



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ
(национальный исследовательский университет)»

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.

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Бецофен Сергей Яковлевич

Москва 2021

Введение.....	3
Глава 1. Особенности измерения остаточных напряжений и текстуры в поверхностных слоях и покрытиях с гетерогенной структурой.....	8
1.1. Структура и свойства ТРИП-сталей.....	8
1.2. Формирование остаточных напряжений в процессах сварки.....	15
1.2.1. Особенности формирования сварочных напряжений.....	15
1.2.2. Влияние металлургических факторов на формирование сварочных ОН.....	32
1.2.3. Расчетные и экспериментальные методы измерения сварочных ОН.....	36
1.3. Текстура и свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий.....	48
Глава 2. Материалы и методы исследования.....	61
Глава 3. Исследование фазового состава, текстуры и остаточных напряжений в поверхностных слоях трип-стали ВНС9-Ш после прокатки и отпусков при 300-600 ⁰ С.....	64
3.1. Формирование фазового состава и остаточных напряжений в трип-стали после холодной прокатки.....	64
3.2. Остаточные напряжения в поверхностных слоях тонколистовой ТРИП-стали ВНС-9Ш.....	68
3.3. Влияние химического состава на характеристики ТРИП-сталей.....	74
3.4. Исследование влияния отпуска при 300-600 ⁰ С на фазовый состав и текстуру γ - и α -фаз трип-стали ВНС-9Ш.....	81
Выводы по 3 главе.....	92
Глава 4. Рентгеноструктурные исследования фазового состава и остаточных напряжений в сварном соединении рельсовой стали.....	94
Выводы по 4 главе.....	106
Глава 5. Закономерности формирования текстуры в TiN и ZrN вакуумных ионно-плазменных покрытиях.....	107
5.1. Закономерности формирования текстуры TiN и ZrN покрытий.....	107
5.2. Влияние упругой анизотропии на текстуру TiN и ZrN покрытий.....	113
Выводы по 5 главе.....	121
Общие выводы.....	122
Список литературы.....	124

ВВЕДЕНИЕ

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 °С.
3. Холодная прокатка трип-стали приводит к формированию выраженной однокомпонентной текстуры $\{110\}<112>$ γ -фазы и двухкомпонентной текстуры $\{112\}<110> + \{100\}<011>$ α -фазы, при этом отличия в текстуре поверхностного слоя сводятся к ослаблению компонента $\{112\}<110>$ и усилению компонента $\{100\}<011>$, 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 двукратному 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 из которых входят в Международную систему научного цитирования Scopus. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Методика оценки остаточных напряжений гетерогенных материалов применительно к ТРИП-сталям.
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.

Глава 1. Особенности измерения остаточных напряжений и текстуры в покрытиях и поверхностных слоях с гетерогенной структурой (Литературный обзор)

1.1. Структура и свойства ТРИП-сталей

Эффект стимулированной превращением пластичности (TRIP), широко используется для разработки новых высокопрочных сталей (AHSS). Это превращение приводит к увеличению объема (образованию сжимающих напряжений) и увеличению коэффициента деформационного упрочнения, что препятствует образованию шейки и в конечном итоге приводит к более высокому удлинению. Эти стали можно разделить на два типа, а именно высоколегированные стали, характеризующиеся доминированием аустенитной фазы при комнатной температуре, и низколегированные стали, состоящие из ферритно-бейнитной матрицы, содержащие до 20 % аустенита. Последний тип сталей чаще всего используется в автомобильной промышленности. Технологический процесс обработки TRIP стали должен реализовать обогащение аустенитной фазы углеродом, чтобы обеспечить метастабильность этой фазы при комнатной температуре. Это достигается введением дополнительной стадии обработки при 300-450 °С, где образуются значительные количества ОЦК-бейнита. Из-за ограниченной растворимости в ОЦК решетке углерод отводится в окружающий аустенит, тем самым обогащая его настолько, что он может оставаться в метастабильном состоянии при комнатной температуре. Для подавления образования карбидов на стадии изотермического бейнитного удержания используются значительные добавки других легирующих элементов, таких как кремний и алюминий. Из-за нерастворимости этих элементов в цементите их диффузия от растущих зародышей цементита становится ограничивающей скоростью процессом, приводящим к замедлению скорости выделения цементита. Это приводит к конечной многофазной микроструктуре TRIP стали, состоящей из феррита, бейнита и дисперсного метастабильного

аустенита. Присутствие последнего придает стали повышенную пластичность в результате механически индуцированного превращения аустенита в мартенсит. Для достижения высоких характеристик ТРИП-сталей, содержащих остаточный аустенит, чрезвычайно важно точное измерение его объемной доли.

В большинстве случаев это осуществляют дифракционными методами рентгеновского и нейтроннографического анализов [1-9]. Необходимо помнить, что для достижения высоких характеристик ТРИП-сталей, содержащих остаточный аустенит, чрезвычайно важно точное измерение его объемной доли (f_γ) [9]. В большинстве случаев для этого используют дифракционные методы рентгеновского и нейтроннографического анализов, оптическую микроскопию в сочетании с анализом изображений, сканирующую электронную микроскопию, Мессбауэровскую спектроскопию, дилатометрию и измерения намагниченности [1]. В работе [10] приведены результаты применения метода акустической эмиссии для изучения особенностей поведения ТРИП-сталей. Тем не менее, рентгеновский метод находит наиболее широкое применение для решения указанной задачи.

Для определения изменений количественного соотношения аустенита (γ) и мартенсита (α) в ТРИП-сталях используют уравнение (1.1), в котором текстурный эффект учитывают усреднением отношений измеренных интенсивностей нескольких (hkl) рефлексов γ (I_{hkl}^γ) и α (I_{hkl}^α) фаз к теоретическим интенсивностям соответствующих дифракционных пиков ($R_{hkl}^\gamma, R_{hkl}^\alpha$), которые соответствуют интенсивностям бестекстурного образца [2]. Индекс α -фазы относится как к мартенситной, так и бейнитной и ферритной фазам, которые практически не различимы дифракционными методами.

$$f_{\gamma} = \frac{\frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}}}{\left(\frac{1}{m} \sum_1^m \frac{I_{hkl}^{\alpha}}{R_{hkl}^{\alpha}} + \frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}} \right)} \times 100\% \quad (1.1)$$

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

В нашем случае использовали четыре рефлекса аустенита (111), (200), (220), (311) и три мартенсита (110), (200), (211). Статистическая достоверность оценки фазового состава возрастает при использовании как можно большего количества дифракционных пиков. В [3-5] использовали по три рефлекса каждой фазы, но в [3, 5] рефлекс (111) γ -фазы заменяют на (311), а рефлекс (110) α -фазы на (220) или по четыре рефлекса как в работе [6], где используют все упомянутые рефлексы. В [7, 8] использовали два рефлекса α -фазы (200) и (211) и три γ -фазы: (200), (220) и (311).

В [5] показано, что вблизи поверхности происходит интенсивное превращение аустенита в мартенсит. В этой связи объемная доля аустенита, определяемая с помощью EBSD или дифракции рентгеновских лучей, меньше, чем с помощью дифракции нейтронов, которая усредняется по всему сечению образца. В работах [2, 11] показано, что в поверхностном слое ~ 10 мкм происходит распад аустенита, в результате которого его количество снижается и в результате положительного объемного эффекта $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения [12] в аустените формируются остаточные сжимающие напряжения.

Важное место в исследованиях ТРИП-сталей занимает вопрос стабильности аустенита, при этом в качестве основного параметра определяющего эту стабильность рассматривают содержание углерода в аустените (C_{γ}). В работах [13, 14] оценивали содержание углерода с помощью уравнения, связывающего параметр решетки аустенита с химическим составом. Принято также оценивать устойчивость аустенита в

терминах его стабильности против атермического α' -мартенситного превращения (АМП) и инициированного деформацией α' -мартенситного превращения (ДИМП). Количественно эти два вида стабильности оценивают с помощью параметров M_s и Md_{30} соответственно, где M_s – температура начала атермического α' -мартенситного превращения при охлаждении и Md_{30} – температура, при которой образуется 50% α' -мартенсита при 30% деформации растяжением [11, 12]. В [15] оценивали влияние углерода и азота на M_s и ДИМП стали 304. Показано, что азот значительно сильнее стабилизирует аустенит по отношению к АМП, при этом стабильность аустенита сталей с углеродом и азотом по отношению в ДИМП одинакова. В работе [16] проведены систематические исследования аустенитных нержавеющей сталей Fe-Ni-Cr, в которых выявлены зависимости от состава и размера зерна, параметра Md_{30} . С этой целью варьировали составы двойных сплавов и рентгеновским методом определяли количество выделившегося мартенсита. Было установлено эмпирическое соотношение величины Md_{30} с содержанием легирующих элементов (C, N, Si, Mn, Cr, Ni, Cu, Mo, Nb), а также влияние на этот показатель размера зерна.

В ряде работ [3-5, 17, 18] проводили in-situ дифракционные исследования ТРИП-сталей с использованием методов нейтронографии и синхротронного рентгеновского излучения, в которых в процессе деформации обнаружено аномальное поведение зерен с различной кристаллографической ориентацией, которое связывают, в том числе с ориентационной зависимостью факторов Шмида для действующих систем сдвига [14]. Важную роль в характеристиках ТРИП-сталей играют остаточные сжимающие напряжения, формирующиеся в них в результате положительного объемного эффекта $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения [12]. Однако исследованию процессов формирования остаточных напряжений препятствуют методические проблемы их измерения, связанные с гетерогенностью фазового состава и напряженного состояния в ТРИП-сталях [18]. Проблемой является также разделение вкладов в изменение параметра

решетки от ее деформации под действием механического нагружения и от изменения химического состава (содержания углерода). Для случаев *in-situ* дифракционных исследований предложено [19] для разделения этих эффектов использовать данные, полученные съемкой в направлении оси нагружения (ОН) и нормальном ему направлении (НН). Известно, что для ТРИП-сталей характерно повышенное содержание углерода в аустените, которое реализуется с помощью легирования (Si, Al) и специальной термообработки, которые препятствуют распаду аустенита с выделением карбидов и соответственно уменьшением его содержания в твердом растворе [18]. Однако этот метод осложнен тем установленным экспериментально фактом, что деформация решетки варьируется для зерен разных ориентировок. Поскольку углерод в наибольшей степени увеличивает период решетки аустенита, то увеличенный период решетки в подповерхностных слоях именно для зерен текстурного компонента (220) свидетельствует о том, что эти зерна имеют аномально высокое содержание углерода и это является причиной того, что распад аустенита преимущественно происходит за счет этих зерен [20]. Из этого следует, что для оценки величины остаточных напряжений в подповерхностных слоях нельзя использовать рефлекс (220), поскольку величина межплоскостного расстояния для него завышена в связи с повышенным содержанием углерода в зернах этой ориентации. В работе [17] методом высокоэнергетического синхротронного рентгеновского излучения исследовали деформацию решетки аустенита и феррита при нагружении ТРИП-сталей. В упругой области (до напряжений 500 МПа) наблюдали линейные зависимости деформации решетки от нагрузки, при этом деформация решетки при одинаковой нагрузке была максимальной для $\langle 100 \rangle$ в направлении растяжения (направление с минимальным модулем Юнга) и минимальной в направлении $\langle 111 \rangle$ (направление с максимальным модулем Юнга). При увеличении нагрузки и переходе в пластическую область происходят значительные отклонения от прямолинейных зависимостей, причем для ориентации $\langle 100 \rangle$ величина деформации решетки

с увеличением нагрузки испытывает положительное отклонение от линейной зависимости, а для ориентаций $\langle 111 \rangle$ и $\langle 311 \rangle$ испытывает отрицательное отклонение от линейной зависимости, а для ориентации $\langle 110 \rangle$ деформация меняет знак. Это свидетельствует о наличии двух процессов, сопровождающих распад аустенита, во-первых, это положительный объемный эффект $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, который увеличивает межплоскостные расстояния в соответствии с линейными эффектами превращения, которые могут отличаться для зерен по-разному ориентированными относительно внешней деформации, а, во-вторых, это снижение периода решетки из-за уменьшения концентрации углерода в аустените. Видимо, последний процесс также как и в нашем случае происходит наиболее интенсивно в зернах с ориентацией $\langle 110 \rangle$, при этом в нашем случае это направление нормально плоскости листа, а в [17] направлено вдоль оси растяжения. При in-situ исследованиях методами ТРИП-сталей нейтронографии и синхротронного рентгеновского излучения в других работах [4, 14, 18] также наблюдали наличие ориентационной зависимости деформаций решетки.

Следует отметить, что измеренные значения остаточных напряжений после удаления травлением слоя не отражают реальные значения этих напряжений до его удаления, поскольку при последовательном удалении поверхностных слоев происходит релаксация остаточных напряжений, приводящая к изменению распределения напряжений в оставшейся части образца. Корректировка этого эффекта основана на вычислении осевых и изгибающих напряжений в оставшемся после травливания материале, которые компенсировали соответствующие напряжения в травленных слоях [21, 22]. При травливании слоя толщиной «а» величины «релаксированных» напряжений находят суммированием по всем последовательно удаленным предыдущим слоям [22].

В результате анализа особенностей процессов, обеспечивающих функциональные характеристики трип-сталей, а именно наличие в изделии метастабильного аустенита, который испытывает превращение в мартенсит

только при эксплуатационных нагрузках, что обеспечивает свойственный трип-сталям уникальное сочетание высокой прочности и пластичности. В настоящее время не существует четких критериев, позволяющих найти оптимальный состав трип-стали и наиболее приемлемые режимы термомеханической их обработки. Это связано с методическими трудностями измерения содержания углерода и остаточных напряжений в аустените, которые непосредственно определяют процесс мартенситного превращения метастабильного аустенита при эксплуатационных нагрузках. Дифракционные исследования *in-situ* трип-сталей с использованием нейтронографии и высокоэнергетического синхротронного рентгеновского дают много информации, свидетельствующей о сложности процессов, происходящих при нагружении, в частности о том, что деформация решетки отличается для разных ориентаций зерен. Этот эффект не удастся однозначно связать с анизотропией упругих модулей. Можно предположить, что здесь играет роль различный уровень накопленной деформации для ориентировок, относящихся или нет к основным текстурным компонентам, поэтому текстурный фактор играет значительную роль в ТРИП эффекте.

В работе [23] проведены *in-situ* исследования методом синхротронной рентгеновской дифракции структурных превращений при закалке от 900°C , охлаждении до 230°C и выдержке при 400°C ТРИП-стали и количественно продемонстрирована эффективность такой обработки. В ряде работ исследовали влияние структуры ТРИП-сталей на механические свойства при статическом и усталостном нагружении [24-30], однако до сих пор остается недостаточно понятным корреляционная связь фазовым составом ТРИП-сталей и текстурой фаз с комплексом механических свойств.

1.2. Формирование остаточных напряжений в процессах сварки

1.2.1 Особенности формирования сварочных напряжений

Технология сварки широко применяется в автомобильной, авиационной, ядерной, судостроительной и других отраслях промышленности из-за ее низкой стоимости, геометрической гибкости и приемлемых механических свойствах [31]. С другой стороны, сварка сопряжена с некоторыми вредными воздействиями на сварные конструкции, такими как микротрещины / дефекты, высокая концентрация напряжений и растягивающие остаточные напряжения. Поэтому с точки зрения расчета на усталость, сварные участки считаются слабыми структурными компонентами, в которых легко обнаруживаются трещины и растягивающие остаточные напряжения [32]. За последние несколько десятилетий для решения этой проблемы и улучшения усталостных характеристик сварных соединений были разработаны многочисленные методы обработки после сварки, включая шлифовку, ударную обработку и дробеструйную обработку [33]. Эти виды обработки обычно подразделяются на две разные категории: методы улучшения геометрии и методы модификации остаточного напряжения. Методы улучшения геометрии, такие как шлифование, направлены на устранение дефектов и снижение концентрации напряжений в свариваемых компонентах. В то время как методы модификации остаточного напряжения, такие как ударная обработка и дробеструйная обработка, делают упор на введение полезных сжимающих остаточных напряжений и улучшение распределения остаточных напряжений в сварных соединениях [34]. Ультразвуковая ударная обработка (УЗКУО) – это недавно разработанный метод обработки Statnikov et al. [35]. Этот метод становится все более популярным по нескольким причинам, таким как сокращение потребности в рабочей силе, устранение деформаций, вызванных сваркой. УЗКУО использует иглы или молотковые стержни для воздействия на

сварочную поверхность с высокой ультразвуковой частотой 18000-27000 Гц. УЗКУО не только снижает локальную концентрацию напряжений за счет изменения геометрии носка сварного шва, но также создает сжимающие остаточные напряжения за счет устранения растягивающих остаточных напряжений [36]. В последние годы были проведены многочисленные исследования влияния УЗКУО на остаточные напряжения сварного шва и усталостные характеристики сварных соединений [37-40]. Были разработаны численные модели для прогнозирования распределения остаточных напряжений и усталостных характеристик сварных соединений, обработанных УЗКУО [39, 41]. Также проводились экспериментальные исследования УЗКУО [37-38, 40]. Различные методы измерения, такие как дифракция рентгеновских лучей и дифракция нейтронов, были использованы для получения экспериментальных данных для проверки смоделированных остаточных напряжений. В большинстве случаев было обнаружено, что УЗКУО создает сжимающие остаточные напряжения на различной глубине и улучшает усталостные характеристики сварных соединений. Turski et al. [37] обнаружили, что УЗКУО создает поля остаточных напряжений сжатия глубиной около 2 мм для нержавеющей стали 304. Лю и др. в [38] измерили остаточные напряжения сварных соединений из высокопрочной стали, обработанной УЗКУО. Результаты показали, что УЗКУО оказывает одинаковое влияние на продольные и поперечные напряжения и создает слой остаточных напряжений сжатия глубиной до 4 мм. Foehrenbach et al. [39] разработали эффективный расчетный метод прогнозирования остаточных напряжений, вызванных процессом УЗКУО, с использованием коммерческого пакета программного обеспечения МКЭ. Было обнаружено, что после обработки УЗКУО возникают сжимающие остаточные напряжения вплоть до предела текучести основного материала. Дехтяр и др. [40] исследовали влияние УЗКУО на усталостное поведение образцов Ti – 6Al – 4V. Основываясь на экспериментальных данных, можно выявить, что УЗКУО вводил сжимающие напряжения –570 МПа, достигая двух третей предела

текучести материала. Усталостная прочность сварных соединений увеличилась на 60% за 10^7 циклов, а усталостная долговечность увеличилась в 10^2 раза при амплитуде напряжений 300 МПа.

В работе [42] исследовали влияние ультразвуковой ударной обработки (УЗКУО) на распределение остаточных напряжений в стыковом и Т-образном сварных соединениях. Сопоставляли результаты, полученные экспериментально рентгеновским расчетами МКЭ.

На рис. 1.1 показаны направления остаточных напряжений обоих сварных соединений. Три обозначения «продольный», «поперечный» и «толщинный» были введены для описания остаточных напряжений в трехмерном пространстве. Поперечное остаточное напряжение σ_{xx} указывает остаточное напряжение в направлении, перпендикулярном линии сварки. Продольное напряжение σ_{zz} отображало напряжение в направлении, параллельном линии сварки, а напряжение по толщине σ_{yy} демонстрировало напряжение в направлении глубины.

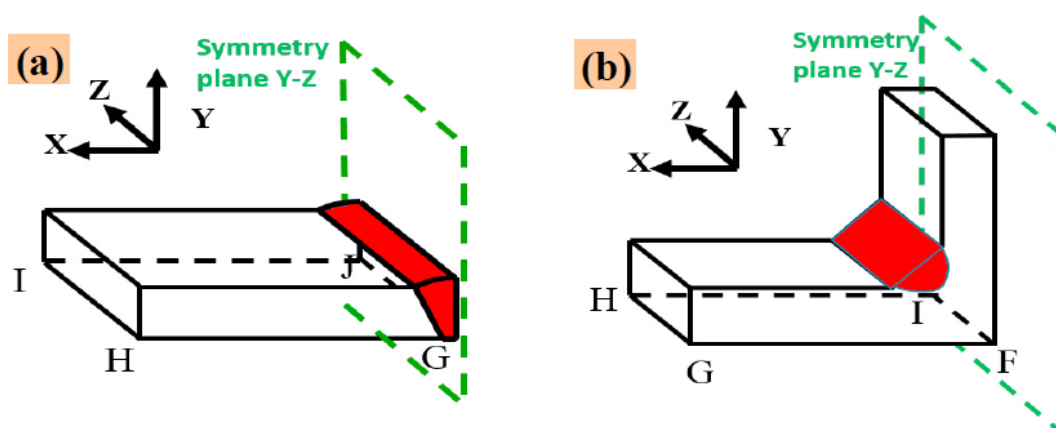


Рис. 1.1 Трехмерная конечно-элементная модель: (а) стыковое соединение, (б) тройник.

Расчитанные остаточные напряжения, полученные по численной модели, сравнивались с экспериментальными данными [32] для проверки результатов расчетов на примере стыкового сварного соединения. На рис. 1.2, 1.3 показаны предсказанные и измеренные распределения остаточных

напряжений в стыковом сварном соединении вдоль путей А-В и А-С, соответственно. Красные маркеры, показанные на рис. 1.2, 1.3, указывают на экспериментальные данные остаточного напряжения, измеренные методом XRD [43]. Как показано на рис. 1.2, распределение и величина экспериментальных остаточных напряжений примерно соответствовали предсказанным результатам на пути А-В. Как правило, пиковое поперечное остаточное напряжение, так и продольное остаточное напряжение возникали вблизи зоны сварки. Компоненты напряжений σ_{xx} и σ_{zz} уменьшались с увеличением расстояния от точки А и выравнивались до нуля. С другой стороны, рис. 1.3 показывает, что смоделированные остаточные напряжения имели ту же тенденцию, что и экспериментальная на трассе А-С. Тем не менее, были некоторые различия в остаточных напряжениях, полученных из эксперимента [43] и предсказанных МКЭ. Эти различия авторы связывают с ошибками измерения рентгеновским методом, который чувствителен к изменению микроструктуры зоны сварки [36]. На каждом конце пути А-С экспериментальные поперечные остаточные напряжения были относительно меньше, чем моделируемые результаты. Тем не менее, экспериментальные поперечные остаточные напряжения (275 МПа) были значительно выше, чем смоделированные (172 МПа) в середине пути переменного тока. На основании представленных результатов, предсказанные результаты анализа МКЭ были в хорошем согласии с экспериментальными данными. То есть модель МКЭ может с достаточной точностью прогнозировать распределение остаточных напряжений сварных соединений.

При моделировании распределения остаточных напряжений сварки Т-образного шва для анализа были выбраны пути А-В и А-С. На рисунках 4,5 показано распределение остаточных напряжений стыковых и Т-образных соединений вдоль путей А-В и А-С.

Продольные и поперечные остаточные напряжения Т-образного шва вдоль пути А-В показаны на рис.1.4. Видно, что поперечное остаточное

напряжение σ_{xx} , и продольное остаточное напряжение σ_{zz} достигают максимальных значений вблизи сварного шва.

Однако после достижения максимума σ_{xx} (рис.1.4) монотонно уменьшается с расстоянием от точки А. В то же время σ_{zz} уменьшаются от растягивающих до сжимающих, а затем снижаются до нуля (рис1.4) с удалением от точки А (б). В удаленной от В зоне сварки как поперечные, так и продольные остаточные напряжения уменьшались до малых значений с увеличением расстояния от зоны сварки. На рис.1.5 представлены распределения поперечных и продольных остаточных напряжений Т-образных соединений вдоль пути А-С. Видно, что поперечные остаточные напряжения σ_{xx} , так и продольные остаточные напряжения σ_{zz} показали сходную тенденцию. В центре линии сварки (точка А) σ_{xx} и σ_{zz} достигли пиковых значений растягивающего напряжения, которые составляли 350 МПа и 200 МПа соответственно. По мере увеличения расстояния от точки А, σ_{xx} и σ_{zz} постепенно уменьшалось, переходя от растягивающих в сжимающие напряжения.

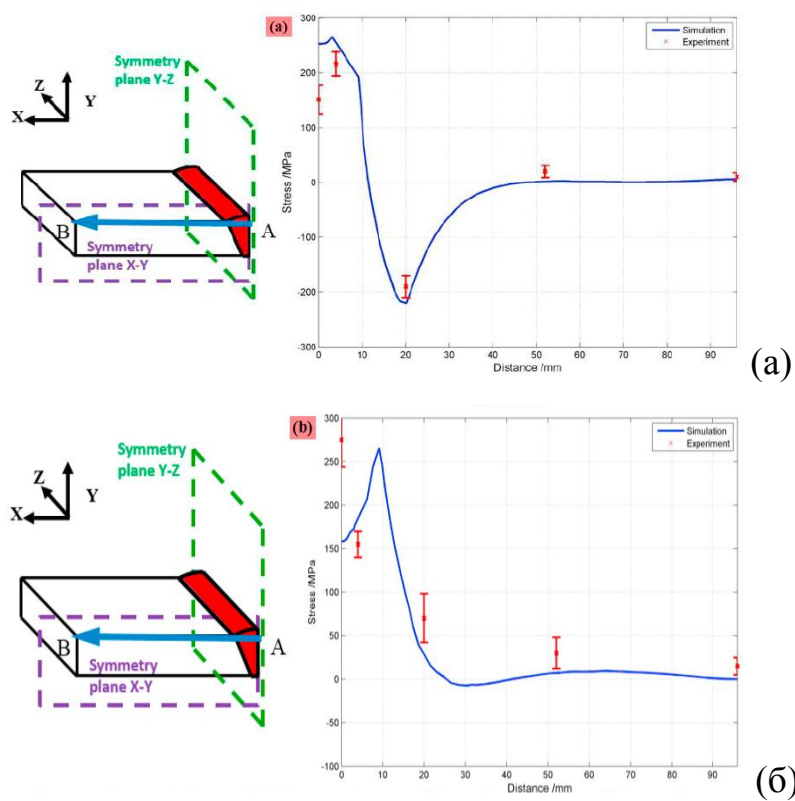


Рис.1.2 Распределение поперечных (а) и продольных (б) остаточных напряжений по траектории А-В в стыковых сварных соединениях

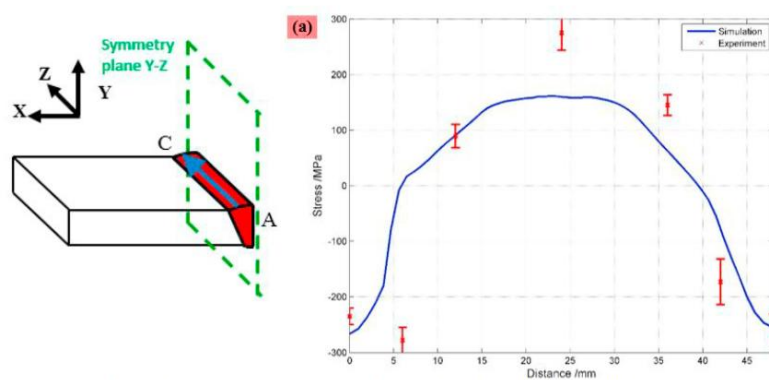
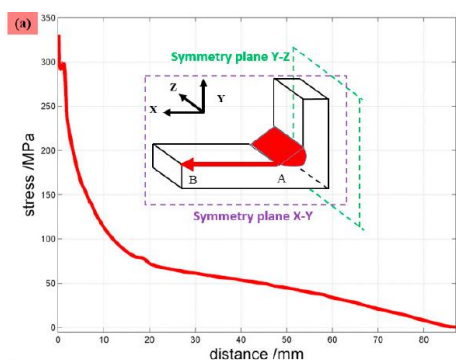
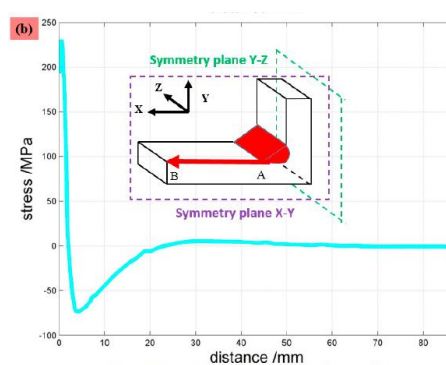


Рис.1.3 Распределение поперечных остаточных напряжений по траектории А-С в стыковых сварных соединениях



(a)



(б)

Рис.1.4 Распределение поперечных (а) и продольных (б) остаточных напряжений вдоль траектории А-В в тавровых соединениях

