

На правах рукописи



ЛЕБЕДЕВ МИХАИЛ АЛЕКСЕЕВИЧ

**ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ
И ТЕКСТУРЫ В ГЕТЕРОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ И
ПОКРЫТИЯХ**

Специальность

2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Автореферат

диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Москва, 2021 г.

Работа выполнена на кафедре «Материаловедение и технология обработки материалов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)».

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Бецофен Сергей Яковлевич

Официальные оппоненты: **Овчинников Виктор Васильевич**,
доктор технических наук, профессор,
кафедра «Материаловедение» ФГБОУ ВО
«Московского политехнического университета»,
заведующий кафедрой

Баннх Игорь Олегович,
кандидат технических наук,
Институт металлургии и материаловедения им.
А.А. Байкова РАН, ведущий научный сотрудник

Ведущая организация: ФГБОУ ВО «Уфимский государственный
авиационный технический университет»

Защита диссертации состоится «23» декабря 2021 г. в 16 часов 00 минут на заседании диссертационного совета 24.2.327.04 (Д 212.125.15) в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ) по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3, ауд. 307Б. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой Светлане Владимировне и по электронной почте skvorcovasv@mat.i.ru.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте: https://mai.ru/events/defence/index.php?ELEMENT_ID=160647

Автореферат разослан «___» _____ 2021 г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета



Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Остаточные напряжения (ОН) играют важную роль в работоспособности изделий машиностроения. ОН формируются в результате непосредственно термических или деформационных воздействий, а также в результате вызванных этими воздействиями фазовых превращений, сопровождающихся объемными эффектами. Последние часто называют структурными ОН. Существует много различных методик определения ОН, но основными являются дифракционные методы, которые являются единственными неразрушающими методами оценки ОН. Все варианты дифракционных методов используют методику « $\sin^2\psi$ ». Однако метод « $\sin^2\psi$ » включает измерение периодов решетки при несимметричных условиях съемки, которые характеризуются различной информационной глубиной, что приводит к ошибкам при измерении ОН в образцах с градиентом периодов решетки по глубине. Это характерно не только для материалов, подвергнутых модифицированию поверхности, но и для поверхностных слоев всех промышленных полуфабрикатов в результате газонасыщения или преимущественного испарения отдельных легирующих элементов. В результате для трип-сталей с супервысокой неоднородностью по глубине величина ОН не определена, несмотря на важность этой характеристики для этих сталей.

Исследования текстуры направлены на решение двух важных проблем, первая из которых связана с влиянием текстуры на анизотропию свойств, а вторая с выявлением механизма металлургических процессов в связи с уникальной чувствительностью текстуры к любым термомеханическим воздействиям. В случае монолитных материалов, как правило, доминирует первый аспект текстурных исследований, а для покрытий и поверхностных слоев второй. Особое место занимают текстурные исследования при оптимизации технологии нанесения PVD покрытий, для которых характерна четкая корреляция механизма формирования и функциональных свойств покрытия и его кристаллографической текстуры.

Таким образом, совершенствование рентгеновских методик и выявление закономерностей формирования остаточных напряжений и текстуры в сталях с гетерогенной структурой поверхностных слоев для повышения надежности их применения в машиностроении несомненно является актуальной задачей.

Целью работы являлось совершенствование рентгеновских методик и выявление закономерностей формирования остаточных напряжений и текстуры в сталях с гетерогенной структурой поверхностных слоев для повышения надежности их применения в машиностроении.

Для достижения указанной цели в работе решались следующие основные задачи:

1. Исследовать закономерности формирования фазового состава и напряженного состояния в сварном соединении рельсовой стали Р65 и разработать рентгеновскую методику измерения остаточных напряжений в наплавке из стеллита ПР-ВЗК.
2. Разработать методику оценки остаточных напряжений в трип-сталях с высоким градиентом напряженного состояния, фазового и химического состава в поверхностных слоях.
3. На основе исследования количественных характеристик остаточных напряжений, фазового состава и текстуры тонколистовой стали ВНС9-Ш выявить механизм формирования функциональных свойств трип-сталей.
4. Исследовать закономерности влияния величины напряжения смещения на текстуру и показатели твердости TiN и ZrN покрытий, полученных ВИП обработкой

Научная новизна полученных результатов заключается в следующем:

1. Показано, что при холодной прокатке стали ВНС-9Ш в подповерхностных слоях листа формируется двухфазная структура с преобладанием аустенита, при этом в поверхностном слое толщиной <10 мкм в результате растягивающих сдвиговых напряжений происходит $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение, сопровождающееся положительным объемным эффектом и формированием сжимающих напряжений -850 МПа в аустените и к полной релаксации высоких растягивающих напряжений в α -фазе.
2. Впервые для трип-сталей оценены характеристики стабильности аустенита к распаду под нагрузкой на основе параметра Md_{30} (температура 50% распада аустенита при 30% деформации растяжением), величина которого близка к нулю градусов Цельсия для исследуемой стали ВНС9-Ш и других Cr-Ni трип-сталей с более 50% аустенита, а для марганцовистых трип-сталей, в которых количество аустенита не превышает 10-15% характеризуются величинами $389-465^{\circ}\text{C}$.
3. Холодная прокатка трип-стали приводит к формированию выраженной однокомпонентной текстуры $\{110\}\langle 112\rangle$ γ -фазы и двухкомпонентной текстуры $\{112\}\langle 110\rangle + \{100\}\langle 011\rangle$ α -фазы, при этом отличия в текстуре поверхностного слоя сводятся к ослаблению компонента $\{112\}\langle 110\rangle$ и усилению компонента $\{100\}\langle 011\rangle$, связанного с текстурой γ -фазы ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса.
4. Предложен критерий отбора текстурных компонентов в условиях неравновесного формирования покрытия, основанный на предпочтительности в этих условиях кристаллитов с ориентацией (111),

которая характеризуется изотропией модуля Юнга в плоскости этого текстурного компонента.

Практическая значимость работы состоит в следующем:

1. Показано, что в сварном соединении рельса в результате положительного объемного эффекта $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения формируются сжимающие остаточные напряжения, что является основой для разработки рекомендаций для управления процессом формирования остаточных напряжений и повышения надежности эксплуатации сварных соединений рельсов за счет контролируемого фазового превращения.
2. Обнаружена корреляция между количеством метастабильного остаточного аустенита и пределом прочности трип-стали, так его максимальное количество после старения при 500⁰С (84%) обеспечивает максимальный предел прочности в 1850 МПа, а после старения при 600⁰С предел прочности снижается до 1570 МПа вследствие уменьшения количества аустенита до 55%.
3. Обнаружена корреляция между напряжениями смещения, текстурой и микротвердостью ионно-вакуумных TiN и ZrN покрытий, показано, что высокие значения напряжений (-100 В) приводят к интенсификации процессов на поверхности подложки, что сопровождается формированием выраженной текстуры (111) в TiN покрытиях и двойной текстуры (111)+(113) в ZrN покрытии. Уменьшение напряжения смещения до -10 В приводит к двухкратному увеличению твердости покрытий, бестекстурному состоянию TiN и ослаблению текстуры ZrN покрытий.

Апробация работы. Материалы диссертационной работы доложены на 6 конференциях: XLIV Международной молодежной конференции «Гагаринские чтения-2018», г. Москва, 2018 г., 14th International Conference on Films and Coatings, ICFC 2019, г. Санкт-Петербург, 2019 г., XVI Международной научно-технической конференции «Быстрозакалённые материалы и покрытия», г. Москва, 2019 г., Международной конференции «ICMSSTE 2020», г. Ялта, 2020 г., VI Всероссийской молодежной научно-практической конференции «Колачевские чтения», г. Ступино, Московская область, 2021 г., XI Международной конференции ФППК-2020, посвященной памяти академика Г.В. Курдюмова, Черноголовка, 2020 г.

