

ЗМІЦНЕННЯ ПОВЕРХНЕВИХ ШАРІВ ЛАТУНІ ЛС59-1 ЗА УМОВ ВИТРИМКИ ТА ВИСОКОЧАСТОТНОЇ УДАРНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ У РІДКОМУ АЗОТІ

HARDENING OF SURFACE LAYERS OF ЛС59-1 BRASS AT HOLDING AND HIGH-FREQUENCY IMPACT DEFORMATION IN LIQUID NITROGEN

УПРОЧНЕНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ЛАТУНИ ЛС59-1 ПРИ ВЫДЕРЖКЕ И ВИСОКОЧАСТОТНОЙ УДАРНОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ЖИДКОМ АЗОТЕ

М.О. Васильєв*, Б.М. Мордюк*, С.М. Волошко**, В.І. Закієв***, А.П. Бурмак**, Д.В. Пефті**

*Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України, бульв. акад. Вернадського, 36, 03142, Київ, Україна

**НТУУ «КПІ імені Ігоря Сікорського», вул. Політехнічна, 35, 03056 Київ, Україна

***Національний авіаційний Університет, просп. Космонавта Комарова 1, 03058, Київ, Україна

*G.V.Kurdyumov Institute for Metal Physics, NAS of Ukraine, 36, Academician Vernadsky Blvd., UA-03142, Kyiv, Ukraine

**National Technical University of Ukraine 'Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute', 37 Peremohy Ave., UA-03056 Kyiv, Ukraine

***National Aviation University, 1, Kosmonavta Komarova st., UA-03058, Kyiv, Ukraine

*Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, бульв. акад. Вернадского, 36, 03142, Киев, Украина

**НТУУ «КПИ имени Игоря Сикорского», ул. Политехническая, 35, 03056 Киев, Украина

***Национальный авиационный Университет, просп. Космонавта Комарова 1, 03058, Киев, Украина

Анотація

Експериментально досліджено зміни мікротвердості HV поверхневих шарів двофазної латуні ЛС59-1 в залежності від тривалості витримки в середовищі рідкого азоту та криогенної ультразвукової ударної обробки (УЗУО) за квазі-ізостатичних умов. Показано, що ефект зміцнення поверхні латуні складає $\sim 1,8-2$ рази за умов криодеформації, а максимальне значення HV 3,34 ГПа досягається після крио-УЗУО впродовж 10 с. Ефект зміцнення реєструється на глибині до ~ 1 мм. З використанням методу інструментального індентування встановлені зміни інструментальної твердості H_{IT} , модуля Юнга та характеристики пластичності δ_H матеріалу поверхневого шару після крио-УЗУО. З врахуванням даних рентгенівського аналізу проаналізовано можливі чинники виявленого деформаційного зміцнення.

Ключові слова: латунь, ультразвукова ударна обробка, криодеформація, рідкий азот, мікротвердість, модуль пружності, характеристика пластичності, інструментальне індентування.

Abstract

The microhardness HV changes of the surface layers of biphasic brass Cu-39Zn-1Pb were experimentally investigated depending on the duration of exposure in the liquid nitrogen and on the time of cryogenic ultrasonic impact treatment (cryo-UIT) under quasi-isostatic conditions. As shown, the strengthening effect for the brass surface is $\sim 1.8-2$ times under cryo-deformation conditions and the maximum HV value of 3,34 GPa is reached after cryo-UIT for 10 s. The effect of strengthening is registered at a depth up to ~ 1 mm. After cryo-UIT, the changes in the instrumental hardness, H_{IT} , Young's modulus, E , and the plasticity characteristics, δ_H , of the surface layer material were established by means of instrumental indentation method. Taking into account the data of X-ray analysis, possible factors of the detected strain hardening have been analyzed.

Key words: brass, ultrasonic impact treatment, cryo-deformation, liquid nitrogen, microhardness, elastic modulus, plasticity characteristics, instrumental indentation.

Аннотация

Експериментально досліджені зміни мікротвердості HV поверхневих шарів двохфазної латуні ЛС59-1 в залежності від тривалості витримки в середі рідкого азоту і криогенної ультразвукової ударної обробки (УЗУО) в квазі-ізостатических умовах. Показано, що ефект упрочнення поверхні латуні становить $\sim 1,8-2$ рази в умовах криодеформації, а максимальне значення HV 3,34 ГПа досягається після крио-УЗУО в течение 10 с. Ефект упрочнення реєструється на глибині до ~ 1 мм. С використанням методу інструментального інденірування установлені зміни інструментальної твердості H_T , модуля Юнга і характеристики пластичності δ_n матеріалу поверхневого шару після крио-УЗУО. С учетом даних рентгеновського аналізу проаналізовані можливі фактори об'явленого деформаційного упрочнення.

Ключевые слова: латунь, ультразвукова ударна обробка, криодеформація, рідкий азот, мікротвердість, модуль пружності, характеристика пластичності, інструментальне інденірування.

1 ВСТУП

Створення металевих матеріалів з оптимальним поєднанням таких найважливіших механічних характеристик, як міцність і пластичність, представляє значний науковий і практичний інтерес. Таким вимогам задовольняють нанокристалічні метали і сплави, які характеризуються аномально високою міцністю в порівнянні з полікристалічними аналогами з мікронним і навіть субмікронним (0,1-1,0 мкм) розміром зерна [1-4].

Механічні властивості металевих матеріалів в основному визначаються їх структурними характеристиками, в тому числі розміром зерна, щільністю дислокацій і двійників [5-9]. Саме тому модифікація дислокаційної структури та подрібнення кристалітів/зерен шляхом інтенсивної пластичної деформації на сьогодні є одним з найважливіших засобів підвищення міцності традиційних металевих матеріалів [10,11]. Згідно до співвідношення Холла-Петча, міцність може бути значно підвищена при зменшенні розміру зерна до субмікро- та нанометрової величини. Вважається, що деформація за кімнатної температури може сприяти подрібненню зерен, яке обумовлює деформаційне зміцнення, лише до певної критичної величини, що обумовлено перебігом процесів динамічної рекристалізації [12]. Рух границь рекристалізованих зерен може бути загальмований пониженням температури деформації, наприклад до температур рідкого азоту [13].

Дослідженню впливу криообробки та криодеформації на механічні властивості латуней різного складу, у тому числі сплавів системи Cu-Zn, присвячено значну кількість робіт [13, 14], оскільки вони широко використовуються в промисловості, зокрема в якості твердих припоїв для з'єднання та ущільнення трубопроводів з мідних сплавів.

Так, в [15] зміни досліджувались механічні властивості у процесі криогенної обробки латунного дроту (Cu-63 ат.%; Zn-37 ат.%), який застосовується для електроіскрового різання. Зразки охолоджувались протягом 9 год. до температури -184 °С, а потім після витримки впродовж 18 год. нагрівались протягом 9 год. до кімнатної температури. Спостерігалось зниження міцності, пояснене зняттям внутрішніх напружень, які виникали під час попереднього волочіння латунного дроту. За результатами рентгеноструктурного аналізу розмір зерна зменшувався від 76 до 40 нм. Відзначено також істотне підвищення електропровідності після криообробки.