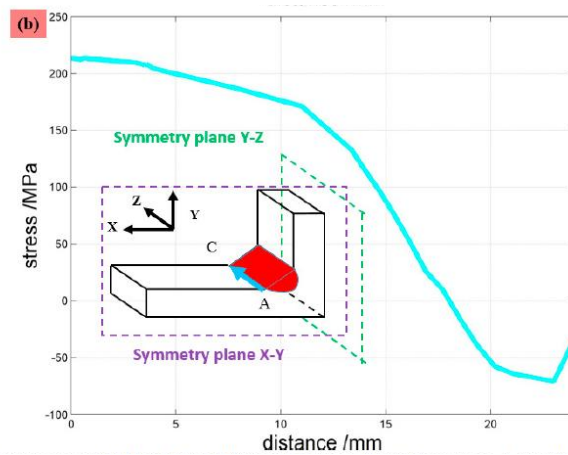
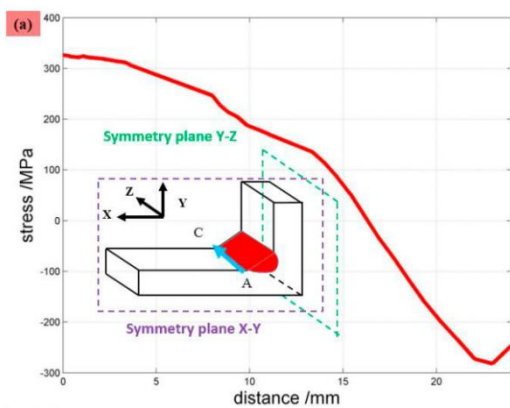


Рис.1.5 Распределение поперечных (а) и продольных (б) остаточных напряжений вдоль траектории А-С в тавровых соединениях

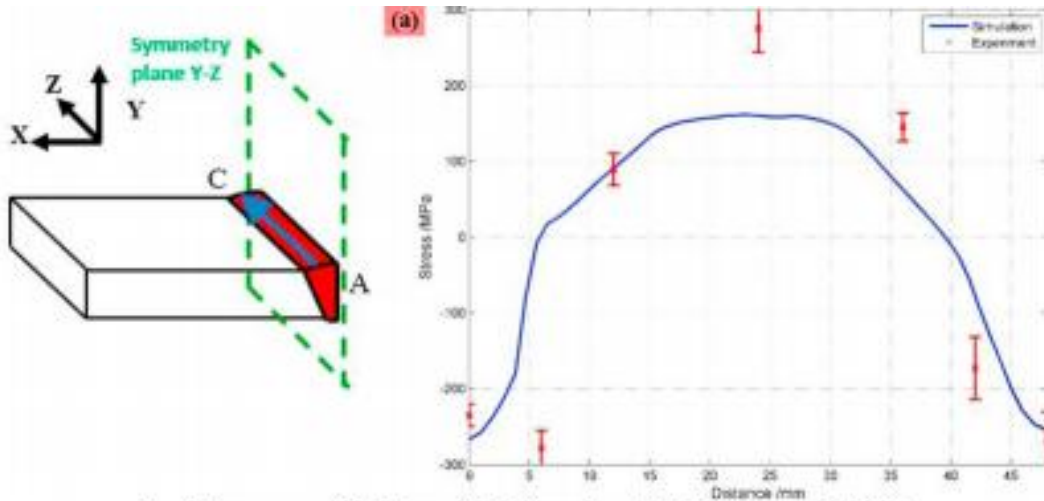


Fig. 6 Transverse residual stress distributions along A-C path in butt welded joints

Рис.1.6 Распределение поперечных остаточных напряжений вдоль траектории А-С в стыковых соединениях

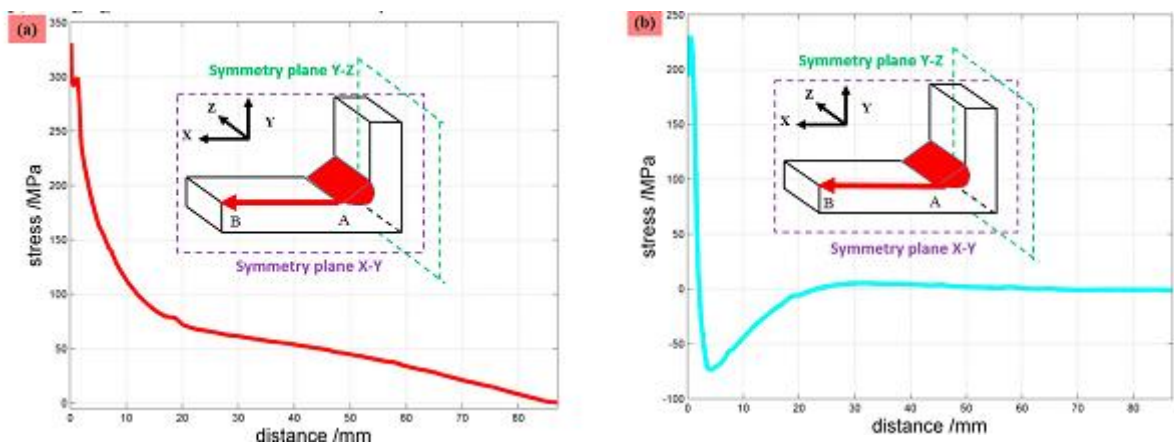


Рис.1.7 Распределение поперечных (а) и продольных (б) остаточных напряжений вдоль траектории А-В в тавровых соединениях

Проведено сопоставление результатов моделирования остаточных напряжений для модели после сварки с результатами для модели, обработанной УЗКУО. На рис. 1.6 и 1.7 показано распределение остаточных напряжений на траектории А-D тройника и стыкового соединения соответственно. Для стыкового соединения, компоненты напряжения σ_{xx} , σ_{yy} и σ_{zz} плавно изменялись по мере увеличения глубины, со средними напряжениями 189 МПа, 9 МПа и 267 МПа соответственно (рис. 1.6). В случае тройника после сварки на верхней поверхности сварного соединения (рис. 1.7) присутствовали высокие растягивающие остаточные напряжения близкие к пределу текучести. Остаточные напряжения достигли максимального уровня растяжения вблизи верхней поверхности, а затем уменьшались с увеличением глубины. Пиковые значения σ_{xx} , σ_{zz} и σ_{yy} , появляющиеся вблизи верхней поверхности, составили 372 МПа, 364 МПа и 151 МПа.

После УЗКУО, σ_{xx} , σ_{yy} и σ_{zz} изменились на сжимающие напряжения вблизи верхней поверхности сварного соединения. По сравнению с σ_{xx} и σ_{yy} , σ_{zz} имел более высокие значения сжатия из-за перекрытия УЗКУО в продольном направлении. Максимальные сжимающие напряжения в продольном направлении (σ_{zz}) стыковых и тавровых соединений составили -375 МПа и -312 МПа и, соответственно, были выше, чем предел текучести при сжатии стали 304L, как показано на рис. 1.9b и 1.10b. Это подразумевало холодную обработку за счет пластической деформации сварного шва, вызванной УЗКУО. Такой же уровень остаточного напряжения, превышающего предел текучести материала, был измерен и предыдущими исследователями.

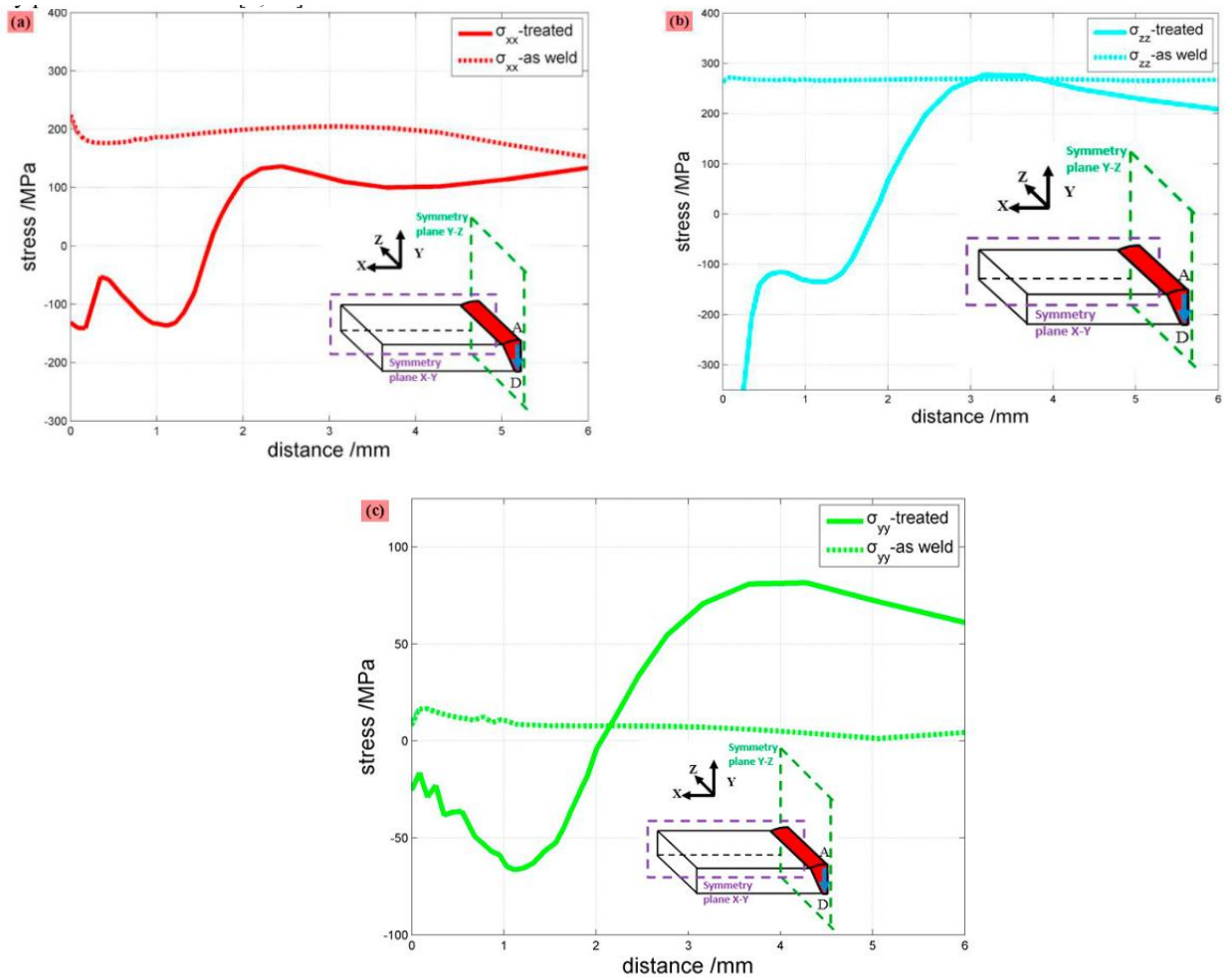


Рис.1.9 Распределение поперечных (а), продольных (б) и по толщине (с) остаточных напряжений вдоль траектории А-В в стыковых соединениях после сварки и обработанных УИТ

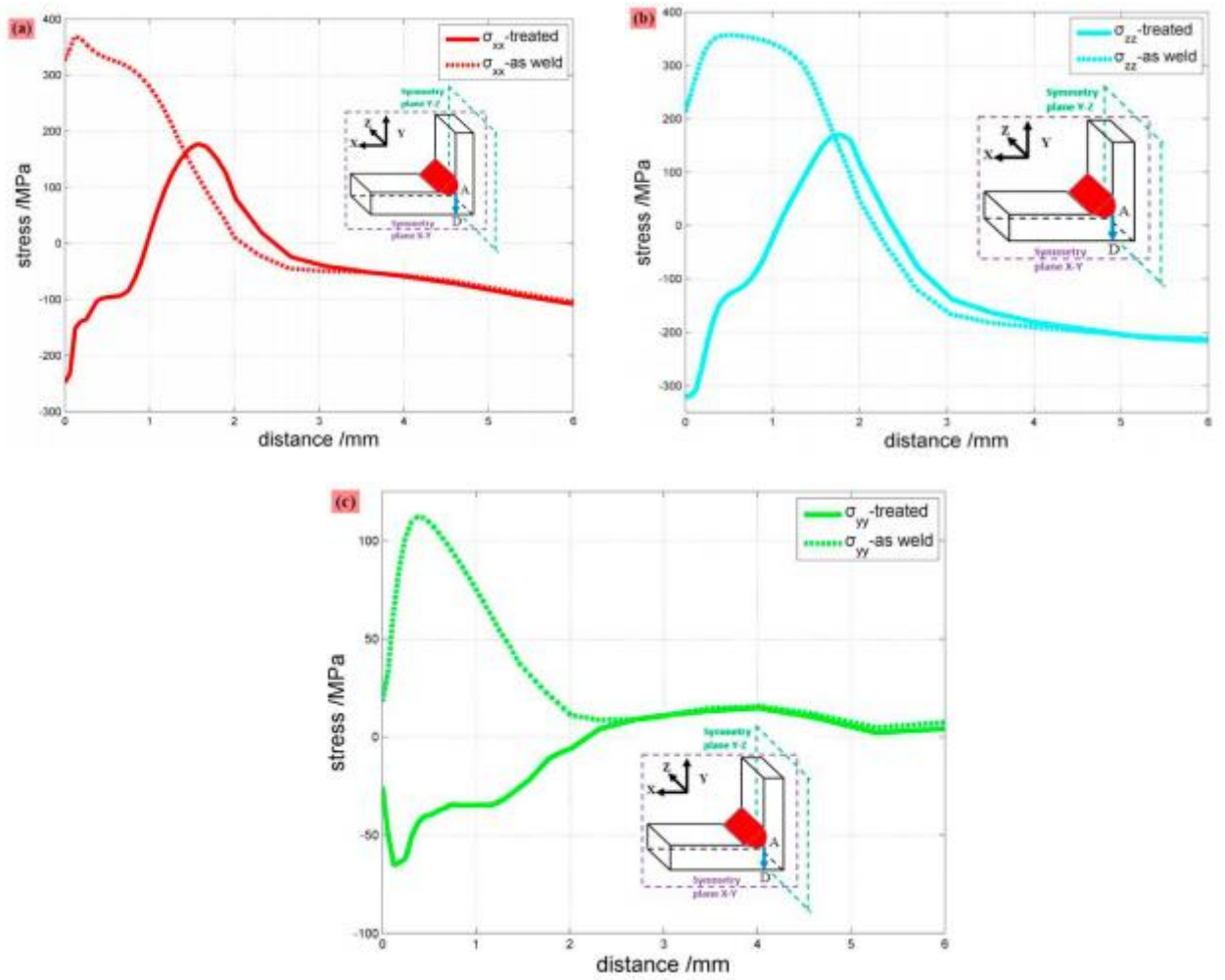


Рис.1.10 Распределение поперечных (а), продольных (b) и по толщине (c) остаточных напряжений вдоль пути А-В в сварных и обработанных УИТ Т-образных профилях.

Кроме того, эффект УЗКУО исчез с увеличением глубины. Для Т-образного соединения глубина обработанного УЗКУО компрессионного слоя, σ_{zz} и σ_{yy} составляла 2,3 мм, 2,5 мм и 3,1 мм соответственно. Что касается стыкового соединения, сжимающие напряжения трех направлений вводились на глубину до 2 мм. Были также опубликованы аналогичные результаты, в которых слой остаточных напряжений сжатия глубиной 2-3 мм был создан УЗКУО [45]. Приведенные выше результаты показали, что УЗКУО создавал сжимающие напряжения на верхней поверхности сварных соединений, что положительно влияло на усталостную прочность материала [33, 46, 47]. Локальные напряжения и деформации, включая остаточные напряжения сварных швов, имеют особенно важное значение для оценки усталостных характеристик критических сварных компонентов/конструкций в оборонной, автомобильной и аэрокосмической отраслях промышленности [48, 49]. Присутствие остаточных растягивающих напряжений в сварном шве может вызвать необратимые катастрофические отказы после выхода из строя одного из этих компонентов.

В работе [50] рассмотрено влияние исходных ОН, создаваемых в стальной конструкции во время изготовления стального материала на суммарные ОН, формирующиеся в результате наложения на исходные ОН сварочных ОН, вызванных сваркой. Поскольку величина суммарного остаточного напряжения влияет на безопасность и прочность конструкции, важно измерить или спрогнозировать величину остаточного напряжения и применить эту информацию при проектировании конструкции. В работе [50] с помощью моделирования МКЭ и экспериментально методом нейтронографии были измерены исходные остаточные напряжения стальных конструкций толщиной 25 мм и 70 мм (рис.1.11). На рис. 1.11 показаны распределения исходных напряжений в основном материале стальных пластин 25 и 70мм. На рис. 1.12 и 1.13 показаны распределения по толщине исходных и сварочных остаточных напряжений в направлении шва при $z=0$, 12,5 и 25 мм для плит толщиной 25 и 70 мм соответственно. МКЭ и

измерения нейтронным методом показали, что начальные напряжения вблизи сварного шва были переплавлены сваркой (рис. 1.12, 1.13) и величина суммарного ОН определялась сварочным ОН. Однако по мере удаления от сварного шва влияние исходного ОН возрастало и на удалении от шва более чем на 60 мм величина исходного ОН суммировалась со сварочным ОН (рис.1.12, 1.13). Результаты, полученные экспериментально методом нейтронографии хорошо согласовывались с расчетными, полученными МКЭ. На рис. 1.14 показана схема формирования суммарного ОН напряжения в зависимости от знака исходного ОН. В случае, показанном на рис. 1.14 (а), где исходным напряжением является сжимающее, суммарное ОН формируется путем добавления исходного ОН к сварочному ОН. В случае растягивающего ОН могут быть две ситуации. Когда сварочные ОН варьируются от растягивающих к сжимающим рис. 1.14 (b), суммарное ОН формируется добавлением сварочного ОН к исходному растягивающему напряжению. Однако, если сварочное ОН находится в диапазоне сжимающих напряжений, суммарное остаточное напряжение формируется постепенным добавлением исходного ОН, как показано на рис.1.14 (с).

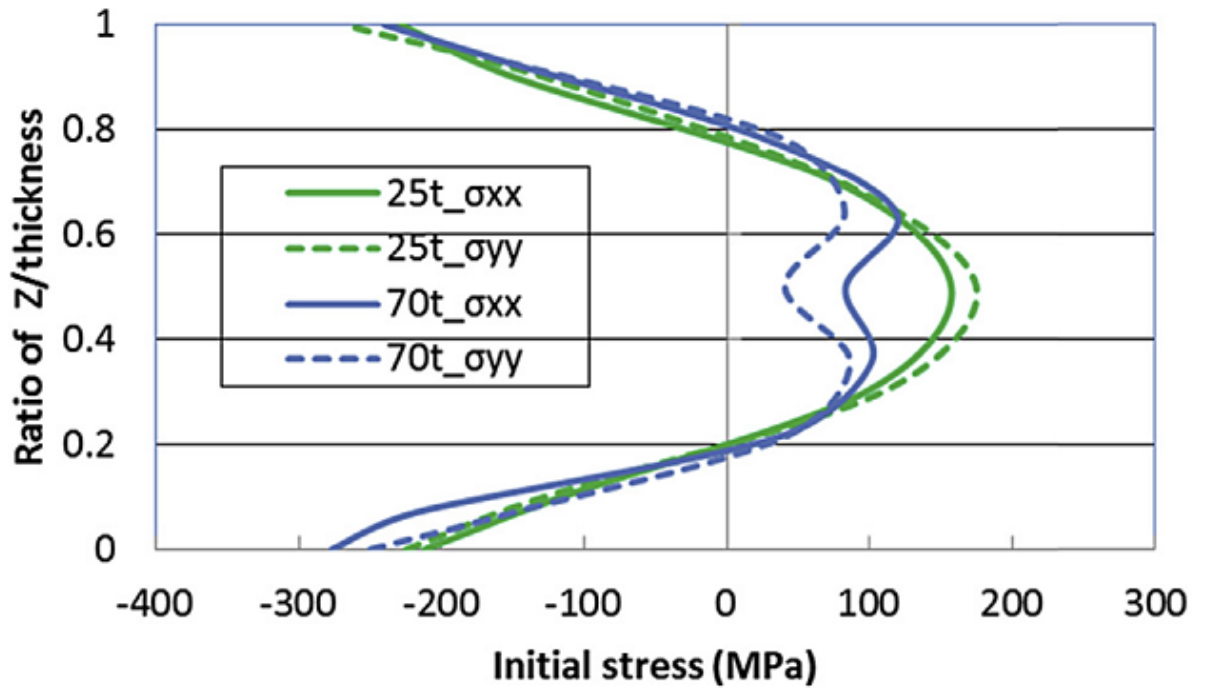
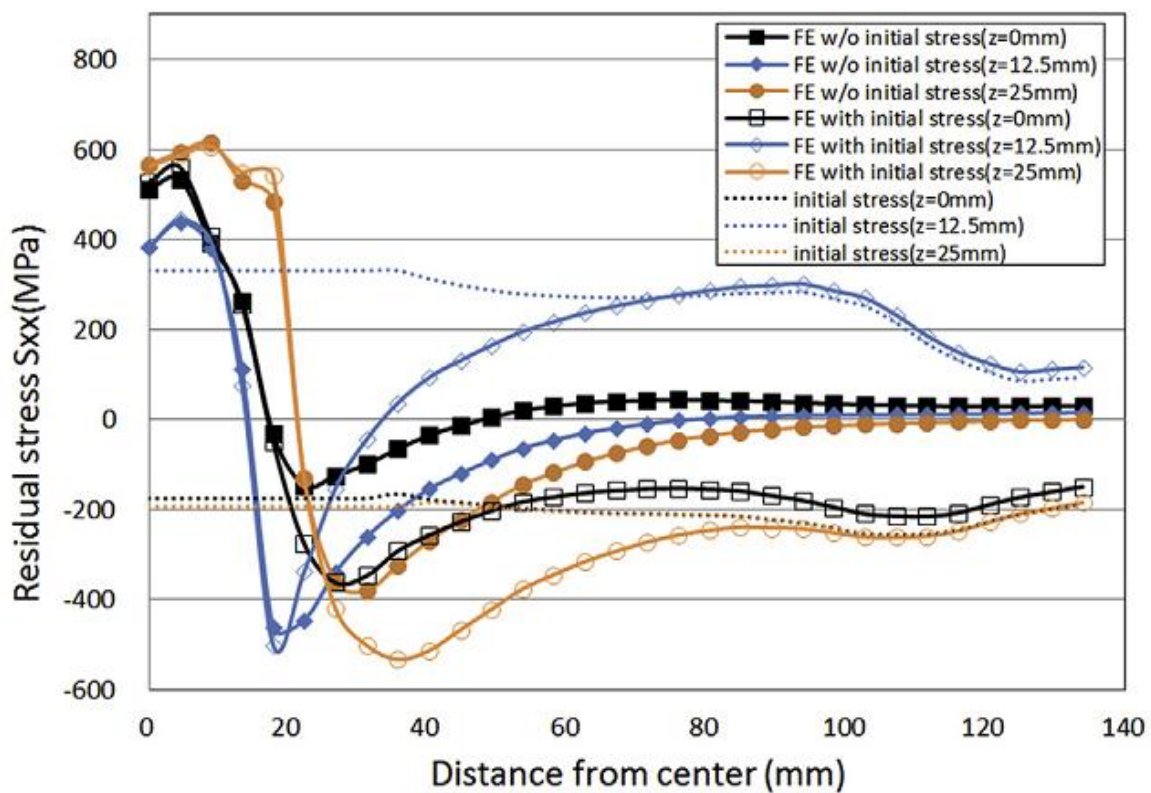


Рис. 1.11. Распределение напряжений в исходном состоянии по направлениям x , y в основном материале стальной пластины.



(b) Residual stress through thickness

Рис. 1.12. Распределение по толщине шва остаточных напряжений в направлении шва при толщине 25 мм.

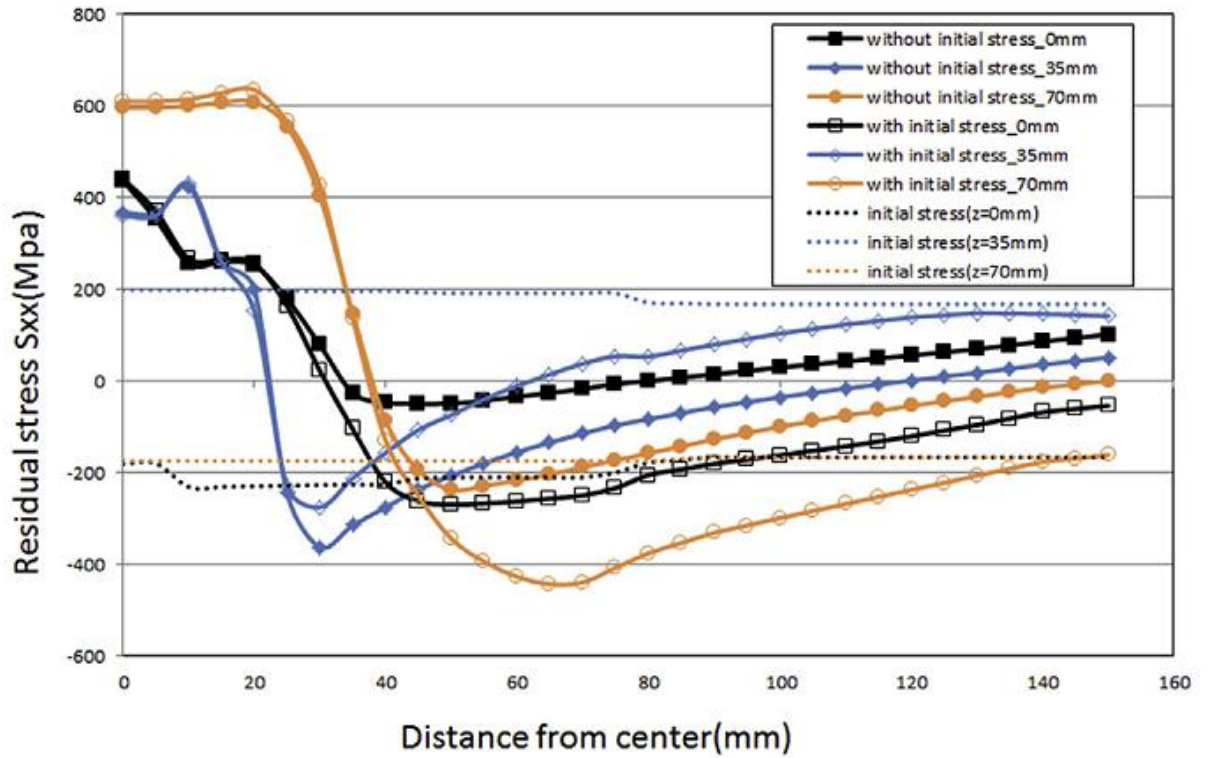


Рис. 1.13. Распределение по толщине шва остаточных напряжений в направлении шва при толщине 70 мм.

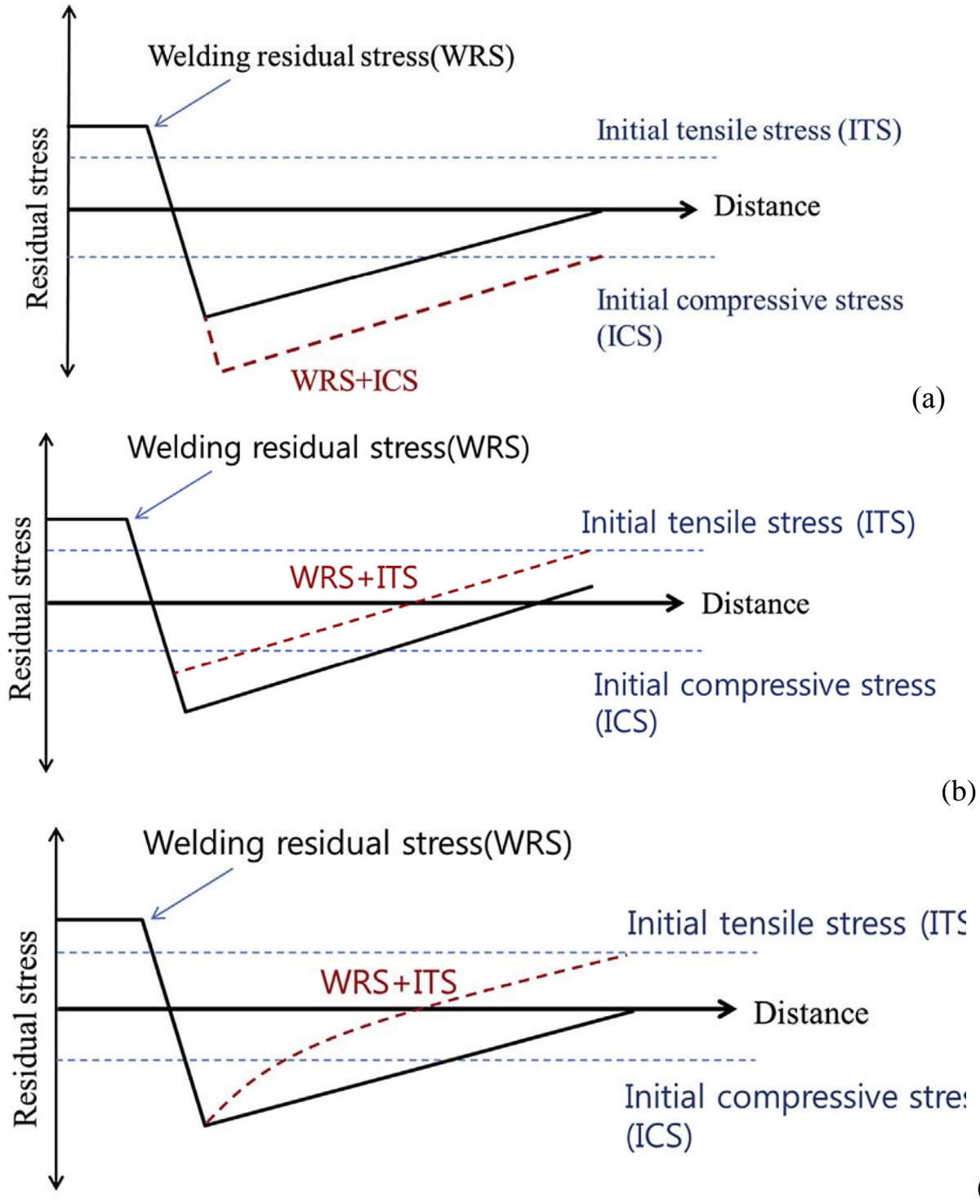


Рис. 1.14. Прогнозируемое суммарное остаточное напряжение на основе зависимости между исходными напряжениями и остаточными напряжениями при сварке: (а) случай исходного сжимающего напряжения; (б) случай исходного растягивающего напряжения; (с) случай исходного растягивающего напряжения

1.2.2 Влияние металлургических факторов на формирование сварочных ОН

В работе [51] исследовали влияние металлургических факторов на формирование остаточных напряжений при сварке. При этом основное внимание уделялось оптимизации экспериментальной процедуры прогнозирования остаточных напряжений с использованием моделирования вместо трудоемкого построения SST диаграмм.