Публикации. Основное содержание работы изложено в 8 научных работах, в том числе 4 статьях в ведущих рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК РФ, все 4 входят в Международную систему научного цитирования Scopus. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы. Объем диссертации составляет 137 страниц, включая 53 рисунка, 9 таблиц и список литературы из 115 наименований.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Методика оценки остаточных напряжений гетерогенных материалов.
2. Закономерности формирования фазового состава, остаточных напряжений и текстуры при прокатке и термической обработке трип сталей
3. Механизм формирования остаточных напряжений в сварном соединении и наплавке на рельсовой стали
4. Закономерности влияния параметров ионно-плазменного нанесения нитридных покрытий на их текстуру и свойства.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы диссертации. Цель работы и задачи исследования, представлена научная новизна и практическая значимость, перечислены полученные автором результаты.

Глава 1. Особенности формирования и измерения остаточных напряжений и текстуры в гетерогенных поверхностных слоях и покрытиях (обзор литературы).

В **первой главе** представлен анализ литературы по теме работы. В обзоре рассмотрены особенности дифракционных методов измерения остаточных напряжений в конструкционных материалах и покрытиях, а также влияние гетерогенности напряженного состояния, химического и фазового состава в поверхностных слоях и покрытиях на процесс измерения остаточных напряжений. Проанализированы особенности формирования фазового состава, текстуры, остаточных напряжений в ТРИП-сталях, сварных соединениях и защитных покрытиях.

Глава 2. Материалы и методы исследования

Во **второй главе** приведены химический состав и основные характеристики исследуемых стальных сплавов и описаны методики испытаний и исследований.

Исследовали холоднокатаную ленту толщиной 0,3 мм из трип-стали ВНС9-Ш (23Х15Н5АМ3-Ш). Химический состав стали ВНС 9-Ш, масс. %: 0,25 С; 14,5-16,0 Cr; 4,8-5,8 Ni; 2,7-3,2 Мо; $Mn \leq 1,0$; $Si \leq 0,6$; 0,03-0,07 N; $S \leq 0,01$; $P \leq 0,015$; Fe-основа. Тонколистовая сталь получена за пять переходов холодной прокатки с промежуточным отжигом при 1100 °С.

Измерения количественного соотношения γ - и α -фаз, текстуры и

остаточных напряжений на поверхности проведены с использованием рентгенофазового анализа на дифрактометре «UltimaIV» фирмы «Ригаку» (Япония) в $\text{CuK}\alpha$ излучении. Чтобы изучить поверхностные слои стали с разным количеством мартенсита деформации с исходных образцов стали ВНС9-Ш последовательно снимали поверхностный слой глубиной 10, 15 и 20 мкм. Для определения изменений количественного соотношения аустенита (γ) и мартенсита (α) использовали уравнение (1), в котором текстурный эффект учитывали усреднением отношений измеренных интенсивностей нескольких (hkl) рефлексов γ (I_{hkl}^γ) и α (I_{hkl}^α) фаз к теоретическим интенсивностям соответствующих дифракционных пиков ($R_{hkl}^\gamma, R_{hkl}^\alpha$).

$$f_\gamma = \frac{\frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^\gamma}{R_{hkl}^\gamma}}{\left(\frac{1}{m} \sum_1^m \frac{I_{hkl}^\alpha}{R_{hkl}^\alpha} + \frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^\gamma}{R_{hkl}^\gamma} \right)} \times 100\% \quad (1)$$

Здесь n и m – число (hkl) пиков γ и α -фаз.

Исследовали остаточные напряжения в сварных соединениях рельсовой стали Р65, % (мас.): 0,765 С; 0,399 Cr; 0,049 Ni; 0,041 V; 0,77 Mn; 0,5 Si; 0,095 Cu; 0,0101 S; 0,0066 P; Fe-основа., а также в наплавках из стеллита ПР-ВЗК, нанесенных электроимпульсным методом.

Плазменные потоки систем Ti-N и Zr-N формировались методом электродугового испарения Ti и Zr в 100% атмосфере N на стальную подложку (Ст1) в вакуумной ионно-плазменной установке ННВ 6.6 И1 при давлении 0,13 Па и токе дуги 110 А, время формирования покрытий составляло 60 минут. Величины значений ускоряющего опорного напряжения на подложки составляли -100В и -10В. Nb, W и Ta покрытия наносили с помощью специализированной установки кольцевого магнетронного распыления МРМ-1. В качестве подложки использовали трубку из меди М1 \varnothing 10 мм. Напряжение на подложке варьировалось от 0 до -300 В. Микротвердость HV измерялась на микротвердомере Micromet 5101 по ГОСТ РИСО 6507-1-2007 при нагрузке 0,49 Н.

В методе $\sin^2\psi$ рентгеновскую съемку осуществляли при симметричном положении образца ($\psi=0^\circ$) и несимметричном его положении ($\psi=10, 20, 30$ и 40°). Измеряли положение линии, вычисляли параметры решетки и получали зависимости a_ψ от $\sin^2\psi$. Методом наименьших квадратов определяли наклон прямой, $\text{tg}\alpha$, и вычисляли величину остаточного напряжения по формуле (2):

$$\text{Тогда: } \sigma_\phi = \text{tg}\alpha [E/(1+\nu)]_{hkl} / a_0 \quad (2)$$

Глава 3. Исследование фазового состава, текстуры и остаточных напряжений в поверхностных слоях трип-стали ВНС9-Ш после прокатки и отпусков при 300-600 °С

3.1. Формирование фазового состава и остаточных напряжений в ТРИП-стали после холодной прокатки

В настоящей главе приведены результаты исследования формирования остаточных напряжений, фазового состава и текстуры при прокатке и последующих отпусках ТРИП-стали ВНС9-Ш.

На рис.1 приведены дифрактограммы поверхности 0,3 мм листа стали ВНС9-Ш (рис.1а) и после удаления поверхностного слоя глубиной 10-20 мкм (рис.1б), а на рис. 1в соответствующее изменение фазового состава поверхностного слоя. Видно, что количество аустенита снижается от ~85 % в подповерхностных слоях до ~47 % на поверхности. При этом аустенит в подповерхностных слоях характеризуется выраженной текстурой плоскости (110) параллельной плоскости листа, которой соответствует отражение $(220)_\gamma$ – текстура «латуни» (рис.1г), на поверхности интенсивность этой текстуры снижается.

