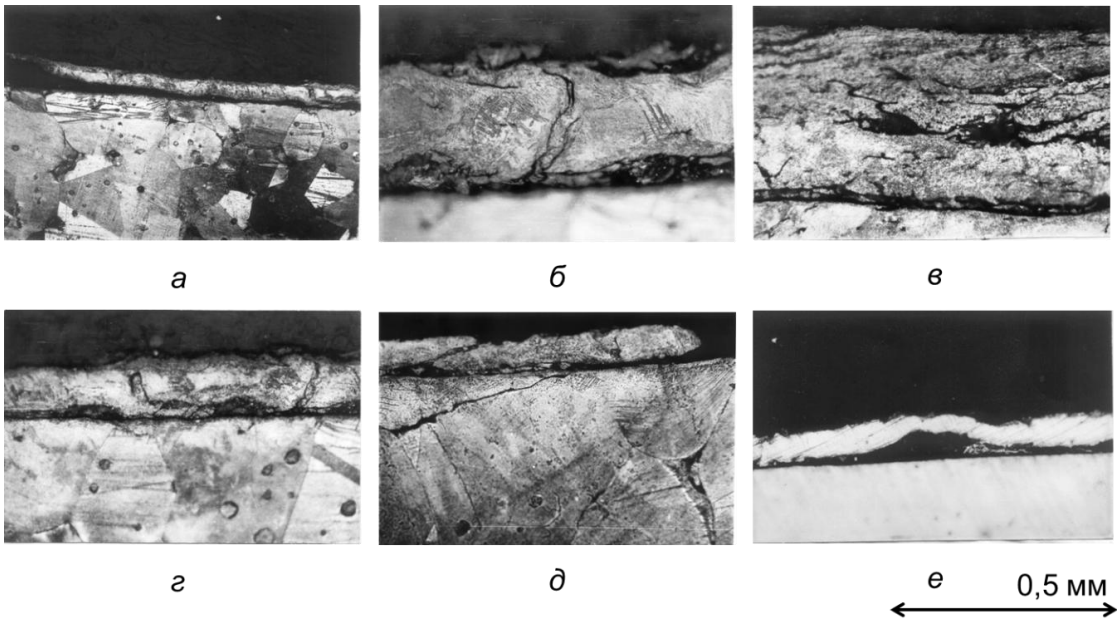


Рисунок 9 – Микрофотографии шлифов образцов в плоскости перпендикулярной скольжению (*а*, *б* – БрО6, *в* – БрО8), а также некоторые характерные схемы разрушения поверхностного слоя (*г* – выдавливание сегмента на поверхность, *д* – заползание одного участка слоя на другой, *е* – выдавливание слоя)

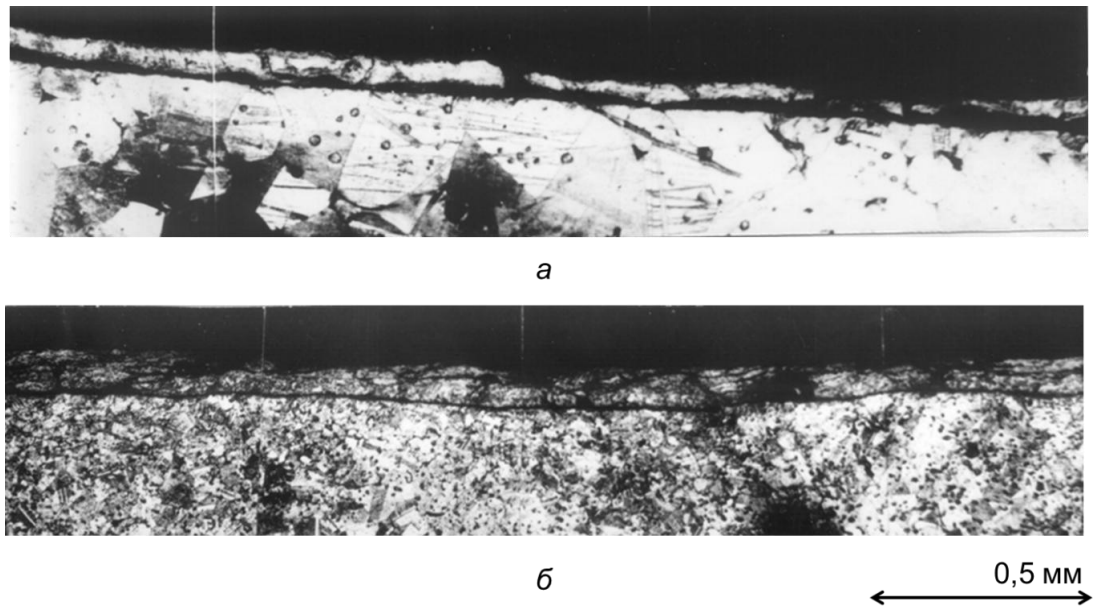


Рисунок 10 – Микрофотографии шлифов образцов вдоль дорожки трения: а – БрО6, б – БрО8

Остается открытым вопрос о процессах, контролирующих усталостное разрушение, и связанных с ними причинах возникновения столь больших подповерхностных трещин. По-нашему мнению, при подповерхностной усталости основными контролирующими процессами являются процессы зарождения и накопления дефектов при сравнительно низкой роли процессов распространения трещин. Это может происходить вследствие того, что поверхностный слой материала

при трении подвергается значительному перенаклепу. Если классические испытания на объемную усталость прекращаются при появлении первой трещины критической величины, приводящей к разрушению образца, то при трении материал продолжает циклически нагружаться. При этом поверхностный слой материала подвергается значительным изменениям.

Можно предположить, что циклическое нагружение приводит к созданию дефектов (дислокаций) в поверхностных слоях материала. Со временем скольжения плотность дислокаций повышается, что подтверждается увеличением наклепа подповерхностных слоев материала. При достижении плотностью дислокаций некоторой критической величины дислокации одного знака могут собираться в стенки, что энергетически более выгодно. В результате дальнейшего скольжения на поверхности трения образуется слой материала в микрокристаллическом субзеренном состоянии. Косвенным подтверждением этого может служить изменение хода кривой распределения микротвердости (рисунок 7). Кроме того, из рисунка 9, *а* и *б* видно, что в поверхностном слое не выявляется зеренная структура, что дополнительно подтверждает его микрокристаллическое субзеренное состояние. Сформировавшийся на поверхности трения субзеренный слой может передавать нагрузку, не образуя дислокаций внутри субзерен, т.е. в самом слое условия для протекания процессов усталостного разрушения будут затруднены. Однако, такой слой будет передавать нагрузку вглубь материала, где под действием циклической нагрузки будет происходить образование и накопление дислокаций леса.

Из сказанного выше можно предположить, что в нашем случае дальнейшее циклическое нагружение поверхности трения приводит к созданию из дислокаций леса плоских дислокационных скоплений с последующим образованием микропор. Разрядка большого числа дислокаций на образовавшихся микропорах, а также создание все новых микропор, приводит к их росту и слиянию в пустоты значительной величины, расположенные под слоем микрокристаллических субзерен.

Определяющая роль порообразования в процессах разрушения подтверждается также видом излома поверхности трения непосредственно после отделения листообразной частицы износа (рисунок 6, *а*), для которого характерен ямочный рельеф [18], и перераспределением компонентов сплава под поверхностью. Выше было показано, что при использовании практически любых известных механизмов диффузии, из полученных результатов следует, что в зоне развития условий для усталостного разрушения происходит интенсивная разрядка дефектов, что подтверждает определяющую роль порообразования. При дальнейшем скольжении в сформировавшемся слое могут развиваться условия для его окончательного разрушения. Выявленные характерные схемы разрушения поверхностного слоя представлены на рисунке 9, *г*–*е*. В случае фотографии на рисунке 9, *г* происходит формирование дополнительных трещин (в данном случае по границам исходного зерна) и выдавливание образовавшегося сегмента на поверхность. Рисунок 9, *д* соответствует случаю, когда образуется косая трещина и слои, расширяясь вдоль поверхности, заходят друг на друга. На рисунке 9, *е* показан случай, когда вследствие боковых напряжений в слое материал выдавливается в виде пузырька.

Учитывая, что глубина слоя материала, вносящего вклад в изменение РВЭ, приблизительно равна межатомному расстоянию, требует пояснения вопрос о том, как процессы, происходящие в подповерхностных слоях, отражаются на регистрируемой величине. Рассмотрим динамику процессов, происходящих на поверхности трения с точки зрения описанных выше процессов подповерхностного усталостного разрушения. В начальные моменты трения происходит выглаживание поверхности контртелом за счет поверхностных механизмов износа и деформирования, что приводит к формированию рабочего слоя с определенными физическими свойствами и, соответственно, с некоторым определенным значением РВЭ. Параллельно этому, в подповерхностных слоях материала идет процесс зарождения и накопления дефектов с дальнейшим образованием субмикрокристаллического слоя, а также микро- и макропор. Разрастающиеся и объединяющиеся поры под субмикрокристаллическим

слоем приводят к нарушению сплошности материала, однако, субмикрокристаллический слой продолжает удерживаться на поверхности подложки в отдельных местах. При этом прочностные свойства слоя и его толщина достаточны для сохранения сплошности.

Другими словами, отрыв сформировавшегося сравнительно толстого слоя материала от подложки в некоторых местах не приводит к немедленному отделению частицы износа, а некоторое время происходит его дальнейший отрыв на значительной части поверхности трения. При этом создаются как бы неравновесные условия, когда еще работает сравнительно толстый слой материала, уже оторванный от подложки, но сохраняющий свою сплошность. Причем на его рабочей поверхности плотность дефектов может оставаться относительно не высокой, например, вследствие разрядки дислокаций на свободной поверхности.

Такие неравновесные условия приводят к тому, что разрушение и удаление одного и/или нескольких слабых звеньев такого оторванного слоя приводит к увеличению нагрузки на остальные его участки и дальнейший процесс разрушения протекает лавинно, что синхронизирует разрушение на большей части поверхности трения. Здесь уместна аналогия с известным из оптики когерентным излучением, где создание неравновесной инверсной заселенности электронных уровней в веществе приводит к лавинному переходу электронов в основное состояние.

После разрушения субмикрокристаллического слоя поверхностью трения становится одна из стенок системы подповерхностных пор, т.е. выглаженная поверхность заменяется сильно дефектной поверхностью с резко отличающимися свойствами и, соответственно, с пониженным значением РВЭ (известно, что дефекты поверхности приводят к понижению ее работы выхода электрона). После выхода такой поверхности она опять начинает выглаживаться контртелом, ее работа выхода электрона начинает повышаться, а параллельно с этим начинают накапливаться в подповерхностных слоях условия для последующего цикла подповерхностного усталостного разрушения. К моменту следующего цикла усталостного разрушения поверхность успевает достаточно изменить свои физические свойства, чтобы разность РВЭ поверхностей непосредственно перед разрушением и после него имела существенную для регистрации величину. По-нашему мнению, таким образом процессы, происходящие в подповерхностных слоях, отражаются на регистрируемой величине, т.е. на интегральном значении РВЭ.

Иллюстрацией описанного механизма могут служить приведенные ранее микрофотографии поверхности трения латуни Л63 (рисунок 5). Следует отметить присутствие приподнятого участка (рисунок 5, *d*), в котором, по всей вероятности, идут процессы выдавливания пузырька или сегмента (рисунок 9, *г* и *е*).

Таким образом, на основе результатов исследования природы периодических изменений РВЭ трущейся поверхности предложена модель подповерхностного усталостного разрушения при тяжелых режимах трения, в соответствие с которой процессы усталостного разрушения могут протекать не только на шероховатостях поверхности, как это описывается теорией Крагельского, но и в подповерхностных слоях на глубине, превосходящей среднестатистический размер шероховатостей [19].

Гармонический анализ периодических изменений работы выхода электрона трущейся поверхности

В случае трения многофазных твердых растворов кинетика изменений РВЭ является результатом наложения периодических изменений различной длительности и амплитуды. Отсюда можно предположить, что в материалах со сложным фазовым составом кроме основного процесса накопления усталостных повреждений протекают дополнительные процессы накопления повреждений (на вторых фазах, твердых включениях и т.д.). Данный вывод подтверждается также микрофотографиями шлифов перпендикулярных поверхности трения, на этапе предразрушения для БрО6 (рисунок 9, *а* и *б*) и для БрО8 (рисунок 9, *в*). Из рисунка 9, в видно, что в случае многофазного

материала в подповерхностном слое, лежащем между поверхностью трения и зоной разрушения, наблюдается множество мелких трещин, что не наблюдается в случае однофазного материала. Это может служить подтверждением наличия нескольких, одновременно действующих механизмов усталостного разрушения в подповерхностных слоях многофазных материалов при трении.

Результаты регистрации РВЭ трущейся поверхности могут быть представлены в виде временных рядов, поэтому для исследования таких дополнительных процессов усталостного разрушения может быть применен гармонический (спектральный) анализ. Наиболее удобным [20] методом обработки результатов испытаний на фрикционную усталость, является метод вычисления спектральной плотности по оценкам автокорреляционной функции (метод Блекмана–Тьюки). Метод Блекмана–Тьюки основан на дискретном преобразовании Фурье:

$$G(f) = 2\Delta t(R_{xx}(0) + 2\sum_{k=1}^{L-1} R_{xx}(k)\omega(k)\cos(2\pi f k\Delta t)),\ (0 < f < \frac{1}{2\Delta t}), \quad (1)$$

где $G(f)$ – спектральная функция; $R_{xx}(k)$ – ковариационная функция; $R_{xx}(0)$ – дисперсия; $\omega(k)$ – весовая функция; f – частота; Δt – интервал дискретизации.

По периодическим изменениям РВЭ трущихся поверхностей однофазного (БрО6) и двухфазного (БрО8) материалов рассчитывались их спектры в функции периода. На рисунке 11 представлены периодические изменения РВЭ трущихся поверхностей и их спектры для этих бронз. Отсюда видно, что однофазный материал проявляет строго периодические изменения РВЭ и их спектр имеет один максимум. В случае трения двухфазного материала периодические изменения содержат дополнительные гармоники и наблюдается дополнительный максимум в их спектре. На рисунке 12 представлены примеры рассчитанных спектров периодических изменений РВЭ трущейся поверхности некоторых материалов.

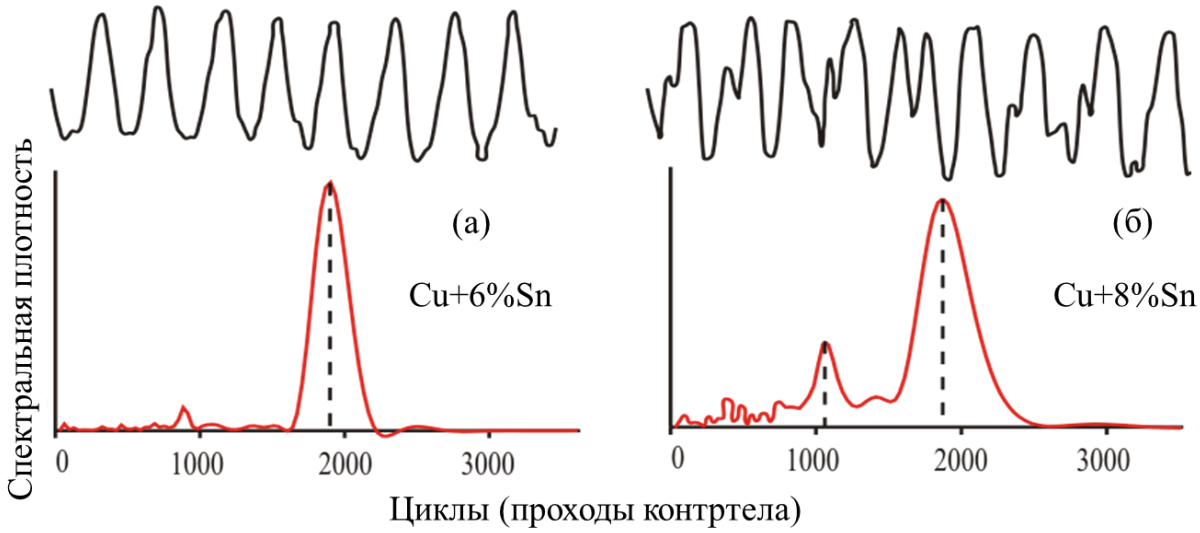


Рисунок 11 – Периодические изменения работы выхода электрона трущихся поверхностей однофазной (*а*) и двухвазной (*б*) бронз и их спектры

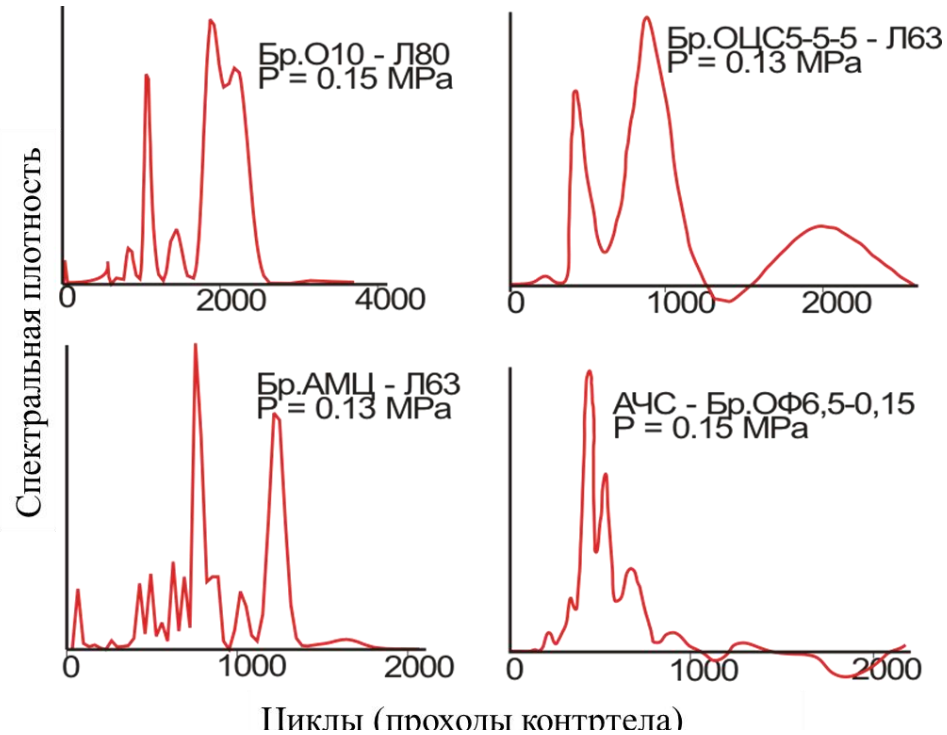


Рисунок 12 – Примеры спектров периодических изменений работы выхода электрона трущихся поверхностей для некоторых материалов

Появление дополнительных максимумов для многофазных материалов, очевидно, связан с работой дополнительных механизмов усталостного разрушения. Поэтому исследование спектральных характеристик периодических изменений РВЭ поверхности в зависимости от металлофизических свойств материалов и условий трения позволит получить качественно новую информацию о характере протекания усталостных процессов.

Основной сложностью спектрального анализа в целом является физическая интерпретация численных характеристик спектра. Как известно [21], для описания спектральных кривых приемлема методика описания вероятностных распределений. В работе [21] отмечалось, что из-за сложности интерпретации и неопределённости в вычислениях спектров амплитуда исследуемой функции, либо другая зависящая от амплитуды величина, в абсолютном смысле не имеют большого значения в спектре. В тоже время, частота (период), соответствующий особенностям спектра (пикам, впадинам, наклонным участкам), обладает намного большей информативностью, и поэтому эти параметры употребляются при описании спектров как самостоятельные (абсолютные) величины. Ордината же, в основном, употребляется только при сравнительных описаниях спектров. Максимумы и минимумы спектров, обычно, интерпретируются, как проявления, соответственно, конструктивной и деструктивной интерференции различных периодических процессов. В подобных случаях изучаются частоты, соответствующие этим максимумам и минимумам, а не фактическая высота спектральной кривой в экстремальных точках.

Рассмотрим некоторые параметры спектра периодических изменений РВЭ, которые могут быть достаточно просто интерпретированы при испытаниях на фрикционную усталость и, в первую очередь, число циклов нагружения соответствующее максимуму спектра.