Основным препятствием для использования моделирования в производственной практике является потребность в параметрах материала и недостаток опыта в моделировании [52]. Авторы указывают, что необходимой базы данных для большинства материалов для этого типа анализа отсутствует. Данные о напряжениях и деформациях при высоких температурах, также как диаграммы SST в большинстве случаев отсутствуют. Практический обходной путь, позволяющий избежать испытаний материалов – это использование эмпирических корреляций.

Химический состав для каждого типа и марки стали определяется в сравнительно небольшом диапазоне на каждую сталь. Эти значения представляют собой исходные данные, необходимые для расширенной модели Киркалди. Результаты содержат уровень неопределенности, зависящий от правильности химического состава и качества подгонки модели, который выше для низколегированных сталей. В работе оценивается чувствительность к ошибкам в металлургических параметрах и изучение того, каким эффектом фазового превращения можно пренебречь в углеродистых конструкционных сталях без ухудшения результатов с точки зрения напряжений и деформаций. Отмечают, что и другие параметры содержат неопределенности, поскольку они получены от разных операторов сварки и количественно оцениваются как статистическая дисперсия таких параметров, как скорость сварки, погонная энергия и т.д. Точно так же переменные окружающей среды, такие как температура окружающей среды

и коэффициенты конвекции, содержат неопределенности. На производстве в цехе, по сравнению со сборочной линией, где процессы автоматизированы, контроль всех переменных при сварке затруднен, если не невозможен, и операторы сварки играют решающую роль. Моделирование с помощью МНК рискует стать ненадежным, поскольку граничные условия и параметры сварки не соответствуют фактическому сварному шву. Трудно решить все эти проблемы за один раз, но все влияющие переменные можно рассматривать как эквивалентную диаграмму ССТ. Различные параметры вызывают различную скорость охлаждения и температурные градиенты в заготовке, которые являются основой для расчета металлургических фаз, напряжений и деформаций.

Для простоты исследованы только две основные металлургические переменные. Первое – это пара значений V_s и M_s . Оба они изменяются одновременно, что соответствует движению вниз по бейнитной кривой, как показано на рис. 1.15. Следует отметить, что «начало бейнитного превращения» должно совпадать с температурой конца перлитного превращения, поскольку диапазон температур, в котором не происходит изотермического превращения, не может существовать в численной модели. Точно так же V_f равно M_s . Это представляет собой приближение для финальной стадии превращения. Тем не менее, поскольку превращение происходит в основном в верхней области, ошибка незначительна по сравнению с влиянием других источников. Вторая металлургическая переменная – это постоянные времени превращения, определенные в кинетической модели Леблона-Дево (Leblond and Devaux).

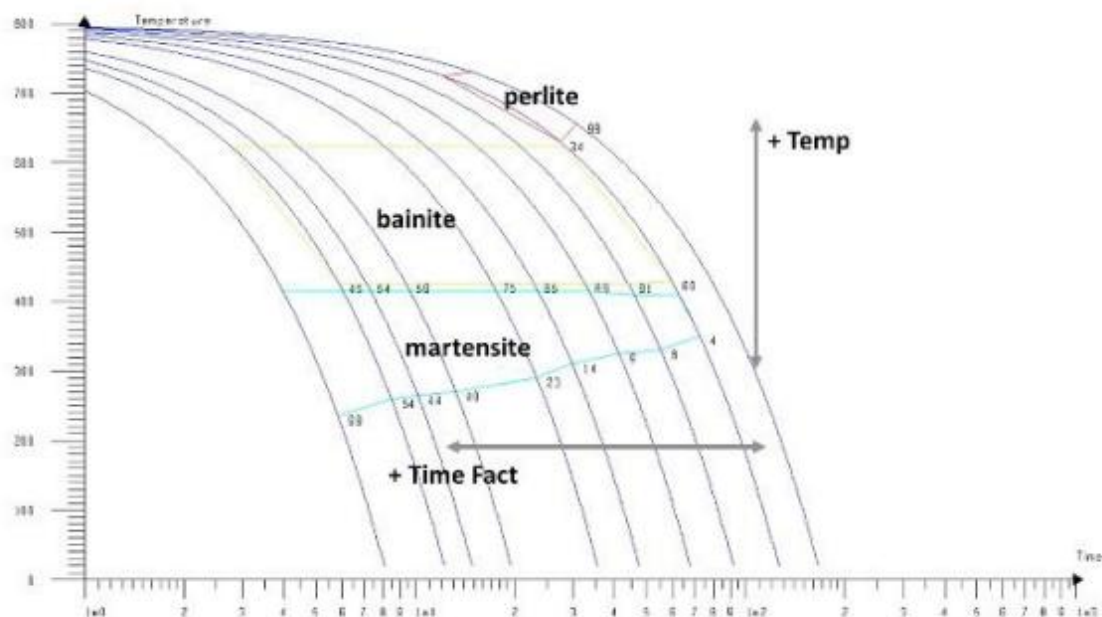


Рис. 1.15 Диаграмма ССТ, используемая для МКЭ анализа. Влияние параметров показано стрелками

Чтобы оценить возможность использования программного обеспечения МКЭ общего назначения, был воспроизведена металлургическая модель, в которой влияние фазового превращения на поле остаточных напряжений - это изменение удельного объема и ТРИП. На рис.1.16 показаны результаты оценки для поперечных шву остаточных напряжения, полученные для 3 вариантов металлургической модели: отсутствия превращения (no Phases), с превращением, но без ТРИП (no TP) и при наличии превращения и ТРИП (Complete). Упрощенное моделирование (случай «no Phases») дает пиковые напряжения со значениями, в пять раз превышающими значения, полученные с помощью Complete модели, потому что эффект сжимающих напряжений, вызванных положительным объемным эффектом превращения теряется. Таким образом, недопустимо пренебрегать эффектами фазового превращения для расчета остаточных напряжений. Результаты показывают, что ТРИП может значительно ослабить поле остаточных напряжений.

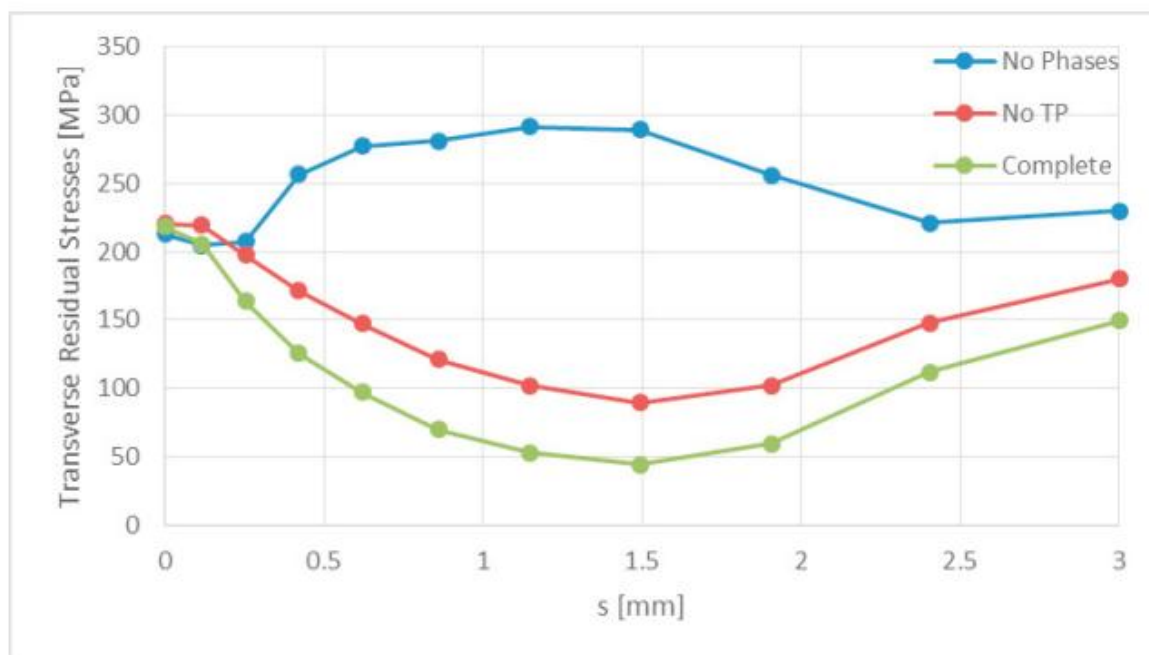


Рис. 1.16. Влияние фазовых превращений на остаточные напряжения по толщине модельного образца.

Показано, что влияние металлургических параметров на соотношение фаз очень велико. Если предположить, что общая погрешность в температуре превращения составляет $20\text{ }^{\circ}\text{C}$, то относительная ошибка в соотношении фаз составит 20% . Таким образом, если необходимо при моделировании сварки спрогнозировать микроструктуру, рекомендуется получать точные диаграммы ССТ. Если основной целью моделирования является расчет остаточных напряжений, погрешность в 12% в M_s/V_s (абсолютная ошибка 50°C) дает ошибку в напряжениях в $6,8\%$. Более того, более разумная абсолютная погрешность 20°C вызывает ошибку только $1,8\%$ для усредненного напряжения. Ошибки на кривых охлаждения, представленные неопределенностями фактора времени, более важны, особенно когда диаграмма ССТ перемещается влево (более высокий фактор времени) из-за экспоненциального характера диаграммы. Сделан вывод о том, что для углеродистых сталей данные по металлургии могут содержать некоторую

степень ошибок, не оказывая значительного влияния на результаты измерения напряжений. Подтверждено, что модель фазового превращения необходима для получения надежных полей напряжений. Оценка эмпирических параметров оказалась жизнеспособным методом оценки остаточных напряжений, когда прямое построение ССТ является дорогостоящим и требует больших затрат времени.

1.2.3 Расчетные и экспериментальные методы измерения сварочных ОН

В работе [53] приведены результаты исследования в рамках проекта DMW-Creep (DMW – dissimilar metal weld), который является частью национальной программы Великобритании, реализуемой в рамках программы RCUK Energy и Министерства по атомной энергии Индии. Исследование сосредоточено на понимании характеристик сварных соединений между аустенитной нержавеющей сталью и ферритной сталью, которые широко используются на многих атомных электростанциях и нефтехимической промышленности, а также в обычных угольных и газовых энергосистемах. Участники проекта DMW-Creep провели параллельные циклические мероприятия по измерению остаточных напряжений, создаваемых сварным швом из разнородных металлов (DMW) между аустенитной нержавеющей сталью AISI 316L (N) и ферритно-мартенситной сталью P91. Электронно-лучевая сварка (ЭЛ) применялась для создания сварного шва с одним валиком на пластинчатом образце, а затем был введен дополнительный сглаживающий проход (известный косметический проход) с использованием расфокусированного луча. Остаточные напряжения при сварке были измерены пятью экспериментальными методами, включая (I) нейтронографию (ND), (II) дифракцию рентгеновских лучей (XRD), (III) контурный метод (CM), (IV) инкрементное сверление глубоких отверстий (iDHD) и (V) инкрементное сверление центрального отверстия (iCHD).

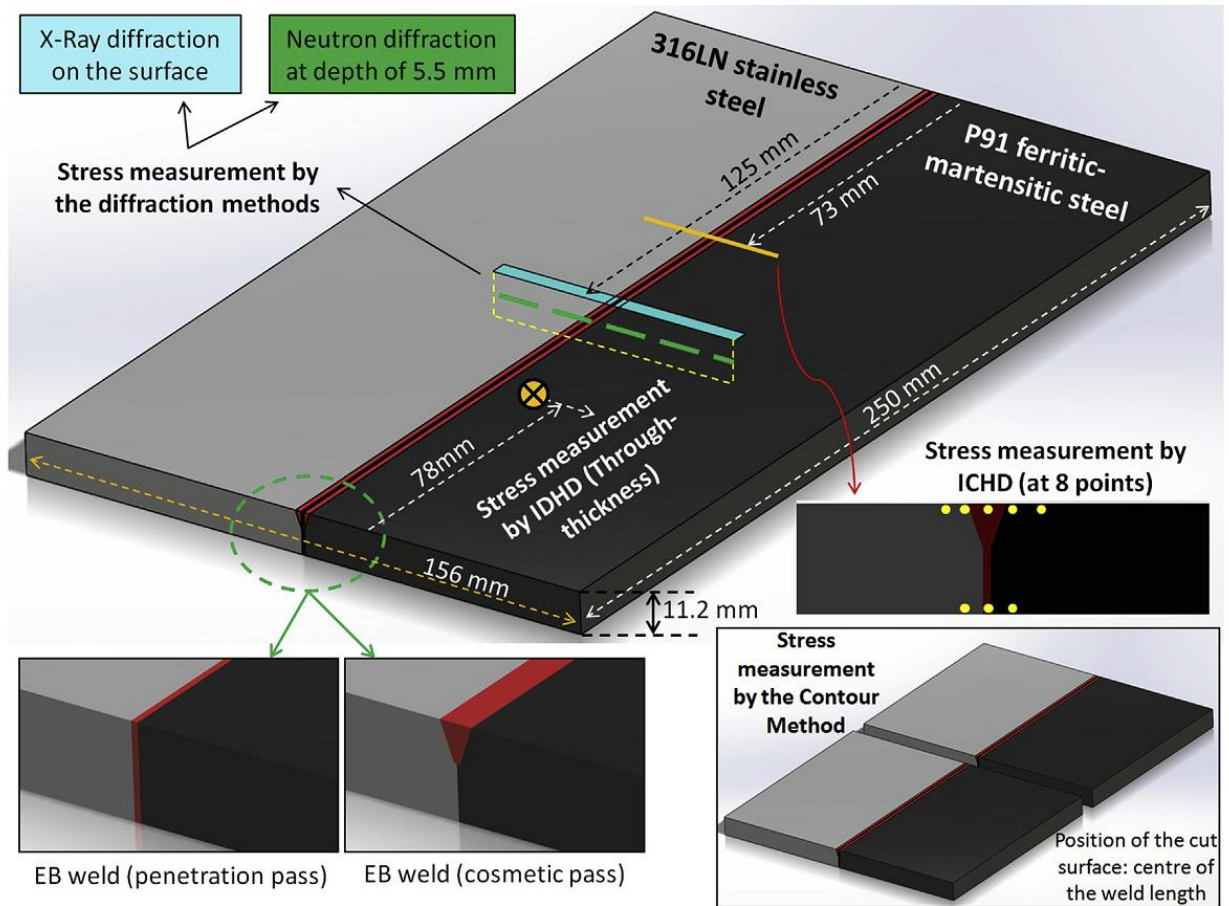


Рис. 1.17 Круговой цикл измерения WRS на DMW, изготовленном методом электронно-лучевой сварки.

Табл. 1.1. Химический состав сталей P91 и AISI 316L(N)

	C, %	Mn, %	Cr, %	Ni, %	Mo, %	Nb, %	Cu, %	N, %	Fe, %
P91	0.11	0.39	8.82	0.21	0.82	0.07	0.17	0.0464	Balance
316L(N)	0.03	1.72	17.5	11.9	2.58	0.005	0.195	0.087	Balance

Измерения ОН проводились в трех ортогональных направлениях. Продольное остаточное напряжение параллельно длине сварного шва, поперечное остаточное напряжение перпендикулярно длине сварного шва, а нормальное направление проходит через толщину образца. Предполагалось, что это основные направления напряжений. Измерение постоянной решетки в зависимости от направления и положения на образцах без напряжения

использовалось для расчета деформаций в соответствующих направлениях напряжений. Деформации и напряжения рассчитывались с использованием:

$$\varepsilon_{xx} = \frac{a_x - a_{0x}}{a_{0x}}$$

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{(1 + \nu)} \left[\varepsilon_{xx} + \frac{\nu}{(1 - 2\nu)} (\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz}) \right]$$

В уравнениях ε_{xx} – это деформация вдоль направления x , a_x и a_{0x} – параметры решетки образца с напряжениями и без напряжений, соответственно; E – модуль Юнга, ν – коэффициент Пуассона. Значения модуля Юнга были приняты равными 210 ГПа для стали P91 и 195,6 ГПа для нержавеющей стали AISI 316L (N). Коэффициент Пуассона был принят равным 0,3 для материала ОЦК и 0,29 для ГЦК сталей.

Измерение WRS методами сверления отверстий

Методы сверления отверстий, использованные в этом исследовании, были разделены на два типа с использованием методов инкрементного сверления центрального отверстия (iCHD) и глубокого сверления (DHD) соответственно. Метод iCHD использовался для измерения приповерхностного остаточного напряжения в восьми точках, как показано на рис. 1.17. Метод глубокого сверления (DHD) основан на аналитическом решении для деформации отверстия в бесконечной пластине при двухосном нагружении. Экспериментальный процесс включает четыре этапа. На этапе 1 в образце просверливается небольшое контрольное отверстие. На этапе 2 диаметр отверстия точно измеряется при различных угловых положениях и глубинах. На этапе 3 столбец материала коаксиально трепанируется с использованием электроэрозионной обработки (EDM). Наконец, шаг 4

является повторением процесса, уже выполненного на шаге 2, при тех же угловых положениях и глубинах. Искажение диаметра эталонного отверстия в плоскости, перпендикулярной оси эталонного отверстия, используется для определения поля остаточных напряжений в плоскости. Если присутствуют остаточные напряжения большой величины, то метод наращивания DHD (iDHD) используется для учета пластичности во время процесса снятия напряжения, т.е. на этапе 3. Во время процесса iDHD шаг 3 выполняется постепенно вместе с измерениями диаметра (т.е. шаг 4) на каждом шаге. Шаги 3 и 4 затем повторяются до завершения процесса резки EDM. Оба метода DHD и iDHD были применены к образцу DMW в одном отверстии, расположенном на расстоянии 78 мм от края, как показано на рис. 1.17, и со стороны P91 (на расстоянии 4,6 мм от осевой линии шва). Просверленное ружейным способом отверстие Step 1 имело диаметр 1,5 мм, в то время как трепанированный керн Step 3 имел внешний диаметр 4 мм.

Измерение WRS контурным методом

Контурный метод, который попадает в категорию разрушающих методов измерения ОН, представляет собой простой и насыщенный данными способ определения двумерного поперечного сечения одного компонента поля ОН в образце. Это трехэтапный процесс, как показано на рис. 1.18, при котором исследуемый объект сначала разрезается для снятия напряжений, действующих перпендикулярно поверхности среза. Затем измеряются и усредняются деформации двух поверхностей среза. Эта усредненная поверхность затем используется в качестве входных граничных условий для использования МКЭ, в которой деформированная поверхность снова становится плоской, и рассчитываются силы, необходимые для этого.

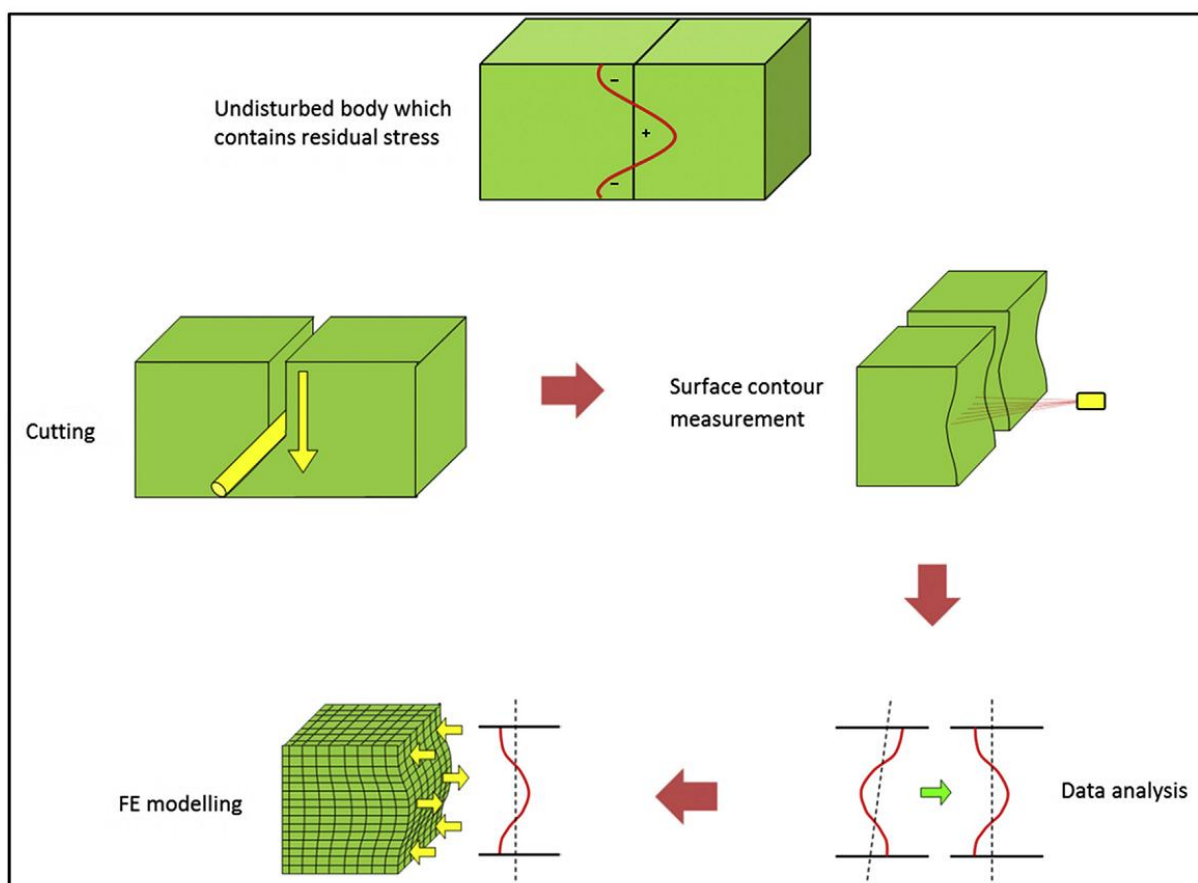


Рис. 1.18. Измерение напряжения контурным методом

При разрезании образца нормальные напряжения и напряжения сдвига в плоскости разреза снимаются, и создаются две поверхности без трения. Требования к репрезентативному и, следовательно, успешному анализу методом конечных элементов заключаются в том, что все релаксации на поверхности разреза должны происходить в упругом режиме, чтобы сам процесс резки не создавал никаких напряжений, которые будут влиять на деформацию поверхности разреза, и что ширина реза, измеренная в исходной недеформированной части, должна быть постоянной по всей ее длине. Это последнее требование или допущение обычно упрощается, говоря, что поверхность разреза должна быть идеально плоской в пространстве, и поэтому все отклонения от планарности можно отнести к деформации, вызванной релаксацией напряжений. В свете этих требований проволочная электроэрозионная обработка (EDM) обычно используется для контурного

метода, который представляет собой технологию бесконтактной резки, которая не создает никаких напряжений в материале во время резки. Электроэрозионная резка образцов является наиболее важным этапом процесса контурного метода. Если процесс резания идеален (или максимально приближен к идеальному), будут созданы две поверхности без трения, где нормальное напряжение и напряжения сдвига на этой поверхности равны нулю. На этапе 3, измеряя деформации из-за поверхностной релаксации, затем можно определить присутствующие напряжения, учитывая эквивалентные поверхностные силы в плоскости разреза. Деформации из-за нормального напряжения будут симметричными на обеих поверхностях среза; напряжения сдвига, которые воздействуют на поверхность за счет эффекта Пуассона, вызывают антисимметричные деформации. В контурном методе измеряются обе поверхности среза, и их отклонение от плоской поверхности усредняется для получения единой поверхности для анализа. Усреднение двух поверхностей устраняет антисимметричные деформации из-за касательных напряжений и антисимметричный шум в данных процесса резки. Таким образом, контурный метод основан на точности и точности измерения отклонения от плоскостности поверхности реза.