Вплив низьких температур на мікротвердість та мікроструктуру латуні 60/40 (Cu-60 ат.%; Zn-40 ат.%) та бронзи SAE 64 (Cu-80 ат.%; Sn-10 ат.%; Pb-10 ат.%) досліджено в [16]. Зразки витримувались в рідкому азоті протягом 24, 48, 72 та 120 год. У вихідному стані розмір зерна латуні становив ~ 46 мкм і мікротвердість 118 HV , а для бронзи – ~ 40 мкм і 95 HV відповідно. Після витримки в рідкому азоті тривалістю від 24 до 120 год. мікротвердість латуні зростала до 139 HV , бронзи – до 155 HV .

Вплив динамічної пластичної деформації (ДПД) за температури рідкого азоту на механічні властивості та мікроструктуру сплаву Cu-Zn (68 ваг.% Cu та 32 ваг.% Zn) досліджено в [14]. Випробування на розтяг показали, що латунь після крио-ДПД має високу міцність та обмежену пластичність. Було висловлене припущення, що основною причиною спостережуваної механічної поведінки була наявність деформаційних двійників, які відігравали важливу роль в зміцненні, та смуг зсуву, що знижували пластичність матеріалу.

Таким чином, методи криогенної інтенсивної пластичної деформації (ІПД) доцільно застосовувати для формування високоміцних станів сплавів на основі міді. В той же час,

формування матеріалів із зміцненими поверхневими шарами з градієнтною структурою може бути ефективним з огляду на можливість керування міцністю/пластичністю в залежності від співвідношення властивостей і геометричних розмірів поверхневого шару та серцевини [17]. Однак, обсяг досліджень впливу поверхневих методів ІПД на властивості та структуру сплавів на основі міді досить обмежений і відомості про використання обробки за низьких температур відсутні.

Метою даної роботи є дослідження впливу високочастотної ударної деформації за допомогою ультразвуку за криогенних температур на механічні властивості поверхні латуні ЛС59-1.

2 МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Дослідження проводились на багатокомпонентному сплаві ЛС59-1, хімічний склад (у мас. %) якого наведений в табл. 1. Використовувались зразки у вигляді циліндрів діаметром 15 мм і висотою 8 мм ($\pm 0,5$ мм), одержані різанням прутків перпендикулярно напрямку прокатки. Вихідний стан зразків отримували після стандартного рекристалізаційного відпалу за температури 500°C, який дозволив одержати двофазну структуру $\alpha+\beta$ з достатньо високою кількістю β -фази.

Таблиця 1 – Хімічний склад латуні ЛС59-1.								
Масова частка елементу, %								
Cu	Zn	Pb	Mn	Sn	Ni	Fe	Si	Sb
58,9	39,6	1,04	0,03	0,01	0,03	0,05	0,43	0,01

Після цього проводилась високочастотна ударна обробка поверхні зразків за допомогою ультразвукового приладу УЗГ–300 (рис. 1), який складається з ультразвукового генератора (7) частотою 21 кГц та потужністю 0,6 кВт, вібратора зі ступінчастим концентратором (1), на якому за допомогою пружин розміщувалась ударна головка [18-20].

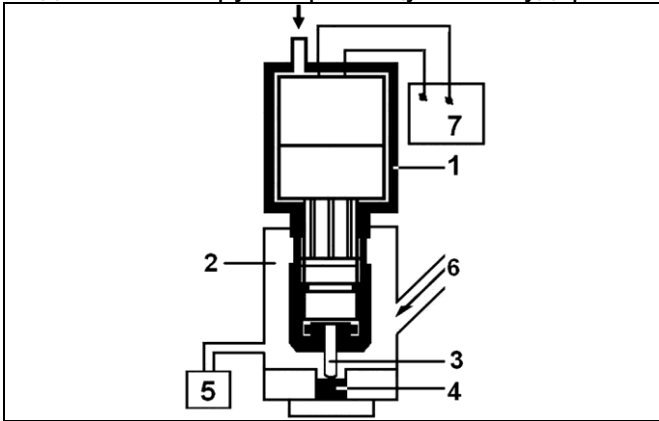


Рис. 1. Схема пристрою для ультразвукової ударної обробки (УЗУО): 1 – вібратор зі ступінчастим концентратором; 2 – герметична камера; 3 – бойок; 4 – зразок; 5 – манометр; 6 – канал для заповнення рідким азотом; 7 – ультразвуковий генератор.

Fig. 1. Scheme of device for ultrasonic impact treatment (UIT): 1 is vibrator with a step-like horn; 2 is sealed chamber; 3 is pin; 4 is sample; 5 is pressure gauge; 6 is the channel for filling the chamber with liquid nitrogen; 7 is ultrasonic generator.

Оброблення проводилось циліндричним бойком (3) діаметром 5 мм та довжиною 18 мм (із загартованої сталі ШХ15), розміщеним в ударній голівці. Рідкий азот подавався по каналу (6) у герметичну камеру (2). Амплітуда торця концентратора складала $A = 25$ мкм. За рахунок періодичного контакту бойка з торцем концентратора бойок отримував імпульс сили та кінетичну енергію, яка витрачалась на деформування поверхневих шарів зразка, спричинене уданими імпульсами. Тривалість обробки варіювалась від 5 до 200 с. В процесі навантаження зразок отримував 10^4-10^5 ударів.

Зразок розміщувався у спеціальній сталевій оправці діаметром 15 мм, в яку заглиблювався на 2 мм. Таким чином, у процесі контактної обробки зразок увесь час знаходився у зоні дії бойка в замкненому об'ємі, тобто в умовах, наближених до гідростатичного стиснення.

Вимірювання мікротвердості проводилось на приладі ПМТ-3 за методом Вікерса на поверхні зразків при навантаженні

100 г, а визначення змін мікротвердості по товщині модифікованого шару на поперечному шліфі – при навантаженні 20 г. Величина навантаження обиралась таким чином, щоб внесок у мікротвердість обумовлювався саме зміцненим шаром без впливу матеріалу основи.

За значеннями величини мікротвердості Hv з урахуванням табличного значення коефіцієнту Пуассона ($\nu=0,35$) та експериментально визначеного модуля Юнга латуні ЛС59-1 (E) розраховано межу текучості $\sigma_{0,2}$ (1) [21], характеристику пластичності δ_H (2) [22] та межу міцності σ_s (3) [23]:

$$0,33 Hv \approx \sigma_{0,2}, \text{ ГПа}, \quad (1)$$

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2)HV / E, \quad (2)$$

$$\sigma_s = HV / (0,28 + 0,6 \ln[3E / (4 + \nu)\sigma_{0,2}]). \quad (3)$$

Крім того, фізико-механічні властивості поверхні зразків латуні після УЗУО в рідкому азоті та у вихідному стані досліджувались методом неперервного вдавлення індентора (інструментального індентування) з використанням універсального мікро/нано твердоміра «Micron-Gamma» [24]. Випробування проводились з навантаженням 50 гс зі швидкістю навантаження 5 гс/с. На кожному зразку проводилось по п'ять вимірювань з кроком 50 мкм між відбитками індентора. Корекція експериментальних діаграм індентування здійснювалась згідно методики, що описана у роботі [25].

Аналіз і обробка зареєстрованих діаграм індентування для визначення твердості й контактної модуля пружності провадилась автоматично за допомогою програмного забезпечення приладу та базувалися на методі Олівера і Фара [26], прийнятого в якості міжнародного стандарту [27].