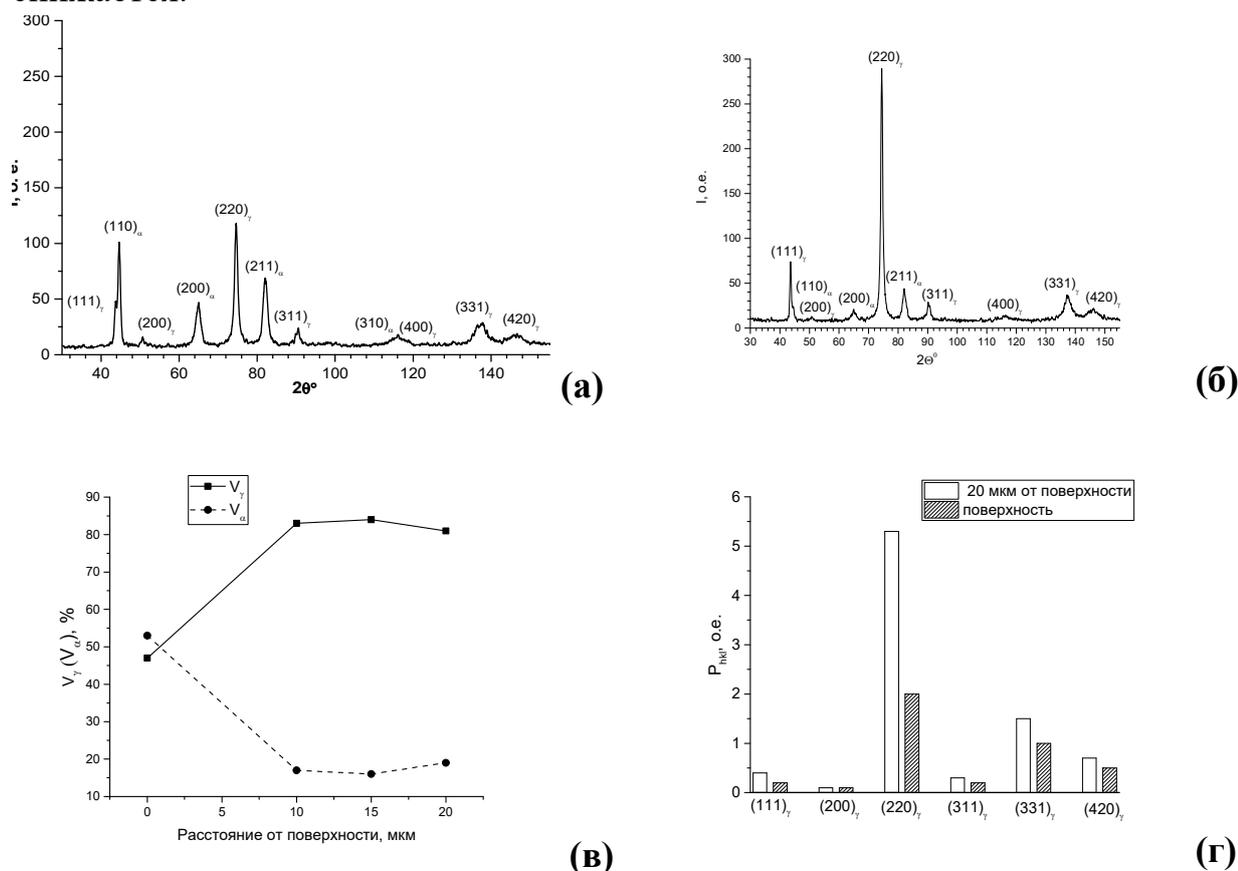


Рис. 1. Дифрактограммы поверхности (а), подповерхностных слоев (б), изменение фазового состава (в) и текстуры γ -фазы (г) в поверхностном слое ТРИП-стали ВНС-9Ш

Для измерения остаточных напряжений обычно используют метод $\sin^2\psi$, при этом измеряют параметры решетки при симметричном и наклонных положениях образца по отношению к падающему и отраженному пучку и по разнице деформаций зерен рассчитывают величину этих напряжений. Однако для трип-сталей характерно наличие градиента остаточных напряжений, фазового состава и параметров решетки по глубине, что приводит к ошибкам, поскольку толщина рассеивающего слоя при наклонном падении пучка меньше, чем при симметричном.

Существует способ корректировки этого эффекта, основанный на особенностях упругой анизотропии решетки. Для металлов с кубической решеткой модуль упругости равен:

$$1/E_{hkl} = S_{11} - 2J \cdot \Gamma \quad (3)$$

где: $J = S_{11} - S_{12} - 0,5S_{44}$ – параметр анизотропии,
 $\Gamma = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)^2$ – ориентационный фактор.

В работе¹ было показано, что для оценки остаточных напряжений можно анализировать параметры решетки зерен (a_{hkl}), в которых разные плоскости отражения параллельны поверхности образца и отличаются величинами упругих коэффициентов (K_{hkl}):

$$K_{hkl} = S_{11} + J\Gamma \quad (4)$$

Тогда для любой пары рефлексов ($h_1k_1l_1$) и ($h_2k_2l_2$), имеющих различные значения K_{hkl} величину остаточных напряжений можно определить из соотношения:

$$\sigma_{ост.} = \frac{a_{h_1k_1l_1} - a_{h_2k_2l_2}}{2(a_{h_2k_2l_2} K_{h_1k_1l_1} - a_{h_1k_1l_1} K_{h_2k_2l_2})} \quad (5)$$

Зная величину остаточных напряжений, можно вычислить также значение параметра решетки (a_0) за вычетом вклада упругих напряжений:

$$a_0 = a_{hkl} / (1 + 2 \sigma \times K_{hkl}) \quad (6)$$

На рис.2 представлены рассчитанные из (5) значения параметров решетки для различных рефлексов для α - и γ -Fe для $\sigma = \pm 500$ МПа и $a_0 = 2,90$ Å и $3,60$ Å соответственно для α - и γ -Fe. Этот рисунок демонстрирует влияние на величину параметров решетки, рассчитанных для различных (hkl) рефлексов, упругих напряжений разного знака.

На рис.3 приведены значения периодов решетки α -фазы (а) и γ -Fe (б), рассчитанные из различных межплоскостных расстояний.

¹ Бецофен С.Я. Рентгеноструктурные методы определения остаточных напряжений в поверхностных слоях с градиентной структурой // Фізико-хімічна механіка матеріалів 2006. Т.42. №3. С. 77-84.

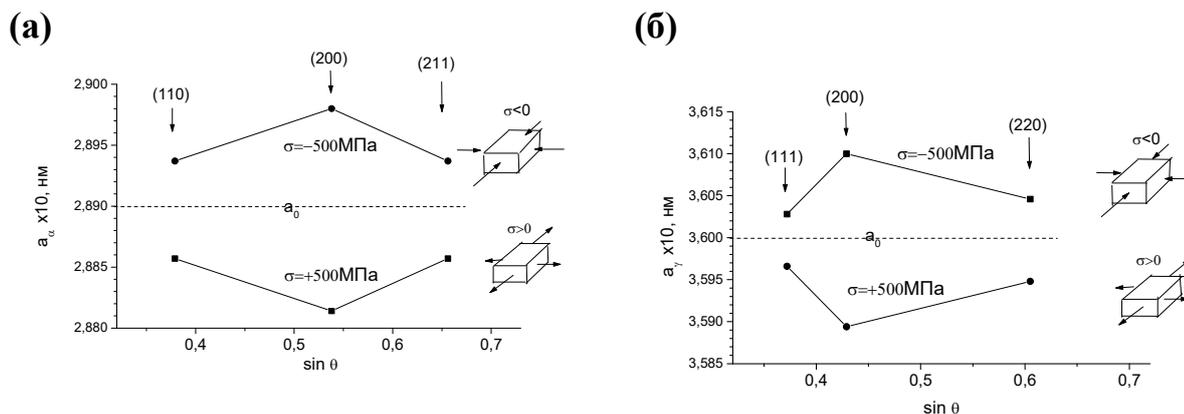


Рис. 2. Параметры решетки (hkl) рефлексов, рассчитанные из уравнения (6) для остаточных напряжений сжатия и растяжении в α - фазе (а) и γ -фазе (б) железа.