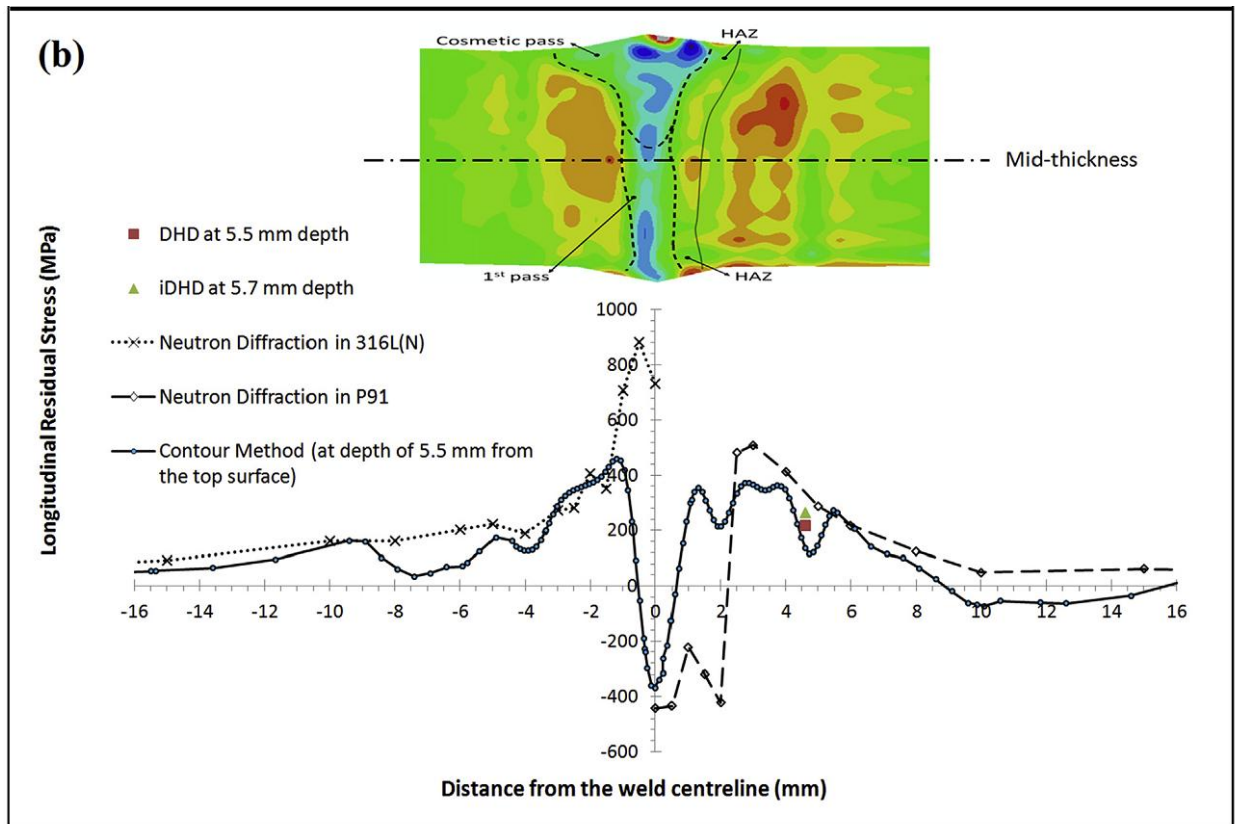
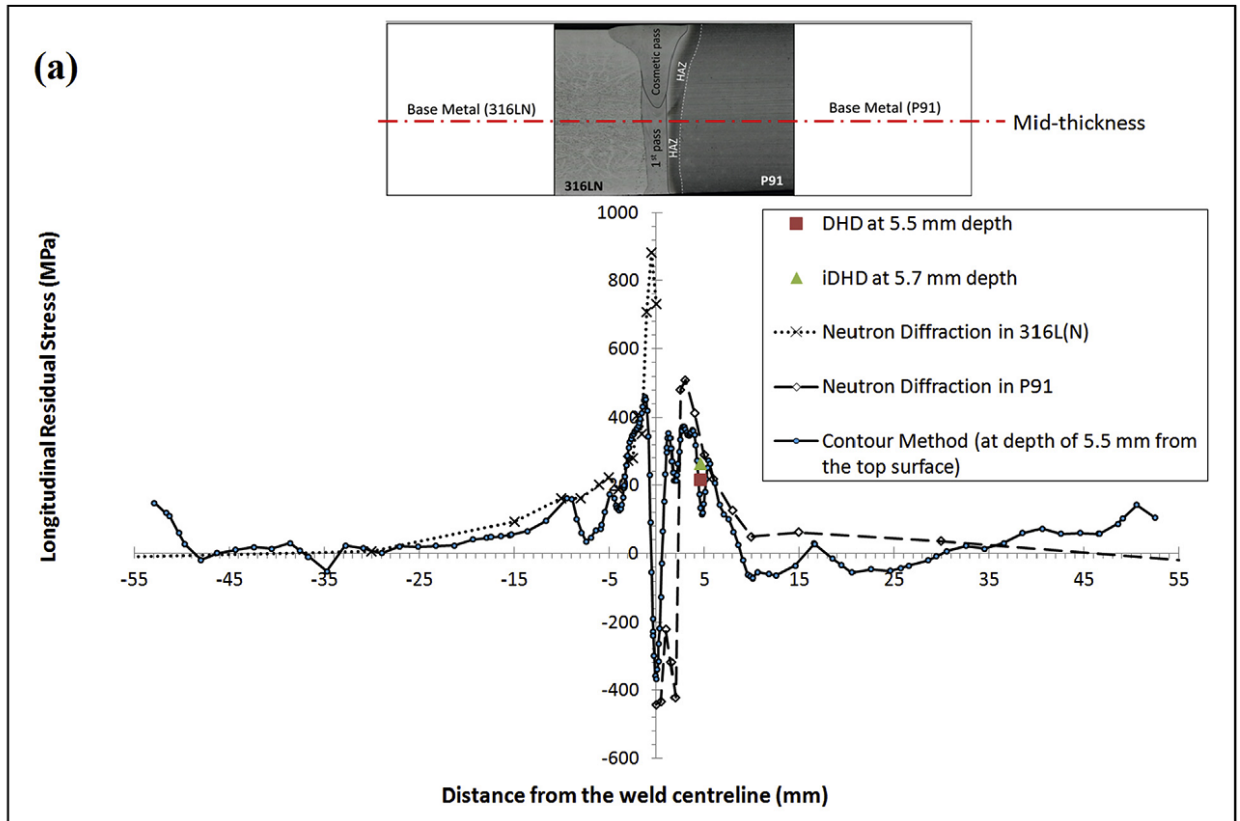


Рис. 1.19. Сравнение методов измерения RS на средней толщине, (а) на полной ширине и (б) на 32 мм по центру границы плавления

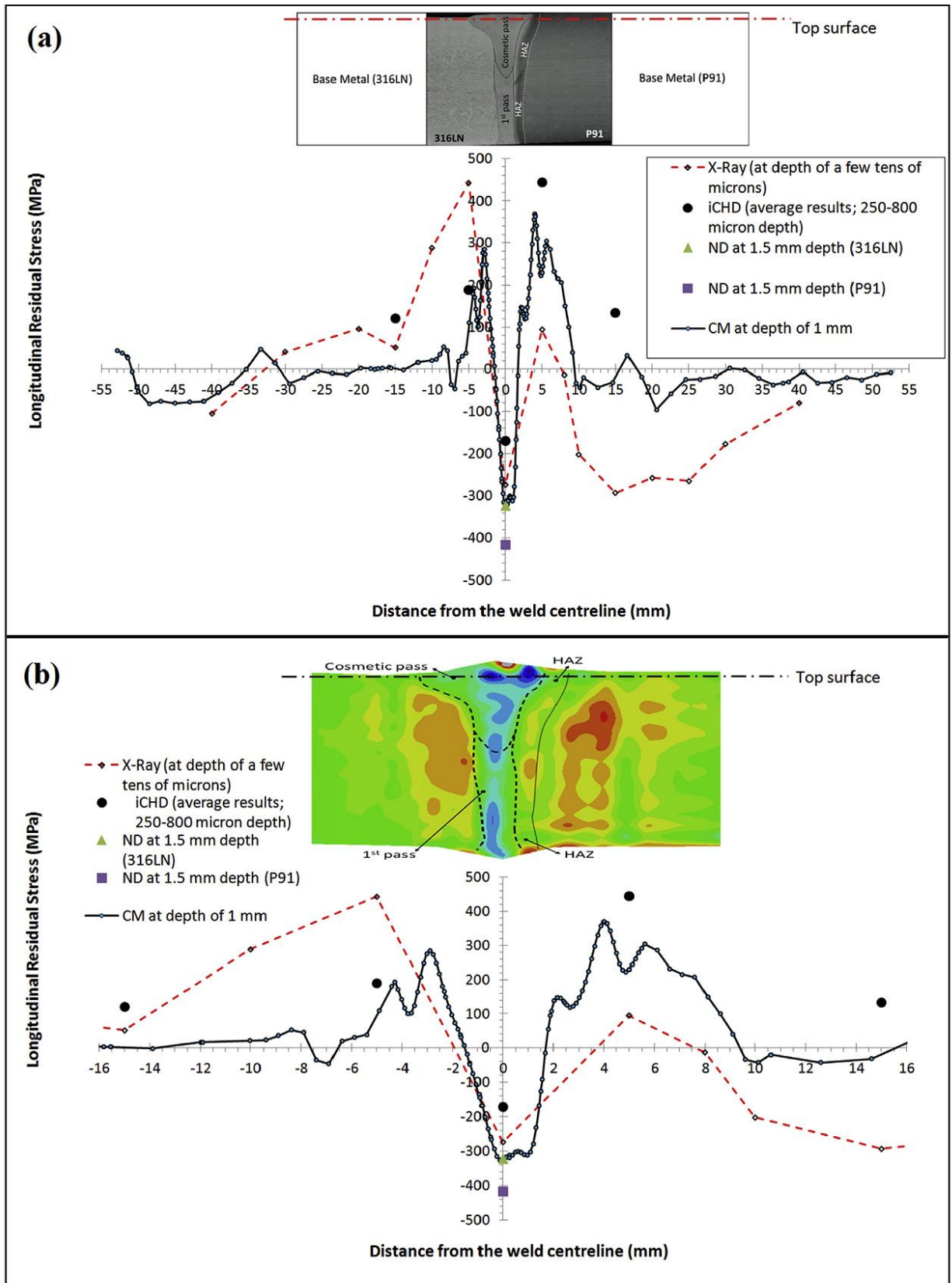


Рис. 1.20. Сравнение методов измерения RS на верхней поверхности, (а) на полную ширину и (б) на 32 мм по центру через границу плавления

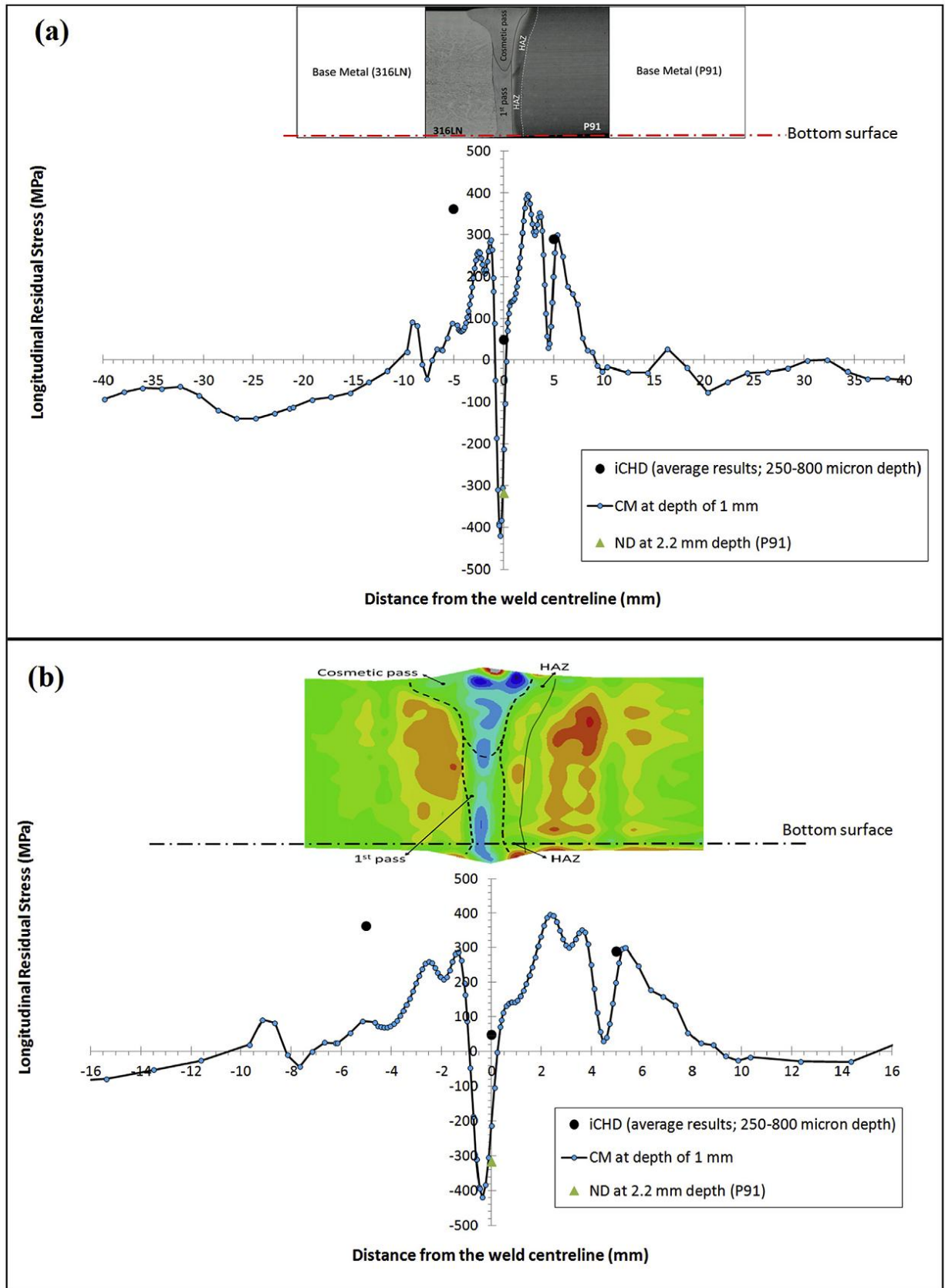


Рис. 1.21. Сравнение методов измерения RS на нижней поверхности, (а) на полную ширину и (б) на 32 мм в центре через границу плавления

В этом исследовании использовано пять независимых экспериментальных методов для измерения остаточных напряжений в образце DMW, изготовленном методом автогенной электронно-лучевой сварки ферритно-мартенситной пластины P91 с пластиной из аустенитной нержавеющей стали AISI 316L (N). Это были нейтронная дифракция, дифракция рентгеновских лучей, инкрементное сверление центрального отверстия, глубокое сверление и контурный метод. По достигнутым результатам можно сделать вывод, что:

Общее распределение напряжений имеет М-образную форму с растягивающими напряжениями примерно 400 МПа в основном материале с обеих сторон сварного шва и сжимающими напряжениями аналогичной величины в сварном шве. Это характерно для сварных швов с высокоэнергетическим пучком, где расплавленная зона сварного шва претерпевает низкотемпературное твердотельное фазовое превращение из ГЦК в ОЦК на заключительных стадиях охлаждения.

Пиковые растягивающие напряжения в середине толщины возникают вблизи границы сплавления на стороне AISI 316L (N) и сразу за пределами ЗТВ на стороне P91 (рис.1.19). Пиковые напряжения с обеих сторон примерно равны в диапазоне 370-460 МПа. Область немного более высокого пикового напряжения также видна на карте контурного метода на стороне P91 при толщине около $\frac{1}{4}$ толщины шва.

Объемные напряжения, измеренные с помощью нейтронографии, контурного метода и сверления глубоких отверстий (рис.1.19), достигают хороших уровней согласования, за исключением сварного шва и ЗТВ, где напряжения, полученные нейтронным методом (НМ), могут стать нереалистичными. Это, скорее всего, связано с сочетанием неопределенности положения и неопределенности в отношении правильного параметра решетки без напряжений.

Существует меньшее согласие между различными методами измерения на верхней и нижней поверхностях (рис. 1.20, 1.21). Это, вероятно, в

основном связано с разной глубиной, на которой проводятся приповерхностные измерения с помощью различных методов, в диапазоне от нескольких десятков микрон для дифракции рентгеновских лучей до примерно 1,5 мм для дифракции нейтронов. Четыре использованных метода демонстрируют широкое соответствие на стороне AISI 316L (N) и в сварном шве с низкими напряжениями вдали от сварного шва, растущим растяжением сразу за границей плавления и сжатием в самом сварном шве.

Рентгеновские измерения основного материала P91 показывают значительные сжимающие напряжения за пределами ЗТВ. Вполне вероятно, что это приповерхностные (не объемные) механические или формирующие напряжения. Все пять методов измерения остаточного напряжения показали разные неопределенности и потенциальные ошибки. Однако использование такого количества независимых методов позволило надежно определить остаточные напряжения в этом сложном сварном шве из разнородных металлов.

В работе [54] приведены результаты исследования с помощью моделирования МКЭ и дифракции нейтронов влияния на остаточные напряжения в сварном шве эффекта химического разбавления путем добавления в сварной шов стабилизирующих аустенит легирующих элементов с целью снижения температуры мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения. Комбинированная термометаллургическая + механическая (ТММ) модель, которая учитывала эффект химического разбавления, была разработана для моделирования сложных явлений многопроходной низкотемпературной сварки. Получено хорошее совпадение результатов МКЭ прогнозирования с экспериментальными измерениями, что подтверждает работоспособность предлагаемой модели. Показано, что деформация мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения вносит большие сжимающие остаточные напряжения (-500 МПа) в зону сварного шва и эта величина тесно связана с химическим разбавлением сварочной ванны. Результаты моделирования показали, что химическое разбавление помогло уменьшить большие локализованные

остаточные растягивающие напряжения за счет модуляции процесса фазового превращения, и одного слоя многослойного шва было достаточно для создания высоких сжимающих напряжений вблизи поверхности сварного шва (~2,5 мм), что имеет большое значение для комплекса механических свойств сварных конструкций.

На рис. 1.22 представлено сравнение вариаций ОН вдоль лицевой части сварного шва с использованием трех различных допущений. Пурпурная кривая обозначает случай, когда отсутствует фазовое превращение; синяя кривая учитывает только объемную деформацию; а красная включает как объемную, так и TRIP-деформацию (деформацию сдвигового превращения). По сравнению с результатами измерений (черная кривая) наиболее точный прогноз получается, когда учитываются как деформации ϵ^{trV} , так и ϵ^{trP} .

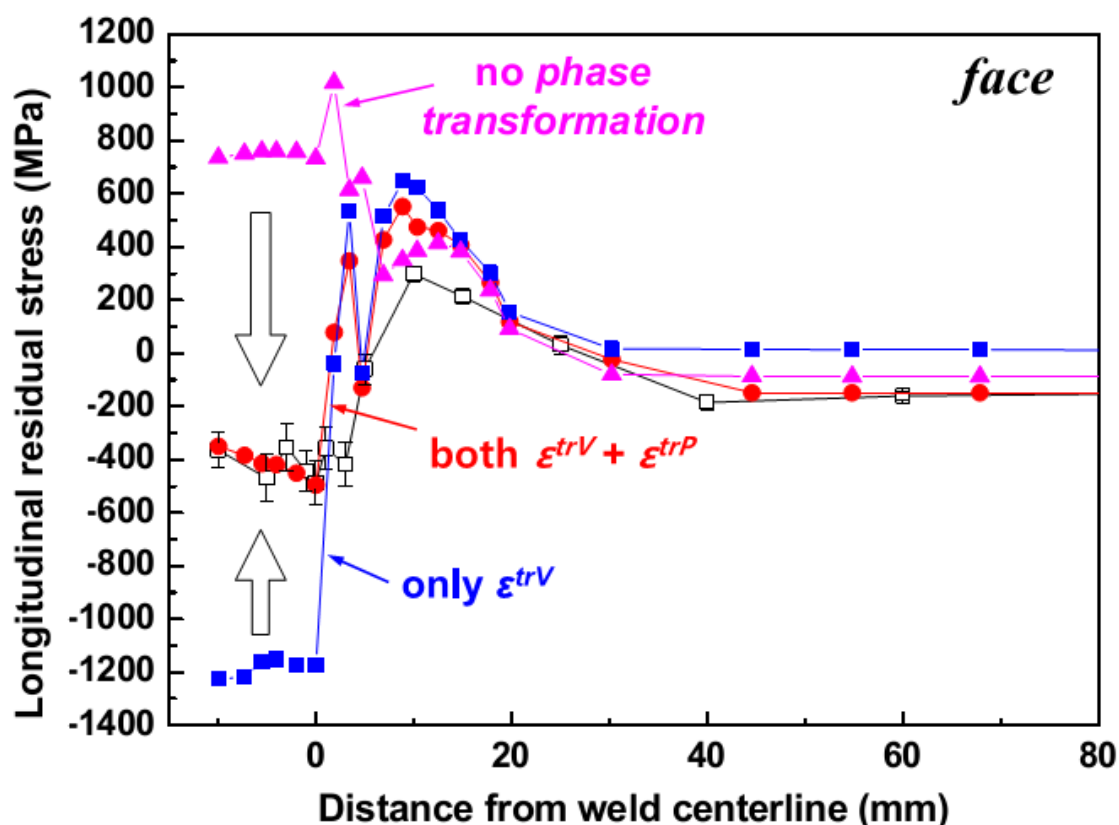


Рис. 1.22 Влияние на остаточное напряжение фазового превращения.

В работах [55-57] приведены результаты развития контурного метода с целью расширения его возможностей для оценки напряженного состояния сварных соединений.

1.3. Текстура и свойства вакуумных ионно-плазменных покрытий

На рис.1.23 приведена диаграмма состояния системы Ti-N [58]. Видно, что азот повышает температуру начала и конца $\alpha \leftrightarrow \beta$ превращения титана и расширяет границы существования двухфазной области.

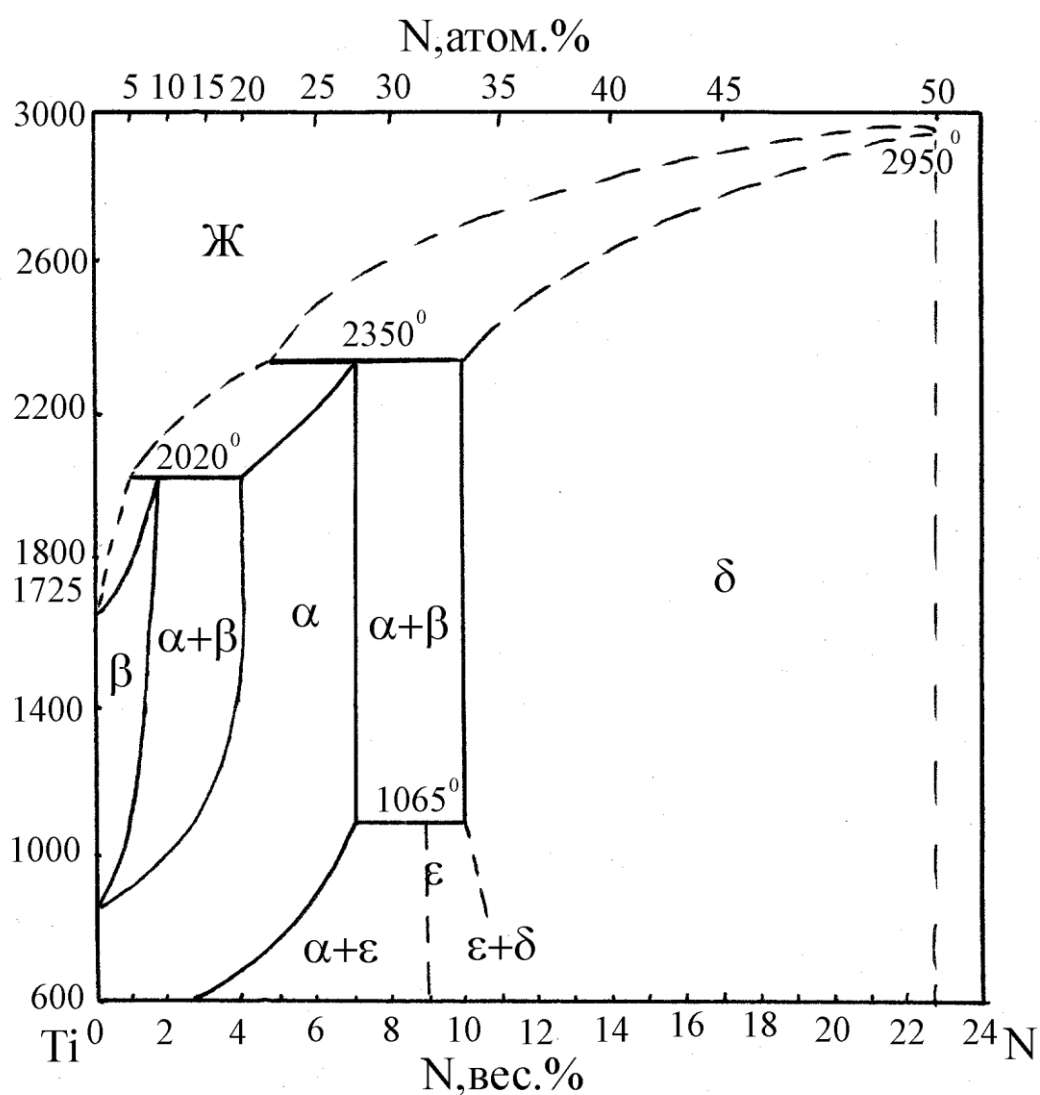


Рис. 1.23. Диаграмма состояния системы Ti-N

Максимальная растворимость азота в α -титане составляет 6,5-7,4 мас.%. Помимо α и β -фаз, в системе присутствуют ε - и δ -нитридные фазы, ε -нитрид (Ti_2N) имеет тетрагональную решетку с периодами $a=4,92$ кХ, $c=5,61$ кХ и $c/a=1,05$. δ -нитрид (TiN) имеет решетку типа NaCl с периодом 4,21-4,234 кХ [59]. Температура плавления титана с увеличением содержания в нем азота непрерывно возрастает и становится равной 2950°C при содержании азота 26,2% [59-61].

Нитриды титана по структуре и физико-химическим свойствам являются типичными фазами внедрения. Металлам IV группы присуща способность к растворению больших количеств азота с образованием α -твердого раствора, обладающего гексагональной решеткой; благодаря стабилизирующему действию азота α -модификация устойчива вплоть до высоких температур. Плотность нитрида TiN стехиометрического состава – 5,18 г/см³, модуль упругости 250 ГПа. Нитрид имеет высокую электропроводность. В [62] методом электронной дифракции исследовали ориентационные соотношения между решетками α -Ti, ε - Ti_2N и δ - TiN в Ti-N покрытиях:

$$(0001)_{\alpha\text{-Ti}} // (0\bar{1}0)_{\varepsilon\text{-Ti}_2\text{N}}, \quad \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha\text{-Ti}} // \langle 00\bar{1} \rangle_{\varepsilon\text{-Ti}_2\text{N}}$$

Для ε - Ti_2N и δ - TiN нитридов нашли два варианта ориентационных соотношений между их кристаллическими решетками:

$$(200)_{\varepsilon\text{-Ti}_2\text{N}} // (111)_{\delta\text{-TiN}} \quad [020]_{\varepsilon\text{-Ti}_2\text{N}} // [112]_{\delta\text{-TiN}}$$

$$(101)_{\varepsilon\text{-Ti}_2\text{N}} // (111)_{\delta\text{-TiN}} \quad [10\bar{1}]_{\varepsilon\text{-Ti}_2\text{N}} // [0\bar{1}1]_{\delta\text{-TiN}}$$

Наибольшее применение в промышленности находят PVD процессы [63], из которых наиболее широко используется метод вакуумно-дугового напыления (AIP – arc ion plated), метод магнетронного распыления (MSIP – magnetron sputtering ion plating) и метод активированного реактивного испарения электронно-лучевое распыление (ARE – activated reactive evaporation). Основные различия этих методов заключаются в способе испарения частиц металла из катода. В методе ARE металл испаряется электронным лучом и дополнительная ионизация пара осуществляется в специально созданной плазменной области, в методе MSIP металл расплавляется бомбардировкой положительными ионами высокой энергии в плазме разряда вспомогательного газа (Ar), при этом для увеличения эффективности процесса используют магнитное поле, в методе AIP испарение металла из катода осуществляют с помощью дугового разряда в процессе эрозии материала катода. Совершенствование технологии позволило расширить области применения ионно-вакуумных покрытий и дало возможность контролировать их состав и «конструкцию». Наиболее эффективными современными направлениями оптимизации покрытий являются: (1) нанесение многокомпонентных покрытий, когда наряду с основным металлическим компонентом (Ti, Zr) в состав покрытий вводят такие элементы как Al, Cr, Nb, Y, Si; (2) многослойные покрытия, в которых за счет использования испарителей разного химического состава получают чередующиеся слои, толщина которых может варьироваться от нескольких до сотен нанометров; (3) комбинированные методы нанесения покрытий в сочетании с ионным азотированием или ионной имплантацией; В последние годы повышенный интерес вызывают многокомпонентные покрытия [64-73].

Покрытия на основе нитрида титана, легированные Al и Zr [64], обладают более высокой жаростойкостью и жаропрочностью за счет формирования на поверхности стабильных, плотных окислов на основе этих элементов, что повышает работоспособность инструмента с такими покрытиями при повышенных температурах. Для ряда систем показано, что

трехкомпонентные покрытия имеют более высокую твердость и сопротивление износу по сравнению с двойными соединениями на основе этих элементов [65]. Добавление дополнительных атомов металлоидов с образованием, в частности карбонитридных и оксинитридных покрытий влияет на свойства покрытий более сложным образом. Как правило, карбонитридные покрытия имеют более высокую, а оксинитридные менее высокую твердость по сравнению с нитридами, что соответствует индивидуальным свойствам этих соединений. Некоторые элементы, такие как иттрий и кремний, при добавлении их в количестве до 10% приводят к аморфизации структуры покрытий [66-70]. С целью повышения сопротивления окислению TiN покрытий помимо добавления Al и Zr предложено [71] получать покрытия из нанокристаллического TiN (nc-TiN) и аморфного Si_3N_4 (a- Si_3N_4) методом несбалансированного магнетронного напыления в цилиндрической камере с двумя мишенями (Ti и Si). Многокомпонентные покрытия имеют принципиально отличающийся от двухкомпонентных механизм формирования структуры, о чем свидетельствуют радикальные изменения кристаллографической текстуры в многокомпонентных покрытиях [73], в то время как в двухкомпонентных покрытиях текстура стабильно воспроизводится в широких пределах вариации параметров напыления.

В работах [65, 67, 69, 72-76] исследовали влияние состава и технологических параметров нанесения покрытий на их текстуру и служебные свойства. Добавление в состав TiN покрытий Al и Si во многих случаях [65, 74] сопровождается изменением кристаллографической текстуры, когда выраженная текстура (111), характерная для TiN покрытий, переходит в близкое к бестекстурному состояние. При этом происходит значительное уширение дифракционных линий, свидетельствующее об измельчении микроструктуры, фактически для этих покрытий характерна псевдоаморфная структура, которой соответствует размер зерна <10 нм.