Как было показано выше, один период (в единицах прохода контртела по поверхности) изменения РВЭ трущейся поверхности соответствует числу циклов нагружения, необходимых для разрушения поверхностного слоя при усталостном

изнашивании материала. Следовательно, число циклов нагружения, соответствующее максимуму спектра, будет определять статистически усредненное число циклов до разрушения трущейся поверхности.

Предполагая, что вероятность разрушения трущейся поверхности *P* в исследуемом диапазоне числа циклов до разрушения равна 1, из свойства вероятности события (вероятность любого события определяется как сумма вероятностей всех элементарных событий, составляющих событие), следует, что относительная спектральная плотность может быть интерпретирована как функция вероятности разрушения трущейся поверхности, отнесенная к единичному интервалу, т.е. как плотность функции вероятности. Тогда, относительная спектральная плотность имеет смысл функции вероятности разрушения трущейся поверхности при некотором числе циклов нагружения и её можно считать функцией плотности распределения.

Сопротивление поверхностных слоёв материалов фрикционной усталости характеризуется циклической долговечностью, т.е. количеством циклов повторного деформирования при контактных напряжениях, превышающих предел текучести, необходимых для образования микротрещин и/или отделения продуктов изнашивания.

Как для объёмной усталости, так и для фрикционной, циклическая долговечность материала изменяется в некоторых пределах, причем верхняя и нижняя границы долговечности могут значительно отличаться от наиболее вероятного ее значения. В практике испытаний на объемную усталость принято считать, что усталостная долговечность имеет некоторое распределение в интервале от нижней до верхней границы.

Как показано ранее, относительная спектральная плотность имеет смысл функции вероятности разрушения трущейся поверхности на некотором числе циклов нагружения и её можно считать функцией плотности распределения. Следовательно, циклическая долговечность может быть определена по изменению относительной спектральной плотности периодических изменений РВЭ трущейся поверхности. Известно, что математическое ожидание (среднее значение) некоторой величины *x*(*k*) имеющей плотность распределения вероятности *p*(*x*), вычисляется с помощью соответствующего предельного перехода в сумме произведений значений величины *x*(*k*) на вероятность наступления этих событий:

$$E[x(k)] = \sum_{x=-\infty}^{\infty} x^* p(x) = \mu_x. \tag{2}$$

Из (2) следует, что среднее значения циклической долговечности может быть определено следующим образом:

$$N_c = \sum_{N=0}^{N_m} N^* f(N) = E(N). \tag{3}$$

Циклическая долговечность характеризуется некоторой величиной вероятности, которую можно определить с помощью выражения:

$$P(N_1 < N < N_2) = \sum_{N=N_1}^{N_2} f(N), \tag{4}$$

где $P(N_1 < N < N_2)$ - вероятность разрушения трущейся поверхности материала в некоторых пределах от N_1 до N_2.

В случае $N_1 = N_2$, величина $P(N)$ будет описывать вероятность разрушения трущейся поверхности при числе циклов *N*. Выражение (4) позволяет достаточно просто определить наиболее вероятное значения циклической долговечности материала, а также вероятность разрушения в некотором диапазоне около данного значения циклической долговечности, т.е. доверительные интервалы циклической долговечности материала.

Таким образом, для исследования дополнительных процессов усталостного разрушения предложены принципы исследования спектральных характеристик

периодических изменений интегрального значения РВЭ трущейся поверхности, позволяющие определять вероятность разрушения при заданном значении числа циклов до разрушения, границы усталостной долговечности и другие вероятностные характеристики усталостной долговечности материалов.

Построение кривых усталости по периодам работы выхода электрона трущейся поверхности

Исходя из усталостной природы периодических изменений интегрального значения РВЭ трущейся поверхности, можно предположить, что они должны коррелировать с известными положениями теории объемного усталостного разрушения. Поэтому нами сделана попытка построения кривых аналогичных по смыслу кривым усталости при объемном нагружении (кривым Вёллера). В случае объемных испытаний материалов на усталость кривые усталости являются основной формой представления результатов испытаний и представляют собой график зависимости между напряжением и числом циклов нагружения до разрушения. Они используются для определения предела выносливости материалов, который представляет собой некоторое значение напряжений, ниже которого даже после большого числа циклов нагружения не происходит разрушение материала.

Учитывая, что в случае фрикционной усталости разрушение вносит вклад в износ материалов, нами сделана попытка найти корреляцию величины износа с характеристиками фрикционной усталости по периодическим изменениям РВЭ. Для пары Л63-БрО8 по периодическим изменениям РВЭ трущейся поверхности латуни построена кривая фрикционной усталости и зависимость усредненной величины износа за период изменения РВЭ. Результаты таких исследований представлены на рисунке 13 в нормальных (а) и логарифмических (б) координатах. Отсюда видно, что зависимость износа полностью повторяет ход кривой фрикционной усталости.

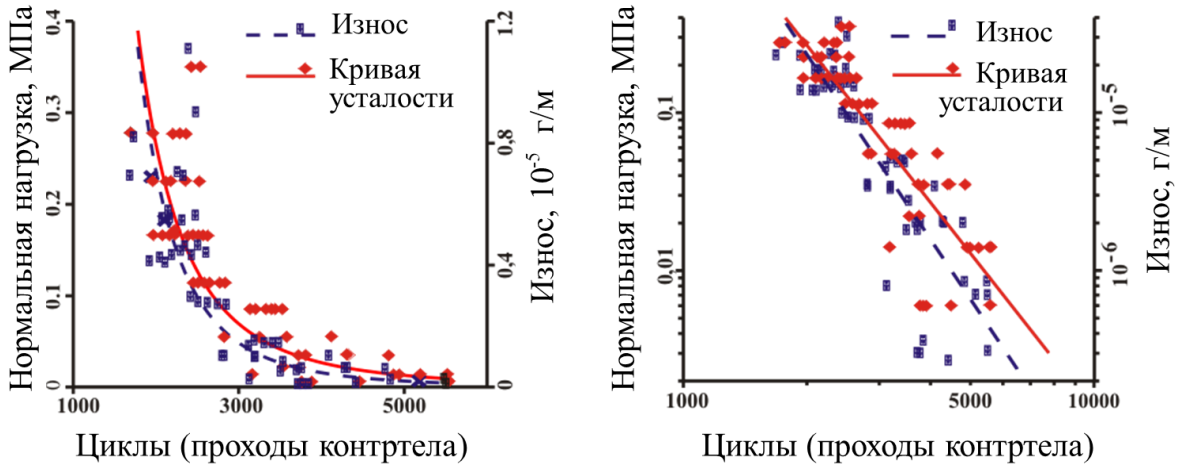


Рисунок 13 – Кривая фрикционной усталости и зависимость величины износа за период изменения работы выхода электрона для пары трения Л63–БрО8 в нормальных (а) и логарифмических (б) координатах

Следует отметить, что параметры фрикционной усталости в значительной мере зависят не только от свойств материала образца, но и от свойств контртела. Отсюда следует, что в случае фрикционной усталости усталостные характеристики материала следует рассматривать во взаимосвязи с прочими характеристиками процесса трения, т.е. применять системный подход [1].

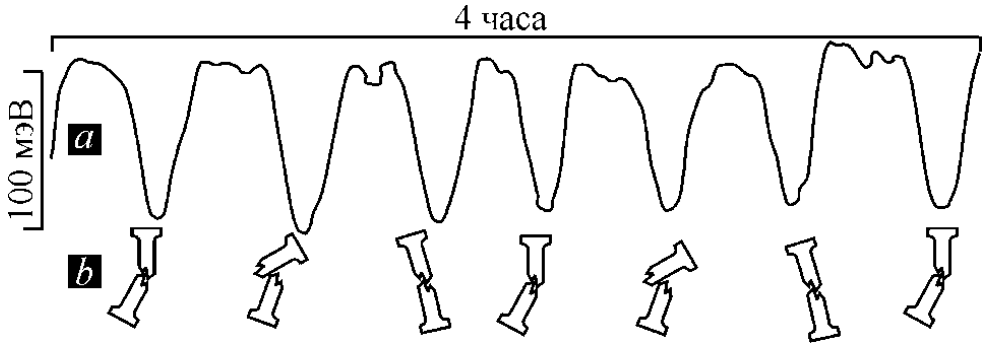


Рисунок 14 – Периодические изменения РВЭ трущейся поверхности (*a*) и схематичное сравнение периодических изменений РВЭ трущейся поверхности с испытаниями на объемную усталость (*b*)

В соответствие с проведенными исследованиями один цикл периодических изменений РВЭ трущейся поверхности соответствует сломанному образцу при классических усталостных испытаниях (рисунок 14). С учетом того, что регистрация РВЭ производится интегрально по всей дорожке трения, то один цикл периодических изменений РВЭ будет соответствовать статистически обработанной серии результатов классических испытаний на усталость [20].

Заключение

С использованием непрерывного неразрушающего контроля трущейся поверхности методом Кельвина экспериментально обнаружены периодические изменения ее работы выхода электрона (РВЭ). Проверка независимыми методами показала, что периодичность изменений работы выхода электрона трущейся поверхности обусловлена периодически идущими усталостными процессами в относительно толстых поверхностных слоях материала при трении. Проведенный статистический анализ периодических изменений РВЭ трущейся поверхности показал, что они являются воспроизводимыми и незатухающими, следовательно, могут применяться для анализа кинетики процессов усталостного разрушения при трении.

В зависимости от металлофизических особенностей материалов, в спектрах периодических изменений работы выхода электрона трущейся поверхности могут появляться дополнительные гармоники, свидетельствующие о работе дополнительных механизмов протекания усталостных процессов. Для исследования дополнительных процессов усталостного разрушения на базе дискретного преобразования Фурье разработаны принципы исследования спектральных характеристик периодических изменений интегрального значения работы выхода электрона трущейся поверхности, позволяющие определять вероятность разрушения при заданном значении числа циклов до разрушения, границы усталостной долговечности и другие вероятностные характеристики усталостной долговечности материалов.

С учетом общности закономерностей объемного и поверхностного деформирования, один цикл периодических изменений РВЭ трущейся поверхности будет соответствовать сломанному образцу при классических усталостных испытаниях, а с учетом того, что регистрация РВЭ производится интегрально по дорожке трения, то один цикл периодических изменений соответствует статистически обработанной серии результатов классических испытаний на усталость. Поэтому, поиск корреляции между результатами испытаний на объемную усталость и установленными периодическими изменениями РВЭ при трении может привести к созданию ряда экспрессных методов испытания материалов на объемную усталость.

Список литературы:

1. Ибатуллин, И. Д. Кинетика усталостной повреждаемости и разрушения поверхностных слоев: монография / И. Д. Ибатуллин. – Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2008. – 387 с.

2. Zharin, A. L.Periodic Surface Destruction under Severe Dry Friction Condition and its Detection by the Kelvin Probe Technique / A. L. Zharin, N. A. Shipitsa // Proc. STLE Annual Meeting-Cleveland, Ohio. – 2008.

3. Жарин, А. Л. О связи периодических изменений работы выхода электрона трущейся поверхности с усталостным разрушением / А. Л. Жарин, В. А. Генкин, О. В. Роман // Трение и износ. – 1986. – Т. 7. – № 2. – С. 330–341.

4. Zharin, A. L. Application of the Contact Potential Difference Technique for On-Line Rubbing Surface Monitoring (Review) / A. L. Zharin, D. Rigney // Tribology Letters. – 1998. – V. 4. – P. 205–213.

5. Пантелеев, К. В. Диагностика локальных изменений пластической деформации по работе выхода электрона / К. В. Пантелеев, А. И. Свистун, А. Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2015. – № 1 (10). – С. 56–63.

6. Жарин, А. Л. Исследование локальных деформаций материалов методами зондовой электрометрии при различных видах нагружения / А. Л. Жарин, К. В. Пантелеев, А. И. Свистун // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: сборн. научн. трудов: в 3 кн., Минск, 16–18 сентября 2015 г.; Физ. техн. ин-т НАН Беларуси; ред. кол. С. А. Астапчик (гл. ред.) [и др.]. – Минск, 2015. – Кн. 1. – С. 39–46.

7. T Kasai, XY Fu, DA Rigney, AL Zharin Applications of a non-contacting Kelvin probe during sliding // Wear. – 1999. V. 225. – p. 1186–1204.

8. Zharin, A. L. Macroscopic effects of delamination wear / A. L. Zharin, G. P. Shpenkov // Wear. – 1979. – V. 56. – P. 309–313.

9. Pantsialeyeu, K. U. Charge sensitive techniques in control of the homogeneity of optical metallic surfaces / K. Pantsialeyeu, A. Zharin, K. Kierczynski // Przeglad Elektrotechniczny. – 2016. – R. 92, №8. – P. 190–193.

10. Charge sensitive techniques in tribology studies / K. Pantsialeyeu, A. Zharin, M. Opielak, P. Rogalski // Przeglad Elektrotechniczny. – 2016. – R. 92, № 11. – P. 239–243.

11. Жарин, А. Л. Метод контактной разности потенциалов и его применение в трибологии / А. Л. Жарин. – Минск : Бестпринт, 1996. – 235 с.

12. Пантелеев, К. В. Построение измерителей контактной разности потенциалов / К. В. Пантелеев, В. А. Микитевич, А. Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 1. – С. 7–15.

13. Пантелеев, К. В. Методы измерений работы выхода электрона для контроля состояния поверхностей в процессе трения / К. В. Пантелеев, А. И. Свистун, А. Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2014. – № 2(9). – С. 107–113.

14. Halas, S. Is work function a surface or a bulk property? / S. Halas, T. Durakiewicz // Vacuum. – 2010. – Vol. 85. – P. 486–488.

15. Zharin, A. L. Contact Potential Difference Techniques As Probing Tools in Tribology and Surface Mapping // Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and

Nanotechnology / A. L. Zharin ; ed.: B. Bhushan. – Heidelberg: Springer–Verlag, 2010. – P. 687–720.

16. Савицкий, К. Б. Определение плотности дислокаций на поверхности трения медных образцов / К. Б. Савицкий, М. И. Загребенщикова // Изв. ВУЗов, Физика, 1961. – № 5. – С. 149–152.

17. Роль дислокаций в упрочнении и разрушении металлов / В. С. Иванова, Л. К. Гордиенко, В. Н. Геминов и др. – М. : Наука, 1965. – 180 с.

18. Григорьев, А. Я. Физика и микрогеометрия технических поверхностей / А.Я. Григорьев. – Минск : Беларуская навука, 2016.

19. Жарин, А. Л. Некоторые особенности усталостных процессов при трении скольжения / А. Л. Жарин, Н. А. Шипица, Е. И. Фишбейн // Трение и износ, 1993. –Т. 14. – № 4. – С. 645–657.

20. Жарин, А. Л. Определение характеристик усталостного разрушения материалов при трении скольжения. Часть 3. Статистический анализ и физическая интерпретация результатов / А. Л. Жарин, Н. А. Шипица, Д. И. Сарока // Трение и износ. – 2001. – Т. 22. – № 6. – С. 638–643.

21. Бат, М. Спектральный анализ в геофизике / М. Бат. – М. : Недра, 1980. – 405 с.

Глава 22 ENHANCEMENT OF STRENGTH AND ABRASION RESISTANCE OF ADI WITH NOVEL APPLICATIONS AT CMRDI

A. Nofal[1, a], M. Ahmed [1,b]
[1]*Central Metallurgical R&D Institute (CMRDI), P.O. Box 87 Helwan, Cairo, Egypt*
[a] *adelnofal@hotmail.com*
[b] *mostafa.a-othman@hotmail.com*

ABSTRACT

The excellent property combination of ADI has opened new horizons for cast iron to replace steel castings and forgings in many engineering applications with considerable cost benefits. Thanks to the extensive research efforts made over the past few years, new processing techniques have opened even more opportunities for this very prospective material to acquire better combinations of strength, ductility, toughness, wear resistance as well as machinability.

This review analyses the key features of those novel processing techniques and the resulted new applications of ADI. The survey firstly discusses the possible strengthening mechanism of ADI with special emphasis on the TRIP phenomena, associated with the deformation of ADI. Strength and toughness properties could be improved through the development of:

- Ausformed ADI; where mechanical processing component was added to the conventional heat treatment as a driving force to accelerate the rate of stage I austempering.
- Squeeze cast ADI; where superior quality ADI castings were produced through squeeze casting of molten iron in a permanent mold, followed by in-situ heat treatment of the hot knocked-out castings in the austenite range followed by normal austempering in a salt bath.
- Two step austempering to achieve finer ausferrite at higher undercooling during austempering treatment followed by austempering at higher temperature where higher austenitic carbon is promoted.

The machinability and ductility of ADI may be considerably enhanced through the development of dual phase microstructures (ferrite + ausferrite or ferrite-martensite by partial austenitization in the (α + γ + graphite) region followed by normal austempering.

The abrasion resistance could be remarkably increased through the development of:

- Carbidic ADI-ductile iron containing carbides subsequently austempered to form ausferritic matrix with an engineered amounts of carbides.
- Bainitic/martensitic (B/M) ADI containing less expensive alloying elements such as Si and Mn in the range of 2.5 - 3.0%.
- Laser surface hardening of ADI.
- This report discusses as well the recent trials to produce thin-wall ADI castings.

Two of the main applications of ADI, e.g. gears and agricultural components are discussed in details, where gears and plough blades manufactured from different grades of ADI showed better performance than original parts made from steel.

INTRODUCTION

The as-cast mechanical properties of ductile iron can be significantly improved through an austempering heat treatment. This has led to the birth of a new member of the cast iron family; the austempered ductile iron (ADI), with its unique microstructure; spheroidal graphite in an ausferritic matrix[1].

The austempering transformation in ADI can be described as two-stage reaction:

Stage I Reaction: $\gamma_c \rightarrow \alpha + \gamma_{HC}$ (toughening)

Stage I Reaction: $\gamma_{HC} \rightarrow \alpha + \varepsilon$ - carbides (embrittlement)

The morphology of the final two-phase matrix microstructure is determined by the number, shape and size of the initially formed ferrite platelets in the first stage austempering

reactions. The control of this stage of transformation will, therefore, ultimately control the final microstructure and mechanical properties. The rate of ferrite formation during stage I austempering may be controlled by chemical, thermal or mechanical processing variables.

Since the announcement of the first production of ADI in the late decades of the last century, a worldwide explosion in research started, which provided a sound foundation for expanding the production of this prospective material in many industrialized countries during the 2990's and beyond. By the turn of the century, the ADI market had begun to rapidly accelerate from a modest beginning in the early 1970's to an estimated worldwide production level of 300,000 tons by the end of the year 2010 [2-4].

The mechanical properties of ADI depend on a number of interlinked factors, including primarily the austenitizing and austempering temperatures and times together with the as-cast microstructure, the composition and the section size. Of these, the austempering temperature is the most important[5]. These variations in properties can be related to the changes in microstructure. At low austempering temperatures, an acicular (needle-like) ferritic phase is formed with only a small amount of retained austenite. At the very lowest austempering temperatures, the structure may also contain some martensite. This type of microstructure can provide high tensile strength and hardness but only limited ductility and poor machinability. With increased austempering temperatures, the ferrite becomes coarser with increased amounts of retained austenite (up to ~40%); with a typical "ausferrite" structure. This results in a substantial increase in ductility and machinability with a reduction in strength and hardness (see fig. 1).

Once the austempering temperature exceeds a certain value (typically 375-380°C), the stage II reaction occurs very rapidly, resulting in a reduction in the retained austenite and a corresponding decrease in ductility. The unique properties of ADI are closely related to the retained austenite content which is controlled mainly by the austempering temperature and time [6, 7].

Thanks to the extensive efforts made over the past few years, new processing techniques have opened even more opportunities for this prespective material to acquire better combinations of strength, ductility, toughness, wear resistance as well as machinability. The selection of ADI is usually based on a wide range of factors such as properties, density, cost and others.

