

**Закономірності формування нанокристалічної структури та механічних властивостей в сплавах заліза під час інтенсивної пластичної деформації.
Закономерности формирования нанокристаллической структуры и механических свойств в сплавах железа при интенсивной пластической деформации.
Generalized correlation of nanocrystalline structure and mechanical properties formation in Fe-based alloys during severe plastic deformation.**

1. **Номер державної реєстрації - 0109U000407**
2. **Науковий керівник – д.т.н., проф. Білоцький О.В., Белоцкий А.В., Bilots`ky Alecsey V.**
3. **Суть розробки, основні результати.**

(укр.)

Розроблено і науково обґрунтовано новий підхід до створення способу термомеханічної та термомеханікохімічної обробки для ефективного подрібнення зеренної структури сплавів заліза до нанорозмірів при високоенергетичних механічних діях на матеріал інтенсивною пластичною деформацією тертям (ІПДТ) в газових середовищах, що на відміну від існуючих способів поверхневої ІПД забезпечує формування широких областей диспергованої структури деформаційно-дифузійного походження. ІПДТ, як різновид деформаційного впливу при створенні наноструктурних матеріалів в поєднанні з газовою атмосферою, може бути ефективним способом управління структурою і властивостями металевих матеріалів. Встановлено і обґрунтовано загальні закономірності диспергування зеренної структури сплавів на основі заліза від мікро- до нанорозмірів під час ІПДТ в газових середовищах, вплив змін зеренної і дислокаційної структури на особливості дифузії і фазових перетворень у вказаних умовах, а також закономірності, які узагальнюють вплив отриманого структурного стану і фазового складу на механічні властивості сплавів заліза.

Розроблено наукову концепцію диспергування зеренної структури сплавів на основі α -заліза від мікро- до нанорозмірного рівня в процесі інтенсивної пластичної деформації тертям в газових середовищах та отримано принципово нові наукові результати про вплив нанокристалічного стану на механічні властивості ОЦК-металів. Наукова концепція диспергування зеренної структури сплавів заліза полягає в необхідності одночасного виконання наступних умов: реалізації різноспрямованої деформації (зокрема, стиск зі зсувом); проведення процесу обробки у області температур динамічної рекристалізації; досягнення високого ступеня дійсної деформації $e \geq 10$ і високої швидкості деформації ($\dot{\epsilon} \geq 10^2 \text{ с}^{-1}$). Управління масштабом зеренної структури від мікро- до нанорозмірів досягається за рахунок варіювання швидкості деформації при зміні ступеня дійсної деформації в інтервалі від $e \geq 2$ до $e \geq 10$. Додатковими чинниками регулювання масштабу зеренної структури є варіювання хімічним складом шляхом насичення домішковими атомами впровадження (переважно азотом) без зміни фазового складу, і/або з виділенням нанорозмірних частинок другої фази. Такими вторинними виділеннями можуть бути оксиди – при обробці на повітрі, або нітриди (наприклад, γ' -фаза) при обробці в аміаку і подальшому старінні/відпалі. Розроблена концепція диспергування зеренної структури сплавів заліза дозволяє подрібнювати структуру поверхневого шару сплавів заліза (сталей) до нанорозмірного рівня в процесі ІПДТ в газових середовищах при температурі динамічної рекристалізації.

Встановлені закономірності формування структури і механічних властивостей сплавів заліза дозволяють, змінюючи вихідний хімічний склад матеріалу, газового середовища, і умови обробки, формувати структурні стани з різним рівнем дисперсності зеренної структури і регульованими механічними властивостями (твердістю і пластичністю).

(рос.)