Исследования, полученные магнетронным методом оксинитридных покрытий (Ti, Si)N₂O с различным соотношением кислорода и азота [76], показали, что при увеличении концентрации кислорода бестекстурное состояние, характерное для (Ti,Si)N нитрида, остается без изменения. В [72] исследовали влияние состава и напряжения смещения (U_s) на твердость, модули упругости и остаточные напряжения TiC_xN_{1-x} покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом. С увеличением содержания углерода и уменьшением U_s наблюдали увеличение остаточных напряжений и твердости покрытий. С увеличением U_s повышается также интенсивность текстурного компонента (110) по сравнению с (111), при $x \geq 0,45$ формируется двухкомпонентная текстура (111) + (110). Исследования текстуры (Ti,Nb,Me)N покрытий (Me = Zr, Al, V, Cr) показали [73], что при токе дуги 60 А и низком давлении азота (0,04 Па) покрытия характеризуются сильной текстурой {110}, которая при повышении давления азота до 0,4 Па приводит к формированию двойной текстуры {110}+{111}, а при том же давлении азота и повышении тока дуги до 90 и 150 А текстура {111} становится доминирующей. В качестве альтернативы TiN покрытиям рассматриваются покрытия из нитрида хрома из-за их более высоких показателей адгезии, износостойкости, стойкости к окислению и коррозии [75]. Кроме того, покрытия из нитрида хрома также считаются перспективными кандидатами на замену гальванического хрома. Сложная эволюция текстуры и фазового состава происходит при магнетронном нанесении CrN_x покрытий при различной концентрации азота в камере [75]. При содержании азота 20% образуется смесь фаз Cr₂N и твердого раствора азота в хrome Cr(N). Когда содержание N₂ увеличивается до 30%, образуется однофазная Cr₂N с текстурой (111), при N₂=40% образуется двухфазная смесь Cr₂N + CrN, которая переходит в однофазную CrN с сильной (111) текстурой при увеличении содержания азота до 50%. Однофазная CrN структура сохраняется при N₂=60%, однако при этом она становится бестекстурной, что сопровождается увеличением твердости и износостойкости. Максимальная

твердость соответствует однофазной Cr_2N структуре. В работе [77] показано, что покрытия $(\text{Cr}, \text{Zr})\text{N}$, полученные катодным вакуумно-дуговым методом, не меняют текстуры при добавлении до 3,2 ат.% Zr. Таким образом, изменение состава или параметров процесса нанесения покрытий может по-разному воздействовать на текстуру покрытий, при этом до сих пор не сложилось четких представлений о взаимосвязи между текстурой и свойствами покрытий, что препятствует поиску наиболее эффективных способов оптимизации их служебных свойств. Многокомпонентные покрытия имеют более неравновесную структуру, которая характеризуется сверхвысокими остаточными напряжениями, равноосной и дисперсной микроструктурой, высоким уровнем микроискажений решетки, при этом плотность макропор в целом ниже, чем в двухкомпонентных покрытиях.

В работах [77-82] исследовали влияние на свойства покрытий остаточных напряжений. В [77] исследовали корреляции между типом и интенсивностью текстуры и величиной остаточных напряжений. Показано, что максимальной интенсивности (111) текстуры соответствует максимум сжимающих остаточных напряжений (-3 ГПа).

Изменения текстуры, а также существенные изменения структуры и остаточных напряжений в покрытиях происходят при увеличении опорного напряжения [83-85].

Нанесение многослойных покрытий относится к перспективным технологиям модифицирования поверхности [86-89], поскольку дает дополнительные возможности оптимизации свойств в связи со следующими их преимуществами по сравнению с монослойными покрытиями: (1) промежуточные слои могут быть использованы для улучшения адгезии покрытия с подложкой; (2) нанесение нескольких слоев, имеющих различные механические характеристики, расширяет возможности получения комплекса свойств, таких как твердость, вязкость, сопротивление износу и адгезия; (3) поверхности раздела способствуют релаксации напряжений и служат препятствием для распространения трещин. Одним из принципов

формирования многослойных покрытий является осуществление релаксации внутренних напряжений, которые накапливаются по мере увеличения толщины многослойных покрытий. В этой связи большое значение имеет кристаллографическая ориентировка релаксирующих слоев и характер поверхности сопряжения слоев. Будущее развитие технологии покрытий будет определяться повышенными требованиями к их жаропрочности прежде всего со стороны таких областей применения, как высокоскоростные военные и гражданские транспортные средства, высокопроизводительные турбины для военного и энергетического применения. Для решения этих задач требуется создание следующего поколения покрытий, которые будут включать радикальные изменения конструкции покрытие/подложка. Критическим элементом такой конструкции станет контроль структуры и свойств границы раздела между покрытием и подложкой. Для следующего поколения покрытий будет характерно наличие градиентного состава и многослойных композиций. Структурные характеристики таких гибридных покрытий будут включать многослойные материалы, градиентные структуры, горизонтально слоистые структуры, наличие межфазных прослоек, вертикально упорядоченные конструкции и трехмерные структуры. Одновременно с этим получают развитие методы мониторинга параметров процесса и свойств покрытий, а также методы моделирования процесса, что позволит, в конечном счете, найти надежные корреляции между критическими параметрами технологического процесса и свойствами покрытия и подложки.

В работах [72, 90] проведены исследования многокомпонентных покрытий $(\text{Ti}, \text{Nb}, \text{Me})\text{N}$ и $(\text{Zr}, \text{Nb})\text{N}(\text{C})$, результаты которых обобщены в виде кристаллохимических закономерностей. Известно, что ниобий образует четыре типа нитридов, из которых три имеют гексагональную решетку, а один NaCl решетку. Результаты исследований показали, что при нанесении Nb-N покрытия образуется три из четырех возможных типов нитридов, при этом доминирует гексагональный нитрид (ICPDS # 20-80). В системе Nb-N-C

также доминирует этот же нитрид, но также присутствуют два других нитрида и NbC карбид.

Кубический NbN нитрид образует с ZrN непрерывный ряд твердых растворов, параметры которых изменяются от 0,458 нм для ZrN до 0,438 нм для NbN. В покрытиях системы Zr-Nb-N образуется тройной $Zr_{0,75}Nb_{0,25}N$ нитрид, состав которого оценен по зависимости параметров решетки состава в псевдобинарной системе ZrN-NbN. Кроме тройной фазы, образуется также гексагональный NbN нитрид. В системе Zr-N-C образуется карбонитрид $ZrN_{0,6}C_{0,4}$, состав которого также был оценен из псевдобинарной системы ZrN-ZrC, в которой параметры решетки изменяются от 0,458 нм для ZrN до 0,469 для ZrC. В системе Zr-Nb-N-C присутствуют 4 фазы: $Zr_{0,7}Nb_{0,3}N$ (~70%), NbN, NbC и ZrC. Доказательством отсутствия четверной фазы в этой системе является уменьшение параметра решетки по сравнению с тройной системой Zr-Nb-N от 0,461 до 0,458 нм, поскольку, как было указано, растворение углерода увеличивает параметр решетки. Поэтому состав тройной фазы ($Zr_{0,7}Nb_{0,3}N$) оценен с учетом того, что параметры решетки этой фазы меньше, чем тройной фазы в системе Zr-Nb-N ($Zr_{0,75}Nb_{0,25}N$). Уменьшение параметра решетки связано с увеличением содержания Nb в тройной фазе ($Zr_{0,7}Nb_{0,3}N$) системы Zr-Nb-N-C.

Текстура Zr-Nb-N-C покрытий варьируется от практически бестекстурного состояния до выраженной (111) преимущественной ориентировки. При этом не найдено корреляций между параметрами напыления, текстурой и свойствами покрытий.

Дисперсность микроструктуры покрытий, оцененная на основании измерения уширения рентгеновских дифракционных линий, зависит от состава покрытий. Максимальная величина ОКР соответствует ZrN покрытию (15 нм), а минимальная NbN покрытию (~6,5 нм), при этом микротвердость NbN покрытия значительно ниже. Видимо природная твердость ZrN покрытий, определяемая силой химической связи,

существенно выше, чем нитрида ниобия. Твердость покрытий системы Zr-Nb-N ниже, чем ZrN при том, что размер ОКР снижается от 15 до 12 нм.

Для получения высокой твердости необходимо оптимальное сочетание всех структурных параметров: высокой природной твердости основной фазы в покрытии, в данном случае это $Zr_{0,7}Nb_{0,3}N$ и высокой дисперсности микроструктуры, которая определяется наличием дополнительных фаз, имеющих параметры решетки, отличающиеся от основной фазы в большую или меньшую стороны. Четверная система Zr-Nb-N-C в наибольшей степени удовлетворяет этим требованиям, Nb-N и Nb-N-C покрытия имеют максимальную дисперсность, но природная прочность соответствующих соединений является относительно низкой. В системе Zr-N-C дополнительная фаза ZrC имеет параметры решетки на 1 % выше, чем основная фаза $ZrN_{0,6}C_{0,4}$, но при этом, в покрытии отсутствует дополнительная фаза с меньшим параметром. Противоположная ситуация имеет место для Zr-Nb-N системы, в которой присутствует дополнительная фаза NbN с параметром решетки, меньшим, чем у основной фазы $Zr_{0,75}Nb_{0,25}N$ на 2 %. Только в покрытиях Zr-Nb-N-C присутствуют фазы с меньшими (NbC и NbN) и большими (ZrC) значениями параметров решетки по сравнению с основной фазой, $Zr_{0,7}Nb_{0,3}N$. По-видимому, для стабилизации нанокристаллической структуры покрытий должны выполняться указанные размерные соотношения.

На рис. 1.24 показаны зависимости типа Холла-Петча (H_v от $d^{-0,5}$) для изменения микротвердости различных покрытий от размера зерна. Видно, что изменение состава покрытия приводит к увеличению прочностных свойств покрытий в результате измельчения зерна и увеличения сил межатомной связи.

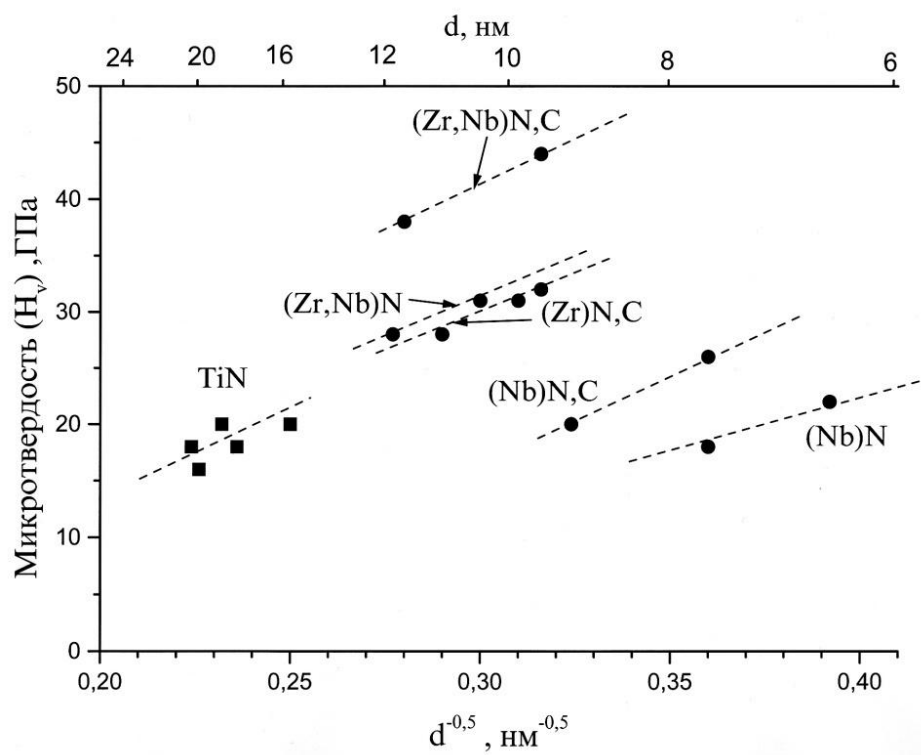


Рис. 1.24. Зависимость Холла-Петча микротвердости ионно-вакуумных покрытий от величины зерна ($d^{-0.5}$)

Покрyтия на основе карбонитридов ниобия характеризуются максимальным измельчением, но при этом их микротвердость не отличается от покрытий на основе нитрида титана. Нитриды и карбонитриды на основе циркония характеризуются более высокой твердостью по сравнению нитридом на основе титана за счет большего измельчения, а по сравнению с нитридом и карбонитридом ниобия за счет более сильной межатомной связи. Наибольший эффект упрочнения достигнут для карбонитридов на основе циркония и ниобия. Этот эффект достигается за счет замещения циркония ниобием в карбонитридных фазах, а также за счет формирования самостоятельных фаз внедрения на основе ниобия.

Исследования фазового состава, текстуры, остаточных напряжений и характеристик субструктуры многокомпонентных покрытий позволили установить кристаллохимические закономерности формирования в них нанокристаллических структурных состояний, обладающих высокими коррозионно-износостойкими свойствами: добавление легирующих атомов, дающих фазы внедрения, изоморфные с фазами внедрения основного компонента и отличающиеся параметром решетки меньше, чем на 10%, приводит к формированию дисперсной структуры многокомпонентных покрытий, при этом важно, чтобы параметры решетки фаз внедрения легирующих и основного компонента отличались в ту и другую сторону.

Предложенный критерий формирования нанокристаллической структуры в многокомпонентных покрытиях близок по смыслу к критерию формирования массивных аморфных структур в многокомпонентных металлических системах [91,92], в основе которого положено соотношение между радиусами атомов компонентов сплава:

$$\lambda = \sum \{ C_B^{\text{крит}} [(R_B/R_A)^3 - 1] \} \quad (1.2)$$

Где: R_A , R_B – атомные радиусы, $C_B^{\text{крит}}$, $C_B^{\text{крит}}$ – минимальные концентрации элементов, обеспечивающие получение аморфной структуры.

В работе [91] приведены теоретические значения критерия аморфизации структуры (λ), которые составляют 0,1 для случая быстрой закалки из расплава и 0,17 для случая аморфизации в твердом состоянии. В работе [92] на основе анализа экспериментальных данных для магниевых сплавов получена величина $\lambda=0,18$.

С учетом того, что соотношение (1.2) применяется к ионно-вакуумным покрытиям системы Zr(Nb)N,C, его скорректировали заменив радиусы элементов суммой радиусов металла и металлоида:

$$\lambda = \sum C_B \{ [(R_{Me} + R_{N(C)})_A / (R_{Me} + R_{N(C)})_B]^3 - 1 \} \quad (1.3)$$

На рис.1.25. приведены значения суммарных значений радиусов для фаз внедрения, которые мы обнаружили в покрытиях экспериментально. Расчет по этому соотношению для покрытия Zr(Nb)N,C с учетом объемной фракции фаз внедрения, измеренной на основе интенсивностей рентгеновских дифракций, дал величину $\lambda=0,04$. Для массивных аморфных структур получены значения $\lambda = 0,1-0,18$. Существенно меньшее значение этого параметра для исследованных покрытий авторы объясняют тем, что они имеют не аморфную, а СМК структуру (10-12 нм), а также тем, что для многокомпонентных ионно-вакуумных покрытий значения критерия аморфизации отличаются от тех величин, которые получены для массивных сплавов после сверхбыстрой кристаллизации.

Возможно, что для ионно-вакуумных покрытий критерий аморфизации должен быть основан не на значениях суммарных радиусов металла и металлоида, а только на соотношении радиусов металлических атомов в соответствии с уравнением (1.2).

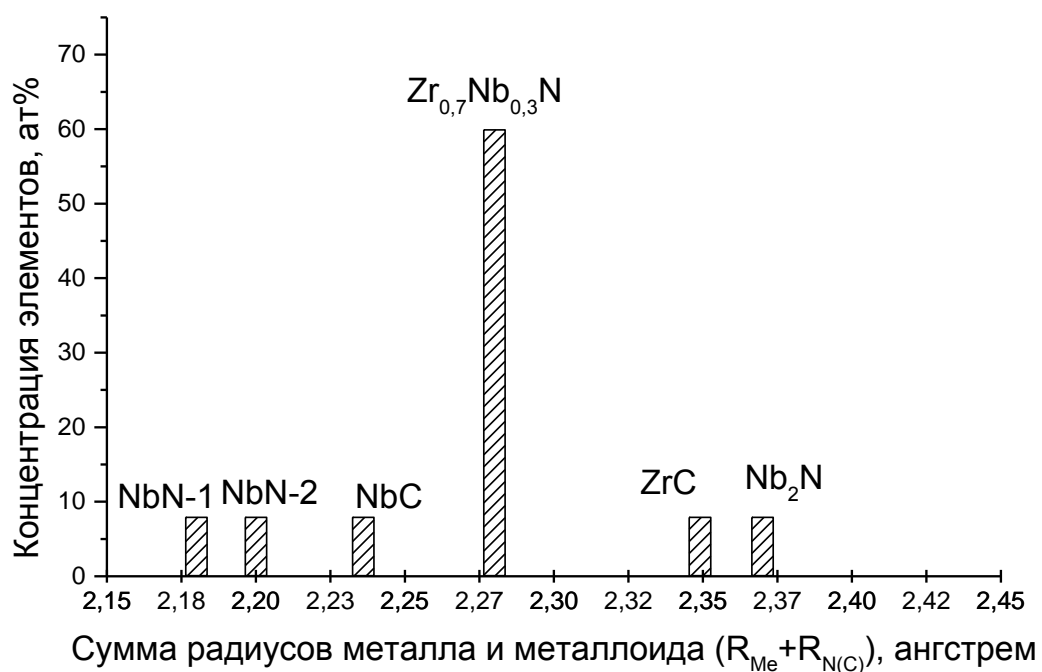


Рис.1.25. Значения суммарных радиусов металла и металлоида для фаз внедрения, обнаруженных в покрытиях Zr(Nb)N,C

Глава 2. Материалы и методы исследования

Во второй главе приведены химический состав и основные характеристики исследуемых сталей 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, % (мас.): 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. Последняя холодная прокатка проведена с обжатием 45 %. Изотермический отпуск проводили на установке СШВЭ-12.5/2.5-И2 в вакууме не хуже 10^{-5} мм рт. ст. в интервале температур 300-600 °С в течение 2 ч. с последующим охлаждением с печью.

Измерения количественного соотношения γ - и α -фаз, текстуры и остаточных напряжений на поверхности проводили с использованием рентгенофазового анализа на дифрактометре «UltimaIV» фирмы «Ригаку» (Япония) в $CuK\alpha$ излучении. Чтобы изучить поверхностные слои стали с разным количеством мартенсита деформации с исходных образцов стали ВНС9-Ш последовательно сняли поверхностные слои глубиной 10, 15 и 20 мкм. Удаление поверхностных слоев проводили следующим образом: шлифовали образец на наждачной бумаге с последовательным уменьшением зернистости, полировали и стравливали наклепанный предыдущими воздействиями слой. Для определения изменений количественного соотношения аустенита (γ) и мартенсита (α) использовали уравнение (2.1), в котором текстурный эффект учли усреднением отношений измеренных интенсивностей нескольких (hkl) рефлексов γ (I_{hkl}^{γ}) и α (I_{hkl}^{α}) фаз к теоретическим интенсивностям соответствующих дифракционных пиков ($R_{hkl}^{\gamma}, R_{hkl}^{\alpha}$), которые соответствуют интенсивностям бестекстурного образца.

Другими словами, осуществили усреднение полюсных плотностей различных рефлексов обеих фаз, при этом индекс α -фазы относится как к мартенситной, так и бейнитной и ферритной фазам, которые практически не различимы дифракционными методами.

$$f_{\gamma} = \frac{\frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}}}{\left(\frac{1}{m} \sum_1^m \frac{I_{hkl}^{\alpha}}{I_{hkl}^{\alpha}} + \frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}} \right)} \times 100\% \quad (2.1)$$

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 N₂ 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 –100 В и –10 В. Взаимодействие потока газо-металлической плазмы с обрабатываемой поверхностью осуществлялось после предварительного электронного нагрева поверхности до температуры 320 °С и бомбардировки её потоком газовой плазмы аргона в течение 5 мин. + 1 мин. Температура нагрева деталей в вакуумной камере контролировалась цифровым инфракрасным пирометром IP 140.

Nb, W и Ta покрытия наносили с помощью специализированной установки кольцевого магнетронного распыления МРМ-1. В качестве подложки использовали трубку из меди М1 Ø10 мм. Напряжение на подложке варьировалось от 0 до –300 В. Микротвердость HV измерялась на

микротвердомере Micromet 5101 по ГОСТ Р ИСО 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 линий, 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 (2.2):

$$\sigma_\phi = \text{tg}\alpha [E/(1+\nu)]_{\text{hkl}} / a_0 \quad (2.2)$$

Величина $[(1+\nu)/E]_{\text{hkl}}$ может быть рассчитана из соотношения (2.3):

$$(1+\nu)/E_{\text{hkl}} = S_{11} - S_{12} - 3G(S_{11} - S_{12} - 1/2S_{44}) \quad (2.3)$$

Где: $G = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2) / (h^2 + k^2 + l^2)$ – ориентационный фактор.

Значения монокристалльных констант податливости (S_{ij}) для Fe: $S_{11} = 0,76 \cdot 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$; $S_{12} = -0,29 \cdot 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$; $S_{44} = 0,89 \cdot 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$.

Рассчитывали также скорректированные на величину деформации решетки значения параметра решетки (a_0):

$$a_0 = a_{\psi=0} / [1 + (\sigma_1 + \sigma_2) (\nu/E)_{\text{hkl}}] \quad (2.4)$$

Где: $(\nu/E)_{\text{hkl}} = -S_{11} - G(S_{11} - S_{12} - 1/2S_{44})$.

Глава 3. Исследование фазового состава, текстуры и остаточных напряжений в поверхностных слоях трип-стали ВНС9-Ш после прокатки и отпусков при 300-600⁰С [93]

Тонколистовая (толщиной 0,3 мм) трип-сталь ВНС9-Ш используется для изготовления торсионов вертолетов, а оптимальный уровень служебных свойств этой стали обеспечивает повышенное сопротивление образованию и росту усталостной трещины за счет распада метастабильного аустенита сопровождаемым положительным объемным эффектом и формированием сжимающих напряжений. Для реализации такого механизма необходимо обеспечить контролируемое распределение напряженного состояния, химического состава фаз и их соотношения. Однако до сих пор отсутствуют данные о величине остаточных напряжений в трип-сталях, поскольку их оценке традиционными дифракционными методами препятствует сильный поверхностный градиент напряжений и фазового состава в этих сталях. В настоящей главе приведены результаты исследования формирования остаточных напряжений, фазового состава и текстуры при прокатке и последующих отпусках трип трип-стали ВНС9-Ш.

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

На рис.3.1 приведены дифрактограммы поверхности 0,3 мм листа стали ВНС9-Ш (рис.3.1а) и после удаления поверхностного слоя глубиной 10, 15 и 20 мкм (рис.3.1 б-г), а на рис. 3.2 соответствующее изменение фазового состава поверхностного слоя.

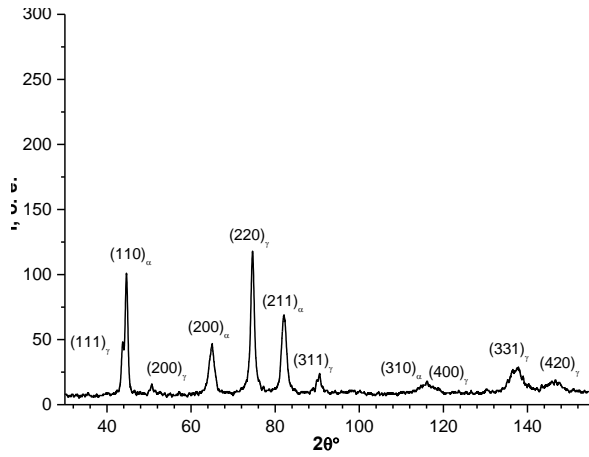
Для определения количественного соотношения аустенита и мартенсита использовали уравнение:

$$f_{\gamma} = \frac{\frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}}}{\left(\frac{1}{m} \sum_1^m \frac{I_{hkl}^{\alpha}}{I_{hkl}^{\alpha}} + \frac{1}{n} \sum_1^n \frac{I_{hkl}^{\gamma}}{R_{hkl}^{\gamma}} \right)} 100, \% \quad (3.1)$$

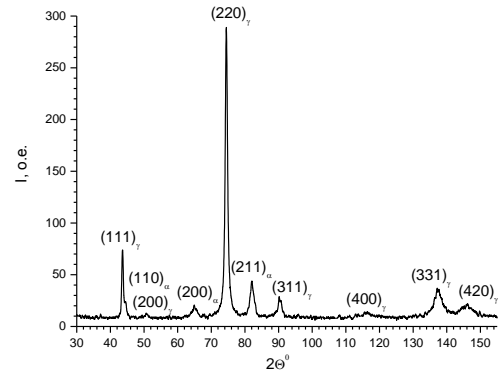
где n и m – число (hkl)-пиков фаз γ и α .

Видно, что количество аустенита снижается от ~ 85 % в подповерхностных слоях до ~ 47 % на поверхности (рис. 3.2). При этом аустенит в подповерхностных слоях характеризуется выраженной текстурой (110) параллельной плоскости листа, которой соответствует отражение $(220)_{\gamma}$ – текстура «латуни» (рис.3.1 б-г), на поверхности интенсивность этой текстуры снижается (рис. 3.1а).

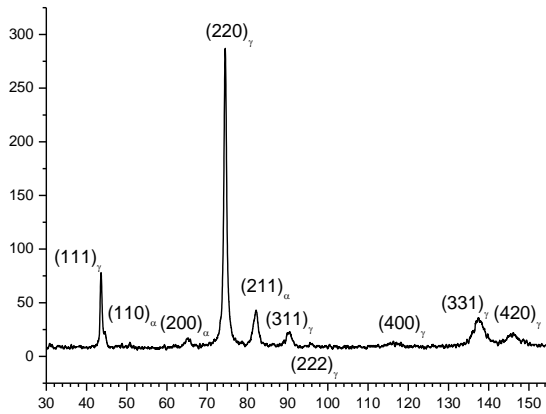
На рис.3.3 приведены зависимости изменения полюсных плотностей рефлексов α -фазы (а) и γ -фазы (б), которые свидетельствуют о наличии ориентационной зависимости распада аустенита в этой стали после холодной прокатки. Наибольшая интенсивность распада соответствует зернам, принадлежащим текстурному компоненту, которому соответствует отражение $(220)_{\gamma}$, при этом наибольшее увеличение интенсивности текстуры α -фазы происходит за счет ориентировок, соответствующих отражениям $(110)_{\alpha}$ и $(200)_{\alpha}$, рис.3.3а.