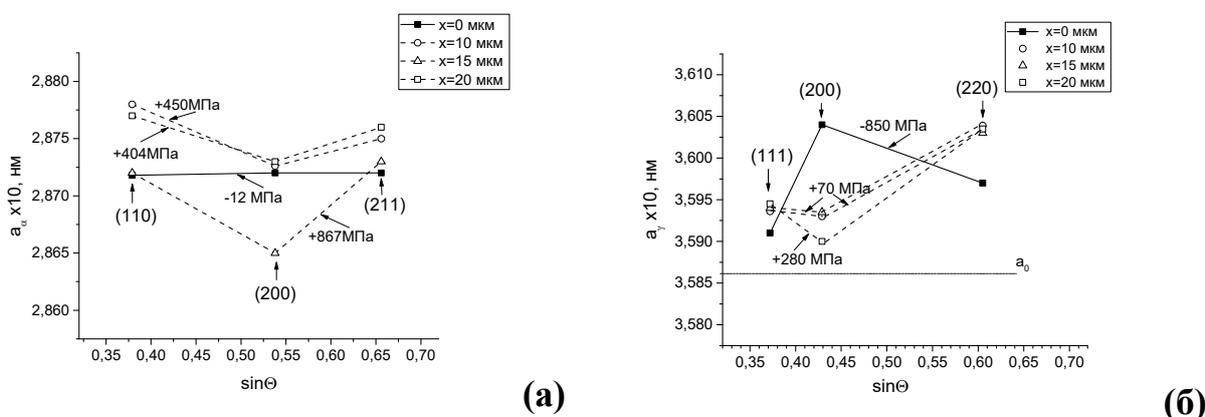


Рис. 3. Значения периодов решетки α -фазы (а) и γ -фазы (б) на различном расстоянии от поверхности, рассчитанные для рефлексов, отличающихся упругими константами

Сопоставление экспериментальных данных для α -фазы (рис.3а) с расчетными данными, представленными на рис.2а, показало, что в подповерхностных слоях α -фазы присутствуют растягивающие напряжения, а на поверхности напряжения равны нулю. Данные для γ -фазы (рис.3б) дают для поверхности сжимающие напряжения -850 МПа, а для подповерхностных слоев с большим содержанием аустенита характер изменения периодов решетки аустенита (рис.3б) для рефлексов (111), (200) и (220) аустенита свидетельствует о наличии растягивающих напряжений. На рис.4 приведены зависимости от расстояния до поверхности 0,3 мм листов ТРИП-стали остаточных напряжений для α - и γ -фаз. Показано, что в подповерхностных слоях с ~ 80 % аустенита в α -фазе формируются высокие растягивающие напряжения, которые полностью релаксируют в поверхностном слое в результате распада аустенита, сопровождаемого положительным объемным эффектом, при этом в γ -фазе на поверхности формируются высокие сжимающие напряжения.

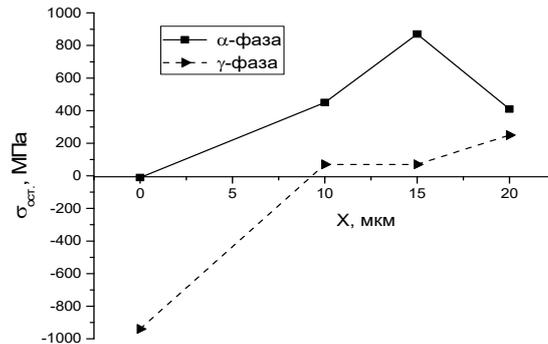


Рис.4. Остаточные напряжения в α - и γ -фазах на различном расстоянии от поверхности для 0,3 мм листов ТРИП-стали.

3.2. Исследование влияния отпуска при 300-600⁰С на фазовый состав и текстуру γ - и α - фаз трип-стали ВНС-9Ш

На рис. 5 приведены зависимости объемной фракции α -фазы и основных компонентов текстуры обеих фаз от расстояния до поверхности 0,3мм ленты из стали ВНС9-Ш после старения при 300⁰С. Для сравнения штриховой линией показана зависимость объемной доли α -фазы в состоянии поставки. Видно, что в подповерхностных слоях количество α -фазы практически не изменилось (рис.5а), однако на поверхности количество α -фазы увеличилось более чем на 10 %. После отпуска при 500⁰С (рис.5б) количество α -фазы уменьшилось в результате отпуска по сравнению с СП (штриховая линия) в подповерхностных слоях от 22 до 16 % и на поверхности от 60 до 54 %. Нагрев до 600⁰С (рис.5в) сопровождается существенными изменениями фазового состава по сравнению с состоянием поставки. В подповерхностных слоях количество α -фазы увеличилось от 22 до 40 %, а на поверхности уменьшилось от 60 до 45 %.

Характер изменения текстуры по сечению ленты после всех температур отпуска одинаков (рис.5г). Интенсивность компонента текстуры «латуни» $\{110\}\langle 112\rangle$ γ -фазы выше в подповерхностных слоях по сравнению с поверхностью, также как интенсивность компонента текстуры α -фазы $\{112\}\langle 110\rangle$ выше в подповерхностных слоях, а компонент $\{001\}\langle 110\rangle$ доминирует на поверхности.

На рис.6а показаны обобщенные зависимости количества α -фазы от температуры отпуска для поверхности и подповерхностных слоев (усредненные значения). На рис.6б приведены зависимости от температуры отпуска предела прочности на растяжение и предела усталости. Верхняя и нижняя кривые на рис.6а коррелируют с определенными механическими

свойствами, поскольку отражают существенные для формирования этих свойств особенности структурно-фазового и напряженного состояний.

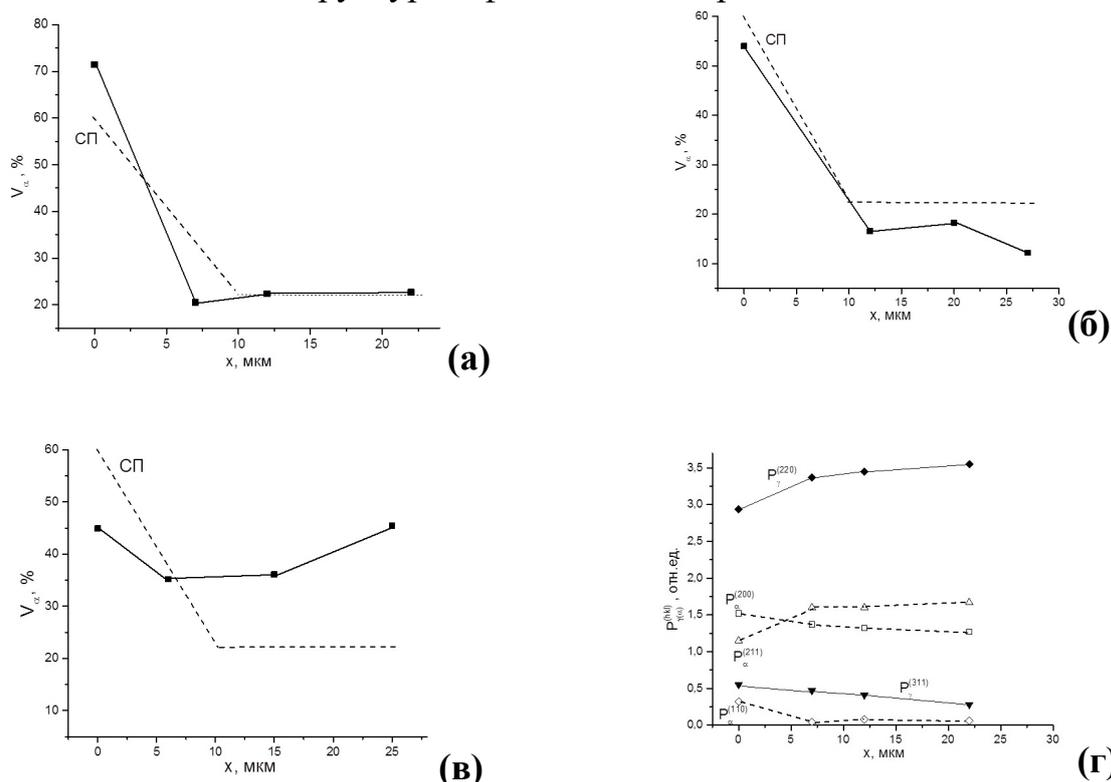


Рис.5. Зависимости объемной фракции α -фазы (а-в) и полюсных плотностей рефлексов γ - и α -фаз (г) от расстояния от поверхности для трип-стали ВНС-9Ш после старения при 300°C, 2 часа (а), 500°C, 2 часа (б), 600°C, 2 часа (в)