Разработан и научно обоснован новый подход к созданию способа термомеханической и термомеханикохимической обработки для эффективного измельчения зеренной структуры сплавов железа до наноразмеров при высокоэнергетических механических действиях на материал интенсивной пластической деформацией трением (ИПДТ) в газовых средах, что в

отличие от существующих способов поверхностной ИПД обеспечивает формирование широких областей диспергированной структуры деформационно-диффузионного происхождения. ИПДТ, как разновидность деформационного воздействия при создании нанокристаллических материалов в сочетании с газовой атмосферой, может быть эффективным способом управления структурой и свойствами металлических материалов. Установлены и обоснованы общие закономерности диспергирования зеренной структуры сплавов на основе железа от микро- до наноразмеров при ИПДТ в газовых средах, влияния изменений зеренной и дислокационной структуры на особенности диффузии и фазовых превращений в указанных условиях, а также закономерности, обобщающие влияние полученного структурного состояния и фазового состава на механические свойства сплавов железа.

Разработана научная концепция диспергирования зеренной структуры сплавов на основе железа от микро- до наноразмерного уровня в процессе интенсивной пластической деформации трением в газовых средах и получены принципиально новые научные результаты о влиянии нанокристаллического состояния на механические свойства ОЦК-металлов. Научная концепция диспергирования зеренной структуры сплавов железа заключается в необходимости одновременного выполнения следующих условий: реализации разнонаправленной деформации (в частности, сжатие со сдвигом); проведение процесса обработки в области температур динамической рекристаллизации; достижение высокой степени истинной деформации $e \geq 10$ и высокой скорости деформации ($\dot{\epsilon} \geq 10^2 \text{ с}^{-1}$). Управление масштабом зеренной структуры от микро- до наноразмеров достигается за счет варьирования скорости деформации при изменении степени истинной деформации в интервале от $e \geq 2$ до $e \geq 10$. Дополнительными факторами регулирования масштаба зеренной структуры является варьирование химическим составом путем насыщения примесными атомами внедрения (преимущественно азотом) без изменения фазового состава, и/или с выделением наноразмерных частиц второй фазы. Такими вторичными выделениями могут быть окислы – при обработке на воздухе, или нитриды (например, γ' -фаза) при насыщении азотом и последующем старении/отжиге. Разработанная концепция диспергирования зеренной структуры сплавов железа позволяет измельчать структуру поверхностного слоя сплавов железа (сталей) до наноразмерного уровня в процессе ИПДТ в газовых средах при температуре динамической рекристаллизации.

Установленные закономерности формирования структуры и механических свойств сплавов железа позволяют, изменяя исходный химический состав материала, газовой среды, и условия обработки, формировать структурные состояния с разным уровнем дисперсности зеренной структуры и регулируемым уровнем механических свойств (прочностью и пластичностью).

(англ.)

The main result of the work is the scientific conception of formation in α -Fe and its alloys nano- and submicrostructures under severe plastic deformation by friction (SPDF) in gas atmosphere (argon, air, ammonia). This original new method allows one to refine grain structure down to nanometre scale together with modifying the surface by dopant element. Minimum strain e necessary to produce 100 nm sized α -Fe grained structure was estimated to be about 10 with high strain rate ($\dot{\epsilon} > 10^2 \text{ s}^{-1}$) in dynamic recrystallization condition. It is concluded that grain refinement process and directional mass transfer of dissolved atomic nitrogen in iron influence by each other, facilitating the evolution of deformation-induced structure and resulting in improvement of nitriding efficiency. That is why SPDF with nitrogen diffusion provides for greatest extension of deformation-induced structure, which demonstrates both the smallest stabilised grain size as well as abnormally high amount of nitrogen in grain interior. Due to the grain refinement the amount of nitrogen was recorded to become higher by 10^2 times than that typical for conventionally grained α -Fe[N] solid solution obtained by nitriding without deformation. Finally stabilised grain size ensured by SPDF under diffusion flow of the dissolving dopant element (nitrogen) is found to be at least smaller by factor two compared to that induced by SPD with argon gas. Scale effect of grain

structure on mechanical parameters such as Young's modulus, nanohardness and plasticity characteristic δ_A were detected by using nanoindentation technique.