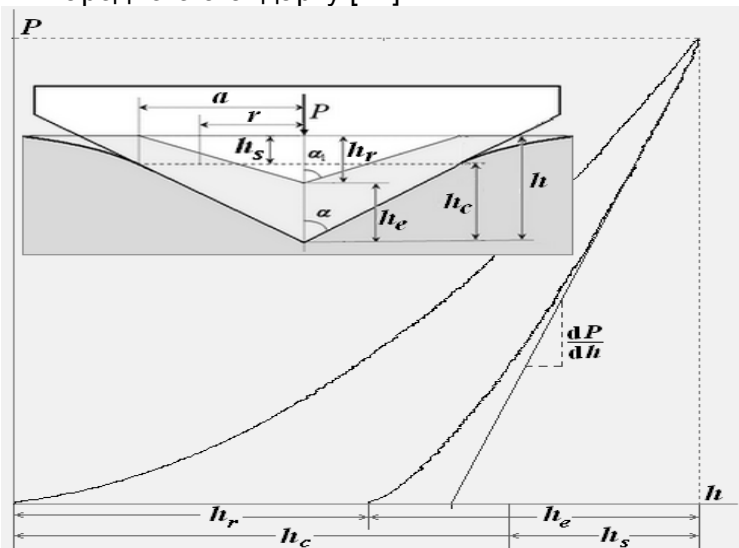


Рис. 2. Діаграма вдавлення індентора та схематичне представлення невідновленого та відновленого відбитка.

Fig. 2. Diagram of the indenter indentation and schematic representation of a non-renewed and restored imprint.

На рис. 2 наведена схема діаграми вдавлення, на якій позначено наступні величини, що застосовуються у подальших розрахунках механічних характеристик: h – максимальна глибина вдавлення, h_r – глибина відновленого відбитка, h_c – контактна глибина, h_s – зміщення контактної поверхні при вдавленні, h_e – пружне відновлення відбитка, $2a$ – розмір відбитка на поверхні після навантаження, α та α_1 – кути між віссю та гранню при навантаженні і після зняття навантаження, відповідно. Видно, що контактна глибина дорівнює $h_c = h - h_s$, де h_s – зміщення контактної поверхні при вдавленні, що обумовлене відхиленням поверхні навколо відбитка, залежить від геометрії індентора та розраховується за формулою $h_s = \varepsilon(P/S)$, де $S = dP/dh$ – контактна жорсткість, яка визначається при лінійній апроксимації приблизно 30% кривої розвантаження, починаючи від P , або як похідна до кривої розвантаження в точці h ; ε – коефіцієнт форми індентора (для піраміди Берковича $\varepsilon = 0,75$).

Значення проєкції контактної площини відбитку визначалось як $A = 24,5h_c^2$, а твердість за інструментального індентування визначалась з використанням формули (4):

$$H_{IT} = P/A = P/24,5h_c^2. \quad (4)$$

Контактний модуль пружності, величина, що враховує пружну взаємодію матеріалу з індентором, розраховувався за формулою (5), де $\beta = 1,034$ – поправочний коефіцієнт для індентора Берковича:

$$E = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}} \quad (5)$$

Характеристика пластичності δ_A при інструментальному індентуванні розраховувалась за співвідношенням площ на діаграмі вдавлювання (вираз (6)), які характеризують роботу, що витрачається на пластичну (A_p), пружну (A_e) та загальну (A_t) деформацію при вдавлюванні індентора [22]:

$$\delta_A = \frac{A_p}{A_t} = 1 - \frac{A_e}{A_t} \quad (6)$$

Характеристика пластичності δ_A при інструментальному індентуванні визначалась у одному експерименті при контактній взаємодії індентора з досліджуваним зразком і не потребувала додаткового визначення модуля Юнга, твердості та коефіцієнта Пуассона, що вносили б деяку похибку.

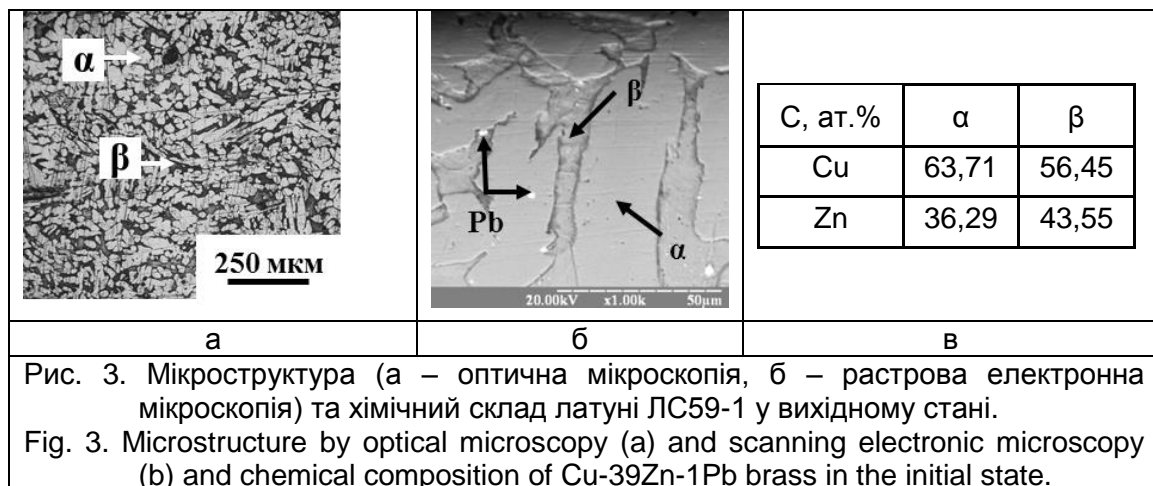
При дослідженні мікроструктури і хімічного складу поверхні та поперечного перерізу зразків використовували оптичний мікроскоп MIM8-M і растровий електронний мікроскоп TESCAN Vega, що обладнаний енергодисперсійним мікроаналізатором OXFORD Instruments X-MAX 50 мм².

Рентгенівський аналіз проведено з використанням дифрактометра Rigaku Ultima IV у мідному випромінюванні ($\lambda_{CuK\alpha} = 0,15418$ нм). Для дослідження зразків використано схему фокусування за Брегом-Брентано. Умови проведення досліджень: інтервал кутів $2\Theta = 20^\circ - 120^\circ$, крок зйомки – $0,04^\circ$, час витримки в точці – 2 с; тривалість зйомки одного зразка – 90 хв.

Аналіз отриманих рентгенівських спектрів та проведення кількісного та якісного фазового аналізу здійснено з використанням програмного забезпечення PDXL, міжнародної бази даних дифракції ICDD (PDF-2) та відкритої бази кристалографічних даних COD. Розрахунок розміру областей когерентного розсіяння (ОКР) та ступеня деформації кристалічної ґратки проведено за методом Холдера-Вагнера. Кількісний фазовий аналіз проведений методом RIR (Reference Intensity Ratio), який полягає у порівнянні відношення інтенсивностей найбільш сильних рефлексів фази і корунду в їх суміші з масовими частками.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Мікроструктура латуні у вихідному стані після відпалу сформована сумішшю зерен α - і β -фаз (рис. 3, а), а також містить включення свинцю (Pb) в обох фазах (рис.3, б). Зазначені фази мають різну будову кристалічних ґраток: α -фаза з ГЦК кристалічною ґраткою – це твердий розчин цинку в міді. Як зазначалось вище, відпал сприяв утворенню значної кількості β -фази – твердого розчину на базі хімічної сполуки CuZn з ОЦК кристалічною ґраткою. Дані, отримані за допомогою енергодисперсійного рентгенівського аналізу фазових складових у растровому електронному мікроскопі, засвідчили різницю у вмісті основних хімічних елементів у α - і β -фазах (див. таблицю на рис. 3).