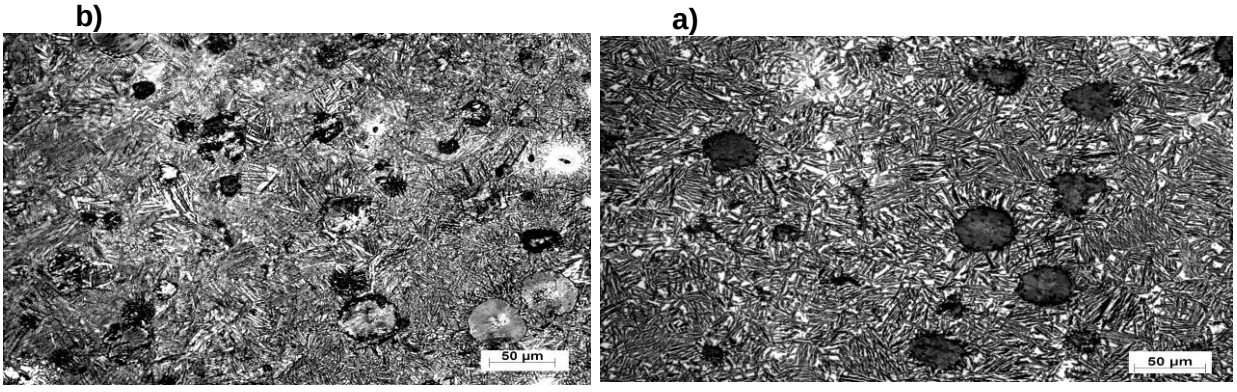


Figure 1 - Microstructure of ADI at low austempering temperature of 275 °C (a) and high austempering temperature of 375 °C (b)[7].

STRENGTHENING MECHANISM OF ADI

ADI has found and still is finding so many applications, where it proved to be an excellent engineering materials. The practice of ADI production seems to be ahead of the theory. The strengthening mechanisms of ADI are still under investigation. The main constituents of ADI matrix are acicular ferrite and carbon enriched austenite (with the possibility of some martensite formations at low austempering temperatures), both main

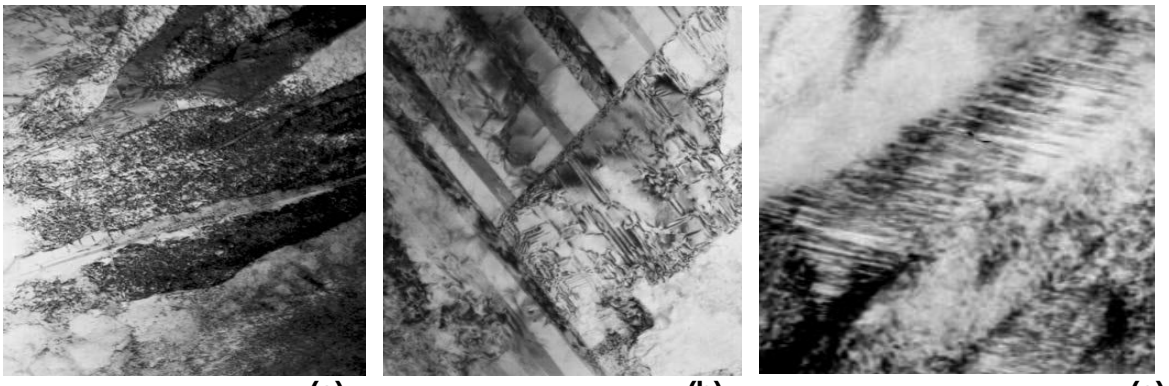
constituents are of low or medium strength. The "mystery" of the high strength of ADI, and how it may result from these constituents has been earlier related to the precipitation hardening arising from the formation of very tiny precipitates such as M_6C type carbides and others[8]. The density of these precipitates, however, seems to be too low to result in such superior strength properties. Recently[9], extensive use of TEM has shed more light on the strengthening mechanisms of the main structural constituents of ADI, Fig. 2. The strengthening mechanism of ferrite was related to strain hardening caused by very high dislocation density, accompanied by high density very small dislocation loops. In the same time austenite strengthening is caused by solution hardening mechanism supported by grain refining due to twinning, which results in some extra coherent grain boundaries. Moreover, stacking faults representing obstacles for dislocation movement may play some strengthening role.

Moreover, the austenite to martensite transformation at low austempering temperature is accompanied with high lattice distortion and consequently high strain energy. The martensite grains would be divided into a very large number of ultra thin microtwins. The resulting huge amount of coherent grain boundaries will impede the dislocation movement.

STRAIN HARDENING OF ADI

Short treatment times lead to inferior mechanical properties due to the presence of untempered martensite. The same trend is produced with the combination of long times and high austempering temperatures, in this case as a result of austenite decomposition into ferrite plus coarse carbides that takes place during the heat treatment. At low austempering temperatures (~300°C), the austenite is plastically stable due to the higher C-content and to the finer distribution of this phase in the microstructure ($V_\gamma \leq 25\%$). The bainitic ferrite and the austenite contribute in this case to the proof stress of the material and the increase of the austenite volume fraction has a beneficial effect on toughness. As the austempering temperature increases, the increased V_γ has two different effects: a decrease in C-content and a coarser morphology of this phase[10].

At higher austempering temperatures (above 370°C), V_γ is usually higher than 25% and the proof stress is controlled by the austenite, which is distributed in larger interconnected areas, and the toughness is defined by the stability of this phase, mainly due to the C-content. The ductility may be remarkably enhanced by the TRIP effect. The TRIP effect (Transformation Induced Plasticity), increasing the work hardening, produces a change in the slope of the Holloman equation.



(a) **(b)** **(c)**

Figure 2 - TEM micrographs of ADI structural constituents:
(a) Ferrite needle (X22,000) saturated with dislocations and dislocation loops
(b) An austenite grain (X35,000) with characteristic contrast from twins and stacking faults.
(c) Distorted martensite (X140,000) with very thin mictotwins.

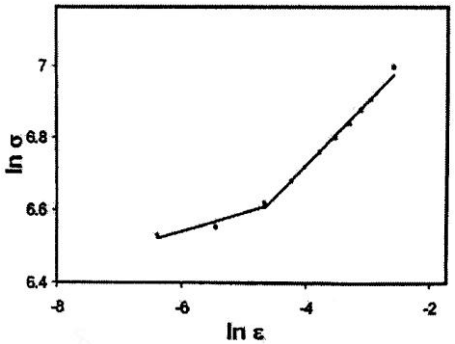


Figure 3 - ln true stress versus ln true strain[12].

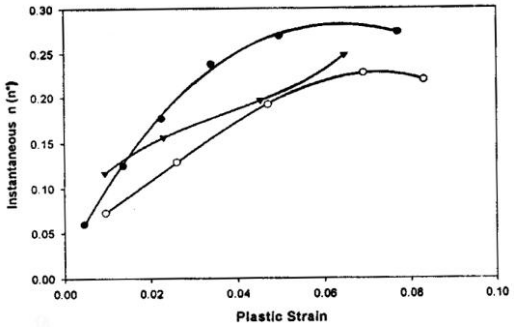


Figure 4- Variation of instantaneous value of n with plastic strain[12].

Cold rolled ADI flat tensile specimens were prepared along the rolling direction and the specimens were subjected to uniaxial tensile test [11, 12]. From the ln true stress vs ln true strain curve shown in Fig. 3, it is evident that the data are fitted by two intersecting straight lines over the entire range of strain. At plastic strain $\varepsilon = 0.0094$ there is an obvious increase in slope of the straight line fitting the data corresponding to the strain hardening exponent "n". This increase was previously observed[10,13] in the alloyed ADI, which means that the Holloman equations, constructing the relationship between true stress and true strain ($\sigma = k \varepsilon''$) is not followed. The change in slope of the ln σ - ln ε representation can be associated with TRIP effect. Figure 4 shows the instantaneous n during the tensile testing. The instantaneous n (n*) is the n-value at a given strain based on the Holloman equation where $n^* = d \ln \sigma / d \ln \varepsilon$. This value is determined from the true stress - true strain curve. As shown from Fig. 4, n* increase is associated with the strain-induced martensitic transformation during the tensile test. The generated strain by the volume expansion accompanying the martensitic transformation stimulates new martensitic transformation resulting in the increase in the instantaneous n-value strain. As a consequence of changes in the structure in the course of tensile deformation, it is believed that the initial segment of ln stress versus ln strain corresponding to the lower plastic strain (Fig. 3) is characterized by the plastic deformation of the retained austenite. At higher strains, as previously reported, the deformation process is modified by the formation of strain induced martensite, which takes place when the deformation of austenite has been exhausted[12].

The difference between the two lines in Fig. 3 can estimate the energy consumed in the TRIP process[10]. The lower the C-content of the austenite, the smaller is the strain necessary to produce the mechanical transformation of the austenite and the smaller is the energy consumed in TRIP. Two types of martensite induced by deformation have been reported[10]. The first is of the lath type which nucleates at twin boundaries or twin intersection; the second has a plate morphology and seems to form in regions affected by the homogeneous precipitation during the austempering treatment of quasi-coherent epsilon carbides in austenite. This latter martensite is of tempered type, containing epsilon carbides of sizes larger than those found in the parent austenite before deformation.

Improved toughness of ADI results from:

- reduced ferrite particle size
- increased carbon content in the retained austenite, which increases the strain hardening ability and strain hardening coefficient
- stability of the retained austenite[14]

Formation of strain induced martensite is known to enhance the toughness in TRP steels[15]. In ADI, due to the high C-content, the martensite formed is brittle and it is debatable if the formation of strain induced martensite can improve the toughness. The contribution of strain induced martensite to the toughness of ADI has been recently discussed[16]. The martensite containing ADI can be visualized as fiber reinforced ductile material. Even if the fiber is brittle, it will not make the composite brittle, as long as the fiber is shorter than a critical length, as it will not be loaded to its maximum strength and will not, therefore, fracture.

According to this argument, if the retained austenite regions are not massive, then only very short-length of thin martensite will form and will improve the toughness of ADI.

Thus, ADI austempered at lower temperature and having finer ausferritic structure should benefit from the martensite formation, while that treated at higher temperatures and consisting of massive retained austenite together with coarse ferrite will not. The retained austenite in upper bainite can easily transform to strain induced martensite[16].

Increasing the cold rolling (CR) reductions, the amount of retained austenite (γ_r) was decreased due to partial transformation of γ_r to martensite, Figs. 5 and 6 indicate that the amount of mechanically generated martensite increases with increasing the CR reduction [n][12].

As can be seen from Figures 7 and 8, the elongation and impact toughness decrease, while the ultimate tensile strength and hardness increase with increasing CR reduction. This is attributed to increase of the hardening of the investigated ADI with cold deformation processes (deformation bands and twins) and deformation - induced martensite. It must be mentioned that the observed changes in the mechanical properties at light cold deformation (7% reduction) are mainly attributed to the hardening of this alloy by plastic deformation concentrated in γ_r. At this light deformation the amount of mechanically formed martensite is very small (Fig. 5)[11].

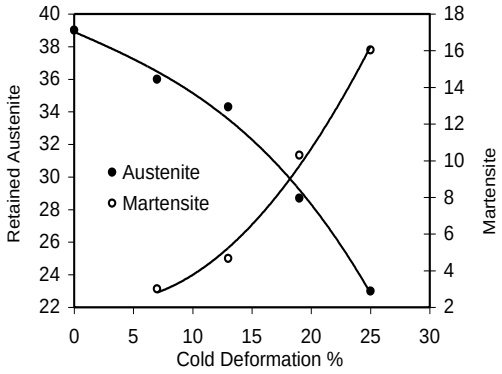


Figure 5 - Variation of volume fractions of retained austenite and mechanically formed martensite with cold reduction pct[11].

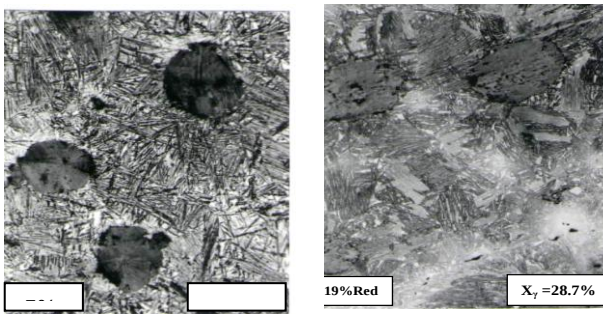


Figure 6 - Microstructures of ADI after two different reductions showing marked decrease of γ_r at 19% reduction[12].

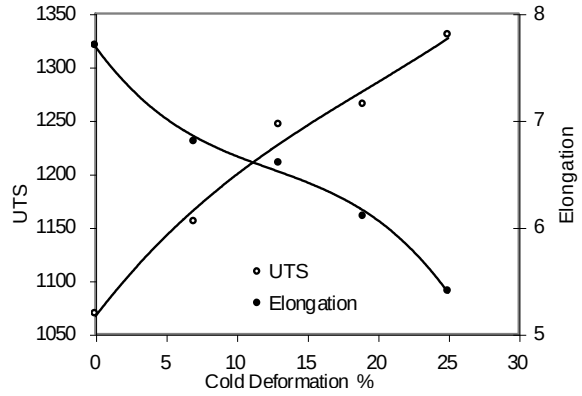


Figure 7 - Variation of elongation and ultimate tensile strength with cold reduction pct[11].

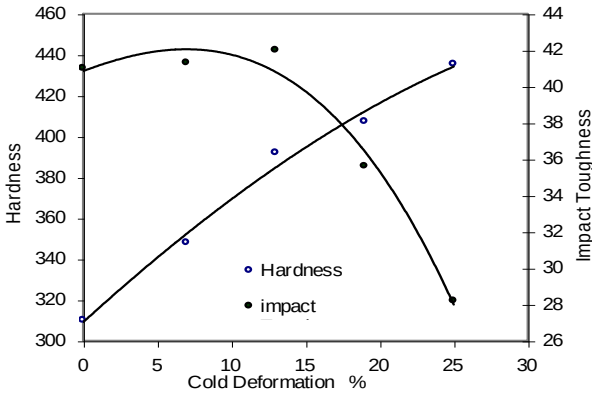


Figure 8 - Variation of Vickers hardness and impact toughness with cold reduction pct[11].

Good wear resistance is usually obtained in any material by ensuring a high hardness. Low austempering temperatures (235-250°C) produce hard ADI (~480-550 BHN) and such grades would be selected when good wear resistance is the main requirement. As the austempering temperature increases, the hardness decreases, resulting in more wear. However, the softer grades of ADI (typically 280-320 BHN) contain large amounts of austenite and this can work harden and/or transform to martensite when subjected to mechanical strain at the surface, with wear resistance significantly better than would be expected. Although this effect is a disadvantage when machining, it can be very beneficial for certain ADI components, since as the surface is worn away, it is continuously replaced by a freshly formed, hardened layer.

With increasing applications of ADI as a substitute for forged steels in manufacturing industries, strain hardening of ADI is attracting more attention and more research is required for better understanding of this phenomena. This may be attributed to the following factors:

- ADI components such as transmission gears, crackshafts, train car wheels are subjected to extensive machining during manufacturing and the strain-hardening behavior of ADI has profound influence on machining tool life and part surface finish.
- In many applications, ADI components undergo substantial plastic strains (e.g. fatigue, wear). The total life cycle of those components are, therefore, influenced by the strain-hardening characteristics of the material.
- Strain-hardening of the ADI matrix causes strain-induced martensite formation and this contributes to the high wear resistance of ADI.

The following discussion will attempt to report the extensive efforts made over the last few years to optimize the machinability, strength, toughness and abrasion resistance of ADI. The novel applications associated with these developments will be shortly discussed.

MACHINABLE OR INTERCRITICALLY AUSTENITIZED ADI

When ADI first started to be used for engineering applications, there were many difficulties experienced in trying to machine it, and some of these doubtlessly persist to this day. The hardest grades of ADI reach a hardness of ~50 HRC which would pose a challenge for any high volume machining operation. Although the softer grades of ADI have a typical hardness of 300-350 BHN, their matrix structure contains up to 40% retained austenite. When subjected to strains in service as was mentioned in section (2) of this survey, this phase rapidly work hardens and can transform to martensite[12,17,18], this can thereby reduce the machinability compared with a steel of equivalent hardness. The volume fraction of high carbon austenite present in the microstructure of austempered ductile iron (ADI) is one of the important factors that influence the mechanical and physical properties of the alloy. Formation of martensite by TRIP (transformation induced plasticity) mechanism during the machining operation, in which a large amount of stress is applied to the microstructure, results in decrease in machinability of ADI. It is considered that the limited use of ADI for high volume applications is partly due to machining difficulties. This was one of the motivations in the later developments of a machinable ADI[19-26].

A lack of experience of the high volume machining of ADI adds uncertainty to the costs and production rates and the early experiences of ADI exposed some inconsistencies in the machinability. These problems, however, can be minimized by collaboration between a knowledgeable foundryman, heat treater and machining expert.

The influence of austenitizing and austempering temperatures on the machinability of ADI was reported[27,28]. The production of machinable ADI has attracted the attention of many researchers in the last few years by optimizing the composition and heat treatment cycles of cast iron. Muhlberger developed[19] and patented[20] a machinable grade ADI by careful selection of the composition (low Mn) and heat treatment variables and this development was exploited in at least one European foundry[21,22]. More recently, two other grades of machinable ADI have been developed in the US[23,24], specifically aiming at increasing the use of ADI for automotive applications such as chassis components and crankshafts.

There are some differences between the two approaches, but the common feature is that the matrix structure contains a considerable amount o ferrite in both cases. The new

grade, referred to as MADI^{TM} is claimed to have unique machining characteristics and lower machining costs than as-cast ductile iron or regular ADI under appropriate conditions of speed and feed. In-plant machining trials have shown that MADI at 243 BHN could be machined on existing machine lines designed for ductile iron grade 65-45-12.

In a continuing effort to address the deficiencies of regular ADI, extensive efforts have been recently made to develop the dual-phase (ferritic-ausferritic) grades of ADI with enhanced machinability properties to compete with forged steel for power train applications [29-36]. The properties of dual phase matrix (DPM) ADI have been the subject of extensive studies[37-48].

ADI offers an excellent compromise between the values of proof stress and elongation; both are very highly appreciated in the field of suspension parts in the automotive industry[49]. Many potential uses of ADI in competition with forged steel and aluminum alloys can be opened due to strong possibilities of weight and volume reductions.

A car steering knuckle, which has high safety requirements, is a new potential application for ADI, where the impact resistance is the principle criterion determining part size and design. The main advantage in using ADI is a question of weight and cost. Ferritic ductile iron (FDI) is less expensive than forged steel but requires heavier sections due to its lower strength. Replacement of FDI with ADI results in 30% improvement of energy absorbed, but the plastic deformation becomes lower. Higher deformations are required for suspension parts, in particular for legal purposes in a context of accident and hence there has been a real interest to produce ADI with enhanced ductility properties.

A new ADI was suggested with optimal ductility through the development of dual-phase microstructures (ferrite-ausferrite or ferrite-martensite) by the proper heat treatment[33]. Such dual phase (duplex) microstructures are obtained by intercritical annealing (partial austenitization) in the (α + γ + graphite) region followed by austempering at 250-400°C, and hence, colonies of proeutectoid ferrite are introduced within an ausferrite matrix (see fig. 9). Superior strength-ductility combination was achieved in ADI with duplex microstructure compared with conventional ductile irons. Moreover, tensile strength and elongation of ferritic ductile iron (FDI) could be doubled in a ferrite-ausferrite duplex ADI. Such irons were also found to exhibit superior mechanical properties to those exhibited by ductile irons with ferrite-martensite matrices. Recently, an attempt was made to investigate the effect of alloying elements Ni, Mo and Cu on the properties of ADI produced by intercritical annealing and highest ductility (16%) and impact strength (145 J) were achieved in ADI alloyed with 1% Ni and 0.25% Mo[34-36]. The wear resistance of ADI's with dual matrix structures was found to decrease with the increase of proeutectoid ferrite and decrease of ausferrite content[37]. The properties of the new mixed structure compared to both ADI and ferrite ductile iron (FDI) is shown in Table 1[33], which emphasizes the main points of improvement.