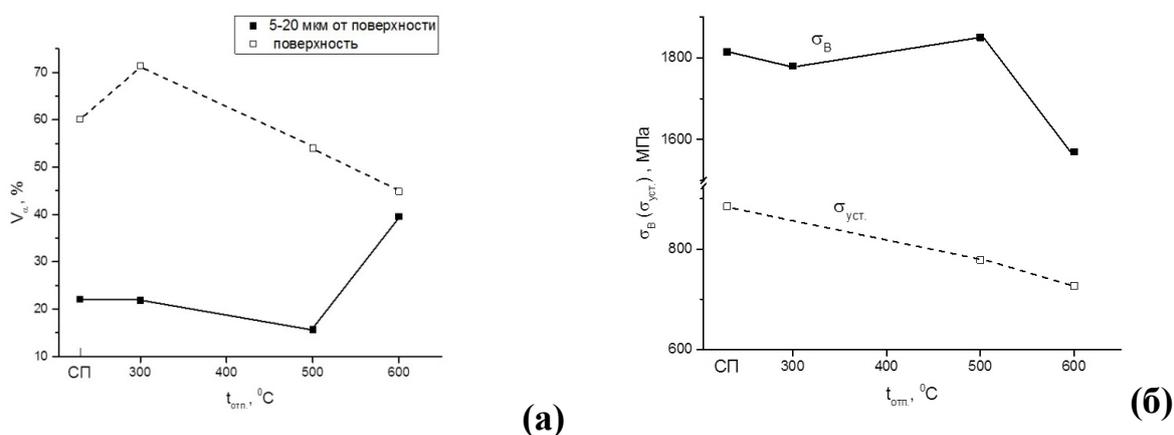


Рис.6. Влияние температуры отпуска на фазовый состав в поверхностном и подповерхностных слоях (а) и механические свойства (б) трип-стали ВНС9-Ш

Нижняя кривая на рис.6а показывает количество мартенсита в подповерхностных слоях и объеме ленты, поэтому минимальное его количество при 500 °С соответствует максимальному количеству метастабильного остаточного аустенита (84 %) и обеспечивает максимальный трип-эффект при испытании на растяжение ($\sigma_B = 1850$ МПа) и при эксплуатационных нагрузках. Фактически температурная зависимость

предела прочности на растяжение зеркальна зависимости количества мартенсита, при его резком увеличении при 600 °С (рис.6а) и соответственном снижении количества метастабильного остаточного аустенита (55 %) предел прочности также резко снижается до 1570 МПа.

Наличие поверхностного слоя с высоким уровнем сжимающих напряжений препятствует распространению усталостной трещины, поэтому уменьшение доли мартенсита в поверхностном слое после старения при 500 °С приводит к снижению предела усталости почти на 100 МПа по сравнению с состоянием поставки (рис.6б) несмотря на то, что показатели прочности после старения при 500 °С выше. Таким образом, комплекс служебных свойств ТРИП-сталей чувствителен к технологическим процессам формирования в них структурно-фазового состояния и напряженного состояния, включая распределение этих характеристик по сечению изделия.

Глава 4. Рентгеноструктурные исследования фазового состава и остаточных напряжений в сварном соединении рельсовой стали

В настоящей главе приведены результаты исследования распределения остаточных напряжений по сечению сварного соединения рельса и в наплавке из износостойкого стеллита, нанесенного на рельс электродуговым методом. При этом применительно к материалу рельса использовали метод « $\sin^2\psi$ », а для измерения напряжений в покрытии применяли метод, аналогичный тому, который использовали для ТРИП-сталей для корректировки неоднородности периодов решетки по толщине образца.

Если обозначить долевое направление рельса за «X», направление ширины «Y» и высотное направление за «Z» (рис.7, тогда напряжения, перпендикулярные сварному шву можно обозначить с помощью стандартных тензорных обозначений как σ_{yx} (2-1, 2-2, 2-3, 2-4, 2-5, 2-6, 2-7), σ_{zx} (1-1, 1-2, 1-3), а напряжения вдоль шва как σ_{zy} (1-4, 1-5). Больше количество измерений осуществляли в направлении, перпендикулярном сварному шву, которое является критичным для оценки его работоспособности.

На рис.8 приведены измеренные значения остаточных напряжений (σ_{yx} и σ_{zx}), которые показывают, что перпендикулярно шву действуют сжимающие напряжения, которые варьируются от -412 до -517 МПа. Остаточные напряжения в направлении ширины рельсов измерялись в зонах, которые включали шов и околошовную зону (рис.8), однако усредненная величина этих напряжений также свидетельствует о сжимающих напряжениях, а их величина превышает 300 МПа, что позволяет рассчитывать, что, по крайней мере, в зоне шва и ЗТВ напряжения в направлении ширины являются сжимающими и в локальных областях

исследуемых зон (образцы 1-4 и 1-5). Поэтому следует ожидать, что в направлении толщины должны действовать растягивающие напряжения.

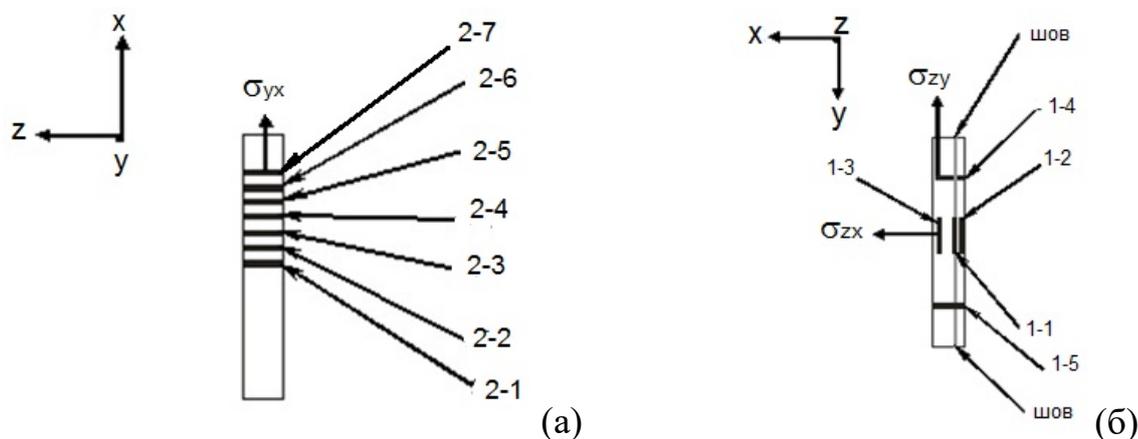


Рис.7. Схема рентгеновской съемки сварного соединения: (а) – продольное сечение рельса; (б) поперечное сечение, нормальное высотному направлению рельса; X – направление длины; Y – направление ширины рельса; Z – высотное направление рельса