In the work the important scientific and technical problem of nanocrystalline structure formation in bcc iron subjected to severe plastic deformation by friction (SPDF) in different gas atmosphere (argon, air, ammonia) was decided. The effect of the structural state changes on the features of diffusion and phases transformations in the indicated conditions, and also on the complex of mechanical properties (Young's modulus, hardness, plasticity characteristic) of material in the nanocrystalline state is generalized. It was found the necessary conditions (temperature, strain and strain rate) to obtain the nanocrystalline structure of bcc Fe alloys during SPD by friction. It was found that SPDF combined with directional mass transfer of nitrogen results in increasing the nanohardness of sections consisted of submicro- and micrometer sized grains due to the solid solution hardening. High concentration of nitrogen in α -Fe[N]-solid solution does not influence on mechanical properties of nanocrystalline iron with grain sizes $d < 50$ nm because deformation is predominantly controlled by grain boundary sliding.

These results are important both for the current basic research and for application in engineering practice.

4. Наявність охоронних документів на об'єкти права інтелектуальної власності

Патенти не оформлювалися. Заявка на авторське право у стадії розробки.

5. Порівняння зі світовими аналогами.

Результати відповідають світовому рівню, а підходи, щодо керування структурним станом (від мікро- до нанокристалічного), хімічним та фазовим складом та цілеспрямованої зміною властивостей матеріалу під одночасною дією інтенсивної пластичної деформації (ПД) та газового середовища, не мають аналогів у світовій практиці інженерії поверхні.

6. Економічна привабливість для просування на ринок

Застосування розробки дозволить досягти:

- ефекту зміцнення поверхневих шарів в 1,5...3 рази в залежності від режимів обробки;
- зниження тривалості процесів обробки поверхневих шарів матеріалу;
- підвищення зносостійкості та корозійної стійкості в ~1,5 рази;
- зниження питомих енерговитрат (на ~20%);
- розширити номенклатуру сталей, придатних до зміцнення азотуванням;
- регулювати структуру і властивості металів, зокрема одержувати поверхневий наноструктурний стан з підвищеною твердістю і пластичністю.

7. Потенційні користувачі.

Підприємства машинобудівного профілю та інших галузей промисловості.

8. Стан готовності розробки

Лабораторними дослідженнями підтверджено, що ПДТ в газових середовищах при температурі динамічної рекристалізації дозволяє подрібнювати зеренну структуру сталей, від мікро- до нанорозмірного рівня на поверхні зразка. Показано, що ПДТ може сприяти підвищенню пластичності та міцності сплавів заліза. Це можливо на стадії обробки шляхом регулювання структурного стану, а саме створення певного необхідного розміру зеренної структури і структурного стану межзеренних границь, необхідного фазового складу (з виділеннями другої фази або без виділень), або в процесі подальшого старіння (відпалу) для виділення частинок другої фази.

9. Існуючі результати впровадження.

Результати роботи впроваджено в навчальний процес при викладенні розділів «Методи визначення розміру зерен ультрадисперсних матеріалів»; «Методи визначення тонкої структури матеріалів» в курсі «Методи структурного аналізу»; розділу «Основи структурної теорії міцності покриттів в залежності від його структурного типу» в курсі «Матеріалознавство покриття»; новий розділ «Фізичні основи формування особливого структурного стану поверхневих шарів масивних матеріалів – нанокристалічної градієнтної структури, та її механічні властивості» в курсі «Невпорядковані системи»; розроблено нові лабораторні роботи «Вимірювання мікротвердості матеріалів вдавлюванням різних за

формою жорстких пірамідальних інденторів (Віккерса, Кнупа, Берковича)», «Визначення характеристики пластичності δ_H матеріалів за результатами вимірювання мікротвердості» в курсах «Фізичні основи деформації матеріалів в умовах мікро- та наноіндентуванні» та при виконанні магістерських, дипломних та курсових науково-дослідних робіт студентів старших курсів спеціальності «Фізичне матеріалознавство» ІФФ, НУТУ „КПІ”.