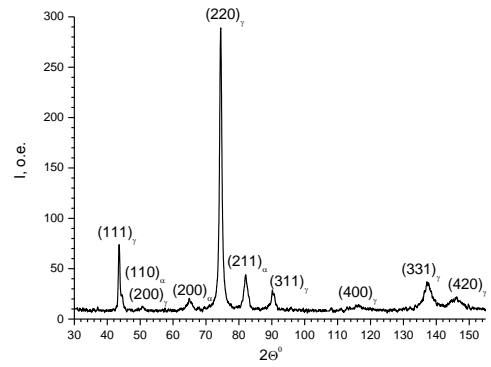
(a)



(б)



(в)



(г)

Рис.3.1. Дифрактограммы поверхности (а) и подповерхностных слоев (б-г) на расстоянии 10 мкм (б), 15 мкм (в) и 20 мкм (г) от поверхности

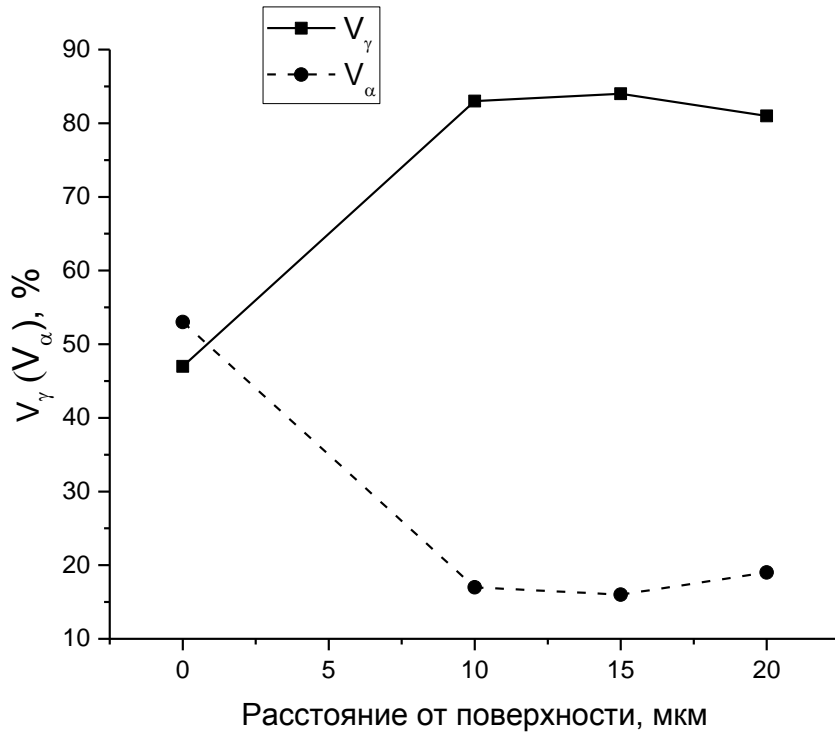


Рис.3.2. Изменение фазового состава в поверхностном слое ТРИП стали ВНС-9Ш

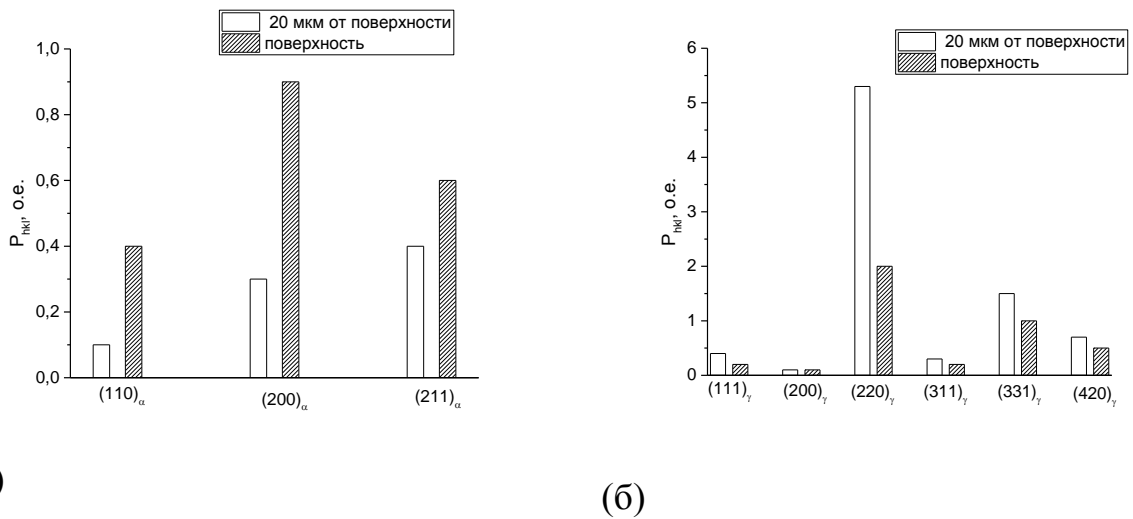


Рис.3.3. Изменение полюсной плотности рефлексов α -фазы (а) и γ -фазы (б) в поверхностном слое ТРИП стали ВНС-9Ш

3.2. Остаточные напряжения в поверхностных слоях тонколистовой 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, по разному ориентированных по отношению к напряжениям, рассчитывают величину этих напряжений. Однако для трип-сталей характерно наличие градиента остаточных напряжений, фазового состава и параметров решетки по глубине, что осложняет процедуру измерения напряжений, поскольку толщина рассеивающего слоя или информационная глубина (T) при наклонном падении пучка меньше, чем при симметричном.

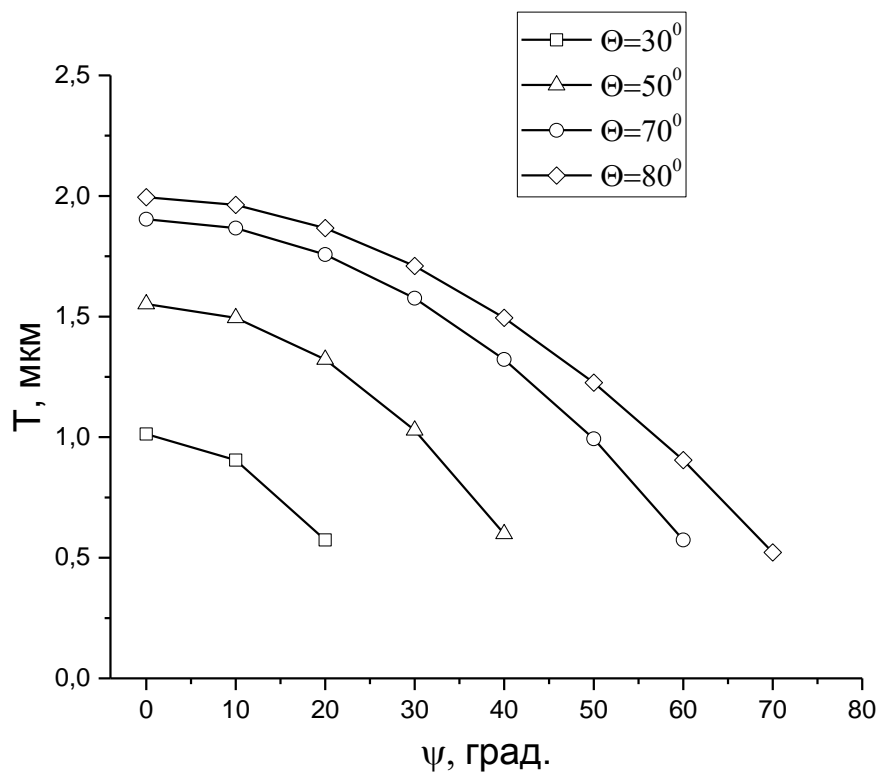


Рис.3.4. Зависимости толщины отражающего слоя от угла Ψ для медного излучения, рассчитанные из ур-ия (3.2)

$$T = \frac{\sin(\Theta - \Psi) \sin(\Theta + \Psi)}{\mu[\sin(\Theta - \Psi) + \sin(\Theta + \Psi)]} \quad (3.2)$$

Поскольку при расчете величины остаточного напряжения в методе $\sin^2\psi$ используют угловую зависимость параметра решетки, то наличие положительного градиента параметра решетки, не связанного с напряжениями, будет приводить к завышенным значениям сжимающих напряжений и к заниженным значениям растягивающих напряжений.

Существует возможность разделения этих эффектов, связанная с особенностями упругой анизотропии решетки. Для металлов с кубической решеткой величина модуля упругости определяется соотношением:

$$1/E_{hkl} = S_{11} - 2J \cdot \Gamma \quad (3.3)$$

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 работе [94] было показано, что для оценки остаточных напряжений можно анализировать параметры решетки зерен, в которых разные плоскости отражения параллельны поверхности образца, т.е. при $\psi=0$ деформация решетки равна:

$$\varepsilon_{\psi=0} = \Delta a_{\sigma} / a_0 = 2(v/E)_{hkl} \sigma_{ост.} \quad (3.4)$$

Где: $\Delta a_{hkl} = (a_{\sigma} - a_0)_{hkl}$ – разница параметров решетки, рассчитанных для рефлекса hkl , при наличии остаточных напряжений (a_{σ}) и при их отсутствии (a_0).

Для кубической решетки величина $(v/E)_{hkl}$ определяется из соотношения:

$$(v/E)_{hkl} = S_{12} + J\Gamma \quad (3.5)$$

Подставив (3.5) в (3.4) и введя обозначение $S_{11} + J\Gamma = K_{hkl}$, для кубических кристаллов получим:

$$\Delta a_{\sigma} = 2 a_0 \sigma_{ост.} K_{hkl} \quad (3.6)$$

Рассчитанные значения K_{hkl} для α - и γ -Fe представлены в табл.3.1. Совместное решение уравнения (3.6) для любой пары рефлексов $(h_1k_1l_1)$ и $(h_2k_2l_2)$, имеющих различные значения K_{hkl} , позволяет найти величину остаточных напряжений:

$$\sigma_{\text{ост.}} = \frac{a_{h_1k_1l_1} - a_{h_2k_2l_2}}{2(a_{h_2k_2l_2} K_{h_1k_1l_1} - a_{h_1k_1l_1} K_{h_2k_2l_2})} \quad (3.7)$$

Табл. 3.1. Значения упругих констант для различных (hkl) рефлексов α - и γ -Fe

(hkl)	$(110)_\alpha$	$(111)_\gamma$	$(200)_{\alpha,\gamma}$	$(112)_\alpha$	$(220)_{\alpha,\gamma}$	$(113)_\gamma$	$(222)_{\gamma,(\alpha)}$
Γ	0,25	0,333	0	0,25	0,25	0,157	0,333
$-K_{hkl} \times 10^4$, ГПа	13,7	8,7	28,7	13,7	13,7	19,3	8,7

$$a_0 = a_{hkl} / (1 + 2 \sigma \times K_{hkl}) \quad (3.8)$$

На рис.3.5 представлены рассчитанные из (3.6) значения параметров решетки для различных рефлексов для α - и γ -Fe для $\sigma = \pm 500$ МПа и $a_0 = 2,90 \text{ \AA}$ и $3,60 \text{ \AA}$ 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.3.6 приведены значения периодов решетки α -фазы (а) и γ -Fe (б), рассчитанные из различных межплоскостных расстояний. Сопоставление данных для α -фазы с расчетными данными, представленными на рис.3.5а, показывает, что в подповерхностных слоях α -фазы присутствуют растягивающие напряжения, а на поверхности напряжения отсутствуют. Расчеты по уравнению (3.7) показали, что величина растягивающих напряжений в подповерхностных слоях меняется немонотонно с глубиной и составляет 400 МПа на глубине 20 мкм, 870 МПа на глубине 15 мкм и 450 МПа на глубине 10 мкм. Данные для γ -фазы (рис.3.6б) имеют более сложный характер и согласуются с расчетными данными для этой фазы

(рис.3.5б) только для поверхности, для которой расчеты по уравнению (3.7) дают сжимающие напряжения -850 МПа.

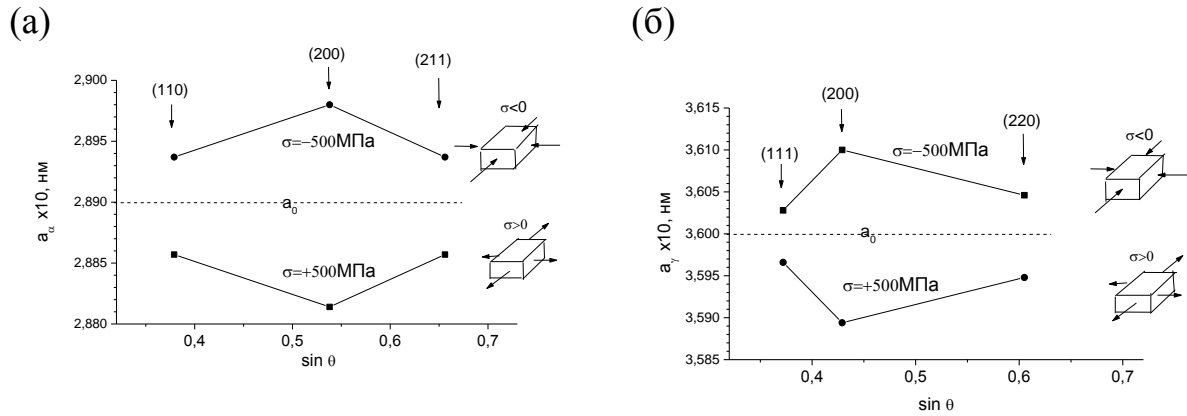
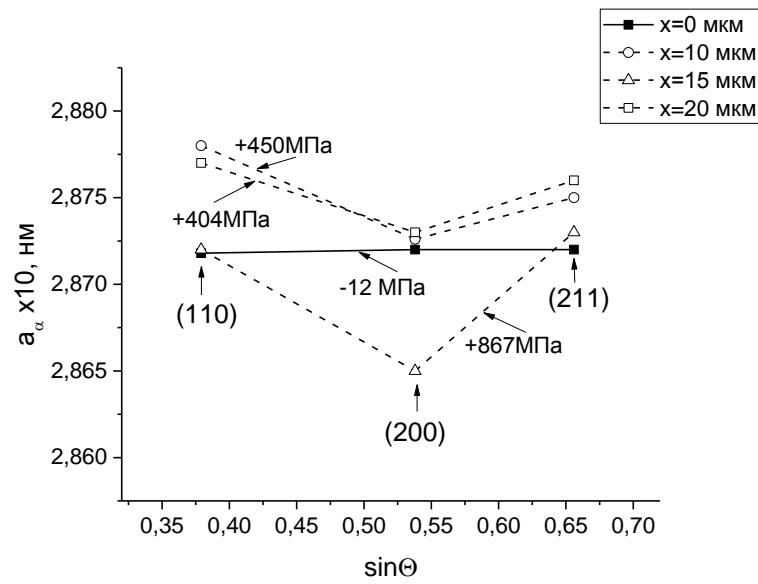
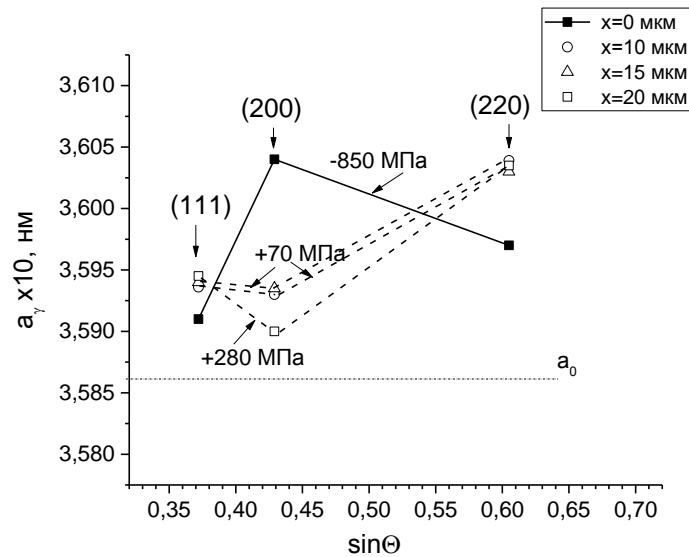


Рис.3.5. Параметры решетки (hkl) рефлексов, рассчитанные из уравнения (3.6) для остаточных напряжений сжатия и растяжении в α -фазе (а) и γ -фазе (б) железа.



(a)



(б)

Рис.3.6. Значения периодов решетки α -фазы (а) и γ -фазы (б) на различном расстоянии от поверхности, рассчитанные для рефлексов, отличающихся упругими константами: a_0' и a_0'' – периоды решетки α (а) и γ (б) фаз до и после $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, скорректированные на величину остаточных напряжений в соответствии с уравнением (3.8)

3.3. Влияние химического состава на характеристики ТРИП-сталей

Для подповерхностных слоев с большим содержанием аустенита характер изменения периодов решетки (рис. 3.6б) для рефлексов (111), (200) и (220) аустенита свидетельствует о наличии растягивающих напряжений, однако величины периодов решетки, рассчитанных для рефлекса (220), для всех трех удаленных на 10-20 мкм от поверхности слоев сильно завышены по отношению к периодам решетки, рассчитанным для рефлексов (111) и (200). Известно, что для ТРИП-сталей характерно повышенное содержание углерода в аустените, которое реализуется с помощью легирования (Si, Al) и специальной термообработки, которые препятствуют распаду аустенита с выделением карбидов и уменьшением его содержания в твердом растворе [15].

Поскольку углерод в наибольшей степени увеличивает период решетки аустенита, то увеличенный период решетки в подповерхностных слоях именно для зерен текстурного компонента (220) свидетельствует о том, что эти зерна имеют аномально высокое содержание углерода и это является причиной того, что распад аустенита преимущественно происходит за счет этих зерен (рис.3.3). Из этого следует, что для оценки величины остаточных напряжений в подповерхностных слоях нельзя использовать рефлекс (220), поскольку величина межплоскостного расстояния для него завышено в связи с повышенным содержанием углерода в зернах этой ориентации. В связи с этим величины остаточных напряжений, приведенных на рис.3.6б для сечений 10, 15 и 20 мкм от поверхности (+70 МПа, +70 МПа, +280 МПа соответственно) рассчитаны на основании параметров решетки (111) и (200).

В работе [17] методом высокоэнергетического синхротронного рентгеновского излучения исследовали деформацию решетки аустенита и феррита при нагружении ТРИП-сталей. В упругой области (до напряжений 500 МПа) наблюдаются линейные зависимости деформации решетки от

нагрузки, при этом деформация решетки при одинаковой нагрузке была максимальной для $\langle 100 \rangle$ в направлении растяжения (направление с минимальным модулем Юнга) и минимальной в направлении $\langle 111 \rangle$ (направление с максимальным модулем Юнга). При увеличении нагрузки и переходе в пластическую область происходят значительные отклонения от прямолинейных зависимостей, причем для ориентации $\langle 100 \rangle$ величина деформации решетки с увеличением нагрузки испытывает положительное отклонение от линейной зависимости, а для ориентаций $\langle 111 \rangle$ и $\langle 311 \rangle$ испытывает отрицательное отклонение от линейной зависимости, а для ориентации $\langle 110 \rangle$ деформация меняет знак. Это свидетельствует о наличии двух процессов, сопровождающих распад аустенита, во-первых, это положительный объемный эффект $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, который увеличивает межплоскостные расстояния в соответствии с линейными эффектами превращения, которые могут отличаться для зерен по разному ориентированными относительно внешней деформации, а, во-вторых, это снижение периода решетки из-за уменьшения концентрации углерода в аустените. Видимо последний процесс также как и в нашем случае происходит наиболее интенсивно в зернах с ориентацией $\langle 110 \rangle$, при этом в нашем случае это направление нормально плоскости листа, а в [17] направлено вдоль оси растяжения.

Таким образом, приведенный выше анализ свидетельствует о том, что в результате холодной прокатки стали ВНС9-Ш в ней формируется двухфазная градиентная структура с повышенным содержанием мартенсита деформации в приповерхностных слоях глубиной ~ 10 мкм (до 47%) и доминированием аустенита ($\sim 85\%$) с текстурой «латуни», характеризующейся плоскостью (110) параллельно плоскости листа в остальной части листа. В обеих фазах преобладают остаточные растягивающие напряжения, составляющие для α -фазы (400-800 МПа) и для γ -фазы (70-280 МПа), при этом зерна текстурного компонента (220) аустенита характеризуются более высоким содержанием углерода по сравнению с зернами других ориентировок. В поверхностном

слое толщиной <10 мкм происходит $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение, сопровождающееся положительным объемным эффектом, что приводит к формированию в этом слое сжимающих напряжений -850 МПа в аустените и к полной релаксации высоких растягивающих напряжений в α -фазе. При этом содержание углерода в аустените снижается и величину этого снижения можно оценить.

На поверхности образца величина остаточных напряжений в аустените оценена в -870 МПа (рис.3.6б) и это дает возможность определить величину параметра решетки, скорректированную на эти напряжения, используя уравнение (3.8). В результате получим величину параметра решетки в $3,586 \text{ \AA}$. Величина параметра решетки в подповерхностных слоях составляет $3,604 \text{ \AA}$ для зерен с атомной плоскостью (110) параллельно листу в том случае, если в этих зернах отсутствуют остаточные напряжения. Если же в них будут растягивающие напряжения такие же, как в зернах других ориентаций (до $+280$ МПа), то период решетки, скорректированный на снижение этого периода в результате присутствия растягивающих остаточных напряжений, увеличится до $3,606 \text{ \AA}$. Для зерен с ориентациями (111) и (100) скорректированный параметр решетки будет равен $3,596 \text{ \AA}$.

Важное место в исследованиях ТРИП-сталей занимает вопрос стабильности аустенита, при этом в качестве основного параметра определяющего эту стабильность рассматривают содержание углерода в аустените (C_γ). В работах [13, 14] оценивали содержание углерода с помощью уравнения, связывающего параметр решетки аустенита с химическим составом:

$$a_\gamma = 3,556 + 0,0453w_C + 0,00095w_{Mn} + 0,0056w_{Al} \quad (3.9)$$

Где: a_γ – параметр решетки в ангстремах; w_i – массовый % элемента.

В допущении, что в результате мартенситного превращения изменяется только содержание углерода снижение содержания углерода для зерен (110) ($\Delta C_\gamma^{(110)}$):

$$\Delta C_{\gamma}^{(110)} = \Delta a_{\gamma} / 0,0453 = (3,606 - 3,586) / 0,0453 = 0,44\%$$

Для зерен (111) и (100) эта величина будет равна:

$$\Delta C_{\gamma}^{(111,100)} = \Delta a_{\gamma} / 0,0453 = (3,597 - 3,586) / 0,0453 = 0,24\%$$

Принято также оценивать устойчивость аустенита в терминах его стабильности против атермического α' -мартенситного превращения (АМП) и инициированного деформацией α' -мартенситного превращения (ДИМП). Количественно эти два вида стабильности оценивают с помощью параметров M_s и Md_{30} соответственно, где M_s – температура начала атермического α' -мартенситного превращения при охлаждении и Md_{30} температура при которой образуется 50% α' -мартенсита при 30% деформации растяжением [15, 16, 95]. Для ТРИП-сталей наличие метастабильного аустенита является основной характеристикой, поэтому представляет интерес оценить параметр Md_{30} для исследуемой стали и некоторых других ТРИП-сталей, поскольку насколько нам известно, до сих пор такие оценки не проводились.

В работе [16] проведены систематические исследования аустенитных нержавеющей сталей Fe-Ni-Cr, в которых выявлены зависимости от состава и размера зерна, параметра Md_{30} , определяющего деформационную стабильность аустенита этих сталей. С этой целью варьировали составы двойных сплавов и рентгеновским методом определяли количество выделившегося мартенсита в результате чего получено следующее эмпирическое уравнение:

$$Md_{30} (^{\circ}C) = 551 - 462 (C\% + N\%) - 9,2Si\% - 8,1Mn\% - 13,7Cr\% - 29,0 (Ni\% + Cu\%) - 18,5 Mo\% - 68,0Nb\% \quad (3.10)$$

В табл. 3.2 приведены значения Md_{30} , вычисленные из ур-ия (3.10) для исследуемой в нашей работе стали ВНС-9Ш и различных ТРИП сталей. Из табл.3.2 видно, что Cr-Ni стали ВНС-9Ш и FDX27, в которых более 50%

аустенита, характеризуются величиной Md_{30} близкой к нулю градусов Цельсия. Большая группа марганцовистых сталей, в которых количество аустенита не превышает 10-15% характеризуются величинами $Md_{30} = 389-465$ °С. Сталь, легированная Cr, Mn и Ni (FDX25) имеет промежуточную величину $Md_{30} = 80$ °С.

Табл.3.2. Величины Md_{30} , вычисленные из ур-ия (3.10) для стали ВНС-9Ш и различных других ТРИП-сталей

Марка стали	C	N	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	Md_{30}	Источник
ВНС-9Ш	0,22	0,05	0,6	1	15,2	5,3	-	3	-5	Наст. работа
FDX27	0,021	0,18	0,38	0,93	19,97	3,05	0,32	1,15	-2	[17]
FDX25	0,023	0,22	0,38	2,52	20,26	1,48	0,5	0,4	80	[17]
DP800	0,13	-	0,25	2,04	0,55	-	-	-	465	[14]
-	0,05	-	0,28	16,86	-	-	-	-	389	[5]
-	0,11	-	-	5,7	-	-	-	-	454	[7]
-	0,1	-	-	7	-	-	-	-	448	[7]
-	0,2	-	-	5	-	-	-	-	418	[7]
-	0,2	-	-	7	-	-	-	-	402	[7]

Приведенные на рис.3.7 значения остаточных напряжений не отражают реальные значения этих напряжений до удаления травлением слоев 10-20 мкм, поскольку при последовательном удалении поверхностных слоев происходит релаксация остаточных напряжений, приводящая к изменению распределения напряжений в оставшейся части образца. Корректировка этого эффекта основана на вычислении осевых и изгибающих напряжений в оставшемся после травливания материале, которые компенсировали соответствующие напряжения в травленных слоях [21, 22]. При травливания слоя толщиной «а» величины «релаксированных» напряжений находят суммированием по всем последовательно удаленным предыдущим слоям [22]:

$$\sigma_a^{(изм.)} - \sigma_i = \Delta x_1 [(\sigma_0 + \sigma_1)/2] [1/(h-x_1) + 3(h-x_1+\Delta x_1)/(h-a)^2] + \dots + \Delta x_i [(\sigma_{i-1} + \sigma_i)/2] [1/(h-x_i) + 3(h-x_i+\Delta x_i)/(h-a)^2] \quad (3.11)$$

Где: h – толщина листа (0,3 мм); x_i – расстояние от поверхности до i -го слоя;
 Δx_i – расстояние между $i-1$ и i -м слоями.

В табл. 3.3 и на рис.3.7 приведены измеренные и скорректированные значения остаточных напряжений. Видно, что разница между ними невелика, поскольку существенные различия могут возникнуть только, если толщина удаляемых слоев сопоставима с толщиной образца.

Таблица 3.3 Измеренные и скорректированные значения остаточных напряжений

i	$a=\Delta x/h$	$\sigma_{\text{ИЗМ}}$	$\Delta\sigma_a$	σ_i	$\sigma_{\text{ИЗМ}}$	$\Delta\sigma_a$	σ_i
		α -фаза			γ -фаза		
1	0	-10	0	-10	-940	0	-940
2	0.033	+450	+31	+419	+70	-62	132
3	0.05	+870	+76	+794	+70	-51	121
4	0.066	+410	+120	+290	+280	-36	316

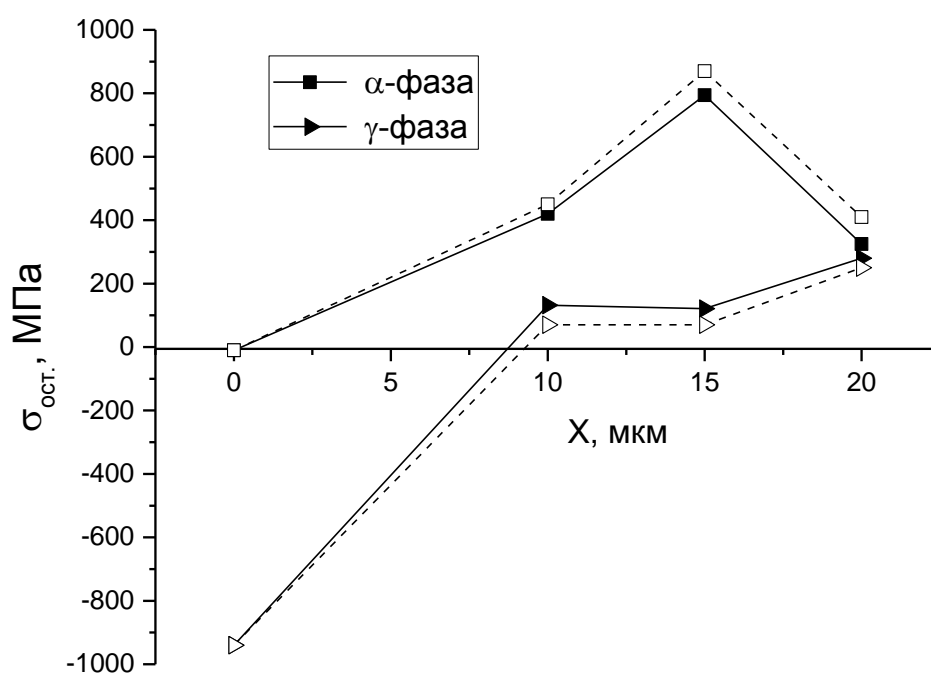
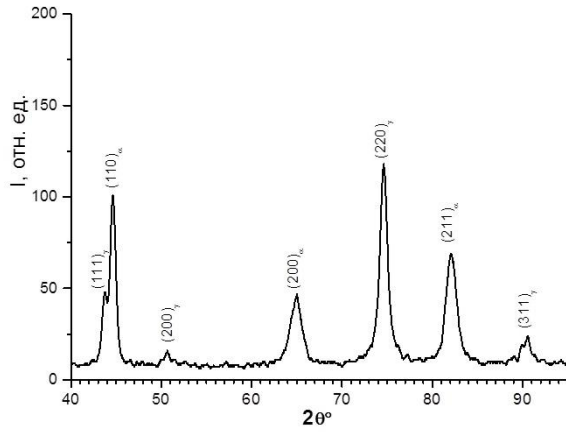


Рис.3.7. Остаточные напряжения в α - и γ -фазах на различном расстоянии от поверхности для 0,3 мм листов ТРИП-стали: штриховые линии – измеренные значения напряжений; сплошные линии – скорректированные значения напряжений

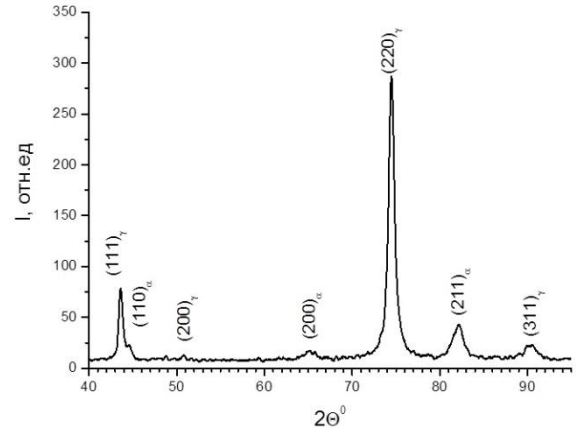
3.4. Исследование влияния отпуска при 300-600 °С на фазовый состав и текстуру γ - и α -фаз трип-стали ВНС-9Ш [96]

На рис. 3.8 и 3.9 приведены дифрактограммы образцов 0,3 мм толщины ленты из трип-стали ВНС9-Ш в состоянии поставки (СП) и после отпуска при 300-600⁰С, при этом дифрактограммы получены от образцов полученных от поверхности ленты (рис.3.8 и 3.9 а, в) и подповерхностных слоев (рис.3.8 и 3.9 б, г). Во всех случаях на дифрактограммах присутствуют рефлексы γ и α -фаз, однако в подповерхностных слоях образцов в состоянии поставки и после отпусков при 300 и 500⁰С доминирует γ –фаза, а на поверхности их становится почти одинаковое количество, даже несколько превалирует α -фаза. После отпуска при 600⁰С ситуация существенно отличается, поскольку соотношение фаз на поверхности и подповерхностных слоях отличается менее значительно (рис.3.9 в, г).