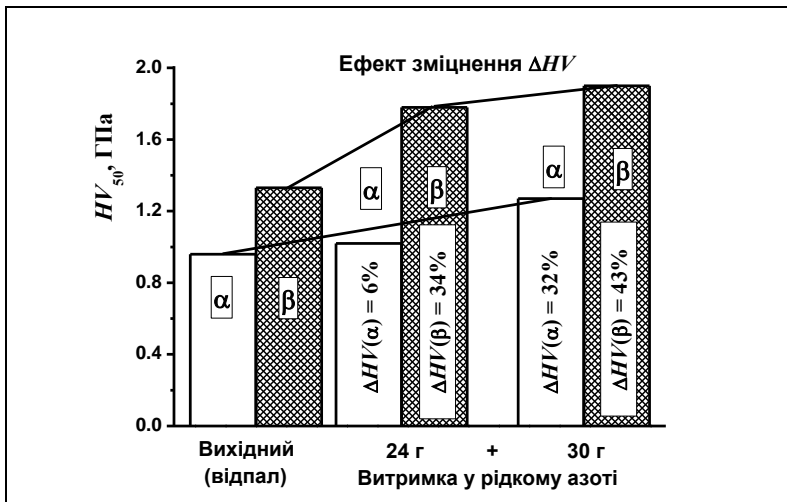


Рис. 4. Зміцнення латуні за умов витримки у рідкому азоті.

Fig. 4. Strengthening of brass at holding in liquid nitrogen.

(загалом на 32%, і на 43%, відповідно). Подальше циклування температури до суттєвих змін HV не призводить.

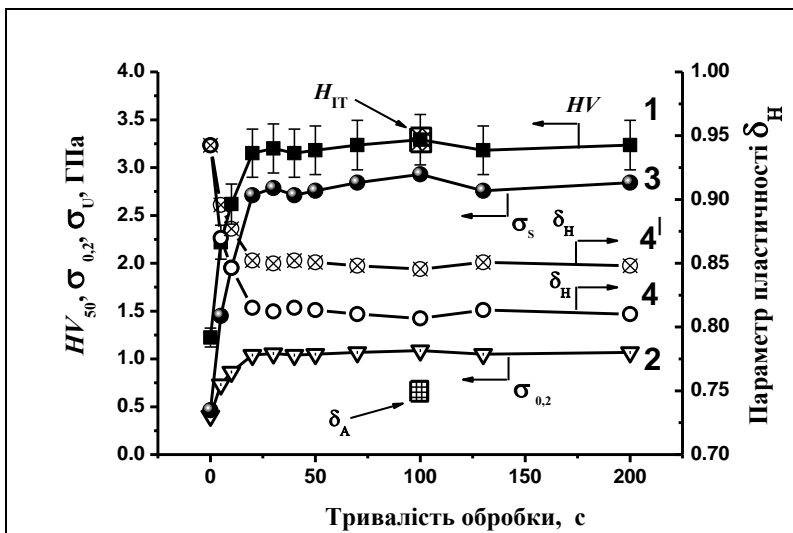


Рис. 5. Мікротвердість HV_{100} (1), межа текучості $\sigma_{0.2}$ (2), міцності σ_s (3) та характеристика пластичності δ_H (4) латуні ЛС59-1 після УЗУО в середовищі рідкого азоту ($A = 25$ мкм). H_{IT} – інструментальна твердість, δ_A – характеристика пластичності.

Fig. 5. The microhardness HV_{100} (1), yield strength $\sigma_{0.2}$ (2), the ultimate strength σ_s (3), and the plasticity characteristics δ_H (4) of the Cu-39Zn-1Pb brass after the UCVO in a liquid nitrogen medium ($A = 25 \mu m$). H_{IT} - instrumental hardness, δ_A - characteristic of plasticity.

суттєвого подрібнення структурних елементів до нано-рівня [31].

У той же час за умов ультразвукової ударної обробки ефект зміцнення до 263 % досягається вже після 20 с обробки (рис. 5, крива 1). Визначити мікротвердість окремо для α - та β -фаз після УЗУО не вдається, тому мається на увазі деяке усереднене значення мікротвердості. Це може підтверджувати припущення про ефективність багатократних прямих/зворотних мартенситних перетворень для зміцнення. У випадку крио-УЗУО фазові перетворення можуть відбуватись за рахунок охолодження до криогенних температур і наступного періодичного деформаційного нагрівання та охолодження впродовж високочастотної ударної дії. Тому цілком можливий ефект фазового нагартування у зернах α -

На рис. 4 представлені результати вимірювання мікротвердості поверхневих шарів латуні ЛС59-1 після витримки у рідкому азоті впродовж 24 годин, нагрівання до кімнатної температури та повторної витримки у рідкому азоті впродовж 30 годин. Видно, що у порівнянні з вихідною мікротвердістю, яка для α -фази складає 0,96 ГПа, а для β -фази – 1,28 ГПа, витримка у рідкому азоті сприяє зміцненню обох фаз. Більше того, нагрівання зразка до кімнатної температури (за якої здійснювались вимірювання) та повторна витримка у середовищі рідкого азоту спричиняє подальше підвищення мікротвердості α - і β -фаз у порівнянні з вихідним станом

Отримані результати корелюють з даними роботи [16], у якій виявлене зростання твердості після витримки у середовищі рідкого азоту було пояснене зміною зеренної структури. Слід також згадати роботи [28, 29], що описують перебіг процесів впорядкування та мартенситних перетворень за пониження температур до температур рідкого азоту навіть з певним проявом ефекту пам'яті форми. Згідно [29] послідовність утворення фаз за пониження температур відбувається у наступному ряду: неупорядкована ОЦК β -фаза – впорядкована В2 фаза – орторомбічні 9R або 18R фази – ГЦТ 3R або 6R, або гексагональна 2H фази. Перебіг прямих і зворотних мартенситних перетворень може бути додатковим чинником зміцнення. Так, наприклад, у [30] показана можливість зміцнення сталених зразків за рахунок багатократного $\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$ перетворення. Це призводить до

фази за рахунок циклічного прикладення напружень, спричинених змінами об'єму зерен β -, B2, R фаз під час перетворень. Однак, для підтвердження цього можливого механізму зміцнення необхідні додаткові дослідження з залучення трансмісійної електронної мікроскопії та калориметрії/резистометрії.