10. Назва підрозділу: НТУУ «КПІ», інженерно-фізичний факультет, кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії, тел. (044) 406-83-79, e-mail: yurkova@iff.kpi.ua



Схема приладу для обробки ПД тертям в газових середовищах 1 – зразок; 2 – контртіло; 3 – термопара; 4 – мілівольтметр; 5 – балон з аргеном (аміаком); 6 – витяжна вентиляція; 7 – манометр; 8 – фільтр і осушувач аміаку; 9 – електродвигун; 10 – шків; 11 – климоременна передача; 12 – шпindelь ; 13 – камера ; 14 – регулювальний гвинт притиску контртіла

Структура заліза після ПДТ: а – в аргоні; б – на повітрі; в – в аміаку (скануюча електронна мікроскопія, метод EBSD – дифракції зворотно розсіяних електронів). Ділянки подрібненого шару: 1 – нано-; 2 – субмікросталічна; 3 – мікро-кристалічна

11. Перелік публікацій за матеріалами досліджень за період виконання: (монографії, підручники, посібники, наукові статті, дисертації, інші публікації).

1. *Навчальний посібник з грифом МОН України:* Бякова О.В., Юркова О.І., Мільман Ю.В., Білоцький О.В. Теоретичні основи і методи визначення механічних властивостей матеріалів та покриттів при індентуванні на макро- та мікрорівнях. - Київ: Гаран-Сервіс, 2010. - 144 с. (ISBN 978-966-97192-0-1, Ум. друк. арк. 9,3, Обл. вид. арк 3,7. Наклад 500).

Наукові статті (публікації у фахових реферованих журналах):

2. О.В. Білоцький. Кінетика фазових перетворень у променях високотемпературної рентгенографії сплавів заліза // *Металлофізика и новейшие технологии.* – 2010. – Т. 32, № 2. – С. 225-235.
3. А.И. Юркова, А.В. Белоцкий, А.В. Бякова, Ю.В. Мильман Формирование нанокристаллической структуры в ОЦК-железе в условиях динамической рекристаллизации при трении // *Металлофізика и новейшие технологии.* – 2009. - Т. 31, № 2. – С. 223-230.
4. Юркова. А.И., Белоцкий А.В., Бякова А.В., Мильман Ю.В. Механические свойства наноструктурного железа, полученного интенсивной пластической деформацией трением // *Наносистемы, наноматериалы, нанотехнологии.* – 2009. – Т. 7, № 2. – С. 619-632.
5. А.И. Юркова, А.В. Бякова, Ю.В. Мильман. Пластичность ОЦК-железа, полученного интенсивной пластической деформацией трением. // *Металлофізика и новейшие технологии.* – 2009. - Т. 31, № 3. – С. 401-410.