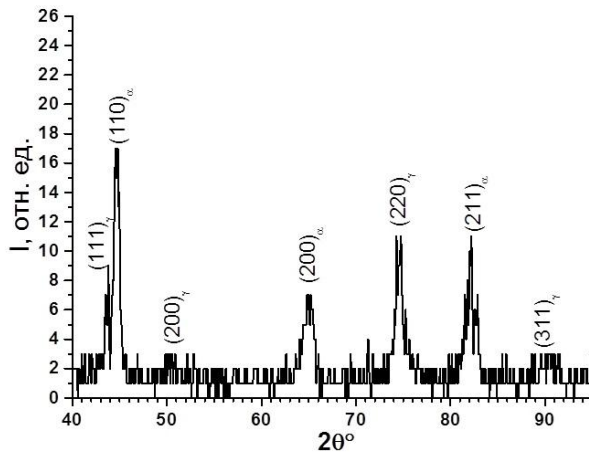
Помимо того, что по мере удаления от поверхности меняется соотношение фаз, происходят существенные изменения в относительных интенсивностях отдельных рефлексов для обеих фаз, т.е. происходит изменение текстуры. Эти изменения для γ -фазы можно видеть на примере рефлексов (111) и (220), первый из которых практически не меняется при удалении от поверхности, а второй увеличивается почти вдвое (сравнение на рис.3.8 а и б или в и г). Для того, чтобы понять механизм таких изменений необходимо проанализировать результаты количественного фазового и текстурного анализа, которые приведены на рис. 3.10-3.13. На рис.3.10 приведены зависимости объемной фракции α -фазы и основных компонентов текстуры обеих фаз от расстояния до поверхности 0,3 мм ленты из стали ВНС9-Ш в состоянии поставки. Видно, что количество α -фазы на поверхности (рис.3.10 а) почти втрое выше, чем в подповерхностных слоях и в объеме ленты.



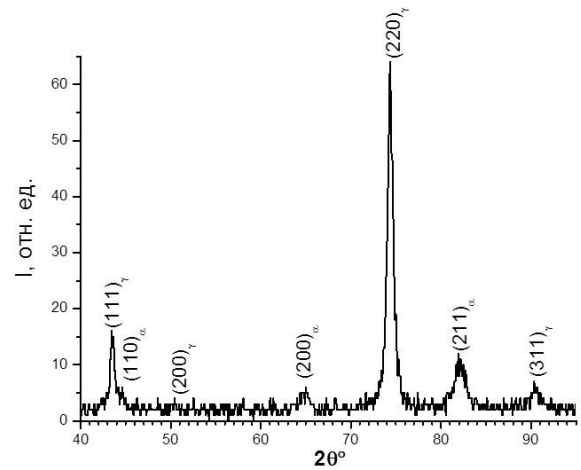
(а)



(б)

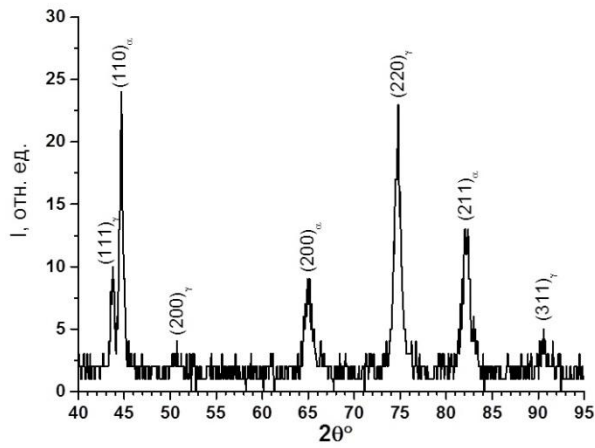


(в)

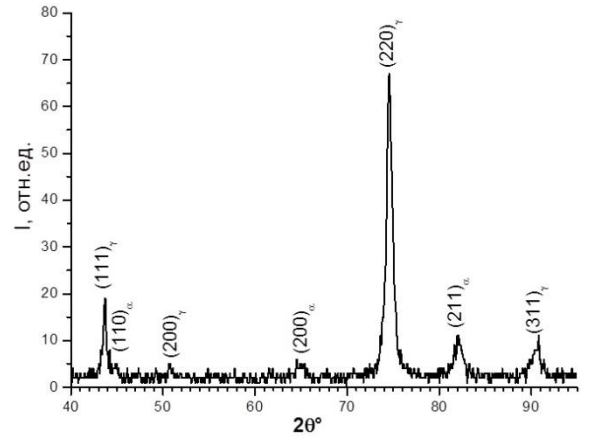


(г)

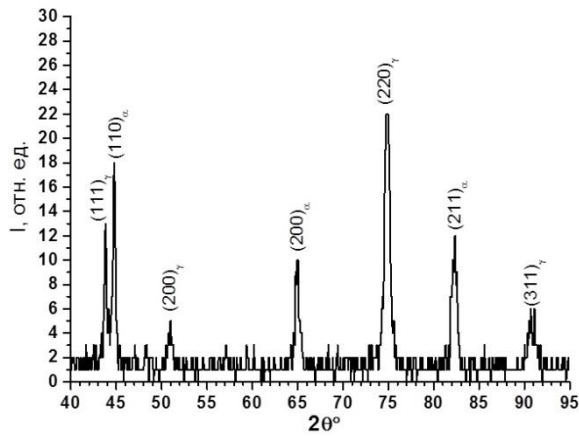
Рис.3.8. Рентгенограммы трип-стали ВНС-9Ш: (а) состояние поставки (СП), поверхность, (б) СП, 15 мкм от поверхности; (в) СП+отжиг 300⁰С, 2 часа; (г) СП+отжиг 300⁰С, 2 часа, 12 мкм от поверхности.



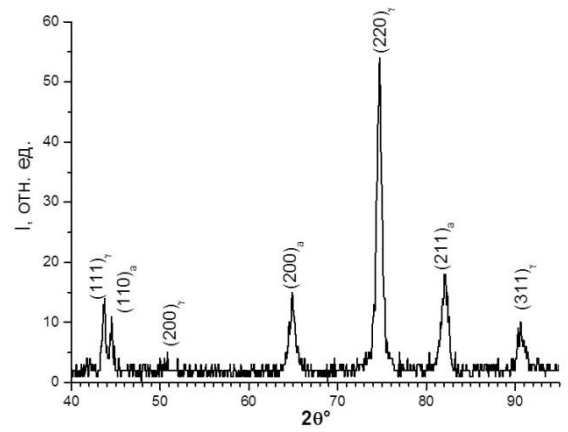
(а)



(б)



(в)



(г)

Рис.3.9 Рентгенограммы трип-стали ВНС-9Ш: (а) СП.+отжиг 500°C , 2 часа, поверхность; (б) СП+отжиг 500°C , 2 часа, 12 мкм от поверхности; (в) СП+отжиг 600°C , 2 часа; (г) СП+отжиг 600°C , 2 часа, 15 мкм от поверхности

Текстура γ -фазы соответствует ориентировке $\{110\}\langle 112\rangle$, так называемой текстуре «латуни», которая наряду с компонентами текстуры «меди» относится к типичным компонентам текстуры прокатки всех ГЦК металлов. Компонент текстуры γ -фазы $\{110\}\langle 112\rangle$ доминирует как на поверхности, так и в подповерхностных слоях, но в последних полюсная плотность этого компонента выше, чем на поверхности. Текстура α -фазы характеризуется двумя компонентами $\{112\}\langle 110\rangle$ и $\{001\}\langle 110\rangle$, которые также как и в случае γ -фазы являются типичными компонентами текстуры прокатки ОЦК металлов. При этом в подповерхностных слоях доминирует компонент текстуры $\{112\}\langle 110\rangle$, а на поверхности $\{001\}\langle 110\rangle$.

На рис. 3.11 приведены зависимости объемной фракции α -фазы и основных компонентов текстуры обеих фаз от расстояния до поверхности 0,3 мм ленты из стали ВНС9-Ш после старения при 300⁰С. На рис.3.11а 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.3.11а), однако на поверхности количество α -фазы увеличилось более чем на 10%. Характер изменения текстуры по сечению ленты в результате отпуска при 300⁰С не изменился по сравнению с состоянием поставки. Компонент текстуры «латуни» $\{110\}\langle 112\rangle$ γ -фазы также выше в подповерхностных слоях по сравнению с поверхностью (рис.3.11б). Компонент текстуры α -фазы $\{112\}\langle 110\rangle$ выше в подповерхностных слоях, а компонент $\{001\}\langle 110\rangle$ доминирует на поверхности (рис.3.11б).

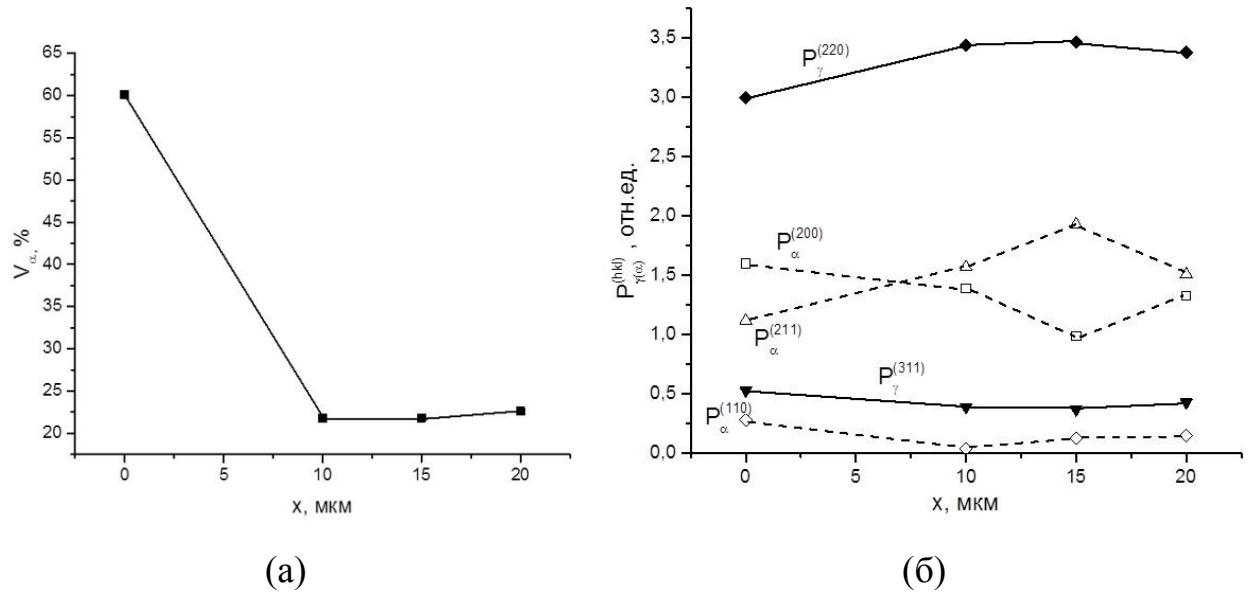


Рис.3.10. Зависимость объемной доли α -фазы (а) и полюсных плотностей рефлексов γ - и α -фаз (б) от расстояния до поверхности для трип-стали ВНС-9Ш в состоянии поставки (СП).

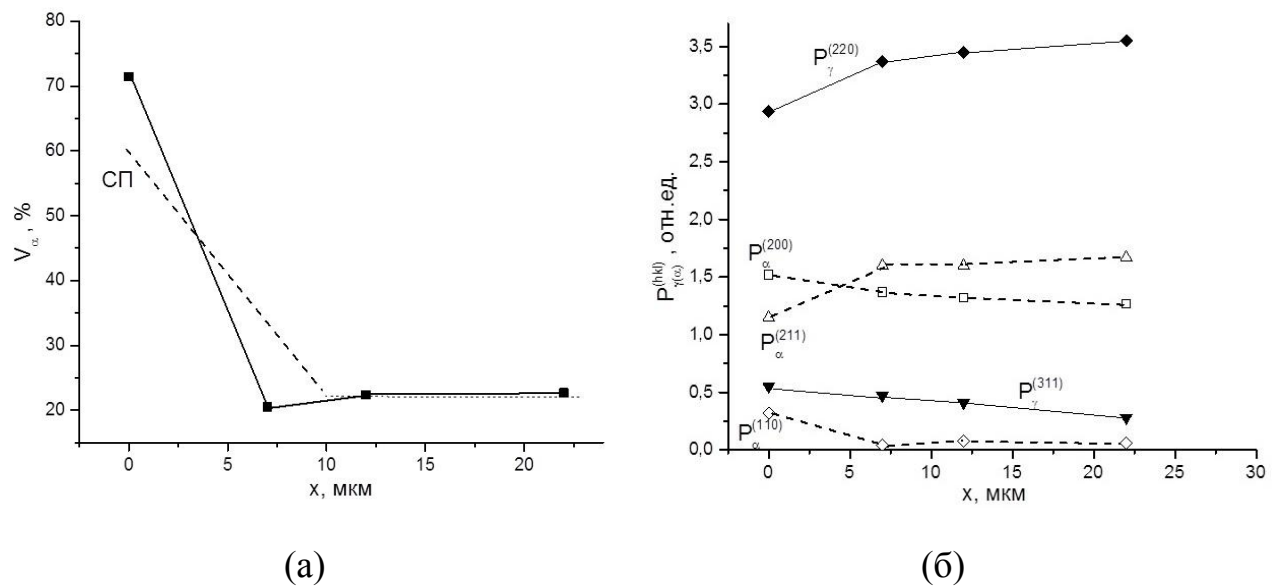


Рис. 3.11. Зависимости объемной фракции α -фазы (а) и полюсных плотностей рефлексов γ - и α -фаз (б) от расстояния от поверхности для трип-стали ВНС-9Ш после старения при 300°C , 2 часа

На рис. 3.12 приведены зависимости объемной фракции α -фазы и основных компонентов текстуры обеих фаз от расстояния до поверхности 0,3

мм ленты из стали ВНС9-Ш после старения при 500°C . На рис.3.12а видно, что 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%. Характер изменения текстуры по сечению ленты в результате отпуска при 500°C такой же, как и в СП и после старения при 300°C . Компонент текстуры «латуни» $\{110\}\langle 112\rangle$ γ -фазы выше в подповерхностных слоях по сравнению с поверхностью (рис. 3.12б). Компонент текстуры α -фазы $\{112\}\langle 110\rangle$ выше в подповерхностных слоях, а компонент $\{001\}\langle 110\rangle$ выше на поверхности (рис. 3.12б).

На рис. 3.13 приведены зависимости объемной фракции α -фазы и основных компонентов текстуры α - и γ -фаз от расстояния до поверхности 0,3 мм ленты из стали ВНС9-Ш после старения при 600°C . Отчетливо видно (рис. 3.13а), что нагрев до 600°C 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 в результате отпуска при 600°C подчиняется тем же закономерностям, что и после отпуска при 300 и 500°C , но интенсивность этих изменений отличается (рис. 3.13б). Так текстурный компонент $\{110\}\langle 112\rangle$ γ -фазы снижается в поверхностном слое сильнее, чем после отпуска 300 и 500°C (рис. 3.13б). Компоненты текстуры α -фазы напротив изменяются слабее, чем после отпуска 300 и 500°C , в результате чего компонент текстуры $\{112\}\langle 110\rangle$ хоть и снижается в поверхностном слое, но остается выше, чем компонент $\{001\}\langle 110\rangle$ (рис. 3.13б).

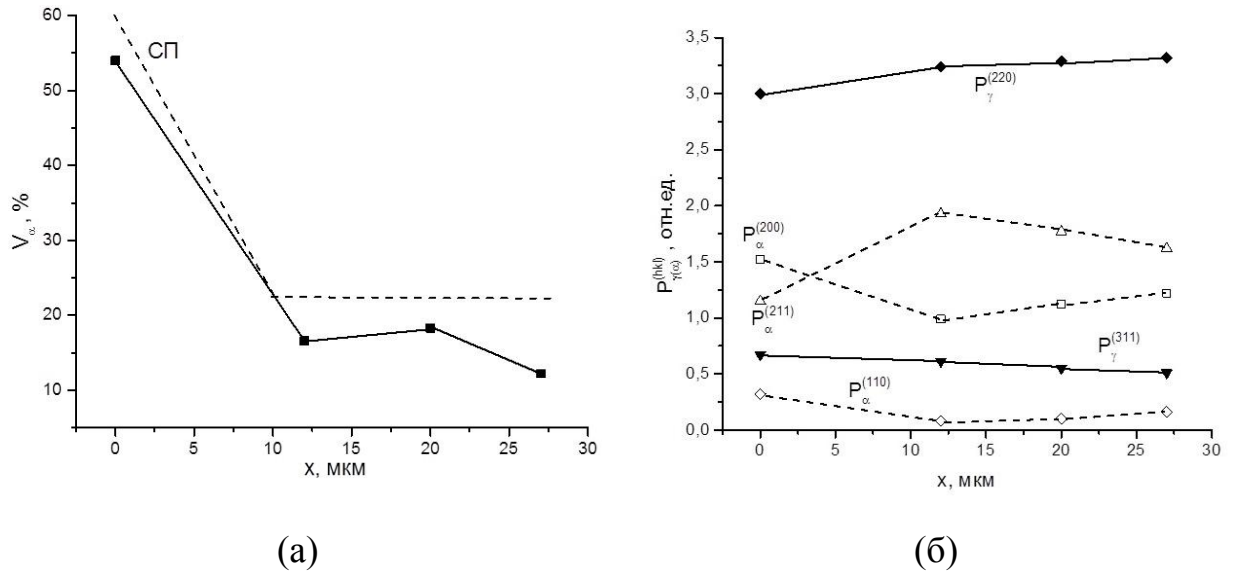


Рис. 3.12. Зависимости объемной фракции α -фазы (а) и полюсных плотностей рефлексов γ - и α -фаз (б) от расстояния до поверхности трип-стали ВНС-9Ш после старения при 500°C , 2 часа

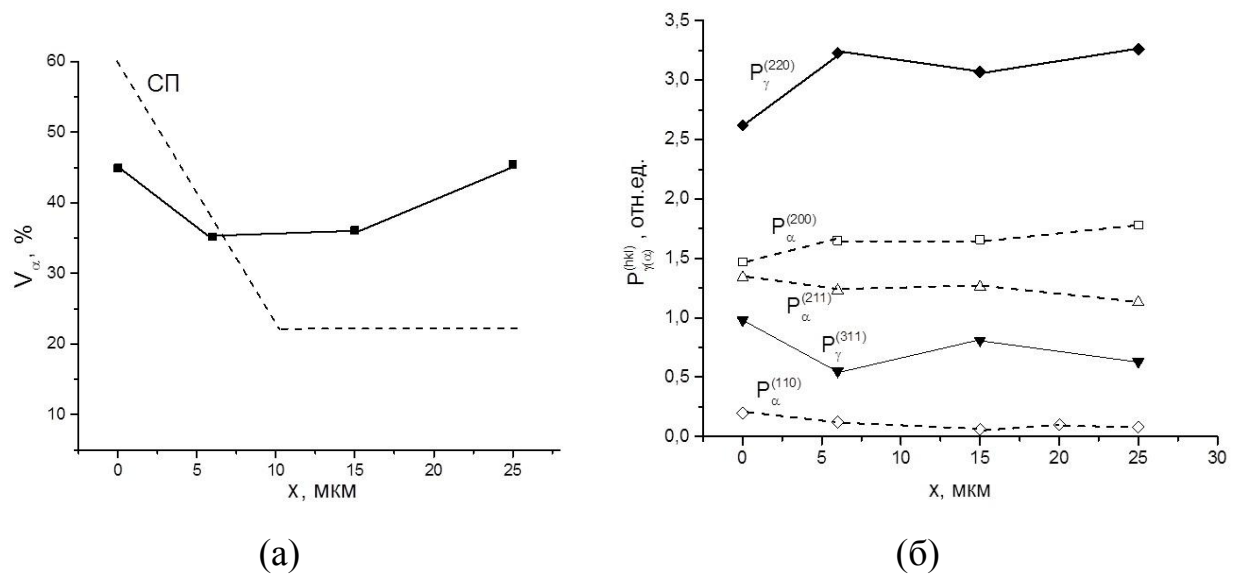


Рис. 3.13. Зависимости объемной фракции α -фазы (а) и полюсных плотностей рефлексов γ - и α -фаз (б) от расстояния до поверхности для трип-стали ВНС-9Ш после старения при 600°C , 2 часа

Приведенные результаты изменения фазового состава и текстуры γ - и α -фаз по сечению 0,3 мм ленты из сплава ВНС9-Ш свидетельствуют о том, что в результате холодной прокатки в материале формируется градиентная структура, которая характеризуется наличием $\sim 80\%$ γ -фазы в объеме ленты, при этом в поверхностном слое толщиной 5-10 мкм количество γ -фазы снижается до $\sim 40\%$ в результате $\gamma \rightarrow \alpha'$ мартенситного превращения. Исследование напряженного состояния в этом материале в разделе 3.2 показало наличие в поверхностном слое сжимающих остаточных напряжений более 800 МПа, при этом в подповерхностных слоях напряжения растягивающие. Вероятно, что мартенситное превращение в поверхностном слое стимулировано растягивающими напряжениями, вызванными силами трения между металлом и валками при прокатке. Мартенситное превращение происходит в тонком поверхностном слое, в котором растягивающие напряжения превышают критическую величину, и сопровождается положительным объемным эффектом, который приводит к формированию сжимающих напряжений. В подповерхностном слое, в котором растягивающие напряжения ниже критических мартенситного превращения не происходит и сохраняются растягивающие напряжения, а также значительное количество метастабильного остаточного аустенита, который обеспечивает трип-эффект при эксплуатационных нагрузках.

Приведенный механизм формирования структурно-фазового и напряженного состояния в стали находит подтверждение в результатах текстурного исследования. Анализ текстурных переходов γ - и α -фаз по сечению 0,3 мм ленты в состоянии поставки и после старения при 300 и 500⁰С (рис. 3.10-3.12 б) показывает, что во всех случаях в поверхностном слое происходит ослабление основных компонентов текстуры γ -фазы $\{110\}\langle 112\rangle$ и α -фазы $\{112\}\langle 110\rangle$ и усиление компонента текстуры α -фазы $\{001\}\langle 110\rangle$. Известно [97-100], что в соответствии с ориентационными соотношениями Курдюмова-Закса текстурный компонент γ -фазы $\{110\}\langle 112\rangle$ в результате мартенситного превращения дает три компонента текстуры

$\{100\}\langle 011\rangle$, $\{332\}\langle 113\rangle$ и $\{111\}\langle 112\rangle$ α -фазы. Таким образом, треть всех зерен γ -фазы с ориентировкой $\{110\}\langle 112\rangle$ в результате $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения приобретают ориентировку $\{100\}\langle 011\rangle$ α -фазы в том, разумеется, случае, когда отсутствует так называемый «отбор вариантов» превращения, который может изменить соотношение долей указанных трех вариантов в пользу наиболее благоприятного с точки зрения внешних условий, например соответствия деформации решетки и внешней нагрузки.

Это объясняет почему в результате мартенситного превращения γ -фазы с текстурой $\{110\}\langle 112\rangle$ увеличивается полюсная плотность компонента $\{100\}\langle 011\rangle$ и уменьшается полюсная плотность основного компонента текстуры α -фазы $\{112\}\langle 110\rangle$. Действительно последний компонент доминирует только в 22% не превращенной α -фазы, но полностью отсутствует в 38% превращенной α -фазы в поверхностном слое, примерно треть которого составляют зерна с ориентировкой $\{100\}\langle 011\rangle$, доля которой естественно увеличивается, а ориентировки $\{112\}\langle 110\rangle$ убывает.

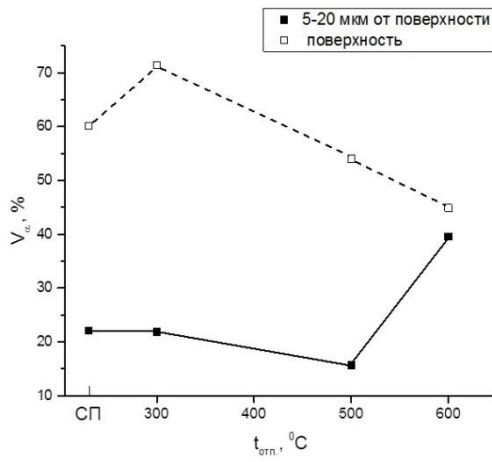
Значения полюсной плотности нормируются на суммарную интенсивность рефлексов, которая пропорциональна количеству фазы. Поэтому при изменении количества фазы полюсная плотность рефлексов не должна меняться в том случае, когда все зерна независимо от их ориентации одинаково участвуют в превращении. Поэтому ослабление полюсной плотности основного компонента текстуры γ -фазы $\{110\}\langle 112\rangle$ в поверхностном слое свидетельствует о снижении доли зерен с этой ориентировкой в результате мартенситного превращения, т.е. о том, что зерна основного текстурного компонента более активно участвуют в мартенситном превращении по сравнению с зернами с другими ориентировками.

На рис. 3.14а показаны обобщенные зависимости количества α -фазы от температуры отпуска для поверхности и подповерхностных слоев (усредненные значения). На рис. 3.14б приведены зависимости от температуры отпуска предела прочности на растяжение и предела усталости.

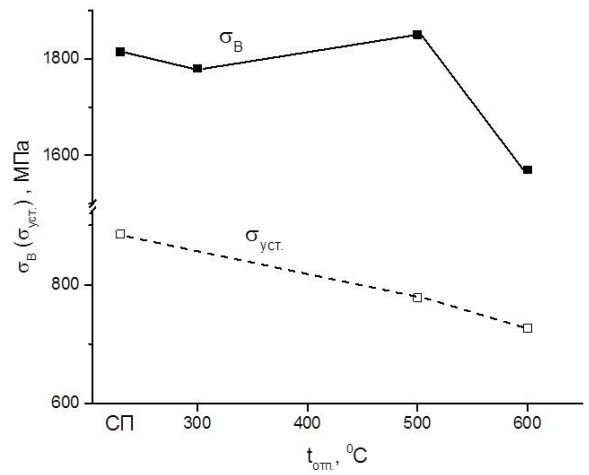
Верхняя и нижняя кривые на рис. 3.14а коррелируют с определенными механическими свойствами, поскольку отражают существенные для формирования этих свойств особенности структурно-фазового и напряженного состояний.

Нижняя кривая на рис. 3.14а показывает количество мартенсита в подповерхностных слоях и объеме ленты, поэтому минимальное его количество при 500°C 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°C (рис. 3.14а) 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°C приводит к снижению предела усталости почти на 100 МПа по сравнению с состоянием поставки (рис. 3.14б) несмотря на то, что показатели прочности после старения при 500°C 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.



(а)



(б)

Рис. 3.14. Влияние температуры отпуска на фазовый состав в поверхностном и подповерхностных слоях (а) и механические свойства (б) трип-стали ВНС9-Ш

Выводы по 3 главе

1. 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.
2. Предложена новая методика измерения остаточных напряжений, которая в отличие от стандартной рентгеновской методики $\sin^2\psi$ позволяет избежать проблем, обусловленных гетерогенностью химического состава и напряженного состояния в трип - сталях, которая основана на измерении параметров решетки для различных рефлексов и разделении вклада напряжений и состава твердого раствора на основе особенностей упругой анизотропии кристаллической решетки.
3. 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 $Md_{30} = 389 - 465$ °С.
4. Показано, что положительный объемный эффект $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в стали ВНС9-Ш при холодной прокатке приводит к релаксации высоких растягивающих напряжений (до 850 МПа) в α -фазе и формированию сжимающих напряжений -950 МПа в аустените, в котором до превращения растягивающие напряжения не превышали 280 МПа.