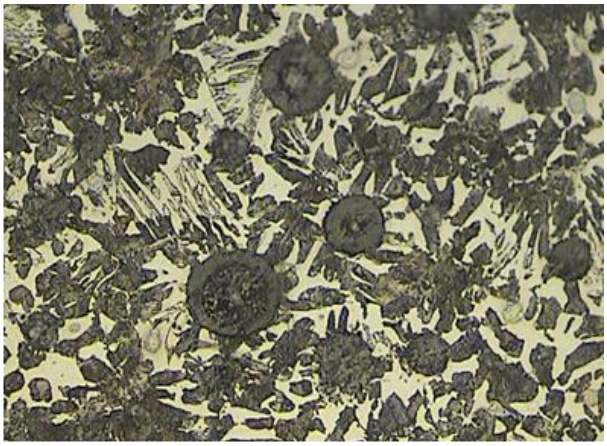


Figure 9 - Dual phase (duplex) microstructures of MADI obtained by intercritical annealing (partial austenitization) in the (α + γ + graphite) region followed by austempering at 400°C

Table 1 - Points of Improvement[33]

		FDN	ADI	Mixed Structure
Tensile strength	MPa	510	1060	700
Proof stress (0.2%)	MPa	380	725	550
Elongation	%	14.5	14.5	14.5
Hardness	HB	207	321	250
Machinability		+++	+	++
Impact (Charpy)	J/cm^2	140	180	160
Deflection (drop)	mm/kJ	38	21	30

- Replacement of FDI with ADI structure results in an improvement of tensile strength, yield strength and impact energy.
- Replacement of conventional ADI with that of a "mixed" structure leads, to hardness reduction (and hence better machinability) together with an increase in impact deformation. For an identical heat treatment cycle, the properties of ADI with "mixed" structure seem to effectively depend on the Si-content. The low-Si grade seems more attractive as it has tensile strength, proof strength, and hardness comparable with those of pearlitic structures with elongation and impact strength close to those of FDI. The higher strength values may be attributed to the more complete austempering transformation together with the absence of any pearlitic structure in the last to freeze zones. Moreover, the low Si-content reduces the hardening effect of Si on ferrite, which leads to significant deterioration of impact strength. The low Si type has higher impact energy than FDI and higher impact deformation than ADI[33].
- The ADI with the mixed (ferrite-ausferrite) structure provides a satisfactory solution where FDI does not have the necessary impact resistance or ADI does not provide the required deformation level or the required machinability.

Very limited research related to the strain-hardening characteristics of conventional ADI are available in the literature[10,17]. Using the Holloman equation, the strain-hardening behavior of ADI subjected to a novel two-step austempering process was analyzed[50]. The strain hardening exponent values of ADI with two-step austempering process was shown to result in lower ductility and strain-hardening exponent values, compared to the conventional single-step austempering process. This result was related to the amount and morphology of microstructural constituents and the interaction intensities between carbon atoms and dislocation in the matrix. The strain hardening behavior of ADI with dual matrix structure (DMS) was investigated, it seems to be affected by the variations in the volume fraction as well as morphologies of phases, the degree of ausferrite connectivity and interaction intensities between carbon atoms and dislocation in the matrix[51].

It has been reported that fully ferritic (austenite free) ADI could be produced by austempering at 260°C and then tempered at 484°C for 2 hrs, without compromising the mechanical properties[52]. The process was rather sensitive to the austempering temperature, initial austempering at 385°C and tempering at the same temperature of 484°C resulted in a drastic reduction in the ductility and fracture toughness of the material. The machinability, however, was improved in both cases. Further development in this direction may lead to considerable enhancement of the machinability properties of ADI.

ENHANCEMENT OF STRENGTH PROPERTIES OF ADI

AUSFORMED AUSTEMPERED DUCTILE IRON (AADI)

It has been shown[5-53] that the rate of ferrite formation during stage I austempering may be controlled by the following processing variables:

- ***Chemical*** - including alloy content selection for hardenability purposes together with the austenitization temperature selection which controls the matrix carbon content.
- ***Thermal*** - including austempering temperature and time.
- ***Mechanical*** - including mechanical deformation introduced into the austempering schedule just after quenching, but before any substantial transformation of austenite (ausforming) (Fig. 10).

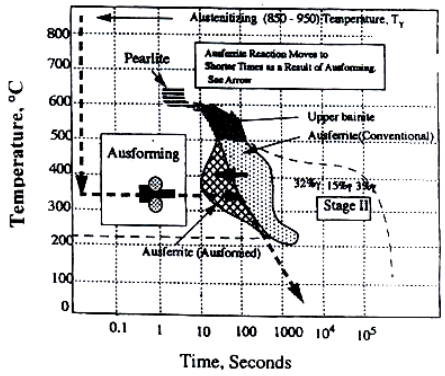


Figure 10 - Schematic representation of the ausforming process[5].

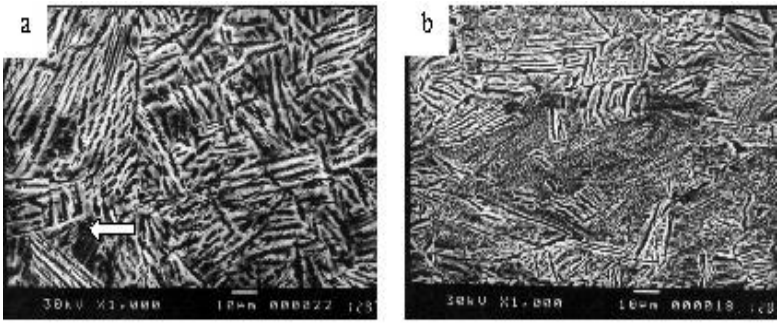


Figure 11 - SEM Micrographs of ADI alloyed with 2% Ni austempered at 375°C for 1 minute. (a) Conventionally processed; (b) Ausformed to 25% reduction. Arrows indicate the brittle martensite formed in many zones in the conventionally processed ADI[53]***.***

Naturally, an optimum final microstructure could be produced by including elements of all three processing variables. It has been shown[57-60] that mechanical processing of ADI can act as a control valve for the stage I austempering reaction. In ausformed austempered ductile iron (AADI), mechanical deformation is utilized to affect the microstructure and, consequently, the mechanical properties of ductile iron due to acceleration of ausferrite reaction, refining the microstructure and increase of the structural homogeneity.

It has been shown[57] that ausforming up to 25% reduction in height during a rolling operation contributed to add a mechanical processing component to the conventional ADI heat treatment, thus increasing the rate of ausferrite formation and leading to a much finer and more homogeneous ausferrite product (Fig. 11). The effect of ausforming on the strength values was quite dramatic (Fig. 12) (up to 70 and 50% increase in the yield and ultimate strength respectively). A mechanism involving both a refined microstructural scale as a result of enhanced ferrite nucleation together with an elevated dislocation density was suggested[21]. Hardenability elements such as Ni and Mo are usually added to increase hardenability of thick section castings, and ausforming to higher degrees of deformation was found necessary to alleviate the deleterious effects of alloy segregation on ductility[58].

It is more practical that the advantage of ausforming would be taken by forging rather than by rolling. The forging process may be performed on cast preforms, austenitized and quenched to the austempering temperature, inserted into a die, pressed or forged to the final shape and then returned back into the austempering bath to complete the accelerated transformation. Minimal deformation degrees by conventional forging standards, i.e. an average strain of 25% would be sufficient for the forming part of the processing sequence. It has been reported[59] that in situations where very severe deformation occurs, the work-piece may not need to be returned to the austempering bath to complete the transformation to ausferrite, as the latter will have been completed by the time the work-piece is extracted from the die.

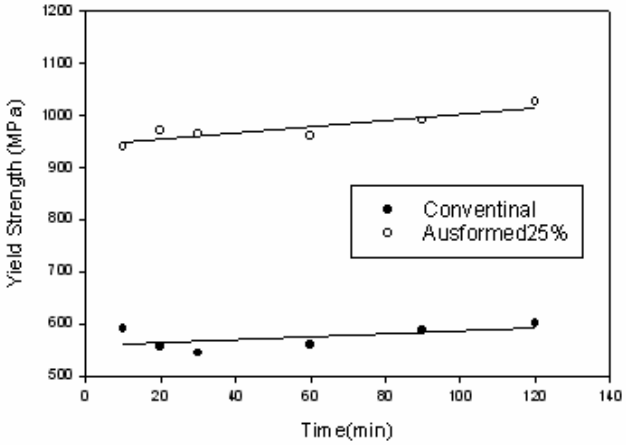


Figure 12- Yield strength vs austempering time and ausforming reduction for adis alloyed with 2% Ni[57].

The idea of creating preforms in ductile iron and then ausforming them to final shape could be quite effective for relatively simple shaped castings that must meet high demanding strength and ductility requirements, e.g. connecting rods for automotive applications. It is understood that certain deviations in design elements of both preform as well as the die set should be involved compared to the design of conventional ADI process. The abovementioned concept has been utilized to produce tank track center guides[60] using a finite element simulation technique to match both the preform design and the die design so that a uniform equivalent stain throughout the casting averaged ~20%. No inclination - to fracture or cracking has been reported.

SQUEEZE CASTING OF ADI

ADI was produced without an austenitizing step based on a patent published in 1985 by P.B. Magalhaes [61]. In this process, casting in a permanent mold allowed the ejection of the part at a temperature level above 850°C where a completely austenitic range could be guaranteed. Subsequent quenching in a salt bath would lead to the ADI ausferritic microstructure.

Based on this process, a novel technique has been simultaneously developed at TU-Aachen Foundry Institute[62] and component CPC - Finland[63] to produce superior quality ADI castings, using squeeze casting of molten metal in permanent mold, followed by in-situ heat treatment of the hot knock-out casting in the austenite range, followed by normal austempering in a salt bath. Figure 13 shows a schematic representation of the process[62].

This technique seems to have some unique advantages, such as:

- Sound castings can be produced without feeders or gating system as the solidification expansion was used to counteract solidification shrinkage.
- Increased heat transfer avoids formation of macro- and micro-segregation, which decreases the mechanical properties of ADI.
- Chemical composition of ductile iron can be selected to avoid any metastable solidification in spite of the extremely fast solidification.
- The production process is shorter and less energy consuming as the elimination of sand from the process would allow the hot castings coming out from the permanent mold to be directly introduced to the heat treatment furnace.
- The structure of the SQ ADI is much finer (the graphite as well as the ausferrite), which means better mechanical properties (ultimate tensile strength, elongation and fatigue strength).

The casting surface is entirely free from any surface defects, which again means higher fatigue strength.

- The machinability is better.
- More environmentally friendly.

Table 2[63] shows some tensile test results of a squeeze casted ring gear test samples compared to EN standard. Fiat suspension fork was tested for fatigue strength and amazing results were achieved. This component had to pass the test without cracks loaded with 250 KN after lifetime of 300,000 cycles. The squeeze cast forks could pass the test with 5000 KN without failure up to 3-10 million cycles. The tensile properties were much higher than pearlitic ductile iron or even better than microalloyed steels as shown in Table 3[63], yield strength was much higher than steel and elongation about the same.

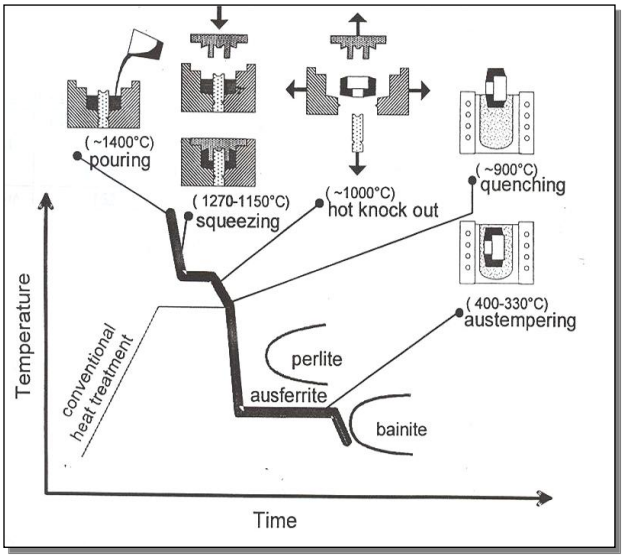


Figure 13 - Process steps and temperature regime of the SQ process and the in-situ heat treatment[62].

Table 2- Some Tensile Test Results of Squeeze Cast Test Samples Compared to EN Standard[63].

	Test 1	EN	Test 2	EN
Tensile strength, MPa	1238	1200	1115	1000
Yield strength, MPa	968	850	839	700
Elongation, %	13.4	2	15.3	5
Hardness, HB	388	340/440	363	300/360

Table 3. Comparison of Different Suspension Fork Materials[63]

	GJS-600-5	SQ ADI (Tested)	Microalloyed Steel
Tensile strength, MPa	600	950	1000
Yield strength, MPa	370	750	550
Elongation, %	10	11	12

TWO-STEP AUSTEMPERING OF ADI

The mechanical properties of ADI are mainly dependent on:

- The fineness of ferrite and austenite in ausferrite
- The austenite carbon (X_γ,C_γ) where:

  X_γ is the volume fraction of austenite

  C_γ is the austenite C-content

Figure 14 - Microstructure of two-step austempering ADI.

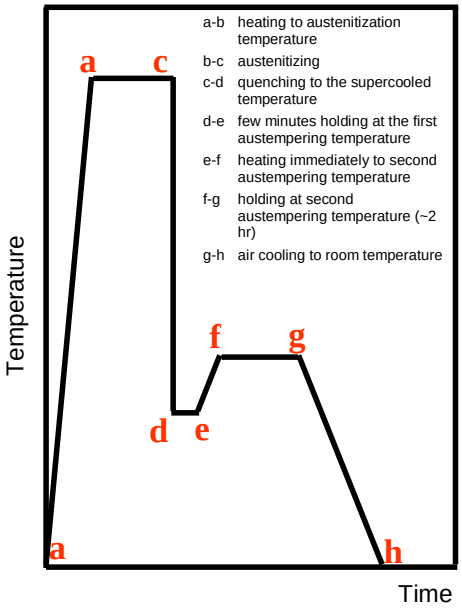


Figure 15 - Schematic of the two step austempering process.

Both these factors depend on the austempering temperature. Higher undercoolings enhance the nucleation of ferrite from the parent austenite and hence promotes finer ausferrite structure with higher yield and tensile strength but lower ductility. On the other side, higher austempering temperatures result in coarser feathery ferrite and austenite with lower strength but higher ductility properties. Moreover, higher austempering temperatures lead to higher (X_γ,C_γ) parameter which, in turn, increases fracture toughness and fatigue strength of ADI. Typical microstructure of two-step austempering ADI is illustrated in fig. 14.

It is possible, therefore, to optimize the mechanical properties of ADI by ausferrite refinement as well as increasing the austenite carbon. Hence, the novel concept of two-step austempering was conceived[64], which involves first quenching the alloy to a lower temperature (250-270°C) after austenitization, thus increasing the undercooling, and then, once the nucleation of ferrite is complete, immediately raising the temperature of the quenching media to a higher temperature to enhance faster diffusion of carbon and increase austenite carbon (X_γ,C_γ) in the matrix. A schematic of this process is shown in Fig. 15.

The two-step austempering process has resulted in higher wear resistance in ADI compared to the conventional single-step austempering process. An analytical model for the abrasion wear behavior of ADI revealed the dependence of wear behavior of ADI on the microstructural parameters, especially the parameter $X_\gamma C_\gamma / \sqrt{d}$ where d is the ferritic cell size as well as the strain hardening exponent (n-value). The major wear resistant mechanism in ADI was shown to be the microstructural refinement in ausferrite and solution strengthening effect (high C-content in austenite) along with strain hardening effect of the austenite phase[65,66].

Meanwhile, the two-step austempering process resulted in higher crack growth rate and lower fatigue threshold than the single step ADI proces. The crack growth rate increment due to the two-step austempering process increases with the austempering temperature[67]. Moreover, it has been shown in a recent publication carried out at (CMRDI) that the two-step austempering process increases the fracture toughness of ADI, where the increment in the fracture toughness by the two-step process is more pronounced in unalloyed irons[68]. The improved toughness was correlated to reduced ferrite grain size, increased carbon content of the retained austenite as well as its stability[33].

ADI WITH ENHANCED WEAR RESISTANCE
CARBIDIC ADI (CADI)

CADI is ductile iron containing carbides that is subsequently austempered to produce an ausferritic matrix with an engineered amount of carbides. Volume fraction of carbides may be controlled by partial dissolution during the subsequent austenitization process and hence the proper abrasion resistance/toughness combination may be reached. CADI exhibits excellent wear resistance and adequate toughness. The abrasion resistance of this new material is superior to that of the ADI and increases with increased carbide content. In a number of wear applications, it can compete favorably with high Cr-abrasion resistant irons with improved toughness[69-76].

Several methods have been suggested to introduce carbides to the structure of ADI[38-40].

(a) As cast carbides can be introduced to the structure of ADI through alloying with carbide promoting elements such as Cr, Mo, Ti, etc., controlling the cooling rate during solidification, adjusting the carbon equivalent to produce hypoteutectic composition or through surface chilling.

It has been reported that good balance between wear resistance and impact toughness could be achieved through the selection of Cr-content/austempering temperature combination[69]. Fig. 16 illustrates the typical microstructure of a carbidic ADI, where eutectic carbides are interlocked between primary and ledeburitic austenite particles. Both austenite particles have transformed upon austempering to very fine ausferrite in an agriculture component of plough blade produced at the experimental foundry of CMRDI.

(b) Carbides precipitated during austempering: extending the second stage austempering will result in the precipitation of fine carbides from the high carbon austenite: $\gamma_{HC} \rightarrow \alpha + \varepsilon$.

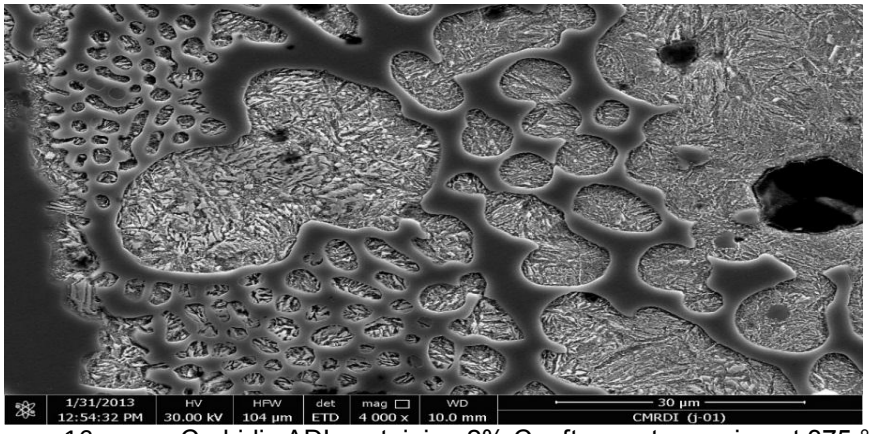


Figure 16 - Carbidic ADI containing 2% Cr after austempering at 375 °C

(c) Mechanically introduced carbides; crushed Mx Cy carbides are strategically placed in the mold cavity at the desired location. The metal then fills in around the carbides resulting in a continuous iron matrix with discrete carbides mechanically trapped. This method allows the engineer the option of placing carbides only where needed resulting in conventional ductile iron matrix throughout the rest of the casting. These particular carbides are essentially affected by subsequent austempering process. This technique is currently only practiced by license to Sadvik corporation and the specific method used to contain the carbides "in place" during mold filling needs further investigation.

(d) Fully or mostly ferritic matrix is hard face welded in the area of greatest wear, which results in a carbidic weld and a heat affected zone at the weld/casting interface. Subsequent austemper heat treatment has little or no effect on the weld structure, depending on the chemical composition of the weld material chosen, whereas the heat affected zone is eliminated and a fully ausferritic matrix results in all areas except the weld area itself. In some weld applications, powdered metal carbides can be purged into the molten weld to provide additional wear resistance[69].

The advantages, disadvantages, market opportunities as well as potential applications of CADI are illustrated in Table 4[69].