Залежності мікротвердості та інших механічних характеристик (межа текучості і міцності та характеристика пластичності) латуні ЛС59-1 від тривалості УЗУО в рідкому азоті впродовж 5 – 200 с, отримані із застосуванням формул (1) – (3), мають подібний характер. Найбільш суттєві зміни відбуваються на початкових стадіях деформаційної обробки (рис. 5). Характеристика пластичності також зменшується у порівнянні з вихідним значенням (0,936) вже на початкових стадіях деформації (УЗУО впродовж 20 с). Значення межі текучості $\sigma_{0,2}$ та межі міцності σ_s збільшуються порівняно з вихідним станом латуні приблизно в 3 та 4 рази, відповідно (рис. 5, криві 2, 3). Це пов'язано з суттєвим зростанням мікротвердості. Надалі механічні характеристики (HV , $\sigma_{0,2}$, σ_s , δ_H) залишаються майже незмінними незалежно від тривалості УЗУО. Час обробки також суттєво не впливає на значення характеристики пластичності $\delta_H = 0,827-0,883$.

Отримані результати узгоджуються з даними роботи [14], у якій також було виявлено підвищення HV після динамічної пластичної деформації за температури рідкого азоту. Слід зазначити, що у випадку криогенної УЗУО реєструється подвоєння HV , що у п'ять разів перевищує ефект зміцнення після витримки у рідкому азоті (рис. 4). Як зазначалось вище, можливим поясненням такого зростання ступеню зміцнення може бути факт багатократного перебігу впорядкування/втрати порядку та фазових перетворень у β -фазі [30] та фазового нагартування α -фази за умов криогенної УЗУО. Крім того, згідно [14] динамічна пластична деформація може спричиняти появу високою щільністю дислокацій, двійників і смуг зсуву, які за рахунок пересічення сприятимуть утворенню нанорозмірних зерен. Зазначені типи дефектів можуть відігравати важливу роль у зміцненні.

Для зразка латуні після УЗУО впродовж 100 с, для якого спостерігалось найбільше значення мікротвердості на поверхні, визначено зміну мікротвердості за глибиною модифікованого шару при навантаженні 20 г (рис. 6). На залежності HV_{20} від відстані від обробленої поверхні можна виділити п'ять областей. Перша область товщиною ~ 120 мкм характеризується максимальним значенням мікротвердості $HV_{20} = 2,4$ ГПа, яке все ж дещо нижче від значення, отриманого для поверхневої мікротвердості (за умов перпендикулярного прикладення навантаження до поверхні зразка). У другій області товщиною ~ 180 мкм спостерігається стрімке зменшення мікротвердості до 1,4 ГПа. У третій області суттєвих змін значення мікротвердості не відбувається $HV_{20} \approx 1,35$ ГПа. Товщина цієї області дорівнює ~ 350 мкм. Область IV, як і область II, є перехідною в якій мікротвердість знову дещо зменшується до вихідного значення 1,13 ГПа. Область V – матричний сплав (серцевина, у якій відсутні ознаки зміцнення).

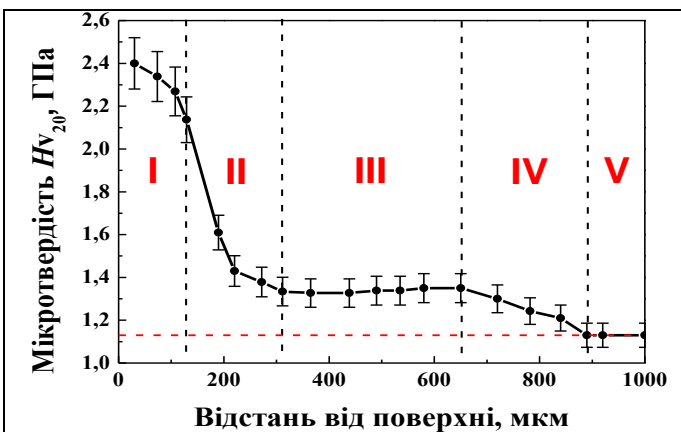


Рис. 6. Зміна мікротвердості за глибиною модифікованого шару латуні ЛС59-1 після УЗУО в рідкому азоті ($\tau = 100$ с, $A=25$ мкм).
Fig. 6. Change of microhardness at the depth of the modified layer of Cu-39Zn-1Pb brass after UIT in liquid nitrogen ($\tau = 100$ s, $A = 25$ μ m).

Загалом ефект зміцнення після УЗУО в середовищі рідкого азоту сягає глибини ~ 900 мкм, яка значно більше ніж для сплаву Д16 [18] або неіржавіючої сталі [19, 20].

Для прогнозування багатьох експлуатаційних характеристики матеріалів крім мікротвердості важливими є дані про інші фізико-механічні властивості, такі як пластичність та модуль пружності.

Відомо, більш повну інформацію про фізико-механічні властивості матеріалу, ніж із розміру відновленого відбитку (як у випадку вимірювання HV), можна отримати з аналізу діаграми безперервного вдавлювання (індентування) індентора за автоматичної реєстрації навантаження (P) на індентор та глибини його вдавлювання (h). Обробка таких діаграм дозволяє визначити мікро/нано твердість, модуль пружності, вивчати особливості

мікродеформування за кінетикою вдавлювання індентора [32].

На рис. 7 представлені зареєстровані діаграми вдавлювання, відповідні мікрофотографії поверхні зразків латуні ЛС59-1 із відбитками індентора та отримані результати досліджень їх механічних властивостей (середнє значення твердості H_{IT} , пластичності δ_A , та контактного модуля пружності E та % розкид значень) після УЗУО ($A = 25$ мкм, $t = 20$ с) у середовищі рідкого азоту (1) у порівнянні із вихідним станом (2).

Експериментальні результати показують, що глибина проникнення індентора у поверхню зразка після УЗУО в рідкому азоті становить $\sim 2,687$ - $2,924$ мкм, для зразка у вихідному стані сягає $3,6 - 3,829$ мкм. Твердість, визначена методом інструментального індентування, середнє значення якої становить $\sim 3,341$ ГПа в поверхневому шарі після УЗУО та $\sim 1,625$ у вихідному стані добре відповідає значенням, одержаним за методом Вікерса. Також зареєстроване подвійне збільшення твердості після криогенної УЗУО. Середнє значення контактного модуля пружності після обробки в рідкому азоті становить $\sim 88,26$ ГПа, що суттєво менше порівняно із вихідним станом ($E \sim 107,2$ ГПа). Також зафіксовано зменшення значення характеристики пластичності δ_A ($0,747$) порівняно із вихідним станом $0,879$. Зазначене значення контактного модуля пружності після обробки в рідкому азоті становить $\sim 88,26$ ГПа було використано для оцінок механічних характеристик згідно формул (2) і (3), наведених на рис. 5 (криві 4 і 3, відповідно). Застосування для оцінок саме цієї вимірної величини E дозволяє наблизити розрахункові величини характеристики пластичності δ_H , отримані за формулою (2) (крива 4 на рис. 5), до значення δ_A , визначеного методом інструментального індентування (рис. 7, б). У разі застосування табличного значення модуля пружності відмінність величин, отриманих двома методами, зростає (крива 4' на рис. 5).