6. Юркова О.І., Мильман Ю.В., Бякова О.В. Механічні характеристики ОЦК заліза, одержаного інтенсивною пластичною деформацією тертям // Доповіді Національної академії наук України. – 2009. – № 1. – С. 92-97.
7. Юркова А.И., Мильман Ю.В., Бякова А.В. Структура и механические свойства железа после обработки поверхностной интенсивной пластической деформацией трением: I. Особенности формирования структуры // Деформация и разрушение материалов. – 2009. – № 1. – С. 2-11.
8. Юркова А.И., Мильман Ю.В., Бякова А.В. Структура и механические свойства железа после обработки поверхностной интенсивной пластической деформацией трением: II. Механические свойства наноструктурного и субмикроструктурного железа // Деформация и разрушение материалов. – 2009. – № 2. – С. 2-8.
9. Юркова О.І., Карпов Р.В., Клягін Є.О. (студенти). Особливості формування нанокристалічної структури в α -залізі під час інтенсивної пластичної деформації тертям // Металознавство та обробка металів. – 2010. – № 1. – С. 12-16.
10. Юркова О.І., Косянчук А.В., Гриценко М.Г. (студент). Вплив структурного стану заліза, одержаного інтенсивною пластичною деформацією, на його механічні властивості // Металознавство та обробка металів. – 2011. – № 1. – С. 21-27.
11. A. I. Yurkova, Yu. V. Milman, and A. V. Byakova. Structure and Mechanical Properties of Iron Subjected to Surface Severe Plastic Deformation by Friction: I. Structure Formation // *Metally*. – 2010. – Vol. 2010, No. 4. – PP. 249–257.
12. A. I. Yurkova, Yu. V. Milman, and A. V. Byakova. Structure and Mechanical Properties of Iron Subjected to Surface Severe Plastic Deformation by Friction: II. Mechanical Properties of Nano- and Submicrocrystalline Iron // *Metally*. – 2010. – Vol. 2010, No. 5. – PP. 258–263. 6.
13. Юркова А.И., Мильман Ю.В., Бякова А.В. Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной пластической деформации трением с одновременным насыщением азотом: I. Особенности формирования структуры // Деформация и разрушение материалов. – 2011. – № 2. – С. 1-8.
14. Юркова А.И., Мильман Ю.В., Бякова А.В. Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной пластической деформации трением с одновременным насыщением азотом: I. Особенности формирования структуры // Деформация и разрушение материалов. – 2011. – № 3. – С. 1-8.
15. A.I. Yurkova, A.V. Byakova, M.G. Gricenko (студент). Ultrafine Grain Refinement of Iron Induced by Severe Plastic Deformation in assistance of multi-directional deformation mode // *Nanomaterials: Applications and Properties*. – 2011. – Vol. 2, part II. – P. 260-269.

Публікації в збірках праць:

1. Юркова А.И., Мильман Ю.В. Особенности формирования нано- и субмикронных структур и их свойств при интенсивной пластической деформации в температурных интервалах теплой и горячей деформации // Сб. тез XVII международная конференция «Физика прочности и пластичности материалов», Россия, Самара, 23-25 июня 2009 г., с. 5.
2. Юркова А., Бякова А., Мильман Ю. Механические свойства нанокристаллического железа, полученного интенсивной пластической деформацией с одновременной диффузией азота // Сб. тез Международная конференция *HighMatTech-2009*. Украина, Киев, 19-23 октября, 2009 г., с. 231.
3. Юркова А., Бякова А., Белоцький А., Мильман Ю. Влияние азота на формирование структуры железа в процессе интенсивной пластической деформации // Международная конференция *HighMatTech-2009*. Украина, Киев, 19-23 октября, 2009 г., с. 232.
4. Юркова А.И., Бякова А.В., Мильман Ю.В., Старченко А.В. (студент). Формирование структуры ОЦК-железа в условиях динамической рекристаллизации при трении // Международная конференция «Бернштейновские чтения по термомеханической