Table 4- Prospects and Potentials of CADI[69]

Advantages	Risks/Disadvantages	Market Opportunities
• CADI is more wear resistant than grade 5 ADI with acceptable toughness • CADI is less expensive and tougher than 18% Cr-white irons • No capital investment is required for the foundry to add this new product	• CADI exhibit only limited machinability – possibly grinding only • If alloying is used, the returns must be segregated • Additional operation and costs may be incurred if carbides are cast-in	• Replaces Mn-steel at equal or lower cost • Replaces 18% Cr white iron at lower cost

Potential Applications	
Automotive	Camshafts and can followers
Agricultural	Rippers, teeth, plow points, wear plates and harvester
Railroad	Contact suspension components and railcar/hopper car wear plates
Construction and mining	Digger teeth and scarifiers, cutters, mill hammers, guards, covers, chutes, plates, housings, transport tubes and elbows, rollers crusher rollers
General industrial	Pump components, wear housings and plates, conveyor wear parts, skids and skid rails, rollers and blast parts

BAINITIC/MARTENSITE (B/M) DUAL-PHASE ADI

A new grade of wear resistant ductile iron, with properties similar to those of ADI was recently developed by combining less expensive alloying with a controlled heat treatment to produce a bainitic-martensitic dual-phase structure. Alloying elements such as Si and Mn promote bainitic transformation were added in the range of 2.5-3.0% each. Moreover, such alloying facilitates the separation of bainitic transformation from martensitic one. Manganese significantly reduces the Ms temperature, dissolves unlimitedly into austenite and improves hardenability. At Mn-contents higher than 3.0%, austenite increases on the account of bainite and carbides starts to precipitate. Manganese carbides formation is restrained effectively by silicon, which promotes the formation of bainitic ferrite and the enrichment of asutenite with carbon. The resulting increase in austenite stability will reduce the possibility of manganese carbides formation and manganese dissolves in austenite and ferrite. The pearlite formation is avoided by controlled cooling heat treatment; consisting of three stages:

(1) Water spraying quenching is applied for rapid cooling from austenitization temperature to about 300°C in a few minutes which suppress any pearlite transformation.

(2) Soaking in a heat preservation setting for bainitic transformation over a range of temperature form the spraying end temperature to 200°C for 2 hrs.

(3) Air cooling to room temperature for martensitic transformation.

The resulting microstructure containing bainite, martensite and 8-10 vol. % retained austenite along with the graphite spheroids will give an excellent combination of hardness and toughness which reach 51.5 HRC and 21.7 J/cm^2 respectively and this could be attributed to the following factors [77,78]:

i) The bainite needles split the undecompensed austenite and effectively decrease the size of martensite leading to improved strength and toughness.

ii) High toughness of bainite restricts the propagation of cracks originating mainly at the graphite/matrix interface and hence toughens the iron.

iii) The presence of retained austenite (8-10 vol. %) contributes to the toughening effect.

The impact wear resistance of the B/M ductile iron was found to be comparable with that of the high chromium cast iron and twice that of manganese steel. Under conditions of low impact load, such as that in the case of grinding balls and liners in the small and medium

diameter ball mills, the B/M ductile iron can replace the manganese steel as a wear resistant material. In such application, the B/M ductile iron shows good work-hardening effect due to the presence of the retained austenite. The surface work-hardening effect can considerably improve the wear resistance of the hardened surfaces, while the core of the balls remains tough.

Currently, there is an increasing interest [79] in the as-cast austenite-bainite ductile iron, produced by alloying with >3.0% Ni, and up to 0.8% Mo and up to 1.0% Cu. The tensile strength and elongation of the as-cast alloyed ductile iron were shown to be higher than those of irons subjected to hot-shake-out from sand molds at 250°C and held for two hours. The inferior properties in the second case were attributed to the increased levels of retained austenite.

LASER SURFACE HADENING OF ADI

In a recent work at CMRDI, the surface hardness and wear resistance of ADI was dramatically increased through laser surface hardening (LSH) or laser surface melting (LSM) [89]. It has been shown that hardness value and depth of the hardened layer increase with the laser power and decrease of the laser scanning speed. Laser surface treatments, especially LSH significantly increase the wear resistance of ADI, which was related to the fine microstructures of austenite and martensite in the case of LSH and ledeburite in the case of LSM, giving surface hardness values up to 1200 Hv, work hardening of the structure as well as stress induced phase transformation of retained austenite to martensite. Both LSH and LSM were able to increase the surface hardness up to 1200 Hv, Fig. (17) [80].

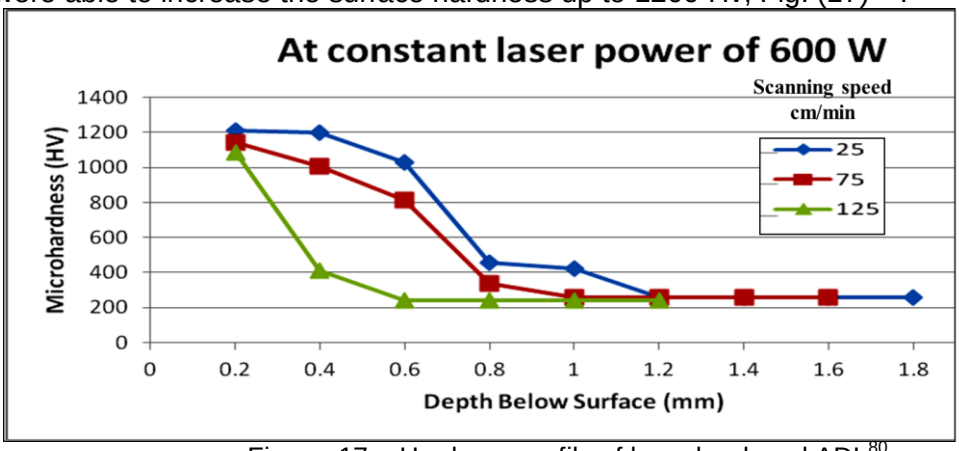


Figure 17 - Hardness profile of laser hardened ADI [80]

THIN-WALL ADI CASTINGS

To achieve fuel economy in automotive industry, reducing the vehicle weight has been a major research area of interest over the last few decades. Although the general trend has been to use low density materials (aluminum, magnesium and composites) instead of cast iron and steel in the automotive industry, numerous examples have been recently noted in the literature where iron castings started again to replace aluminum in the industry. This comparison is encouraged by the increased strength, ductility, stiffness, vibration damping capacity, as well as reduced cost[81]. If the yield stress/cost ratio of the various materials is compared, the new member of the ductile iron family, the ADI, is most of the time the winner. When mechanical properties, density and cost are included in material evaluation, ductile iron may offer more advantages than aluminum, particularly if thin wall ductile iron parts could be produced without further heat treatment processes. The potentials for ductile iron applications for lightweight automotive components have been limited by the capability to produce as-cast free thin wall parts (2-3 mm)[82,83]. Production of thin-wall ductile iron castings still represents a daily challenge in modern foundries. Review of the recent literature shows that thin-wall ductile iron has been successfully produced for many years, thanks to the optimization of some critical production parameters: pouring temperature, chemical composition, thermal conductivity of the molding materials, type and amount of inoculating

material in combination with the spheroidizing method adopted, casting design and other foundry basic practices[84,85].

Since the commercial introduction of ADI in 1972, consistent efforts have been made to identify new applications of this new emerging material, however, difficulties have been encountered in producing ADI thicker than 100 mm due to the segregation of hardenability elements added to prevent pearlite formation. Such difficulty in obtaining the required austemperability and the heterogeneous microstructures do not represent a real problem when producing thin wall ADI castings due to the insignificant segregation tendency associated with rapid solidification of those thin wall castings. The use of ADI in thin-wall and high strength parts has, however, been mentioned in a very limited number of reference[86]. Successful case was reported[86,87], where a hollow connecting rod for a two-cylinder car engine and a front upright for a racing car were successfully made of thin wall ADI, which confirms the capability of ADI to build complex thin walled parts of high strength. With recent development in inoculation theory and practice, it became possible to cast thin-wall ductile iron parts completely free from carbides. Consequently, further improvements in the properties of thin wall ADI castings could be achieved with the austempering process. In a recent study[88], the results of a R&D program on the effect of wall thickness (3-10 mm) and silicon content (2.4-2.7%) on the properties of ADI has been reported. It has been shown that thin-wall ADI castings austempered at 360°C and containing low silicon can exhibit ultimate strength exceeding 1100 MPa with more than 10% elongation. This is an indication that austempered thin-wall ductile iron is becoming a logical choice for the production of small, light weight and cost effective automotive components. However, more data about the metallurgy of thin-wall ADI castings seems to be of practical interest.

Recently[89], 2 mm ADI plates with a homogeneous ausferritic and nodule count of 300 nodules/mm^2 were produced at CMRDI, Fig. 18. It was found that decreasing the wall thickness leads to reduced amounts of retained austenite and structure refinement, which in turn increase the hardness. Increasing the austempering temperature from 350°C to 400°C resulted in reduced tensile strength values (950 and 1000 MPa for 8 and 2 mm wall thickness, respectively) to (775 and 875 MPa for the same wall thickness), increased impact strength (from 40 to 80) and from 100 to 125 J at wall thicknesses of 2 and 8 mm, respectively, apparently due to increased amounts of retained austenite at higher austempering temperatures.

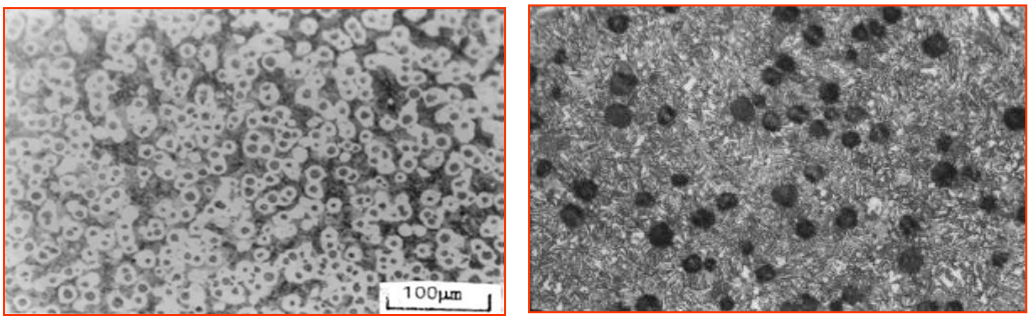


Figure . 18 - microstructure of 2.5 mm thick ADI plate.

ADI - THE NEW GEAR MATERIAL

One can imagine that the gear designers and manufacturers have been, for long time, dreaming about a new material, which is distinguished from the currently used carburized and nitrided machined steel forgings with the following properties related to gears performance:

1. Abrasion resistance, bending and contact fatigue
2. Lower density
3. Better machinability than free cutting steels
4. Lower production cost
5. Superior vibration and noise damping capacity

Such expected material, with that magic combination of properties, has been conceived

as a new “high-tech” material and never expected to be associated to cast iron. The common perception of cast iron is based on a weak and brittle material, with a maximum tensile strength of 250 MPa and virtually no ductility, suitable only for low-performance applications. In 1949, and with the development of ductile (or spheroidal graphite) irons we started to hear about cast irons with tensile strengths up to 600 MPa. This development opened the market for wide range of commercial applications, but it was not suitable for most gear applications. Finally, the development of the ADI with its unique combination of properties that gears manufactures have been dreaming of proved that, that “high-tech” material was a new member of cast iron family.

Different grades of ADI, achieved through a variation in the austempering temperature and time, can create a range of properties in ADI applicable in the specific requirements of the component design as seen in Table(5).

Table 5 - Mechanical Properties Specified in ASTM A897M-03

Grade	Tensile Strength, MPa	Yield Strength, MPa	Elongation, %	Unnotched Charpy Impact Energy, J	Typical Hardness (BHN)
1	900	650	9	100	269-341
2	1050	750	7	80	302-375
3	1200	850	4	60	341-444
4	1400	1100	2	35	388-477
5	1600	1300	1	20	402-512

ADI VS. STEEL FOR GEAR MANUFACTURING

The favorable position and competitive edge of ADI as compared to steels can be illustrated by comparing their properties related to the gears performance[90].

a) STRUCTURAL INTEGRITY

In quench and tempered steel gears, the formation of martensite occurs immediately as the gear temperature drops below the martensite start temperature (Ms). As the coding is achieved at different rates in various sections, this non-uniform transformation can result in significant distortion and/or cracking. Meanwhile, austempering is an isothermal process, where the formation of ausferrite in ADI occurs over minutes or hours at a single temperature (Fig. 19). Distortion is, therefore, minimized and cracking does not occur which enhances the structural integrity of gears produced from ADI. When General Motors switched to ADI hypoid differential gears from the traditional carburized and hardened 8620 steel process in the 1970’s, the need for press quenching to avoid distortion was eliminated.

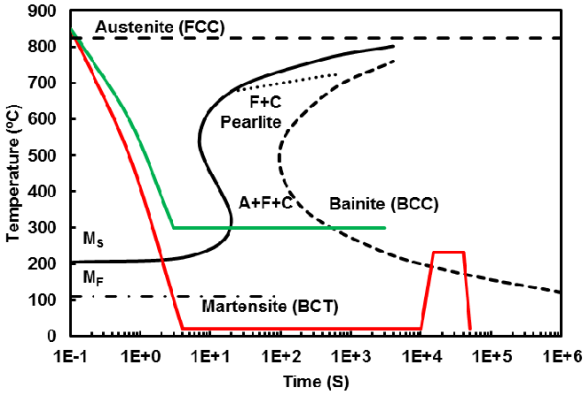


Figure 19. Schematic 1-T diagram illustrating the austempering (line 1) and quench and tempering (line 2) process. The basic crystal structures are in parentheses [91].

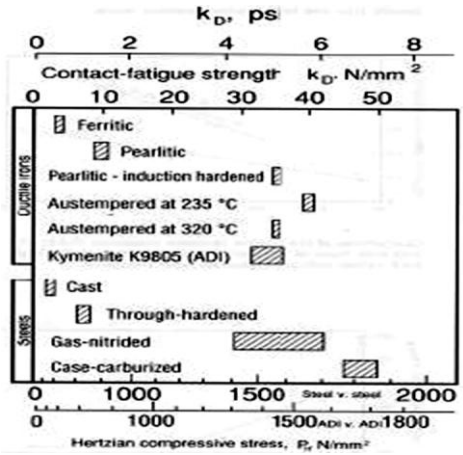


Figure 20 - Comparison of contact fatigue strengths of ADI with those of conventional ductile iron and steels used for gear applications [92]

b) CONTACT FATIGUE AND WEAR PROPERTIES

The mechanically induced martensitic transformation in ADI microstructure when subjected to high stresses contributes to the excellent contact fatigue resistance of ADI, which can still be improved by rolling, grinding and shot peening. Figure (20) [92] demonstrates that the contact fatigue properties of various grades of ADI are comparable to gas nitrided steels and competitive with carburized and hardened steels.The data related to wear behavior and contact fatigue of ADI may be presented for three wear conditions specific to gear wear : high stress abrasive wear, galling and gear tooth pitting (teeth conformation).

Abrasion (or High Stress Wear)

Figure (21) [93] compares the wear resistance and impact-erosion wear properties of ADI with those of competing materials. ADI experiences less volume loss at similar hardness levels, resulting in a component with enhanced wear characteristics.

High wear resistance is usually obtained in any material by ensuring a high hardness. Hard grades of ADI (480-550 BHN) are austempered at lower temperatures (235-275°C) and such grades would be selected when good wear resistance is the main requirement. At higher austempering temperatures, the hardness decreases, resulting in more wear. However, the softer grades of ADI (typically 280-320 BHN) contain large amounts of retained austenite, which can work harden and/or transform to martensite when subjected to mechanical strain at the surface under abrasive conditions. This results in the wear resistance being significantly higher than would be expected. Although this effect is a

disadvantage when machining, it can be very beneficial for gear applications when the surface is worn away as it would be continuously replaced by a freshly formed, hardened layer.

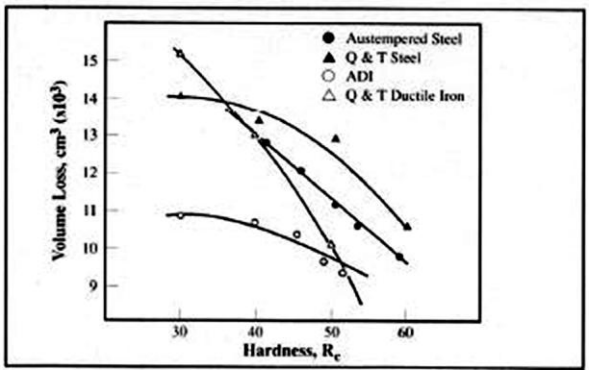


Figure 21 - Pin abrasion test comparing volume loss at equivalent harnesses [93].

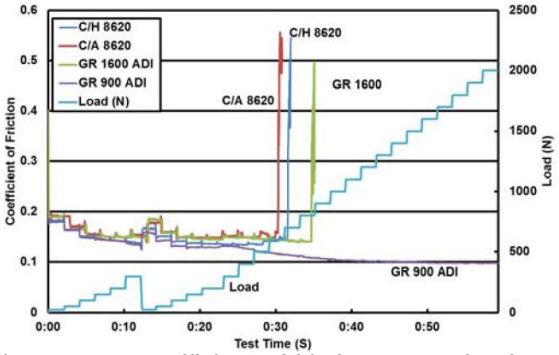


Figure 22 - Coefficient of friction versus load and time showing the galling threshold for various materials [94].

Galling

Gear failure in the low cycle contact fatigue regime is essentially a galling phenomenon. Figure (22) shows self-mated galling test results for ADI, Carbo-Austempered™ (C/A) 8620, and carburized quenched and tempered (C/H) 8620. In this experimental work, a spike in the coefficient of friction indicates that galling has occurred. Examination of the curves in Fig. (22) indicates that Grade 900-650-09 did not gall in this self mated tests. This behavior was related to the lubricating effect of graphite nodules in ductile iron which enhances galling resistance [96].

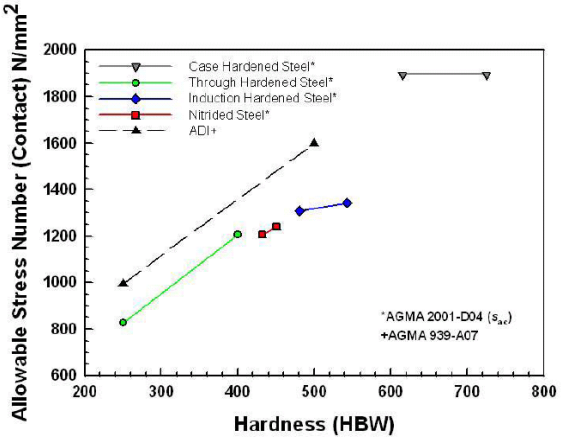


Figure 23 – Comparison of the contact fatigue strengths of ADI to various steels used for gear applications [95].

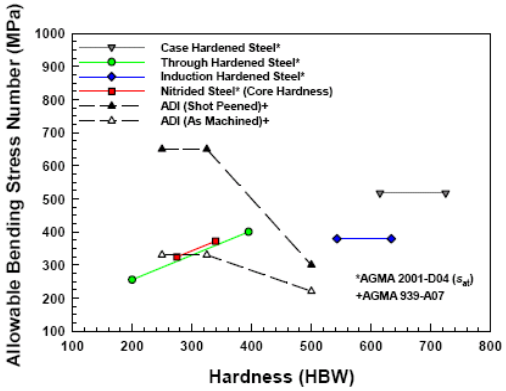


Figure 24 - Comparison of tooth root bending-fatigue strength of ADI with those of competitive steels used for gear applications [95].

ADI has a Young's Modulus that is 20% lower than that of steel; therefore, ADI gear teeth conform more than steel ones. The elevated conformance of the teeth increases the area of contact and decreases the Hertzian contact stress for a given load. Figure (23) shows the allowable contact fatigue strength versus hardness for ADI and competitive steel heat treat options for gear design. It shows that ADI competes favorably with through hardened, nitrided, and induction hardened steels.

c) BENDING FATIGUE

Figure (24) illustrates a comparison of tooth root bending fatigue in various materials. ADI is competitive with cast and through-hardened steels. Shot-peened ADI has improved fatigue strength that is comparable to gas-nitrided and case-carburized steels [95].

Shot peening can improve the allowable bending fatigue of carburized and hardened steels by 30%, while it increases the allowable bending fatigue of ADI by 75% [92].

The influence of different shot peening combinations on the residual compressive stresses for grade 1400-1100-02 ADI is illustrated in Fig. (25).

The as-austempered surface compressive stress observed was less than 207 MPa while the maximum shot peened surface compression was more than 896 MPa. Thus, the bending performance of ADI can be greatly enhanced by shot peening and other processes, such as fillet rolling, that impart a residual compressive stress on the surface of a component.