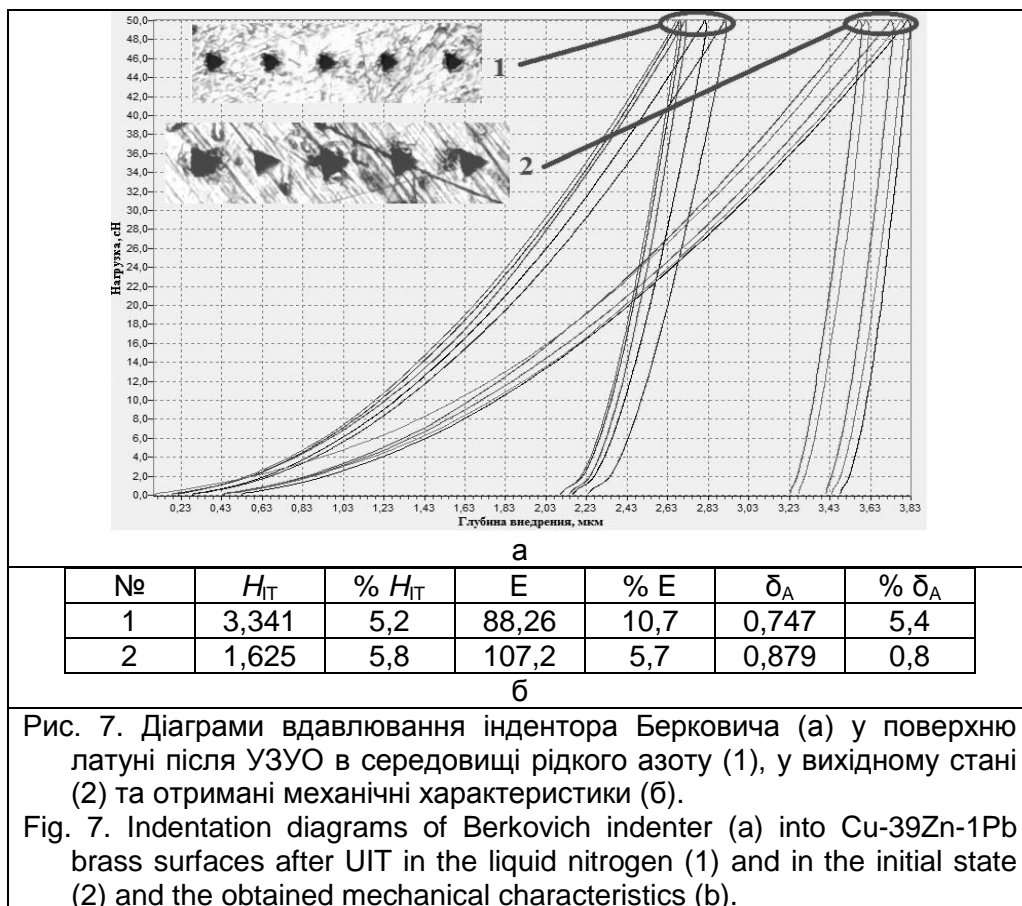


Рис. 7. Діаграми вдавлювання індентора Берковича (а) у поверхню латуні після УЗУО в середовищі рідкого азоту (1), у вихідному стані (2) та отримані механічні характеристики (б).

Fig. 7. Indentation diagrams of Berkovich indenter (a) into Cu-39Zn-1Pb brass surfaces after UIT in the liquid nitrogen (1) and in the initial state (2) and the obtained mechanical characteristics (b).

Згідно «моделі композиту» Муграбі зменшення значень модуля Юнга може відбуватися в результаті збільшення об'ємної долі границь зерен та потрійних стиків границь зерен, для яких механічні властивості відрізняються від тілу зерна [33]. Об'ємна частка границь зерен, приграничних об'ємів і потрійних стиків зростає по мірі зменшення розміру зерен. Відомо, що зменшення розмірів зерен від крупнокристалічного вихідного стану до субмікро- та нанорозмірних зерен веде до зменшення пластичності зі збільшенням твердості, а також відіграє визначальну роль у зменшенні пружних властивостей наноматеріалів, оскільки значна доля атомів наноструктурного матеріалу розташована в границях зерен і потрійних стиках, тобто у місцях, відмінних від нормальних позицій в кристалічній ґратці. Тобто, дані щодо

зменшення контактної модуля пружності можуть бути опосередкованим проявом перебігу процесів нанокристалізації, які зазвичай відбуваються в приповерхневому шарі під дією УЗУО.

Рентгенівський дифракційний аналіз (рис. 8) підтвердив зменшення розмірів областей когерентного розсіяння (з 0,3 мкм до ~30–40 нм) та зростання мікроспотворень (до 12 %) кристалічних ґратниць обох фаз у поверхневому шарі зразків латуні уже на початкових стадіях криогенної УЗУО. Крім того, зареєстровано появу залишкових макронапружень стиснення (~600 МПа) та збільшення кількості α -фази (з 54% у вихідному стані до ~70% після УЗУО), яка легше деформується і подрібнюється. Можна також відзначити деякий перерозподіл зерен α -фази за кристалографічними орієнтаціями з підвищенням частки зерен з орієнтацією {111}. Про це свідчить зростання відношення інтенсивностей $I_{(111)}/I_{(200)}$ з 3,78 у вихідному стані до 4,24 після криогенної УЗУО.

Виникнення таких переважних орієнтацій у ГЦК металах за умов деформації стисненням є загальновідомим [34], оскільки за умов стиснення (в тому числі за багатократного ударного стиснення при УЗУО) площини ковзання {111} мають тенденцію до розвернення перпендикулярно до прикладеної сили. Формування текстурованих поверхневих шарів за умов УЗУО було також зафіксоване на титанових [35, 36] та цирконієвих [37, 38] сплавах. Утворення кристалографічної текстури за криопротатки латуні Л70 з високим вмістом цинку (30 мас.%) та найнижчим значенням енергії дефектів пакування (ЕДП = 20 МДж/м²) продемонстровано в роботі [39].

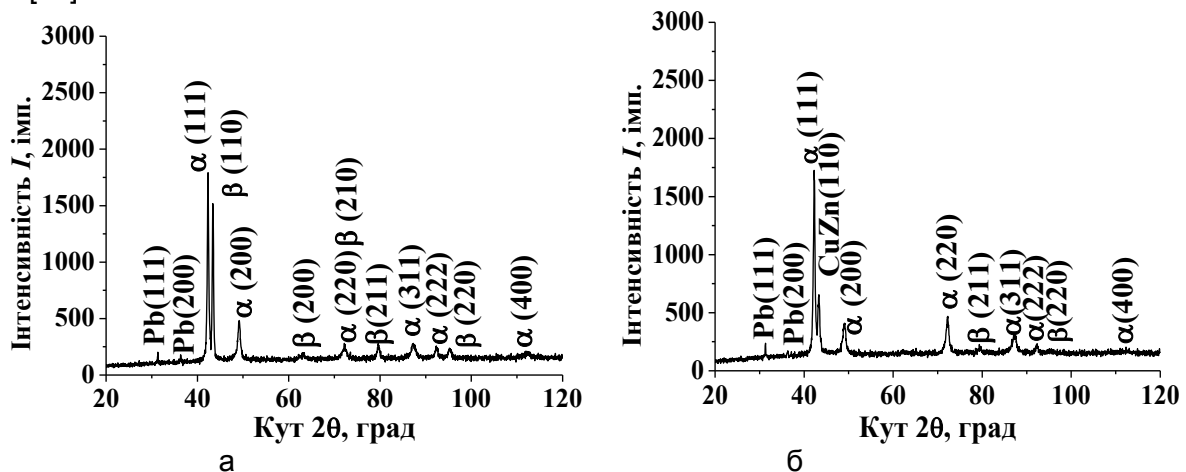


Рис. 8. Дифрактограми зразків латуні ЛС59-1: вихідний стан (а) та після УЗУО в середовищі рідкого азоту впродовж 100 с (б).