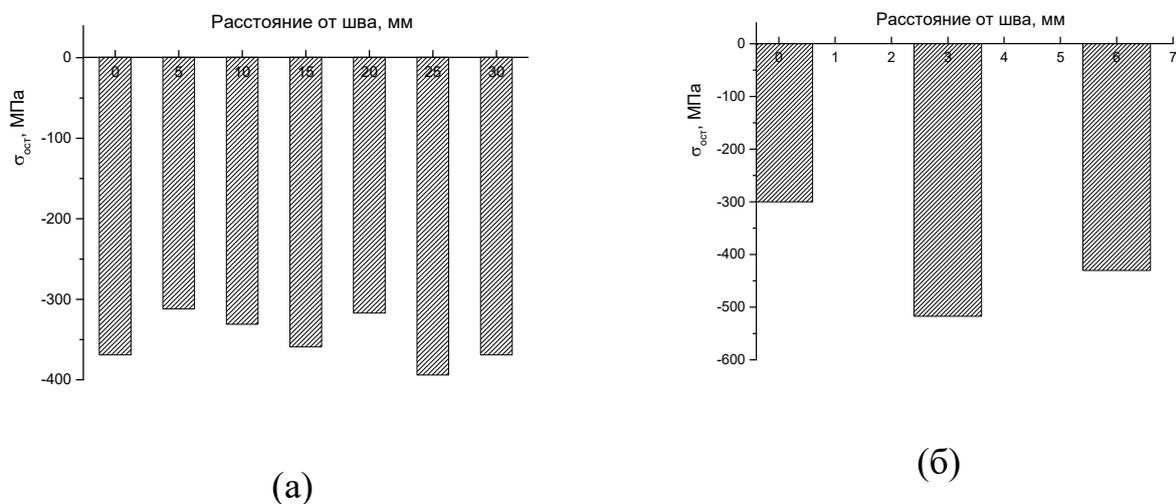


Рис.8. Зависимость остаточных напряжений от расстояния до центра шва сварного соединения рельса: (а) продольное сечение; (б) поперечное сечение.

Применение метода “ $\sin^2\psi$ ” для материала покрытий и модифицированных слоев, которые характеризуются наличием градиента параметров решетки по глубине, невозможно и также как для трип-сталей (глава 3) необходимо использовать метод симметричной съемки, основанный на особенностях упругой анизотропии решетки.

На рис. 9 приведены значения периодов ГЦК решетки стеллита, рассчитанные из измеренных межплоскостных расстояний для различных его

рефлексов. Сопоставление характера зависимости на рис.9 с расчетными значениями периодов ГЦК решетки (рис.5б) показывает, что в исследуемой наплавке присутствуют значительные растягивающие напряжения. Величина этих напряжений оценена с помощью уравнения (5) в ~ 700 МПа.

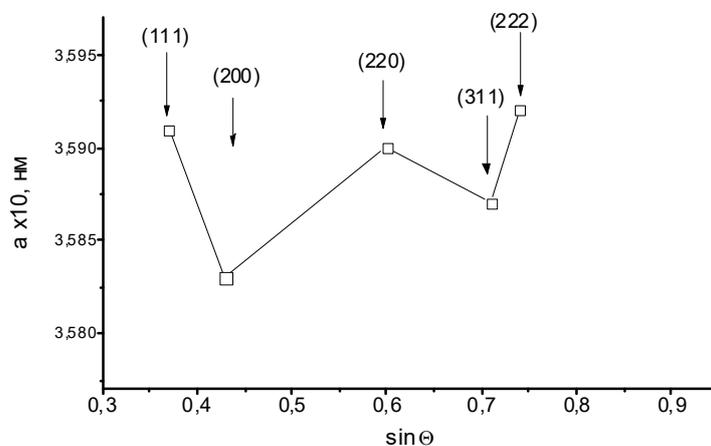


Рис.9. Периоды решетки (hkl) рефлексов для наплавки из стеллита

Измерения периодов решетки после удаления с помощью травления слоя в 100-120 мкм показали, что на таком удалении от поверхности остаточные напряжения отсутствуют. Известно, что удаление поверхностных слоев, в которых присутствуют упругие напряжения, сопровождается перераспределением напряжений в оставшейся части образца, которые можно приближенно представить как увеличение напряжений в оставшейся части на величину напряжений в удаленной части образца. Поэтому отсутствие напряжений при удалении слоя в 100-120 мкм означает, что в этом слое наряду с выраженными растягивающими напряжениями в наружной части этого слоя во внутренней его части превалировали сжимающие напряжения, которые скомпенсировали растягивающие напряжения во внешнем подслое.

Само по себе наличие остаточных напряжений в наплавке из стеллита свидетельствует о хороших функциональных свойствах покрытий, поскольку при отсутствии или слабых адгезионных и когезионных связях в покрытиях происходит релаксация остаточных напряжений, которые почти всегда присутствуют в покрытиях, что сопровождается полным или частичным отслоением покрытия от подложки. Поэтому наличие остаточных напряжений является свидетельством хороших адгезионных характеристик наплавки.

Глава 5. Закономерности формирования текстуры в TiN, ZrN вакуумных ионно-плазменных покрытиях

В этой главе исследовали влияние опорного напряжения на текстуру в TiN, ZrN, Nb, Ta и W покрытиях, полученных PVD методами. При низких значениях опорного напряжения (-10 В) полюсные плотности рефлексов TiN (рис.10а) и ZrN (рис.10в) близки к единице, т.е. соответствуют бестекстурному состоянию. Повышение опорного напряжения от -10 до -100 В приводит к повышению температуры, увеличению интенсивности всех процессов на поверхности подложки, что сопровождается формированием выраженной текстуры (111) в TiN (рис.10б) и ZrN (рис.10г) покрытиях. Однако при этом микротвердость покрытий снижается более чем вдвое.