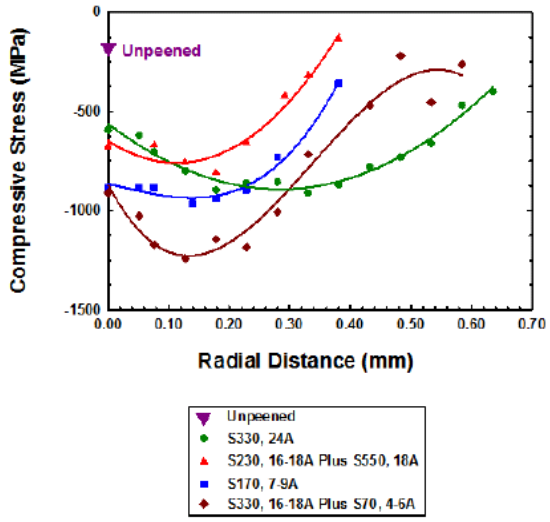


Figure 25 - Effect of various shot peening schemes on the compressive stresses of grade 1400-1100-02 ADI [96].

d) NOISE REDUCTION

The presence of graphite renders cast irons inherently more capable of vibration and noise damping. Furthermore, the finer microstructural scale of ausferrite (vs. tempered martensite) further enhances the damping properties of austempered irons. This allows for the possibility that gears machined to lower AGMA (American Gear Manufacturers Association) classes could be as quiet as those machined to more precise grades. Fig. (26) is a schematic comparing the gear noise of AGI, ADI, and steel over the AGMA gear classes. The dotted lines illustrate how an ADI gear could be machined to a lower AGMA grade and still be as quiet as a higher grade steel gear.

The replacement of steel hypoid gear sets with others manufactured from ADI was found to result in considerable noise reduction as shown in Fig. (27) [95].

Austempering of gray iron also increases the noise reduction capabilities of gray iron. As shown in Fig. (28), the damping characteristics of gray iron are increased when austempered, giving the higher strength AGI better noise reduction characteristics than its as-cast counterparts. In fact, an AGI with a tensile strength of nearly 414 MPa can have the noise dampening capabilities of a fully damped, Class 20 Gray Iron (with a UTS of 138 MPa) [91].

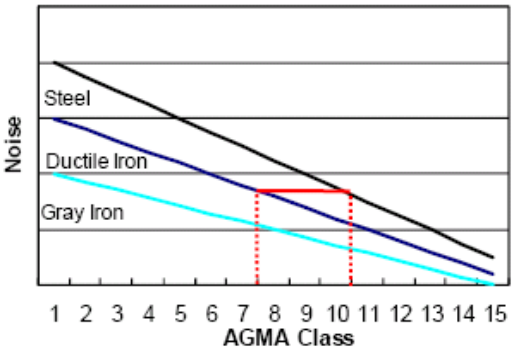


Figure 26 - Coefficient of friction versus load and time showing the galling threshold for various materials [94].

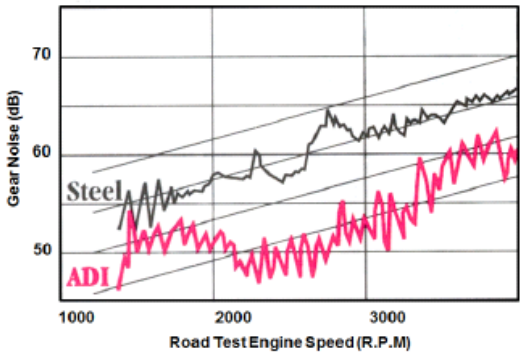


Figure 27 - Comparison of the contact fatigue strengths of ADI to various steels used for gear applications [95].

e) MANUFACTURING COST

Iron castings are generally nearer net shape and less expensive than steel forgings and castings. Figure (29) illustrates a comparison of relative material cost of different alloys per unit of yield strength. Taking into account all material and processing cost (energy used in melting and heat treatment as well as machining costs), ADI is relatively less expensive to manufacture than other commonly used engineering materials.

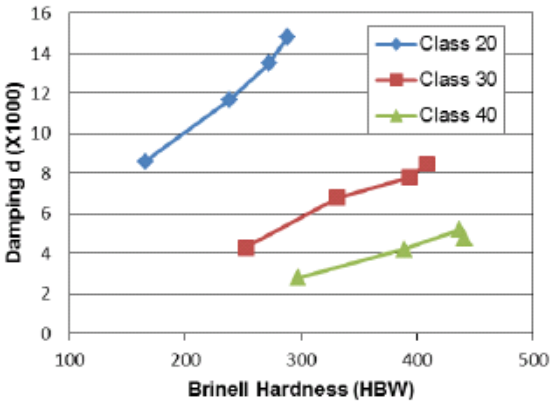


Figure 28 - Damping of austempered gray iron versus Brinell hardness. Each curve represents a different base gray iron with the lowest hardness data point for each grade being the as-cast condition [91].

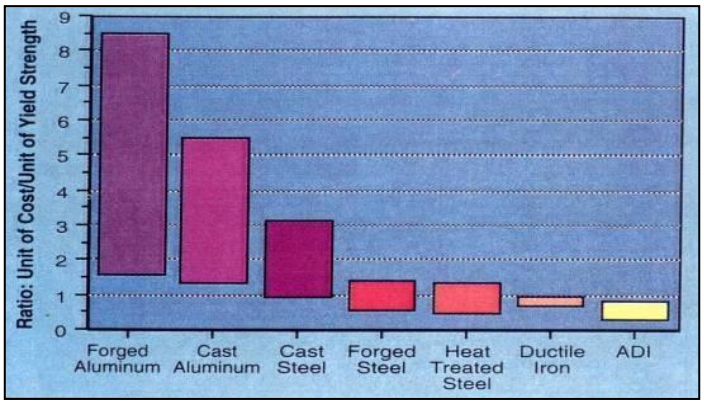


Figure 29 - Comparison of the cost per unit of yield strength for different materials [92].

The limited use of high volume applications of ADI is partly related to machining difficulties, and this has been approached either by establishing the best machining tools and conditions [97,98] or by developing machinable grades of ADI.

When ADI first started to be used for engineering applications, there were many difficulties experienced in trying to machine it, and some of these doubtlessly persist to this day. The hardest grades of ADI reach a hardness of ~50 HRC which would pose a challenge for any high volume machining operation. Although the softer grades of ADI have a typical hardness of 300-350 BHN, their matrix structure contains up to 40% retained austenite. When subjected to strains in service, this phase rapidly work hardens and can transform to martensite; this can thereby reduce the machinability compared with a steel of equivalent hardness.

Different options regarding the integration of the machining operations into the ADI production route are summarized in Fig. (30). Most automotive components and almost all gears need to be machined, and those made in the softer grades of ADI can be machined after heat treatment using appropriate machine tools and inserts. This becomes progressively more difficult as the hardness increases and it is often preferable to machine before heat treatment by making an allowance for the dimensional growth, assuming that this is predictable and that there is no significant distortion. If the dimensional growth is not sufficiently consistent, the only option is to do most of the machining before austempering, and to finish machine any critical dimensions after austempering.

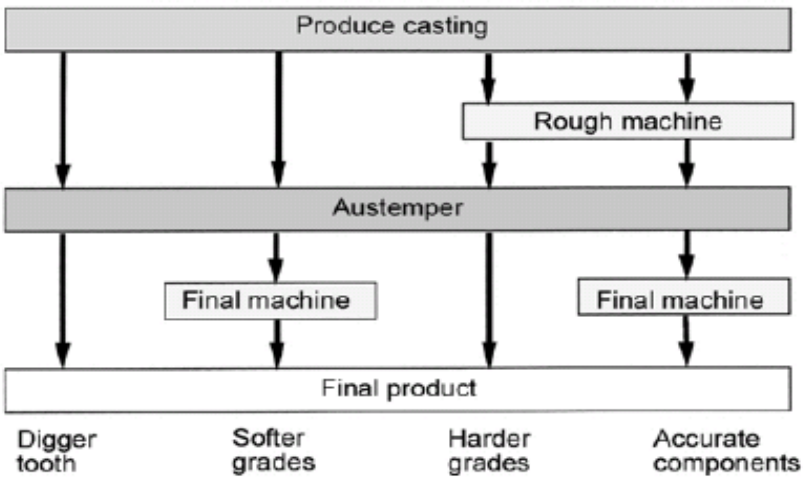


Figure 30 - Options of integrating castings, machining and heat treatment of ADI [1].

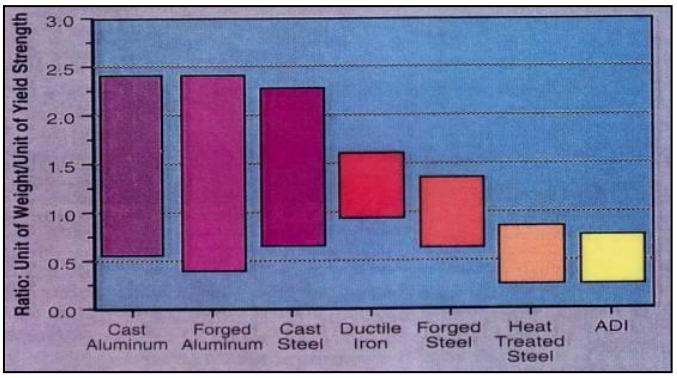


Figure 31 - Comparison of the weight per unit of yield strength for different materials [99].

Extensive research has been lately directed to optimize the machining practice of ADI [100-102] and the most important findings may be summarized in the following:

- The tool should cut below the hardened surface layer in ADI by selecting a higher depth of cut (typically 50% more) and using a slower speed (typically 50% less) than would be used for a conventional material of the same hardness).
- Careful consideration should be given to tool material and geometry and the use of cooling lubricants.

f) WEIGHT REDUCTION

ADI is 10% higher than steel, which is an important factor for gear designers and manufacturers. There has been a substantial effort worldwide to use lightweight materials in the automotive industry, which has eroded the market for cast irons due to their higher density compared to lightweight aluminum alloys. ADI has, therefore, suffered from being incorrectly conceived as a “conventional: cast iron. However, as shown in Fig. (31), when the high strength of ADI is taken into account, it is possible for it to successfully compete with lightweight alloys. This point has yet to be fully appreciated by many design engineers and this is exacerbated by a decline in the number of engineers, who are trained in the production and use of castings.

g) GEAR POWER LOSS

Power transmission equipments using gears dissipate significant amount of power and the evaluation of their energetic performance is, therefore, very important, and can lead to considerable reduction in energy consumption. So, gear power loss and efficiency are of fundamental importance for any application and it depends on gear material and lubricant characteristics [103,104]. The equilibrium temperature of a gearbox is reached when the power losses inside the gearbox are equal to the dissipated heat from the gearbox to the surrounding environment. This equilibrium is dependent on the gearbox geometry, gear material, lubricant properties as well environmental conditions. The equilibrium temperature at constant operating conditions is a direct indication of power losses and a lower equilibrium temperature indicates higher energetic efficiency, lower friction coefficient, smaller oil oxidation and a longer oil life.

In a recent study, a systematic experimental evaluation of ADI as a gear material in comparison with carburized steel gears has been conducted. The evaluation was mainly concerned with two main aspects: power loss and contact fatigue resistance (pitting and micropitting) using different lubricants. The study reached a conclusion that ADI is a material to be considered by gear designer, as the energetic behavior of ADI gears is similar to carburized steel gears, although being slightly worse at high input power. The pitting life is infinite for contact pressures below 1.2 GPa and the best wear behavior of ADI was attained, if combined with ester biodegradable lubricant, both on power loss and micropitting tests.

Recently [105], it has been reported that Cu-Mn ADI gears perform very well, compared to carburized steel gears, with better efficiency in many situations, particularly when the speed and load were not too high. ADI gears were shown to be always more efficient than the steel ones using ester oil, namely when transferring high torque. It was concluded that a good

combination of materials and lubricants depends on the operating conditions, i.e. speed and load, which will determine the proportion of speed- and load-dependent power losses and in this aspect, ADI was considered as a good choice for replacing steel at moderate load and speed.

Gearboxes reaching up to 10 tons are currently made from ductile iron. A wind turbine is one of the - if not the most - demanding applications for a gearbox. It requires a relatively small, compact, high-power density gear drive and electric generator to transmit fluctuating loads in a very demanding environment of deflections, high vibrations and temperature extremes.

Through the 1990s and into this century, wind turbine gearbox failures were beyond the slow development of the wind energy industry. It was obvious that a standard was needed, and the first draft of ANSI/AGMA/AWEA 6006-A03 to supersede AGMA 921-A97 was developed in March 2000. The Standard was approved by the AGMA in October 2003 and then approved as an American National Standard in January 2004.

The operation and loading of a wind turbine speed increasing gearbox is unlike most other gear applications, and the intent of the standard was, therefore, to describe the differences, with much of the information based on field experience. This standard can be viewed as a tool, whereby wind turbine and gearbox manufactures can communicate and understand each other's needs in developing a gearbox specification for wind turbine applications. The annexes present information discussion of various issues specific to wind turbine applications and gear design. A combined committee of AGMA and AWEA members representing wind turbine manufacturers, operators, researhcers and consultants, as well as gear, bearing and lubricant manufacturers, was responsible for the drafting and development of this standard.

The growth of ADI applications has either been accelerated or hindered by the knowledge or lack of:

- the metallurgy of both heavy section ductile iron and ADI,
- the mechanical properties of the material, specifically the dynamic properties, and
- the equipment to properly and cast effective process such components.

The lack of austempering facilities needed for large gearbox components used in wind turbines, was obviously beyond the delay of using ADI as a material for manufacturing those components. Over the last few years, heat treating equipment for the production of ADI has steadily advanced; increasing in both process capability and capacity. Currently, engineers routinely specify ADI components for gearbox components up to several tons.

The leading ADI producers and developers Applied Processes of US ADI Treatment Ltd of UK have recently adopted new plans to heat treat large diameter gearbox parts for wind turbine systems. To accommodate the load sizes and quantities expected, special solution was required and the world's biggest commercial, sealed quench austempering unit was designed. The renewable energy market has the potential to fully utilize those new capacities in manufacturing large size gears used in wind turbines. One design of wind turbine gearbox utilizes the 7 metric ton gear carrier shown in Fig. 32. These new facilities will give the heat treaters a unique opportunity to work with engineers, buyers and the management of manufacturers to develop new, cost-effective conversions of large parts and consolidate weldments and assemblies into efficient, single-piece designs [40]. This new capability means the engineering community is now freed from the overwhelming reliance on large-scale steel components in favor of less costly and lighter ADI components. Such components would most likely allow ductile iron producers to compete more readily with expensive, large steel forgings, weldments and assemblies.

Figure 32 - A photograph of a 7 metric ton ductile iron gear carrier for a wind turbine gerabox being transferred into the vestibule of the furnace as a first step in the austempering process [106].

ADI Gears at CMRDI:

Over the past five years, the experimental foundry and in heat treatment unit at CMRDI turned to be main suppliers of ADI gears to the Egyptian Industries, such as metallurgical, flour milling, agricultural, etc. industries. The results of the extensive R & D programs carried out at CMRDI were implemented exceeding that of the surface hardened steel gears, examples are shown in Fig. (33).

Figure 33 - Different gears recently produced at CMRDI

ADI OF AGRICULTURAL COMPONENTS IN EGYPT

With the ambitious plans of the Egyptian Ministry of Agriculture for more mechanization of agricultural operations, the needs for local production of spare parts and consumables required for the continuous operation of agricultural equipment become more and more pronounced. The properties requirements of those spare parts vary with the application of the part in different conditions and should have various combinations of wear resistance, impact toughness as well as fatigue properties, depending on the nature of the soil and agricultural products to be processed.

Realizing the importance of collaboration between the scientists working in both agricultural engineering as well as material selection and processing, both the Central Metallurgical R&D Institute (CMRDI) of the Egyptian Ministry of Scientific Research and the Agricultural Engineering Research Centre (AEnRI) of the Egyptian Ministry of Agriculture took the initiative of conducting a research project aiming at introducing the available knowledge and experience accumulated at CMRDI about manufacturing of advanced grades of iron castings for agricultural engineering applications. The project is supposed to create awareness of the capabilities and unique properties of ADI among the agricultural engineering community in Egypt. This would consequently lead to the enhancement of the economical indices of the ground engineering operations through increase of life time, decrease of wear rate of moving parts as well as minimizing the idle times needed to replace those parts.

Several developments have occurred in the past few years regarding the use of advanced iron castings, such as austempered irons in the agricultural industry. Farmers, component designers, agricultural equipment manufacturers and aftermarket agricultural component suppliers all have found unique, cost-effective use for austempered iron components. In addition to the austempered ductile iron (ADI), carbidic austempered ductile iron (CADI) increasingly have found applications in agricultural equipment and component applications as will be explained later.

ADI's microstructure contains carbon-stabilized austenite that is thermally stable but, when acted upon by a high, normal force, transforms locally to untempered martensite nested in a ferritic matrix. This increases the surface micro-hardness, giving ADI an abrasive wear resistance that exceeds that implied by its bulk hardness, and making it ideal for many agricultural applications.

In certain angular and rocky soils, ADI plow points, boots and plow shins have been reported by farmers to wear more slowly than hard-face welded and high-chrome wear resistant irons. In other, less aggressive soils, ADI does not perform as well.

After a statistical analysis of the spare parts used for agricultural applications in Egypt, two categories of components were selected to be casted from ADI:

(1)**Plough blades:** represent a considerable percentage of the required components and are usually considered to be of the most difficult to engineer due to the severe abrasive environments they are subjected to, Fig. (34).

(2)**Gears:** are indispensable components of all agricultural equipment and recently ADI has been considered as an ideal material for gear designers and manufacturers due to its unique combination of abrasion resistance, contact and bending fatigue properties, fracture toughness as well as vibration and noise damping capacities [4].

(3) Hammers used to crush the agricultural wastes.

Fig. (34) shows the selected components. However, the following discussions will be limited to the results obtained with the ADI plough blades.

Figure 34 - Plough blades produced at CMRDI

Figure 35 shows the microstructures of the as-cast blades as well as those subjected to the two heat treatment cycles, i.e. austempered at low temperature 275°C and at higher temperature of 375°C. The following remarks could be made on the microstructures obtained after different heat treatment cycles of alloys containing from 0-2% Cr:

- The as-cast structure consists from spheroidal graphite in a ferritic-pearlitic matrix (about 90% pearlite) with hardness ~264 HV.
- The carbide volume fraction in the structure increases with Cr-content.
- Austempering at 275° results in a fine acicular (needle-like) ferrite phase with only a small amount of retained austenite (~12%). Typical ultimate tensile strength obtained was around 1300 MPa, elongation 1 % and hardness of 528 HV.
- Increasing the austempering temperature to 375°C results in a coarser ausferrite structure with higher amounts of retained austenite (~35%). Typical ultimate tensile strength obtained was around 1100 MPa, elongation of 14 % and hardness of 327 HV.
- The carbide volume fraction increase with Cr-content with subsequent increase in hardness values to 680 HV and 670 HV in blades containing 2% Cr and austempered at 275°C and 375°C respectively. The carbide phase in the Cr-containing blades (white-etched phase) appears in the typical form of ledeburitic structure (eutectic carbides with eutectic austenite globules.