Fig. 8. The diffractograms of the brass samples Cu-39Zn-1Pb in the initial state (a) and after UIT in liquid nitrogen for 100 s (b).

Усі зазначені фактори, а саме зменшення розмірів кристалітів, зростання мікроспотворень кристалічних ґратниць, поява макронапружень стиснення та формування текстури, можуть давати внесок у спостережуване зміцнення поверхневого шару латуні впродовж криогенної УЗУО.

ВИСНОВКИ

Показано, що мікротвердість HV α і β -фаз на поверхні латуні ЛС59-1 зростає після витримки у середовищі рідкого азоту в різній степені (на 32% і 43%, відповідно), що пов'язано з різницею у накопиченні дефектів кристалічної будови.

Доведено можливість підвищення мікротвердості HV поверхні латуні ЛС59-1 до ~200 % ультразвуковою ударною обробкою в середовищі рідкого азоту за квазі-ізостатичних умов, а максимальне значення HV 3,34 ГПа досягається після крио-УЗУО впродовж 10 с. Ефект зміцнення реєструється на глибині до ~1 мм.

Встановлені з використанням методу інструментального індентування зміни інструментальної твердості H_T , модуля Юнга та характеристики пластичності δ_n матеріалу поверхневого шару після крио-УЗУО добре корелюють з оцінками величини зміцнення, проведеними на основі вимірювань мікротвердості HV .

Можливими чинниками зміцнення є перебіг процесів диспергування зеренної структури, формування напружень стиснення та переорієнтація зерен у поверхневому шарі, а також зміни фазового і хімічного складу.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, and T. Sakai, *Acta Mater.*, **47**: 579 (1999).
2. S. Qu, X.H. An, H.J. Yang, C.X. Huang, G. Yang, Q.S. Zang, Z.G. Wang, S.D. Wu, and Z.F. Zhang, *Acta Mater.*, **57**: 1586 (2009).
3. R.Z. Valiev and T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **51**: 881 (2006).
4. A.P. Zhilyaev and T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **53**: 893 (2008).
5. A.M. Hodge, Y.M. Wang, and T.W. Barbee Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, **429**: 272 (2008).
6. T. Narutani and J. Takamura, *Acta Mater.*, **39**: 2037 (1991).
7. D.M. Norfleet, D.M. Dimiduk, and S.J. Polasik, *Acta Mater.*, **56**: 2988 (2008).
8. L.L. Shaw, J. Villegas, J.Y. Huang, and S. Chen, *Mater. Sci. Eng. A*, **480**: 75 (2008).
9. A.W. Thompson, *Metall. Mater. Trans. A*, **8**: 833 (1977).
10. Y. Estrin, A. Vinogradov, *Acta Mater.*, **61**: 782 (2013).
11. B.A. Wilcox and A.H. Clauer, *Acta Metall.*, **20**: 743 (1972).
12. А. М. Глезер, Л. С. Метлов, Физика мегапластической (интенсивной) деформации твердых тел, *Физика твердого тела*, **52**, №6: 1090 (2010).
13. М.А. Васильев, С.М. Волошко, Л.Ф. Яценко, Микроструктура и механические свойства металлов и сплавов, деформированных в жидком азоте (обзор), *Успехи физ. мет.* **13** №3: 303 (2012).
14. G.H. Xiao, N.R. Tao, and K. Lu, *Mater. Sci. Eng. A*, **513–514**: 13 (2009).
15. J. Kapoor, S. Singh, and J.S. Khamba, *Proc IMechE Part C: J Mech. Eng. Sci.*, **226**, No. 11: 2750 (2012).
16. J.T.S. Vanegas, M.A.S. Cetina, *Int. J. Eng. Res. Sci.*, **2**, No. 8: 56 (2016).
17. K. Lu, *Science* **345**: 1455 (2014).
18. М.О. Васильев, Б.М. Мордюк, С.І. Сидоренко, С.М. Волошко, А.П. Бурмак, *Металлофиз. новейш. технол.*, **39**, No. 1: 49 (2017).
19. М.О. Васильев, Б.М. Мордюк, С.І. Сидоренко, С.М. Волошко, А.П. Бурмак, Н.В. Франчік, *Металлофиз. новейш. технол.*, **39**, No.7: 905 (2017).
20. M.A. Vasylyev, B.N. Mordyuk, S.I. Sidorenko, S.M. Voloshko, and A.P. Burmak, *Surf. Coat. Technol.*, **343**: 57 (2018).
21. L.S. Fomenko, A.V. Rusakova, S.V. Lubenets, V.A. Moskalenko, *Low Temp. Phys.*, **36**, No. 7: 809 (2010).
22. Ю.В. Мильман, С.И. Чугунова, И.В. Гончарова, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение* (98), No. 4: 182 (2011).
23. Ю.В. Мильман, А.Н. Слипенюк, В.В. Куприн, Д.В. Козырев, *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение* (98), No. 4: 85 (2011).
24. I. Zakiev, E. Aznakayev, *J. Lab. Autom.* **7**, No. 5: 44 (2002).
25. С.А. Фирстов, С.Р. Игнатович, И.М. Закиев, *Проблемы прочности* **N2**: 43 (2009).
26. W.C. Oliver and G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, **7**, No. 6: 1564 (1992).
27. ISO/FDIS 14577-1: 2002; *Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method* – Geneva: ISO Central Secretariat, 2002
28. T.A. Schroeder and C.M. Wayman, *Acta Metall.*, **25**: 1375 (1977).
29. M. Ahlers, *Progress Mater. Sci.*, **30**: 135 (1986).
30. V.V. Sagaradze, V.E. Danilchenko, P.L'Heritier, and V.A. Shabashov, *Mater. Sci. Eng. A*, **337**: 146 (2002).
31. V.I. Bondar, V.I. Danilchenko, I.M. Dzevin, *Nanoscale Res. Lett.* **9**: 92 (2014).
32. С.Р. Игнатович, И.М. Закиев, *Заводская лаборатория*. **77**, No. 1: 61 (2011).
33. Ю.Н. Степанов, М.И. Алымов, *Изв. РАН. Металлы*, № 3: 65 (2004).
34. И.П. Кудрявцев, *Текстуры в металлах*, Москва, Металлургия, 1965.
35. М.О. Васильев, Б.М. Мордюк, Д.В. Павленко, Л.Ф. Яценко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **37**: 121 (2015).
36. M.A. Vasylyev, B.N. Mordyuk, V.P. Bevez, S.M. Voloshko, and O.B. Mordyuk, *Int. J. Surf. Sci. Eng. – accepted to publication 2019*.
37. B.N. Mordyuk, O.P. Karasevskaya, and G.I. Prokopenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **559**: 453 (2013).
38. N.I. Khripta, O.P. Karasevskaya, and B.N. Mordyuk, *J. Mater. Eng. Perform.*, **26**: 5446 (2017).
39. Эволюция микроструктуры в ходе криогенной прокатки латуни Л70 / Korznikova, G. and Konkova, T. and Mironov, S. and Korznikov, A. and Myshlyayev, M.M. (2016) // In: *Ultrafine grained and nanocrystalline materials*, 2016-10-03 - 2016-10-07, Russian Federation.