- обработке металлических материалов», посвященной 90-летию со дня рождения профессора М.Л.Бернштейна. Россия, Москва, 27 - 29 октября 2009 г., с. 67.
5. Карнов Р.В., Клягин Є. (студенти), Юркова О.І. Інтенсивна пластична деформація – метод отримання наноматеріалів // Четвертая міжнародная конференція студентів та аспірантів «До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп'ютерного моделювання». Україна, Київ, 15-18 грудня 2009 р., с.77.
 6. Клягин Є., Карнов Р.В. (студенти), Юркова О.І. Особливості структури наноматеріалів, отриманих методами інтенсивної пластичної деформації // Четвертая міжнародная конференція студентів та аспірантів «До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп'ютерного моделювання». Україна, Київ, 15-18 грудня 2009 р., с.71.
 7. Карнов Р.В., Клягин Є. (студенти), Юркова О.І. Особливості властивостей наноматеріалів, отриманих методами інтенсивної пластичної деформації // Четвертая міжнародная конференція // Четвертая міжнародная конференція студентів та аспірантів «До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп'ютерного моделювання». Україна, Київ, 15-18 грудня 2009 р., с.83.
 8. Юркова А., Бякова А., Белоцкий А., Мильман Ю. Нанокристаллизация железа при интенсивной пластической деформации // II международная научная конференция Наноструктурные материалы – 2010: Белорусь-Россия-Украина, 19-22 октября 2010, Киев, Украина. – С. 395.
 9. Юркова А., Бякова А., Белоцкий А. Формирование нанокристаллической структуры в железе при интенсивной пластической деформации // 6-я Международная конференция МЭЕ-2010 «Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий», 20-24 сентября 2010 года, Пониловка, АР Крым, Украина. – С. 264.
 10. Юркова А., Мильман Ю., Бякова А. Формирование нанокристаллической структуры в железе при интенсивной пластической деформации с одновременным насыщением азотом // 49-ая международная конференция «Актуальные проблемы прочности», АПП-2010, 14 – 18 июня 2010 г. Киев, Украина. – С. 158.
 11. Yurkova A.I., Vyakova A.V., Milman Yu. V. On the Role of Deformation Mode and Dynamic Recrystallisation in Ultrafine Grain Refinement of Iron Subjected to Severe Plastic Deformation // 11-ая международная конференция «Высокие давления – 2010» НР-2010, 26 сентября – 1 октября 2010, г. Судак, Украина. – С. 147.
 12. Гриценко М.Г. (студент), Юркова О.І. Отримання наноконпозиційних керамічних матеріалів методом СВС // П'ята міжнародна конференція студентів та аспірантів «До високих технологій на основі новітніх фізико-матеріалознавчих досліджень та комп'ютерного моделювання», 2-4 грудня 2010 р., Київ, Україна. – С. 47.
 13. Юркова О.І., Гриценко М. Г., Косянчук А.В. (студент). Механічні властивості нано- та субмікроструктурного заліза, насиченого азотом під деформації // Збірка праць Міжнародної науково-технічної конференції «Матеріали для роботи в екстремальних умовах – 3». Україна, Київ, 28-29 грудня 2010 р. – С. 136-141.
 14. A.I. Yurkova, A.V. Belot`sky, A.V. Vyakova, Yu.V. Milman. Structural features and mechanical properties of bcc iron resulted from surface severe plastic deformation // XII International Conference «Dislocation structure and mechanical properties of metals and alloys – DSMPMA-2011». Yekaterinburg, Russia, 19-22 April 2011. – С. 147-148.
 15. Юркова А.И., Белоцкий А.В., Бякова А.В., Гриценко М. Г. (студент). Изменение структуры и механических свойств железа, при интенсивной пластической деформацией трением // Сб. тезисов Международной конференции «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов», Россия, Москва, 26 - 28 октября 2011 г. – С. 126.

16. Yurkova A.I., Byakova A.V., Milman Yu.V. Effect of deformation mode and dynamic recrystallization on grain refinement of iron during severe plastic deformation // In Book: The IV International Conference «Deformation & Fracture of Materials and Nanomaterials» DFMN-2011. Moscow, October, 25-28, 2011, p. 226-227.
17. Yurkova A., Belots'ky, Byakova A., Milman Yu. Effect of Nitrogen on refinement of iron during surface severe plastic deformation // The Third International Conference *HighMatTech-2011*, Ukraine, Kiev, October, 3-7, 2011. – P. 284.
18. Yurkova A.I., Byakova A.V., *M.G. Gricenko* (студент). Ultrafine Grain Refinement of Iron Induced by Severe Plastic Deformation in assistance of multi-directional deformation mode // 1th International Conference on Nanomaterials: Applications and Properties NAP-2011, 27-30 September, 2011, Alushta, Crimea, Ukraine. – P. 260-269

Зроблено 19 доповідей на 16 конференціях, в т.ч. 6 доповідей за участю студентів.