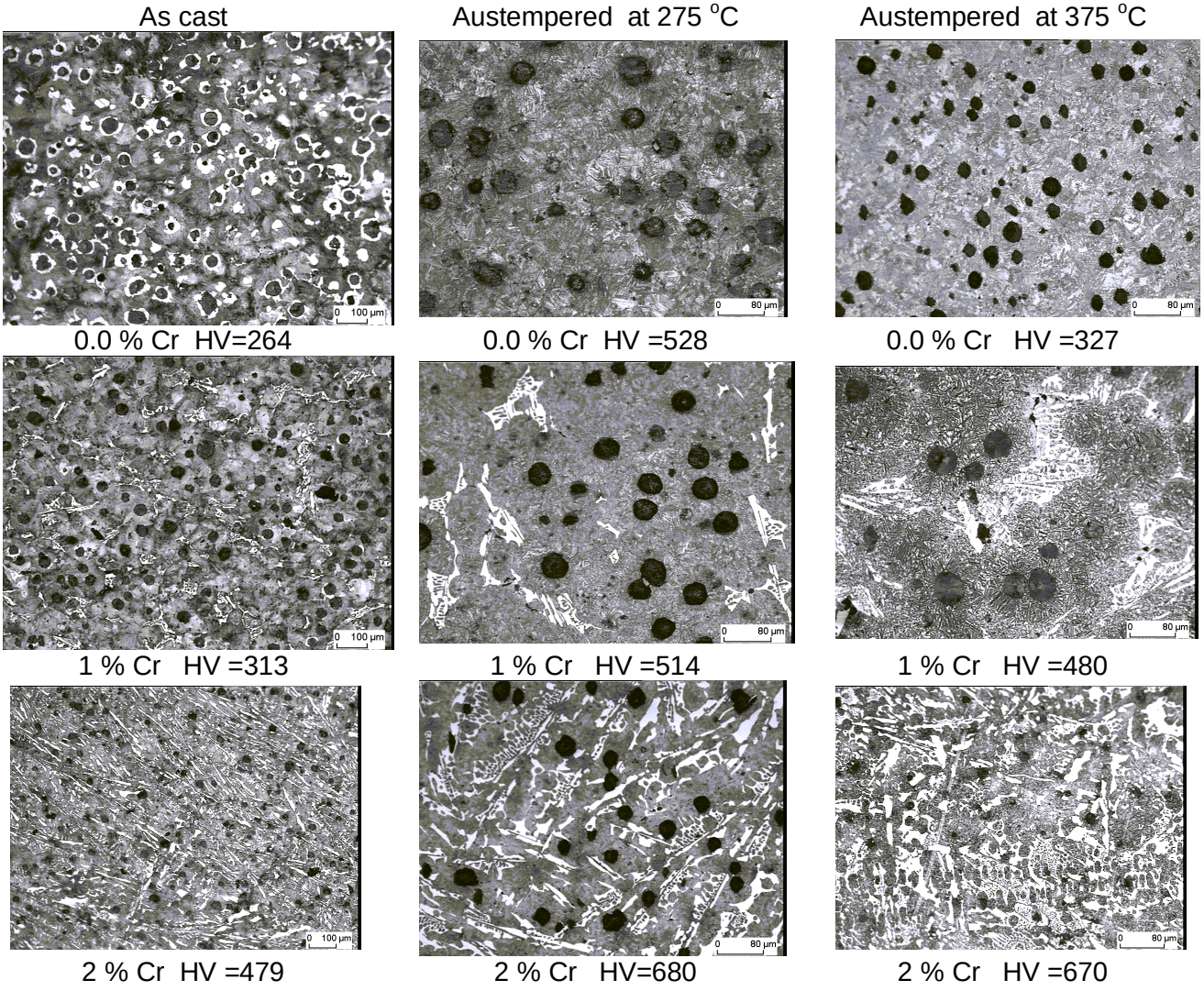


Figure 35 - Microstructures and hardness values of CADI plough blades as functions of the austempering temperatures and Cr—content.

Wear Resistance

Figure (36) compares the wear resistance of the investigated ADI plough blades measured on laboratory scale using pin-on-discwear resistance equipment.

The original plough blades were subjected to the highest wear under both the investigated pressures of 0.5 and 0.8 bars, blade No. 4 with martensitic structure had better wear resistance due to its high hardness of 528 HV compared to 289 HV of blade No. 6 made of pearlitic steel.

The ADI blades showed a considerable improvement of wear resistance, blades austempered at 375°C showed 50% reduction in wear rate compared to the original blade No. 6, whereas blade austempered at lower temperature of 275°C showed further 30% improvement compared to ADI-G375 blades. Carbidic ADI (CADI) alloyed with 1 and 2% Cr showed superior wear properties among all investigated alloys, apparently due to the presence of the very hard carbides in the microstructures [107].

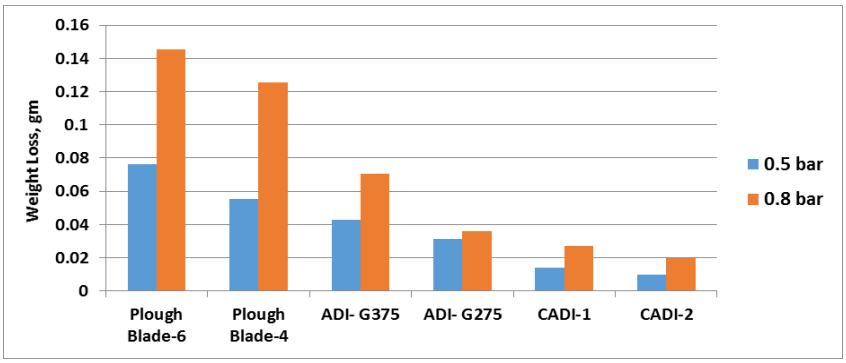


Figure 36 - Comparison of wear resistance of the ADI blades with the original blades made of steel.

High wear resistance is usually obtained in any material by ensuring a high hardness. Hard grades of ADI (480-550 BHN) are austempered at lower temperatures (235-275°C) and such grades would be selected when good wear resistance is the main requirement. At higher austempering temperatures, the hardness decreases, resulting in more wear. However, the softer grades of ADI (typically 280-330 BHN) contain large amounts of retained austenite, which can work harden and/or transform to martensite when subjected to mechanical strain at the surface under abrasive conditions. This results in the wear resistance being significantly higher than would be expected. Although this effect is a disadvantage when machining, it can be very beneficial for applications when the surface is worn away as it would be continuously replaced by a freshly formed, hardened layer.

The ADI plough blades investigated throughout this work show superior wear resistance compared to the original blades made from different types of steel.

The highest wear resistance was recorded to the carbidic grades of ADI (CADI) followed by ADI austempered at 275°C and then ADI austempered at 375°C.

The wear resistance was correlated to the microstructure and hardness of the different ADI grades.

Field Assessment

The results of the field assessment are summarized in Fig. (37), which confirms the laboratory scale investigations. ADI and CADI plough blades showed significantly whenever abrasion rate that the imported steel ones made from pearlitic or martensitic steels.

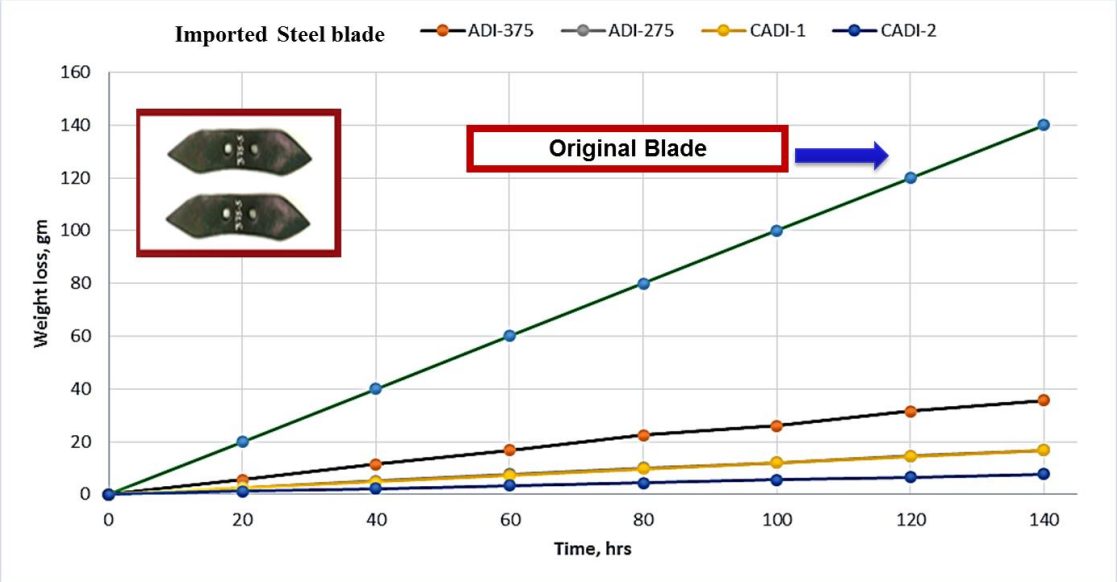


Figure 37 - Field assessment results of ADI and CADI plough blades as compared to imported steel blades.

REFERENCES

1. Harding, R.A., "The Production, Properties and Automotive Applications for Austempered Ductile Iron", Asia-Europe Environment Forum Conf., Jakarta, Indonesia, 23-25 Nov. (2005).
2. Dorn, T., Keough, J.R., Schroeder, T. and Thoma, A., "The Current State of Worldwide Standards for Ductile Iron", 2003 Keith D. Mills Symposium on Ductile Iron, Hilton Head, SC, USA, 20-23 Oct. (2003).
3. Hayrynen, K.L. and Keough, J.R., "Austempered Ductile Iron - the State of the Industry in 2003", 2003 Keith D. Mills Symposium on Ductile Iron, Hilton Head, SC, USA, 20-23 Oct. (2003).
4. Hayrynen, K.L. and Keough, J.R., "Is it Time for a Grade 800 ADI in North America?", AFS Trans., vol. 113, paper 03-089, pp. 851-875 (2005),.
5. Rundman, K.B., "Austempered Ductile iron - Microstructure and Mechanical Properties", in "Casting 1997 - International ADI and Simulation Conference", Helsinki University of Technology, Finland - Ed. K. Holmberg, paper 2, pp. 42 (1997)
6. Harding, R.A., "Control of the Retained Austenite Content of ADI"; in AFS Inc., 1991 World Conference on Austempered Ductile Iron, , Bloomingdale, Chicago, IL, pp. 22-31, 12-14 March (1951).
7. Keough, J.R. and Hayrynen, K.L., "Automotive Applications of Austempered Ductile Iron (ADI): a Critical Review in" Designing and Achieving Lightweight Vehicles (SP-1684). SAE Technical Paper 01-0.0764 (2000).
8. Kaczorowski and M., Myszka, D.: The Nanostructural Study of ADI in Transmission Electron Microscope, Prace ITMat. (2003) ss.10-16.
9. Krzyńska, A. and Kaczorowski, M., "The Mystery of ADI", Archieves of Foundry Engineers, vol. 7, Issue 4/2007, pp. 111-114 (2007).
10. Aranzabal, J., Gutierrez, I., Rodriguez, J.M. -Ibabe and Urcola, J.J., "Influence of the Amount and Morphology of Retained Austenite on the Mechanical Properties of an Austempered Ductile Iron", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 28A, pp. 1143-1156, May (1997).
11. Nasr El-din H., Nofal, A., Ramadan, A. and Ibrahim, M., "Structure Characteristics and Mechanical Properties of Cold Rolled Austempered Ductile Iron Alloyed with Nickel", Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 43, No. 2, pp. 203-218 (2004).
12. Nofal, A., Nasr El-din, H. and Ibrahim, M., "Cold Rolling of Austempered Ductile Iron", Journal of Materials Science and Technology, vol. 11, No. 2, pp. 86-96 (2003).
13. Arnazabal, J., Gutierrez, I., Rodriguez, J.M. -Ibabe and Urcola, J.J., "Influence of Heat Treatment on Microstructure and Toughness of Austempered Ductile Iron", Materials Science and Technology, 8, pp. 263-273 (1992).
14. Ravishankar, K.S., Rajendra, Udupa, K. and Prasad Rao, P., "Development of Austempered Ductile Iron for High Strength and Fracture Toughness by Two Step Austempering Process", The Proceedings of the World Foundry Congress, Chinnai, India 7-10 February pp. 35-40, 2008.
15. Chatterjee, S. and Bhadeshia, H.K.D.H., TRIP-Assisted Steels Cracking of High-Carbon Martensite, Mater. Sci. Tech., vol. 22, No. 6, pp. 695-699 (2006).
16. Daber, S. and Prasad Rao, P., Formation of Strain-Induced Martensite in Austempered Ductile Iron; J. Mater. Sci. 43, pp. 357-367 (2008).
17. Garin, J.L. and Mannheim, R.L., "Strain-induced Martensite in ADI Alloy", Journal of Materials Processing Technology, 143-144, pp. 347-351 (2003).
18. Zhongkui, Z., Quingzhou, S., Hailong, M. and Junxian, Z., "Experimental study of Machinable ADI", Proceedings of the 8th International Symposium on Science and Processing of Cast Iron, Beijing, China, pp. 464-467 (2006).
19. Muhlberger, H., "Process in the Production, Understanding and Applications of Germanite-Austempered Ductile Iron", ASME and Amax Inc., 2nd Int. Conf. on Austempered Ductile Iron: Your Means to Improved Performance, University of Michigan, Ann Arbor, M1, 17-19, Illinois, pp. 55-93 (March 1986)

20. Schmdth, K. GmbH and others, "Nodular Cast Iron with a Mixed Austenitic-Bainitic Structure and Method for its Production", German patent/2853870, filed 13 (December 1978).

21. Zanardi, F., "The Development of Machinable ADI in Italy", 2002 World Conference on ADI, Ductile Iron Society and the American Foundry Society, Louisville, KY (USA), 4 pp (Sept. 26-27, 2002).

22. Zanardi, F., "Machinable ADI in Italy", AFS Transactions, paper 05-209 (05), 13 pages (2005).

23. Druschitz, A.P. and Fitzgerald, D.C., "MADITM: Introducing a New Machinable Austempered Ductile Iron", Non-Ferrous Castings (SP-1734), SAE World Congress, Detroit, Michigan, 3-6, 2003 SAE Technical Paper 2003-01-0831.

24. Druschitz, A.P. and Fitzgerald, D.C., "A Machinable Austempered Cast Iron Article Having Improved Machinability, Fatigue Performance and Resistance to Environmental Cracking and a Method of Making the Same", International Patent Application WO 2004/022792 A2, 18 March 2004. Also US Patent Application: 2004112479, (June 17, 2004).

25. Zanardi, F., "Fatigue Properties and Machinability of ADI", La Metallurgica Italiana, pp. 27-32 (10/2005).

26. Zhoo, Z., Sun, Q., Ma, H. and Zhu, J., "Experimental Study of Machinable ADI", Science and Processing of Cast Iron (SPCI8) Symposium, Beijing (2006).

27. Keough, J.R. and Hayrymen, K.L., "Developments in the Technology and Engineering Applications of Austempered Ductile Iron (ADI)", Proceedings of the 8th International Symposium on Science and Processing of Cast Iron, Beijing, China, pp. 474-479 (2006).

28. Cakir, M. C., Bayram, A., Isik, Y. and Salar, B., "The Effects of Austempering Temperature and Time Onto Machinability of Austempered Ductile Iron", Materials Science and Engineering A407, pp. 147-153 (2005).

29. Kobayashi, T. and Yamada, S., "Effect of Holding Time in the (α+γ) Temperature Range on Toughness of Specially Austempered Ductile Iron", Metall. Mat. Trans. A, , 27A(7), pp. 1961-1971 (1996).

30. Rousiere, D. and Aranazabal, J., "Development of Mixed (Ferritic + Ausferritic) Structures for Spheroidal Graphite Irons", Metallurgical Science and Technology, vol. 18(a), pp. 24-29 (2000).

31. Rashidi, A.M. and Moshrefi-Torbati, M., "Effect of Tempering Conditions on the Mechanical Properties of Ductile Cast Iron with Dual Matrix Structures (DMS)", Materials Letter, vol. 45, pp. 203-207 (2000).

32. Kocatepe, K., Cerah, M. and Erdogan, M., "The Tensile Fracture Behavior of Intercritically Annealed and Quenched + Tempered Ferritic Ductile Iron with Dual Matrix Structure", Materials and Design, July (2005).

33. Aranzabal, J., Serramoglia, G., Goria, C.A. and Rousiere, D., "Development of a New Mixed (Ferritic-Ausferritic) Ductile Iron for Automotive Suspension Parts", Int. J. of Cast Metals Research, 16 (1-3), 185-192 (2003).

34. Pérez, M.J., Cisneras, M.M., M López,.F., Rodriguez, S. and Vázquez, V., "Austempered Ductile Iron with Duplex Matrix", Proceedings of the 8th Int. Symposium on Science and Processing of Cast Iron (SPCI8), Beijing, China, , 139-144 (Oct. 16-19 2006).

35. Valdés, C., Perez López, M.J., Figueroa, M. and Ramirez, L.E., "Austempered Ductile Iron with Dual Matrix Structure", Revista Mexicana De Fisica S55(1), pp. 48-51 May (2009).

36. Figueroa, M., Pérez, M.J., Fraga, K.L., Valdés, C.V. and Almanza, E., "Impact Strength of Thin Wall Ductile Iron with Dual Matrix Structure", Revista Mexicana De Fisica S55(1), pp. 105-109 (May 2009)

37. Sahin, Y., Erdogan, M. and Kilicli, V., "Wear Behavior of Austempered Ductile Iron with Dual Matrix Structures", Materials Science and Engineering A444, 31-38 (2007).

38. Kocatepe, K., Cerah, M. and Erdogan, M., "The tensile fracture behavior of intercritically annealed and quenched + tempered ferritic ductile iron with dual matrix

structure", Materials and Design (2005).

39. Voigt, R.C., Eldoky, L.M. and Chiou, H.S., "Fracture of Ductile Cast Irons with Dual Matrix Structure", AFS Trans., 94, pp. 645-656 (1986).

40. Kobayashi, T. and Yamamoto, H., "Development of High Toughness in Austempered Type Ductile Cast Iron and Evaluation of its Properties", Metall. Mat. Trans. A, 19A(2), pp. 319-327 (1988).

41. Kazerooni, R., Nazarboland, A. and Elliot, R., "Use of Austenitizing Temperature in Control of Austempering of Mn-Mo-Cu Alloyed Ductile Iron", Mat. Sci. Tech., 13(12), pp. 1007-1015 (1997).

42. Hafiz, M., "Tensile Properties and Fracture of Ferritic SG-iron Having Different Shell Structure", Z. Metallk., 92(11), pp. 1258-1261 (2001).

43. Cerah, M., Kocatepe, K. and Erdogan, M., "Influence of Martensite Volume fraction and Tempering Time on Tensile Properties of Partially Austenitized in the (α+γ) Temperature Range and Quenched + Tempered Ferritic Ductile iron", J. Mat. Sci., 40(13), pp. 3453-3459 (2005).

44. Erdogan, M., Kocatepe, K. and Cerah, M., "Influence of Intercritical Austenitizing and Tempering Time and Martensite Volume Fractions on Tensile Properties of Ferritic Ductile Iron with Dual Matrix Structure", Int. J. Cast Met. Res, 19(4), pp. 248-253 (2001).

45. Kilicli, V. and Erdogan, M., "Tensile Properties of Partially Austenitized and Austempered Ductile Irons with Dual Matrix Structures", Mat. Sci. Tech. 22(8), pp. 919-928 (2006).

46. Kilicli, V. and Erdogan, M., "The Effect of Ausferrite Volume Fraction and its Morphology on the Tensile Properties of Partially Austenitized and Austempered Ductile Irons with Dual Matrix Structures", Int. J. Cast Met. Res. (2000).

47. Erdogan, M., Kilicli, V. and Emir, B., "Transformation Characteristics of Ductile Iron Austempered from Intercritical Austenitizing Temperature Ranges", J. Mat. Sci., (2007).

48. He, Z.R., Lin, G.X. and Ji, S., "Deformation and Fracture Behavior of Cast Iron with Optimized Microstructure", Mat. Charac, 38 (4-5), pp. 251-258 (1997).

49. Keough, J.R., "Austempered Materials and Their Applications to Drive Line and Suspension Components", SAE International Off-highway and Powerplant Congress, Sept. 2000, SAE Technical Paper 2000-01-2563.

50. Yang, J., and Putatunda, S.K., "Influendce of a Novel Two Step Austempering Process on the Strain Hardening Behavior of Austempered Ductile Cast Iron (ADI)", Mat. Sci. Eng. A, A382 (1-2), pp. 265-279 (2004),.

51. Kilicli, V. and Erdogan, M., "The Strain-Hardening Behavior of Partially Austenitized and Austempered Ductile Irons with Dual Matrix Structures", J. of Material Engineering and Performance, vol. 17(2), pp. 240-249, (April 2008).

52. Patatunda, S.K., Kesani, S., Tackett, R. and Lawes, G., "Development of Austenite Free ADI (Austempered Ductile Cast Iron)", Materials Science and Engineering A435-436, pp. 112-122 (2006),.