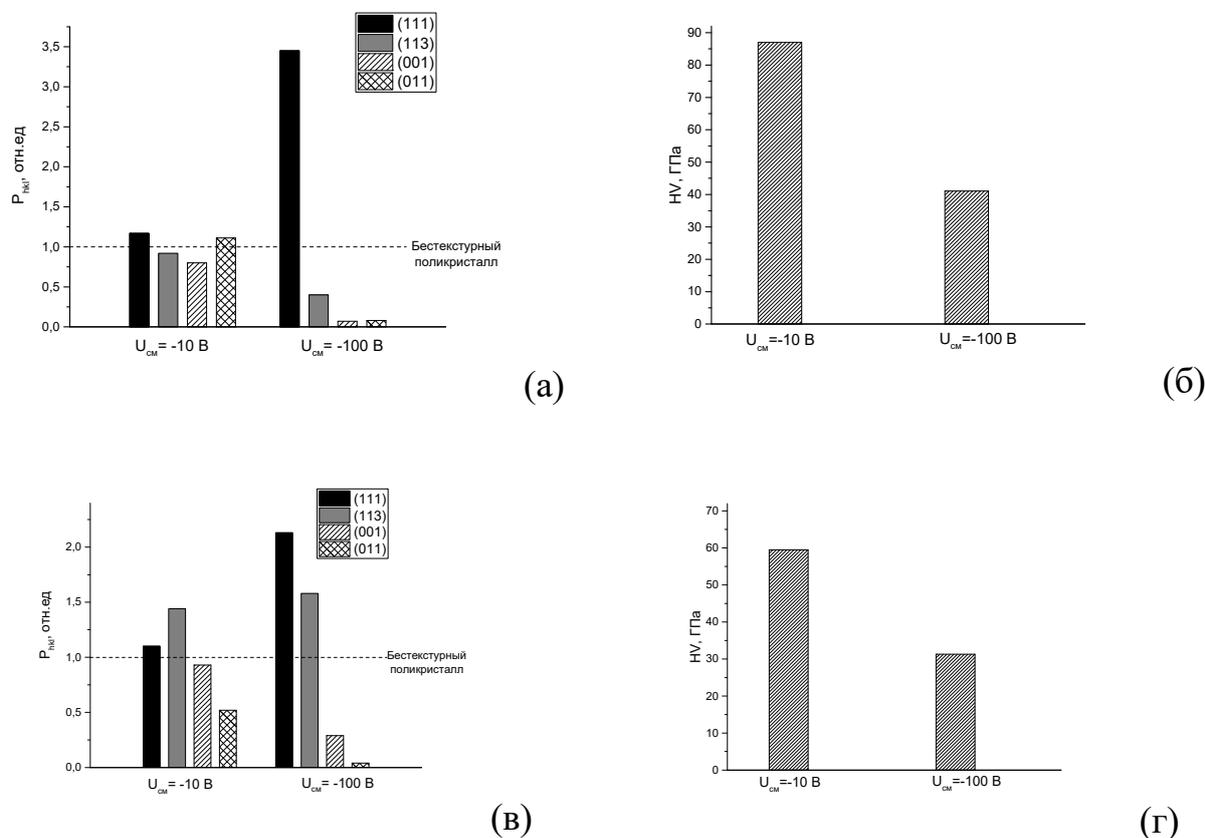


Рис.10. Полюсные плотности рефлексов (а,в) и значения микротвердости (б,г) для TiN (а,б) и ZrN (б, г) покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при напряжениях смещения -10 и -100 В

Полученные результаты свидетельствуют о том, что уменьшение напряжения смещения на подложке при нанесении TiN и ZrN покрытий приводит к устранению выраженной (111) текстуры и существенному увеличению твердости покрытий. Наличие выраженной (111) текстуры

обычно связывают с наличием столбчатой микроструктуры, а также укрупнением субзеренной структуры.

Следует отметить, что для покрытий из TiN и ZrN выраженная текстура (111) формируется в неравновесных условиях, при высоких значениях опорного напряжения. Плоскость (111) для кубических кристаллов является единственной атомной плоскостью, в которой тензорные свойства в любом направлении одинаковы, т. е. является плоскостью изотропии. В неравновесных условиях, когда кинетические критерии доминируют над термодинамическими естественно ожидать, что преимуществом будут обладать ориентировки, симметрия которых в наибольшей степени соответствует симметрии процесса нанесения покрытия. Условия нанесения покрытий обладают аксиальной симметрией относительно нормали к плоскости подложки, поэтому в неравновесных условиях преимуществом должны обладать ориентировки, в которых упругие свойства также обладают аксиальной симметрией. Любая другая атомная плоскость будет иметь разницу модулей Юнга в разных направлениях плоскости подложки. Поскольку ТКЛР кубических кристаллов всегда изотропен, то разница напряженного состояния на границах зерен при охлаждении покрытий будет целиком определяться разницей их модулей Юнга. По этой причине только ориентации зерен, в которых плоскость (111) параллельна плоскости подложки, будут обеспечивать аксиальную симметрию поля напряжений при термических воздействиях на покрытие.

Для количественной оценки преимущественного формирования текстуры при неравновесных условиях формирования покрытий можно предложить критерий, определяемый относительной разницей модулей Юнга в различных кристаллографических плоскостях. Величины модуля упругости в кубических кристаллах определяется соотношением (2).

В табл. 1 приведены значения максимальных и минимальных значений модуля Юнга в плоскостях (111), (113), (100) и (110) для TiN, и выраженная в процентах анизотропия этих модулей в каждой из четырех плоскостей, $\Delta E/E_{\max} = (E_{\max} - E_{\min})/E_{\max}$, значение которого варьируется от нуля для (111) до 25 % для (110).

Полученные нами результаты (см. рис. 10 б, г) свидетельствуют о том, что уменьшение опорного напряжения на подложке при нанесении TiN и ZrN покрытий приводит к устранению выраженной (111) текстуры и существенному увеличению твердости покрытий. Одной из причин более низкой твердости покрытий с (111) текстурой, возможно, является тот факт, что для TiN в нормальном к плоскости (111) направлении модуль Юнга минимален. Значения модуля Юнга для текстурированных материалов можно вычислить усреднением по всем ориентировкам зерен с учетом текстуры:

$$E = \sum_{i=1}^n A_i P_i E_i \quad (7)$$

Где: $i=hkl$; A_i , P_i , E_i – соответственно коэффициент нормировки, полюсная плотность и модуль Юнга для ориентировки hkl .

Табл.1. Анизотропия модуля Юнга в плоскостях (111), (113), (001) и (011) TiN

(hkl)	$E_{\perp}(hkl)$	Направления <uvw> с E_{max}	E_{max} , ГПа	Направления<uvw> с E_{min}	E_{min} , ГПа	$\Delta E//E_{max}$, %
(111)	418	$[1\bar{1}0]$	446	$[11\bar{2}]$	446	0
(113)	482	$[30\bar{1}]$	512	$[33\bar{2}]$	424	17
(100)	559	$[100]$	559	$[110]$	446	20
(110)	446	$[100]$	559	$[111]$	418	25

Расчитанные для TiN покрытий, нанесенных при опорных напряжениях –10 В, значения модулей Юнга на 10% выше, чем при –100 В (469 и 428 ГПа). Тем не менее, можно предположить, что в значительной степени причиной изменения свойств может являться не сама по себе текстура, а те изменения механизма формирования покрытия, которые эта текстура отражает. Изменение механизма формирования покрытия в результате легирования или изменения энергетических параметров процесса сопровождаются изменением одновременно с текстурой и параметров тонкой структуры покрытия, последнее вносит заметный вклад в изменение служебных свойств.

Наличие выраженной (111) текстуры обычно связывают с наличием столбчатой микроструктуры, а также укрупнением субзеренной структуры, оцениваемой по ширине рентгеновских дифракционных линий. Роль текстурных исследований очень важна в связи с ее высокой чувствительностью к механизму процесса формирования покрытия. Есть веские основания считать, что отсутствие изменения текстуры при изменении химического состава и параметров процесса свидетельствует о том, что эти изменения не приводят к принципиальному изменению механизма формирования структуры покрытия. По существу, это указывает на невысокую эффективность таких изменений в плане оптимизации служебных свойств покрытий.

Общие выводы

1. С использованием метода « $\sin^2\psi$ » определены остаточные напряжения в сварном соединении рельса, которые варьируются от -412 до -517 МПа в нормальном сварному шву направлении (направление длины рельса) и от -312 до -394 МПа в направлении ширины рельса, что дает основания предполагать, что в высотном направлении должны действовать растягивающие напряжения.

2. В градиентном поверхностном слое наплавки на рельсовую сталь стеллита с помощью оригинальной методики обнаружены растягивающие напряжения >700 МПа, а на глубине $100-120$ мкм остаточные напряжения отсутствуют, что свидетельствует о том, что во внутренней части этого слоя превалируют сжимающие напряжения, которые скомпенсировали растягивающие напряжения во внешнем подслое.