REFERENCES

1. Y. Saito, H. Utsunomiya, N.Tsuji, and T. Sakai, *Acta Mater.*, **47**: 579 (1999) DOI: [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00365-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00365-6)
2. S.Qu, X.H.An, H.J.Yang, C.X.Huang, G.Yang, Q.S.Zang, Z.G.Wang, S.D.Wu, and Z.F.Zhang, *Acta Mater.*, **57**: 1586 (2009) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.12.002>
3. R.Z. Valiev and T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **51**: 881 (2006) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003>
4. A.P. Zhilyaev and T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **53**: 893 (2008) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002>
5. A.M. Hodge, Y.M. Wang, and T.W. Barbee Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, **429**: 272 (2008) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.05.109>
6. T. Narutani and J. Takamura, *Acta Mater.*, **39**: 2037 (1991) DOI: [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90173-X](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90173-X)
7. D.M. Norfleet, D.M. Dimiduk, S.J. Polasik, M.D.Uchic, and M.J.Mills, *Acta Mater.*, **56**: 2988 (2008) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.02.046>
8. L.L. Shaw, J. Villegas, J.Y. Huang, and S. Chen, *Mater. Sci. Eng. A*, **480**: 75 (2008) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.06.072>
9. A.W. Thompson, *Metall. Mater. Trans. A*, **8**: 833 (1977) DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02661564>
10. Y. Estrin, A. Vinogradov, *Acta Mater.*, **61**: 782 (2013) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.038>
11. B.A. Wilcox and A.H. Clauer, *Acta Metall.*, **20**: 743 (1972) DOI: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(72\)90103-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(72)90103-4)
12. A.M.Glezer, L.S.Metlov, *Physics of the Solid State*, **52**, No. 6: 1162 (2010).
13. M.O. Vasiliev, S.M. Voloshko, and L.F. Gatsenko, *Usp. Fiz. Met.*, **13**, No. 3: 303 (2012) (in Russian) DOI: <https://doi.org/10.15407/ufm.13.03.303>
14. G.H. Xiao, N.R. Tao, and K. Lu, *Mater. Sci. Eng. A*, **513–514**: 13 (2009) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.01.022>
15. J. Kapoor, S. Singh, and J.S. Khamba, *Proc IMechE Part C: J Mech. Eng. Sci.*, **226**, No. 11: 2750 (2012) DOI: <https://doi.org/10.1177/0954406212438804>
16. J.T.S. Vanegas, M.A.S.Cetina, *Int. J. Eng. Res. Sci.*, **2**, No. 8: 56 (2016).
17. K. Lu, *Science* **345**: 1455 (2014) DOI: <https://doi.org/10.1126/science.1255940>
18. M.O. Vasylyev, B.M. Mordyuk, S.I. Sidorenko, S.M. Voloshko, and A.P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 1: 49 (2017) (in Ukrainian) DOI: <https://doi.org/10.15407/mfint.39.01.0049>
19. M.O. Vasylyev, B.M. Mordyuk, S.I. Sidorenko, S.M. Voloshko, A.P. Burmak, and N.V. Franchik, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 7: 905 (2017) (in Ukrainian) DOI: <https://doi.org/10.15407/mfint.39.07.0905>
20. M.A. Vasylyev, B.N. Mordyuk, S.I. Sidorenko, S.M. Voloshko, and A.P. Burmak, *Surf. Coat. Technol.*, **343**: 57 (2018) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.11.019>
21. L.S. Fomenko, A.V. Rusakova, S.V. Lubenets, and V.A. Moskalenko, *Low Temp. Phys.*, **36**, No. 7: 809 (2010) DOI: <https://doi.org/10.1063/1.3481266>
22. Yu.V. Milman, S.I. Chugunova, I.V. Goncharova, *Problems Atomic Sci. Technol., Series: Physics of Radiation Effect and Radiation Mater. Sci.* (98), No.4: 182 (2011).
23. Yu.V. Milman, A.N. Slipenyuk, V.V. Kuprin, D.V. Kozyriev, *Problems Atomic Sci. Technol., Series: Physics of Radiation Effect and Radiation Mater. Sci.* (98), No.4: 85 (2011).
24. I.Zakiev, E.Aznakayev, *J. Lab. Autom.* **7**, No. 5: 44 (2002). DOI: <https://doi.org/10.1016/S1535-5535-04-00216-3>
25. S.A. Firstov, S.R. Ignatovich, and I.M. Zakiev, *Strength Mater.*, **41**, No. 2: 147 (2009) DOI: <https://doi.org/10.1007/s11223-009-9116-5>
26. W.C. Oliver and G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, **7**, No. 6: 1564 (1992) DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
27. ISO/FDIS 14577-1: 2002; Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method – Geneva: ISO Central Secretariat, 2002
28. T.A.Schroeder and C.M.Wayman, *Acta Metall.*, **25**: 1375 (1977) DOI: [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(77\)90069-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90069-4)
29. M.Ahlers, *Progress Mater. Sci.*, **30**: 135 (1986) DOI: [https://doi.org/10.1016/0079-6425\(86\)90007-1](https://doi.org/10.1016/0079-6425(86)90007-1)

30. V.V.Sagaradze, V.E.Danilchenko, P.L'Heritier, and V.A.Shabashov, *Mater. Sci. Eng. A*, **337**: 146 (2002) DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00023-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00023-0)
31. V.I.Bondar, V.I.Danilchenko, I.M.Dzevin, *Nanoscale Res. Lett.*, **9**: 92 (2014) DOI: <https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-92>.
32. S.R.Ignatovich, I.M.Zakiev, *Zavodskaya Lab.*, 77, No. 1: 61 (2011) (in Russian).
33. Yu.N.Stepanov, M.I.Alymov, *Reports of RAN. Metals*, No.3: 65 (2004) (in Russian).
34. I.P. Kudryavtsev, *Tekstury v metallakh* [Textures in metals] (Mocsow: Metallurgy: 1965) (in Russian).
36. M.O. Vasylyev, B.M. Mordyuk, D.V. Pavlenko, and L.F. Gatsenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 1: 121 (2015) (in Russian).
37. M.A. Vasylyev, B.N. Mordyuk, V.P. Bevz, S.M. Voloshko, and O.B. Mordiuk, *Int. J. Surf. Sci. Eng.*, – accepted to publication (2019).
37. B.N. Mordyuk, O.P. Karasevskaya, and G.I. Prokopenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **559**: 453 (2013) DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.125>
38. N.I. Khripta, O.P. Karasevska, and B.N. Mordyuk, *J. Mater. Eng. Perform.*, **26**: 5446 (2017) DOI: <https://doi.org/10.1007/s11665-017-2983-1>
39. G.Korzniikova, T. Konkova, S.Mironov, A.Korzniikov, and M.M. Myshlyaev, In: *Ultrafine grained and nanocrystalline materials*, 2016-10-03 - 2016-10-07, Russian Federation. (2016) (in Russian). <https://strathprints.strath.ac.uk/63021/>