53. Moore, D.J., Rundman, K.B. and Rouns, T.N., "The Effect of Thermomechanical Processing on Bainite Formation in Several Austempered Ductile Irons", First International Conference in ADI, ASM, pp. 13-31 (1985).

54. Dela'O, J.D., Burke, C.M., Lagather, B., Moore, D.J. and Rundman, K.B., "Thermomechanical Processing of Austempered Ductile Iron: Thermomechanical Processing and Mechanical Properties of Hypereutectoid Steels and Cast Irons", The Minerals, Metals and Materials Society, pp. 79-100, Sept. 14-18 (1997).

55. Aachary, J. and Venugopalan, D., "Microstructural Development and Austempering Kinetics of Ductile Iron during Thermomechanical Processing", Metallurgical and Materials Trans. A, vol. 31-A, pp. 2575-2585, Oct. (2000).

56. Olson, B.N., Brucke, ch., Parolini, J., Moore, D.J. and Rundman, K.B., "Ausformed-Austempered Ductile Iron (AADI)", International Conference on ADI; DIS and AFS, Louisville, KY, USA, 29-60, , pp. 25-27 (Sept. 2002).

57. Nasr El-din, H., Nofal, A. and Ibrahim, M., "Ausforming of Austempered Ductile Iron Alloyed with Nickel", International J. of Cast Metals Research, vol. 19, No. 3, pp. 137-

150 (2006).

58. Nofal, A.A., Nasr El-din, H., and Ibrahim, M.M., "Thermomechanical Treatment of Austempered Ductile Iron", Proceedings of the 8th Symposium on Science and Processing of Cast Iron SPCI-8, Beijing, China, pp. 397-402 (Oct. 16-19, 2006).

59. Olson, B.N., Moore, D.J., Rundmanb, K.B. and Simula, G.R., "Potential for Practical Applications of Ausforming Austempered Ductile Iron", AFS Trans., vol. 110, 02-118, pp. 965-980 (2002).

60. Lei, X. and Lissenden, C.J., "Finite Element Simulation of Ausforming of Austempered Ductile Iron Components", Trans. of the ASME, vol. 12, pp. 420-425 (2001).

61. Magalhaes, P.B., "Processo de Producao de Ferrous Fundidos Bainiticos por Austempera Directa", Patent no. 85046, Portugal (1985).

62. Kaiser, R.W. and Sahm, P.R., "Squeeze Casting Development of Ductile Iron for Increasing ADI Properties", International Scientific Conference on "ADI-Foundry's Offer for Designers and Uses of Casting", pp. II/39-II/44, Cracow-Poland, (23-24 Nov. 2000).

63. Johansson, M., "New ADI-Production Technology", World Conference on ADI, DIS and AFS, Louisville, KY, USA, (29-30 Sept. 2002).

64. Yang, J. and Putatunda, S.K., "Improvement in Strength and Toughness of Austempered Ductile Cast Iron by a Novel Two-Step Austempering Process", Materials and Design 25, pp. 219-230 (2004).

65. Yang, J. and Putatunda, S.K., "Influence of a Novel Two-Step Austempering Process on the Strain-Hardening Behavior of Austempered Ductile Cast Iron (ADI)", Materials Science and Engineering A382, pp. 265-279 (2004).

66. Yang, J. and Putatunda, S.K., "Effect of Microstructure on Abrasion Wear Behavior of Austempered Ductile Cast Iron (ADI) Processed by a Novel Two-Step Austempering Process", Materials Science and Engineering A406, pp. 217-228 (2005).

67. Yang, J. and Putatunda, S.K., "Near Threshold Fatigue Crack Growth Behavior of Austempered Ductile Cast Iron (ADI) Processed by a Novel Two-Step Austempering Process", Materials Science and Engineering A393, pp. 254-268 (2005).

68. Ibrahim, K.M., Nofal, A.A. and Ibrahim, M.M., "Effect of Alloying Additions and Two-Step Austempering on the Microstructure and Mechanical Properties of Ductile Iron", The 9th Int. Conf. on Mechanical Design and Production (MDP-9), Cairo, Egypt, Jan. 8-10 (2008).

69. Hayrynen, K. and Brandenberg, K., "Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI) - the New Wear Material", Trans. AFS, vol. 111, paper No. 03-088, pp. 845-850 (2003).

70. Keough, J.R. and Hayrynen, K.L., "Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI)", DIS Meeting, Nov. 14 (2000).

71. Chisamera, M., Riposan, I., Ionascu, C. and Stan, S., "Mottled Austempered Cast Irons (Mn-Cr-Ni System) Obtained by Mg-FeSi and Modifying Iron Grits (M16) for Magnesium Treatment at Higher Wear Resistance", International Scientific Conference on "ADI-Foundry's Offer for Designers and Users of Castings", III/25-III/32, 23-24 Nov. (2000).

72. Laino, S., Sikora, J.A. and Dommarco, R.C., "Development of Wear Resistant Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI)", Wear, 265 (2008).

73. Jinhai, L., Guolu, L., Huiyou, Z., Boqian, B., Xingchuan, X., Zhaoyu, Y., Yicheng, Z. and Xuexian, Y., Study on Microstructure and Properties of Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI), Proceedings of 69th World Foundry Congress, , Hangzhou, China, pp. 423-426, Oct. 16-20 (2010).

74. Jin-Lai, L., Xuexian, Y., Hui, Z., Guolu L., Application and Prospect of ADI and CADI in Metallurgical and Mine Industries; Modern Cast Iron, 28, 4 (2008).

75. Yi-Cheng, Z., Kerui, L. and Zhong-Chou, Z.; Production, Application and Development Forecast of Isothermally-Quenched (Austempered) Ductile Iron in China; Modern Cast Iron, 27(10) (2007).

76. Laino, S., Sikora, J. and Dommarco, R.C., Advances in the Development of Carbidic ADI, Proceedings of the Ninth International Symposium on Science and Processing of Cast Iron (SPCI-9), Luxor, Egypt 10-13th Nov., pp. 187-192 (2010).

77. Zhou, R., Jiang, Y., Lu, D., Zhou, R.F. and Li, Z., "Development and

Characterization of a Wear Resistant Bainite/Martensite Ductile Iron by Combination of Alloying and Controlled Cooling Heat Treatment", Wear 250, pp. 529-534 (2001).

78. Lee, S.M., Park, S.S. and Moon, B.M., "High Si and Mn-Containing Austempered Ductile Cast Iron for Wear Applications", Proceedings of the 65th World Foundry Congress, Gyeongju, Korea, pp. 251-258 (2002).

79. Ning, Z., Ren, S., Sun, J. and Feng, Y., "Study on As-Cast Austenite-Bainite Ductile Cast Iron", Proceedings of Science and Processing of Cast Iron, SPCI-8, Beijing, China, pp. 134-138 (2006).

80. A. NOFAL, M. El-Gazzar and M. Ibrahim: Metallographic investigation of Nd: YAG laser processed ductile iron surfaces, Proceedings of the 10th International Symposium on Science and Processing of Cast Iron (SPCI-10), Mar de Plata, Argentina; 10-13 Nov. 2014.

81. Stefanescu, D.M. and Ruxanda, R., "Lightweight Iron Castings - Can They Replace Aluminum Castings?", Proceedings of the 65th World Foundry Congress (WFC), Gyeongiu, Korea (2002).

82. Fras, E. and Gorny, M., "Structure of Thin Wall Austempered Ductile Iron (TWADI)", Proceedings of the 8th International Symposium on Science and Processing of Cast Iron (SPCI8), Beijing, China, Oct. 16-19, pp. 157-162 (2006).

83. Labrecque, C. and Gagné, M., "Production of Carbide Free Thin Wall Ductile Iron Castings', AFS Trans. vol. 104, pp. 31-38 (2000).

84. Stefanescu, D.M., Dix, L.P., Ruxanda, R.E., Coburn, C.C. and Piwonks, T.S., "Tensile Properties of Thin Wall Ductile Iron", AFS Trans., vol. 187, p. 1149 (2002).

85. Mourad, M.M., Nofal, A.A., Ahmed H.H. and Elhashimy, H.A., "Investigation of the Parameters Affecting the Production and Properties of Thin Wall Ductile Iron Castings", the Arab Foundry Symposium (ARABCAST), Sharm El-Sheikh, Egypt, 7-10 Nov. (2008).

86. Martinez, R.A., Boeri, R.E. and Sikora, J.A., "Application of ADI in High Strength Thin Wall Automotive Parts", World Conference on ADI, Louisville, pp. 143-148, Oct. (2004).

87. Labrecque, C., Gagné, M. and Jarid, A., "Optimizing the Mechanical Properties of Thin Wall Ductile Iron Castings", AFS Trans., vol. 109, St. Louis, (2005).

88. Gagné, M., Labrecque, C., Popescu, M. and Sahoo, M., "Effect of Silicon Content and Wall Thickness on the Properties of Austempered Ductile Irons", AFS Trans., vol. 110, (2006).

89. Mourad, M.M., Ibrahim, K.M., Ibrahim, M.M. and Nofal, A.A., "Optimizing the Properties of Thin Wall Austempered Ductile Iron", 68th World Foundry Congress (WFC), Chennai, India, pp. 161-166, 7-10 Feb. (2008).

90. A. Nofal: ADI - The New Dream Material for Gear Designers, World Foundry Congress 71, Bilbao, 2014.

91. Lefevre, J. and Hayrynen, K., “Austempered Materials for Powertrain Applications”, Proceedings of the 26th ASM Heat Treating Society Conference, 2011.

92. Brandenberg, K., Hayrynen, K.L., Keough, J.R., “Austempered Gears and Shafts: Tough Solutions”, Applied Process Inc., 03 January 2001, www.appliedprocess.com.

93. Harding, R.A., “Austempered Ductile Iron Components - Advantages, Production, Properties and Specifications, Birmingham, BCIRA, 1991.

94. Gladieux, S. and Hayrynen, K., “A Preliminary Characterization of the Galling Wear Properties of Austempered Dutile Iron (ADI) and Carbo-Austempered Steel”, www.appliedprocess.com.

95. AGMA 939-A07, Austempered Ductile Iron for Gears, American Gear Manufacturers Association, Alexandria, VA. www.agma.org.

96. “Austempered Ductile Iron Database,” ASME Gear Research Institute, Final Report, June 1989.

97. Brandenburg K., “Machining Austempered Ductile Iron”, Manufacturing Engineering, May (2002), vol. 128, No. 5.

98. Avishan B., Yazdani S., Jalali Vahid D., “The Influence of Depth of Cut on the Machinability of an Alloyed Austempered Ductile Iron”, Materials Science and Engineering A (2009).

99. Keough, J.R., Hayrynen, K.L., “Automotive Applications of Austempered Ductile Iron (ADI), a critical review in: Designing and Archiving Lightweight Vehicles (SP-1684), SEA TEchnical Paper 200-1-0764.

100. Kammermeier, D., “Aspects of ADI Cutting-success through System Consideration”, Presented at the Great Foundry Technology Meeting, April 21-22 (2005), Insoruck, Kennametal GmbH & Co. KG.

101. Klocke, F., Klöpper, C., Lung, D., Essig, C., “Fundamental Wear Mechanisms When Machining Austempered Ductile Iron (ADI),” CIRP Annals - Manufacturing Technology, vol. 56, no. 1, pp. 73-76, (2007).

102. Katuku, K., Koursaris, A., Sigalas, I., “Wear Mechanisms of PcBN Cutting Tools when Dry Turning ASTM Grade 2 Austempered Ductile Iron under Finishing Conditions:, Wear, vol. 268, pp. 294-301, Jan. (2010).

103. Martins, R., Seabra, J., Magalhães, L., “Austempered Ductile Iron (ADI) Gears: Power Loss, Pitting and Micropitting”, Wear (2007), www.seiencedirect.com.

104. Magalhães, L., Martins, R., Seabra, J. and Conçalves, R., “Low Torque Loss Gears: Austempered Ductile Iron Versus Caburized Steel”, Pra. IMechE, vol. 225, Part J: J. Engineering Tribology (2011), pp. 1205-1216.

105. Magalhães, L., Martins, R., Seabra, J., “Low-Loss Austempered Ductile Iron Gears: Experimental Evaluation Comparing Materials and Lubricants, Tribology International, 46 (2012), pp. 97-105.

106. Keough J.R., Posovski V.M., “Large Austempered Parts - Monster Opportunities”, www.appliedprocess.com (2012).

107. A. NOFAL and H. Farag: The Egyptian experience with the production of agricultural equipment spare parts from austempered ductile iron (ADI), International Symposium ISB-INMA TEM (2014) Agricultural and Mechanical Engineering, Bucharest, Romania; 30-31 Oct 2014.

Авторский указатель

Ahmed M.	474
Nofal A.	474
Бабич В.Е.	126
Багрец Д.А.	46
Белоцерковский М.А.	353
Вегера И.И.	151
Гольцова М.В.	329
Громыко Г.Ф.	302
Дородейко В.Г.	46,106
Драгошанский Ю.Н.	182
Жарин А.Л.	455
Жиров Г.И.	329
Звягина Е.Ю.	5
Карпенко В.М.	254
Карпенко М.И.	254
Ковальчук А.В.	378
Комаров Ф.Ф.	378
Константинов В.М.	378
Константинов С.В.	378
Краснов М.Л.	165
Кузей А.М.	151
Латушкина С.Д.	63
Леванцевич М.А.	302
Лесота А.В.	106
Марукович Е.И.	206, 231, 254
Мельников А.П.	254
Мерсон Д.Л.	402
Некит В.А.	5
Николайчик Ю.А.	231
Овчинников Е.В.	85
Огарков Н.Н.	5
Пантелеев К.В.	455
Пилипчук Е.В.	302
Платов С.И.	165
Покровский А.И.	276
Посылкина О.И.	63
Пудов В.И.	182
Растегаев И.А.	402
Рубаник В.В.	106
Рубаник В.В. мл.	46
Рудницкий Ф.И.	206
Свистун А.И.	455
Столяров В.В.	25
Урцев Н.В.	165
Федосеев Г.Н.	106
Цыкунов П.Ю.	151
Шпилевский Э.М.	428
Юруть Е.Л.	302
Якубовская С.В.	126

Содержание

Актуальные проблемы прочности		3
Глава 1.	**Огарков Н.Н., Звягина Е.Ю., Некит В.А.** АНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗОК НА ХАРАКТЕР ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ ИНСТРУМЕНТА И ДЕФОРМИРУЕМОГО МАТЕРИАЛА	5
Глава 2.	**Столяров В.В.** ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ	25
Глава 3.	**Багрец Д.А., Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл., Дородейко В.Г.** ОПТИМИЗАЦИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ОРТОДОНТИЧЕСКИХ СВЕРХЭЛАСТИЧНЫХ ДУГ ИЗ TINI СПЛАВА С ЗАЩИТНО-ДЕКОРАТИВНЫМИ ПОКРЫТИЯМИ	46
Глава 4.	**Латушкина С.Д., Посылкина О.И.** ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ И ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ, ОСАЖДАЕМЫХ ИЗ ПЛАЗМЫ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО РАЗРЯДА	63
Глава 5.	**Овчинников Е.В.** ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТВЕРДЫХ СУБСТРАТОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ФТОРСОДЕРЖАЩИМИ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ	85
Глава 6.	**Дородейко В.Г., Федосеев Г.Н., Лесота А.В., Рубаник В.В.** РАЗРАБОТКА ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ ФОРМЫ ВНУТРИМАТОЧНОЙ СПИРАЛИ	106
Глава 7.	**Бабич В.Е., Якубовская С.В.** ТЕХНОЛОГИИ СИНТЕЗА АЛМАЗОАБРАЗИВНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С ГИБРИДНЫМИ СВЯЗУЮЩИМИ	126
Глава 8.	**Вегера И.И., Кузей А.М., Цыкунов П.Ю.** ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ИНДУКЦИОННОЙ ПАЙКИ ДЕТАЛЕЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПРИПОЕВ	151
Глава 9.	**Краснов М.Л., Платов С.И., Урцев Н.В.** ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРНЫХ, ДЕФОРМАЦИОННЫХ И ЭНЕРГОСИЛОВЫХ ПАРАМЕТРОВ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТРУБНОЙ СТАЛИ	165
Глава 10.	**Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н.** ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ФОРМИРОВАНИЯ ДОМЕННОЙ, КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУР И СВОЙСТВ В Fe-Si, Fe-Si-B СПЛАВАХ И МАГНИТОПРОВОДАХ ПРИ ТЕРМОМАГНИТНЫХ И ЛАЗЕРНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ	182
Глава 11.	**Марукович Е.И., Рудницкий Ф.И.** ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИХ ЭКСПЛУАТАЦИОННУЮ СТОЙКОСТЬ ЛИТОГО ИНСТРУМЕНТА И ОСНАСТКИ ИЗ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ	206
Глава 12.	**Марукович Е.И., Николайчик Ю.А.** ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПОКРЫТИЙ ЛИТЕЙНЫХ ФОРМ ПУТЕМ МОДИФИЦИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМИ МАТЕРИАЛАМИ	231

Глава 13.	**Марукович Е.И., Мельников А.П., Карпенко М.И., Карпенко В.М.** ПОВЫШЕНИЕ НАДЕЖНОСТИ И ДОЛГОВЕЧНОСТИ АНТИФРИКЦИОННЫХ И ФРИКЦИОННЫХ ЧУГУНОВ	254
Глава 14.	**Покровский А.И.** ВЫСОКОПРОЧНЫЙ ЧУГУН ДО И ПОСЛЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ: НАПРЯЖЕНИЯ НА МЕЖФАЗНЫХ ГРАНИЦАХ «ГРАФИТ - МЕТАЛЛИЧЕСКАЯ МАТРИЦА» И МОРФОЛОГИЯ ВКЛЮЧЕНИЙ	276
Глава 15.	**Леванцевич М.А., Громыко Г.Ф., Пилипчук Е.В. Юруть Е.Л.** МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ДЕФОРМАЦИОННОМ ПЛАКИРОВАНИИ ГИБКИМ ИНСТРУМЕНТОМ С ПОДАЧЕЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ	302
Глава 16.	**Гольцова М.В., Жиров Г.И.** ОСНОВЫ ВОДОРОДНОЙ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ (*обзор*)	329
Глава 17.	**Белоцерковский М.А.** ПРОЧНОСТЬ СЦЕПЛЕНИЯ С ОСНОВОЙ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ. ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ АСПЕКТ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ РЕШЕНИЯ	353
Глава 18.	**Константинов В.М., Комаров Ф.Ф., Ковальчук А.В., Константинов С.В.** РАЗРАБОТКА АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ УПРОЧНЕНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ НА ОСНОВЕ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ И НАНЕСЕНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	378
Глава 19.	**Растегаев И.А., Мерсон Д.Л.** НОВЫЕ ПОДХОДЫ К ОЦЕНКЕ МЕХАНИЗМОВ ИЗНАШИВАНИЯ В РЕАЛЬНОМ ВРЕМЕНИ ПО ДАННЫМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ	402
Глава 20.	**Шпилевский Э.М.** КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛОВ И ФУЛЛЕРЕНОВ	428
Глава 21.	**Жарин А.Л., Пантелеев К.В., Свистун А.И.** ДЕТЕКТИРОВАНИЕ ПЕРИОДИЧЕСКОГО УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ТРЕНИИ МЕТОДОМ КЕЛЬВИНА	455
Глава 22.	**Nofal A., Ahmed M.** ENHANCEMENT OF STRENGTH AND ABRASION RESISTANCE OF ADI WITH NOVEL APPLICATIONS AT CMRDI	474
Авторский указатель		509
Содержание		510

Научное издание

АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ПРОЧНОСТИ

Монография

В 2-х томах

Том 2

Все работы публикуются в авторской редакции
Ответственный за издание Царенко Ю.В.
Компьютерная верстка Дубровской Т.С., Какойченко С.Ю.

Подписано к печати 07.05.2018. Формат 60x90 $^{1}/_{8}$. Усл. печ. листов 64.
Уч.-изд. листов 51,1 . Тираж 100 экз. Заказ № 137.

Выпущено редакционно-издательским отделом
Витебского государственного технологического университета
210038, г. Витебск, Московский пр., 72.
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/172 от 12 февраля 2014 г.
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 3/1497 от 30 мая 2017 г.