3. Рентгеноструктурное исследование количественного соотношения аустенита (γ) и мартенсита (α) в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в $0,3$ мм листах трип-стали ВНС9-Ш показало, что в поверхностном слое глубиной 10 мкм после холодной прокатки происходит $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение, приводящее к снижению количества аустенитной фазы с 85 до 47 %, при этом распад аустенита осуществляется в основном за счет текстурного компонента (110) параллельного плоскости листа.

4. Впервые оценены остаточные напряжения в гетерогенных поверхностных слоях трип сталей благодаря использованию новой методики, основанной на измерении параметров решетки различных рефлексов и разделении вклада в них остаточных напряжений и состава твердого раствора на основе особенностей упругой анизотропии кристаллической решетки.

5. Впервые для трип-сталей оценены характеристики стабильности аустенита Md_{30} (температура 50 % распада аустенита при 30 % деформации растяжением), при этом показано, что для исследуемой в нашей работе стали ВНС9-Ш и других Cr-Ni трип-сталей с более 50 % аустенита близкой к нулю градусов Цельсия, а для марганцовистых трип-сталей, в которых количество аустенита не превышает $10-15$ % характеризуются величинами $Md_{30} = 389-465^\circ\text{C}$.

6. С помощью количественного фазового и текстурного анализа исследовали влияние отпуска при $300-600$ °C на структурно-фазовые и ориентационные изменения в $0,3$ мм ленте из трип-стали ВНС9-Ш.

7. Показано, что холодная прокатка трип-стали приводит к формированию гетерогенной структуры, состоящей из $80-85$ % метастабильной γ -фазы в объеме ленты, которая снижается до ~ 40 % в

поверхностном слое 5-10 мкм в результате стимулированного трением $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения, сопровождающегося положительным объемным эффектом и сжимающими напряжениями выше 800 МПа.

8. После прокатки в объеме ленты формируется выраженная однокомпонентная текстура $\{110\}\langle 112\rangle$ γ -фазы и двухкомпонентная текстура $\{112\}\langle 110\rangle + \{100\}\langle 011\rangle$ α -фазы, при этом отличия в текстуре поверхностного слоя сводятся к ослаблению компонента $\{112\}\langle 110\rangle$ и усилению компонента $\{100\}\langle 011\rangle$, доля которого существенно увеличивается в результате превращения, поскольку он связан с текстурой γ -фазы ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса.

9. Обнаружена корреляция между количеством метастабильного остаточного аустенита и пределом прочности трип-стали, так его максимальное количество после старения при 500 °С (84 %) обеспечивает максимальный предел прочности в 1850 МПа, снижение количества аустенита при 600 °С до 55 % приводит к снижению предела прочности до 1570 МПа.

10. Наличие поверхностного слоя с высоким уровнем сжимающих напряжений препятствует распространению усталостной трещины, поэтому уменьшение доли мартенсита в поверхностном слое до 54 % после старения при 500 °С по сравнению с 60 % в состоянии поставки приводит к снижению предела усталости почти на 100 МПа.

11. Обнаружена корреляция между напряжениями смещения, текстурой и микротвердостью ионно-вакуумных TiN и ZrN покрытий, показано что высокие значения напряжений (-100 В) приводят к интенсификации процессов на поверхности подложки, что сопровождается формированием выраженной текстуры (111) в TiN покрытиях и двойной текстуры (111)+(113) в ZrN покрытии. Уменьшение напряжения смещения до -10 В приводит к двухкратному увеличению твердости покрытий, бестекстурному состоянию TiN и ослаблению текстуры ZrN покрытий.

12. Предложен критерий отбора текстурных компонентов в условиях неравновесного формирования покрытия, основанный на предпочтительности в этих условиях кристаллитов с ориентацией (111), которая является единственной атомной плоскостью, характеризующейся изотропией модуля Юнга в плоскости этого текстурного компонента.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ:

Список публикаций в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК

1. С. Я. Бецофен, К. В. Григорович, А. А. Ашмарин, А. Ю. Абдурашитов, М. А. Лебедев «Особенности формирования остаточных напряжений в сварном соединении и наплавке из стеллита на рельсовой стали». *Физика и химия обработки материалов* 2019, № 3, с. 31-39.

(Перевод) S. Ya. Betsofen, K. V. Grigorovich, A. A. Ashmarin, A. Yu. Abdurashitov and M. A. Lebedev. Peculiarities of Formation of Residual Stresses in Welded Joints and Stellite Weld Cladding on Rail Steel. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2020, Vol. 11, No. 3, pp. 634–640.

2. Бецофен С.Я., Ашмарин А.А., Терентьев В.Ф., Грушин И.А., Лебедев М.А. Фазовый состав и остаточные напряжения в поверхностных слоях трип-стали ВНС9-Ш. *Деформация и разрушение материалов*, 2020, №6, с.12-20

(Перевод) S. Ya. Betsofen, A. A. Ashmarin, V. F. Terent'ev, I. A. Grushin and M. A. Lebedev Phase Composition and Residual Stresses in the Surface Layers of VNS9-Sh TRIP Steel//*Russian Metallurgy (Metally)*, Vol. 2020, No. 10, pp. 91–98.

3. С. Я. Бецофен, А. А. Ашмарин, Л. М. Петров, И. А. Грушин, М. А. Лебедев. Влияние параметров ионно-плазменного процесса на текстуру и свойства TiN и ZrN покрытий. *Деформация и разрушение материалов*, 2021, №4, с.2-9.

(Перевод) S. Ya. Betsofen, A. A. Ashmarin, L. M. Petrov, I. A. Grushin, M. A. Lebedev. Effect of the Ion-Plasma Process Parameters on the Texture and Properties of TiN and ZrN Coatings. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021, No. 10, pp. 1238–1244

4. С. Я. Бецофен, А. А. Ашмарин, В.Ф. Терентьев, И. А. Грушин, М.И. Гордеева, М. А. Лебедев. Влияние отпуска на фазовый состав и текстуру α - и γ -фаз трип-стали ВНС9-Ш. *Деформация и разрушение материалов*, 2021, №5, с.22-28.

(Перевод) S. Ya. Betsofen, A. A. Ashmarin, V. F. Terent'ev, I. A. Grushin, M. I. Gordeeva, M. A., Lebedev. Effect of Tempering on the Phase Composition and Texture of the α and γ Phases in VNS9-Sh TRIP Steel. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021, No. 10, pp. 1337–1344.

Список публикаций в других научных журналах и сборниках трудов:

1. S Ya Betsofen, L M Petrov, A A Lozovan, A S Lenkovets, I A Grushin. and M A Lebedev Effect of bias voltage on texture formation in TiN, ZrN, Ta,Nb and W coatings. *Journal of Physics: Conference Series* **1713** (2020) 012010 IOP Publishing doi:10.1088/1742-6596/1713/1/012010.

2. A A Lozovan, S Ya Betsofen, M A Lyakhovetsky, Yu S Pavlov, I A Grushin, M A Lebedev, T S Sukhova and E P Kubatina Study of the influence of the substrate material on the phase composition and thickness of Ti-Pb coatings deposited by a magnetron. *Journal of Physics: Conference Series* **1713** (2020) 012027 IOP Publishing doi:10.1088/1742-6596/1713/1/012027
3. A S Lenkovets, A A Lozovan, S Ya Betsofen, I A Grushin, M A Lebedev Research of the effect of bias voltage on the structure and residual stress of the W coatings deposited on Cu substrate by magnetron sputtering. *Journal of Physics: Conference Series* **1281** (2019) 012047
4. A A Ashmarin, S Ya Betsofen, L M Petrov, M A Lebedev Effect of bias voltage on the texture of the TiN and ZrN coatings deposited by vacuum ion-plasma method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **889** (2020) 012019