5. С помощью количественного фазового и текстурного анализа исследовали влияние отпуска при 300-600⁰С на структурно-фазовые и ориентационные изменения в 0,3 мм ленте из трип-стали ВНС9-Ш.
6. Показано, что холодная прокатка трип-стали приводит к формированию гетерогенной структуры, состоящая из 78% 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.
7. 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.
8. 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, снижение количества аустенита при 600⁰С до 55% приводит к снижению предела прочности до 1570 МПа.
9. Наличие поверхностного слоя с высоким уровнем сжимающих напряжений препятствует распространению усталостной трещины, поэтому уменьшение доли мартенсита в поверхностном слое до 54% после старения при 500⁰С по сравнению с 60% в состоянии поставки приводит к снижению предела усталости почти на 100 МПа.

Глава 4. Рентгеноструктурные исследования фазового состава и остаточных напряжений в сварном соединении рельсовой стали [101]

В настоящей главе приведены результаты исследования распределения остаточных напряжений в фрагментах рельсов в исходном состоянии, после сварки и после нанесения наплавов из меди, бронзы, стеллита и комбинированного покрытия из меди и стеллита. Существует множество методов измерения остаточных напряжений, основанных в большинстве своем на удалении напряженного слоя (разрезкой, сверлением или травлением) и измерении возникших в результате этого деформаций [102]. На этом эффекте основаны многие методы определения остаточных напряжений в деталях конструкций, наиболее известным из которых является метод Давиденкова. Способы расчета этого эффекта хорошо развиты и основаны на вычислении осевых и изгибающих напряжений в оставшемся после стравливания материале, которые компенсировали соответствующие напряжения в стравленных слоях.

Принципиальные недостатки этих методов связаны с тем, что они являются разрушающими и требуют вырезки специальных образцов, при этом измеряется деформация прогиба, которая пропорциональна сумме главных напряжений в плоскости образца. Последнее обстоятельство делает его малопродуктивным для двухосного напряженного состояния, особенно в случае напряжений разного знака. Наиболее существенным недостатком является то, что при реализации метода Давиденкова удаление напряженного слоя производится непосредственно в процессе измерения, что может осуществляться только травлением. При этом невозможно избежать неравномерности удаления слоев, что ограничивает максимальную глубину измерения напряжений. Это особенно существенно для изучения процессов формообразующей дробеструйной обработки, когда интенсивные деформационные процессы затрагивают все сечение изделия.

В этом плане представляется эффективным использование рентгеновского метода, который является единственным неразрушающим методом измерения остаточных напряжений и позволяет определять все компоненты тензора напряжений [103-109]. Важно также, что в этом методе базой измерения является параметр кристаллической решетки, а не величина прогиба, как в случае механических методов, и по этой причине рентгеновский метод допускает использование любых способов удаления поверхностных слоев, обеспечивающих равномерность их удаления, например шлифованием с последующим удалением тонкого наклепанного слоя травлением. В работе [22] выведены расчетные соотношения, позволяющие скорректировать эффект удаления поверхностных слоев на измеряемые значения остаточных напряжений.

Нанесение покрытий осуществляли при двух режимах электроимпульсного процесса, характеризующегося малыми и высокими значениями тока (МТ и ВТ соответственно). При этом применительно к материалу рельса использовали метод « $\sin^2\psi$ », а для измерения напряжений в покрытии использовали оригинальный метод, позволяющий скорректировать неоднородность периодов решетки по толщине образца.

На рис.4.1 приведена схема проведения эксперимента и обозначений измеряемых напряжений. Если обозначить долевое направление рельса за «X», направление ширины «Y» и высотное направление за «Z», тогда напряжения можно обозначить с помощью стандартных тензорных обозначений, когда компонент напряжений σ_{ij} обозначает напряжение в направлении «j», приложенное в плоскости, нормальной направлению «i». Тогда напряжения, измеренные в продольном сечении, нормальном направлению ширины рельса (σ_{yx}) обозначим как 2-1, 2-2, 2-3, 2-4, 2-5, 2-6, 2-7. При этом 2-1 измерили в центре шва, а каждое следующее измерение отстоит на 5 мм (табл.4.1). Напряжения, измеренные в поперечном сечении, нормальном направлению высоты рельса и направленные вдоль рельса (σ_{zx}) обозначим как 1-1, 1-2, 1-3. (табл.4.1), а напряжения в направлении ширины

рельса (σ_{zy}) как 1-4, 1-5 (табл.4.1). Больше количество измерений осуществлено в направлении, перпендикулярном сварному шву, которое является критичным для оценки его работоспособности.

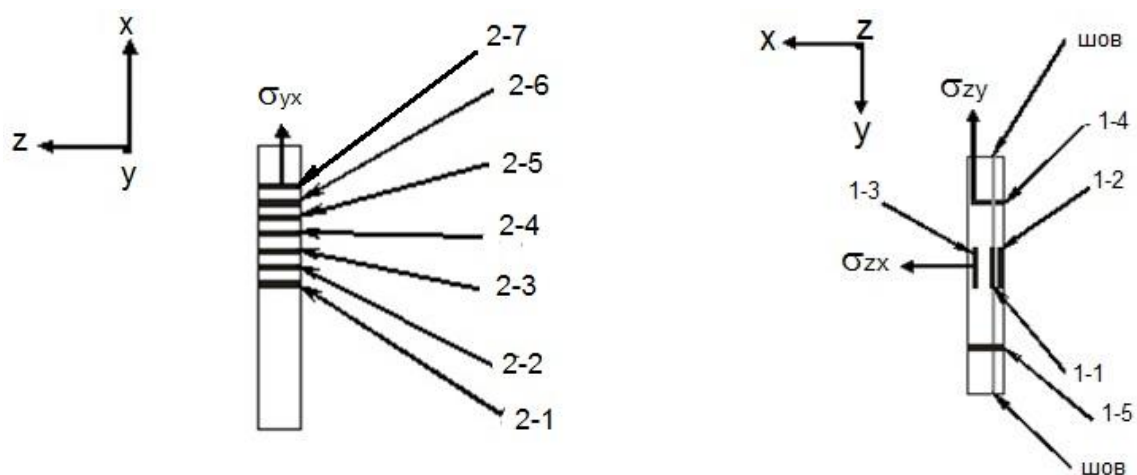


Рис.4.1. Схема рентгеновской съемки сварного соединения: (а) – продольное сечение рельса, нормальное направлению его ширины; (б) поперечное сечение, нормальное высотному направлению рельса; X – направление длины; Y – направление ширины рельса; Z –высотное направление рельса

На рис.4.2 приведена дифрактограмма, полученная для продольного сечения сварного соединения из зоны шва. На дифрактограмме представлены различные рефлексы α -Fe и слабые отражения от цементита. Интенсивности рефлексов α -Fe свидетельствуют об отсутствии выраженной кристаллографической текстуры. Дифрактограммы от продольного и поперечного сечений сварного соединения, удаленных на разное расстояние от шва (рис.4.1) практически не отличаются, что свидетельствует о том, что фазовый состав рельсовой стали в сварном соединении остается постоянным по сечению (α -Fe и следы цементита), что соответствует перлитной структуре рельсовой стали, при этом исходное бестекстурное состояние сохраняется во всех исследованных зонах сварного соединения.

На рис.4.3а приведены зависимости межплоскостных расстояний (d_ψ) от $\sin^2\psi$ для образцов сварного соединения в продольном сечении и в поперечном сечении (рис.4.3 б, в), на основании которых с помощью метода наименьших квадратов рассчитаны значения остаточных напряжений, которые представлены на рис. 4.4. В табл. 4.1 приведены скорректированные на величину остаточных напряжений по уравнению (3.8) из предыдущей главы значения периодов решетки (a_0). При этом в качестве величины второго главного напряжения ($\sigma_2=\sigma_{zy}$) для всех образцов использовали среднюю величину остаточных напряжений в параллельном шву направлении, измеренных на образцах 1-4 и 1-5 (табл.4.1).

$$\sigma_2=(\sigma_{ост}^{1-4}+\sigma_{ост}^{1-5})/2=(-367-296)/2=-331,5 \text{ МПа}$$

Результаты, представленные на рис.4.4 показывают, что перпендикулярно шву действуют сжимающие напряжения, которые варьируются от -412 до -517 МПа. Остаточные напряжения в направлении ширины рельсов измерили в зонах, которые включают в себя шов и околошовную зону (рис.4.1).

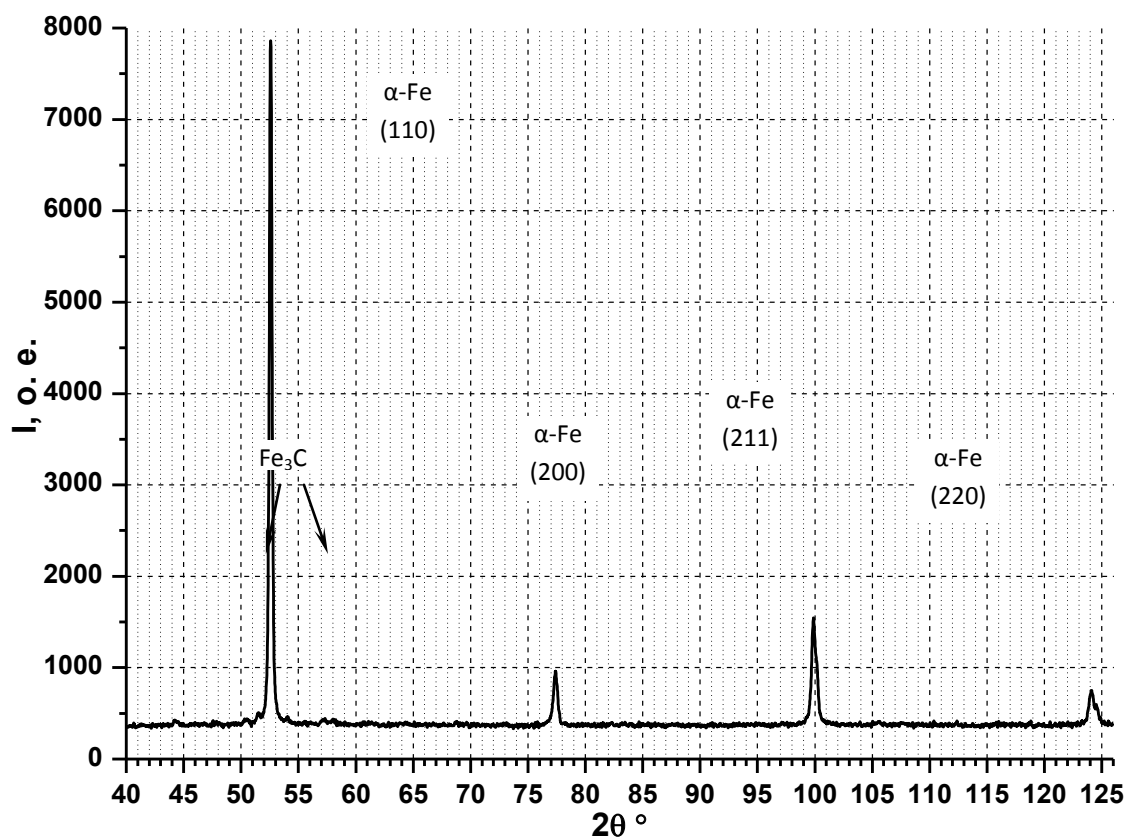
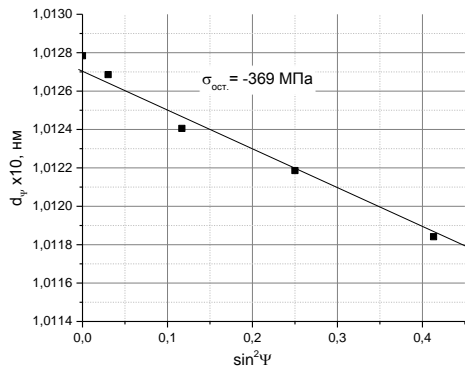


Рис.4.2. Дифрактограмма образца 2-1 сварного соединения (продольное сечение, зона шва)

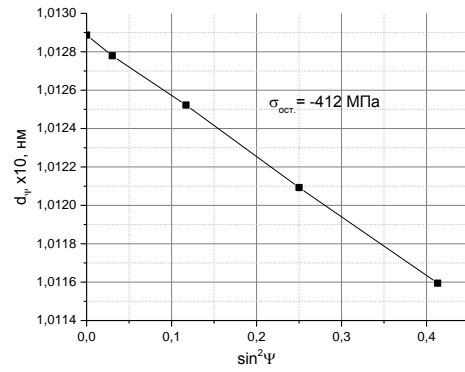
Однако усредненная величина этих напряжений также свидетельствует о сжимающих напряжениях, а их величина превышает 300 МПа, что позволяет рассчитывать, что, по крайней мере, в зоне шва и ЗТВ напряжения в направлении ширины являются сжимающими и в локальных областях исследуемых зон (образцы 1-4 и 1-5). Поэтому следует ожидать, что в направлении толщины должны действовать растягивающие напряжения. Такое напряженное состояние является благоприятным с точки зрения рабочих напряжений, возникающих при эксплуатации сварных соединений, поскольку направления остаточных напряжений противоположны действующим напряжениям, которые являются сжимающими в высотном направлении рельс.

Табл.4.1. Величины остаточных напряжений и скорректированные значения периодов решетки различных зон сварного соединения рельс

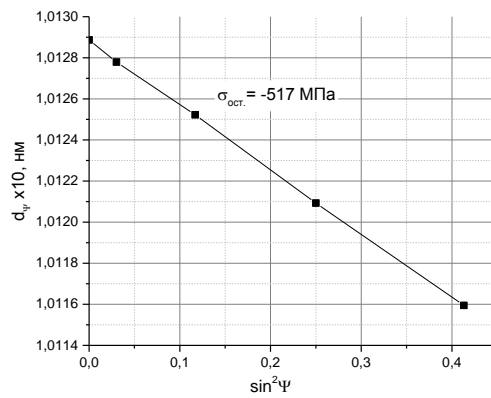
№№	Сечение	Направление напряжения	Расст. от шва	$-\sigma_{ост}$
			мм	МПа
2-1	Прод	σ_{yx}	0	369
2-2	Прод	σ_{yx}	5	312
2-3	Прод	σ_{yx}	10	331
2-4	Прод	σ_{yx}	15	359
2-5	Прод	σ_{yx}	20	317
2-6	Прод	σ_{yx}	25	394
2-7	Прод	σ_{yx}	30	369
1-1	Попер.	σ_{zx}	0	412
1-2	Попер.	σ_{zx}	3	517
1-3	Попер.	σ_{zx}	6	430
1-4	Попер.	σ_{zy}	0	367
1-5	Попер.	σ_{zy}	0	296



(a)

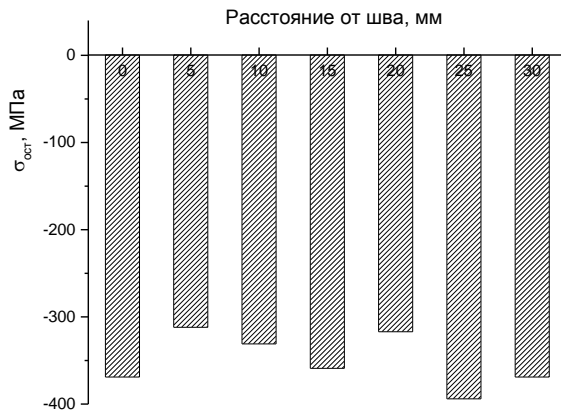


(б)

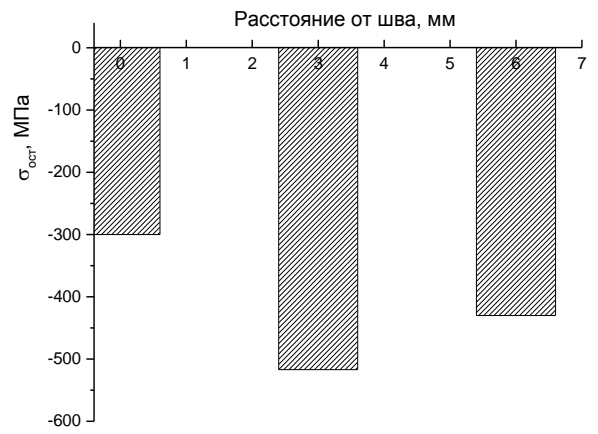


(в)

Рис.4.3. Зависимость d_{ψ} от $\sin^2 \psi$ для сварного соединения: (а) образец 2-1 (продольное сечение, зона шва, σ_{yx}); (б) образец 1-1 сварного соединения (поперечное сечение, зона шва, σ_{zx}); образец 1-2 сварного соединения (поперечное сечение, 3 мм от шва, σ_{zx})



(a)



(б)

Рис.4.4. Зависимость остаточных напряжений от расстояния до центра шва сварного соединения рельса: (а) продольное сечение; (б) поперечное сечение

Во второй части работы исследован фазовый состав, периоды решетки и остаточные напряжения в материале покрытий на рельсовой стали из меди, бронзы, стеллита и комбинации стеллита и меди. Экспериментальные результаты представлены в виде графиков, на которых представлены периоды решетки, рассчитанные для различных рефлексов ГЦК решетки Cu, твердого раствора на основе Cu (бронза) и твердого раствора на основе Co (стеллит), которые соответствуют кристаллографическим направлениям, характеризующимся различной величиной упругих модулей. В соответствии с этим при наличии упругих напряжений в материале покрытий, деформация решетки будет обратно пропорциональна величине этих модулей и это дает возможность оценить величину остаточных напряжений в покрытиях. Методика оценки величины остаточных напряжений рассмотрена на примере ТРИП-сталей в предыдущей главе. На рис.4.5 приведены графики, на которых представлены периоды ГЦК решетки γ -Fe, рассчитанные по уравнению 3.6 для различных рефлексов γ -Fe при действии упругих напряжений ± 500 МПа.

Необходимо подчеркнуть, что на всех рентгенограммах покрытий присутствуют дифракционные линии от материала подложки, при этом их интенсивность практически не меняется по мере удаления от поверхности покрытия, что свидетельствует о том, что процесс нанесения покрытия сопровождался расплавлением поверхностных слоев подложки и полным перемешиванием материала подложки и покрытия по всему сечению покрытия.

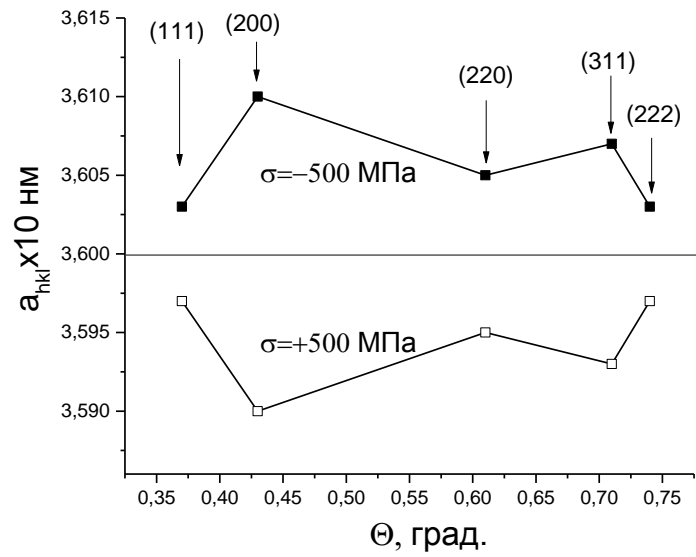


Рис.4.5. Параметры решетки (hkl) рефлексов, рассчитанные из уравнения (3.6) для остаточных напряжений сжатия и растяжения в γ -Fe

На рис. 4.6 представлены значения периодов ГЦК решетки стеллита, рассчитанные из измеренных межплоскостных расстояний для различных его рефлексов. Сопоставление характера зависимости на рис.4.6 с расчетными значениями периодов ГЦК решетки (рис.4.5) показывает, что в исследуемой наплавке присутствуют значительные растягивающие напряжения. Для оценки величины этих напряжений с помощью уравнения (3.9) необходимо знать значения монокристаллических упругих констант для стеллита, данные о которых отсутствуют. Тем не менее, можно предположить, что величины упругих модулей стеллита, в состав которого входит до 5% вольфрама и до 1,5% углерода, будет выше, чем у кобальта, упругие модули которого близки к γ -Fe (рис.4.5). Однако эта разница будет незначительной по сравнению с разницей в прочности и твердости, поскольку упругие свойства в отличие от прочностных подчиняются правилу аддитивности, а доля карбидов в стеллите не может быть существенной даже с учетом атомной доли углерода и стехиометрии карбидов.

В этой связи, используя упругие константы кобальта, мы можем оценить несколько заниженный уровень остаточных напряжений, который соответствует ~ 700 МПа. С учетом того, что реальный уровень напряжений может быть еще выше следует признать, что величина остаточных растягивающих напряжений очень высокая. Чтобы оценить характер остаточных напряжений в подповерхностных слоях наплавки были проведены измерения периодов решетки после удаления с помощью травления слоя в 100-120 мкм. Рентгеновские исследования 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 [22]. 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 преобладали 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 (плохая адгезия) или разрушением самого покрытия (плохая когезия). Поэтому наличие остаточных напряжений является свидетельством хороших адгезионных характеристик наплавки.

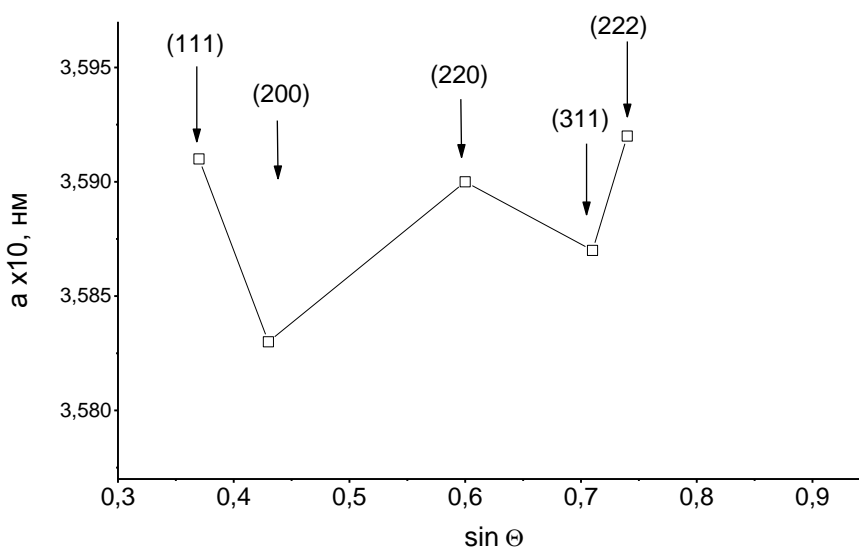


Рис.4.6. Периоды решетки (hkl) рефлексов для наплавки из стеллита

Выводы по 4 главе

1. Исследовали распределения характеристик фазового состава и напряженного состояния в сварном соединении рельсовой стали и в наплавке из стеллита методом рентгеноструктурного анализа
2. Фазовый состав рельсовой стали в сварном соединении остается постоянным по сечению и соответствует наличию феррита (α -Fe) и следов цементита, при этом исходное бестекстурное состояние сохраняется во всех исследованных зонах сварного соединения.
3. В нормальном сварном шву направлении действуют сжимающие напряжения, которые варьируются от -412 до -517 МПа.
4. Остаточные напряжения в направлении ширины рельсов также являются сжимающими, и их величина превышает 300 МПа, что дает основания предполагать, что в высотном направлении должны действовать растягивающие напряжения.
5. Оценка напряженного состояния в сварном соединении рельс свидетельствует о том, что они направлены противоположно действующим при эксплуатации сваренных рельсов напряжениям, которые являются сжимающими в высотном направлении рельс.
6. В поверхностном слое наплавки из стеллита 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.

Глава 5. Закономерности формирования текстуры в TiN и ZrN вакуумных ионно-плазменных покрытиях [110, 111]

Вакуумная ионно-плазменная обработка (ВИП) позволяет формировать широкую гамму поверхностных структур, включающих разнообразные варианты металлических и неметаллических подложек и различные виды функциональных покрытий, обеспечивающих необходимые эксплуатационные свойства изделий машиностроения. Свойства покрытий зависят, в первую очередь, от их конструкции, химического и фазового составов, микроструктуры, а также от текстуры и остаточных напряжений. Текстура благодаря ее высокой чувствительности к различным аспектам процесса формирования покрытия имеет важное значение для обеспечения заданного комплекса их свойств.

Таким образом, изменение состава или параметров процесса нанесения покрытий может по-разному воздействовать на текстуру покрытий, при этом до сих пор не сложилось четких представлений о взаимосвязи между текстурой и свойствами покрытий, что препятствует поиску наиболее эффективных способов оптимизации их эксплуатационных свойств. В настоящей главе исследовали влияние опорного напряжения на текстуру и свойства TiN и ZrN покрытий, полученных методом ВИП.

5.1 Закономерности формирования текстуры TiN и ZrN покрытий

В процессе формирования покрытий TiN и ZrN ускоряющее опорное напряжение является важным технологическим параметром, определяющим энергетический вклад потока газометаллической плазмы в ускорение и эффективность плазмохимических процессов образования фаз внедрения. При низком опорном напряжении $U_{оп} = -10$ В интенсивности всех рефлексов TiN покрытия близки к значениям, соответствующим бестекстурному состоянию (рис. 5.1). Повышение $U_{оп}$ до -100 В обуславливает повышение

температуры, интенсификации всех процессов на поверхности подложки, что приводит к принципиальному изменению рентгенограммы покрытия (рис.5.2), свидетельствующей о формировании выраженной текстуры (111). Так, на рентгенограммах присутствуют только рефлексы (111) и (222), которые соответствуют отражениям 1-го и 2-го порядков от атомной плоскости (111) решетки δ -TiN (решетка типа NaCl).

Для ZrN покрытия также характерно усиление интенсивности текстуры (111) с увеличением $U_{\text{оп}}$ от -10 В до -100 В (рис. 5.3, 5.4). Однако сопоставление полюсных плотностей основных ориентировок для TiN и ZrN покрытий показывает некоторые существенные различия. В частности, полюсная плотность рефлексов TiN покрытий при $U_{\text{оп}} = -10$ В варьируется от 0,8 до 1,2 (рис. 5.5а), т.е. полностью соответствует бестекстурному состоянию, в то время как для ZrN покрытий вариации полюсная плотность существенно выше и составляет 0,5-1,5 единиц бестекстурного эталона (рис.5.6, а).

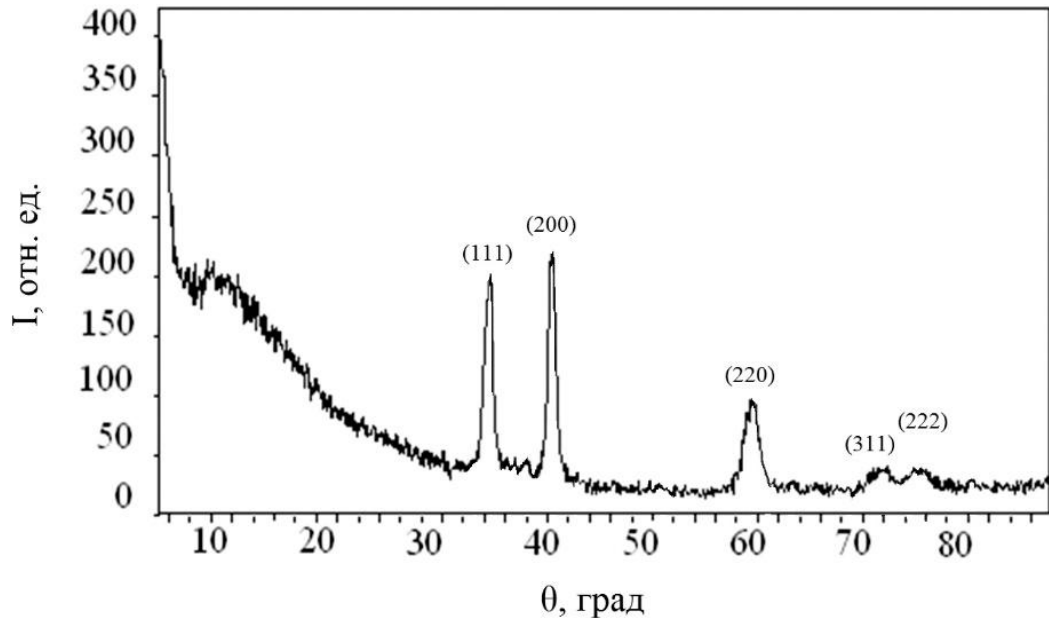


Рис. 5.1. Рентгенограммы TiN покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при опорном напряжении -10 В

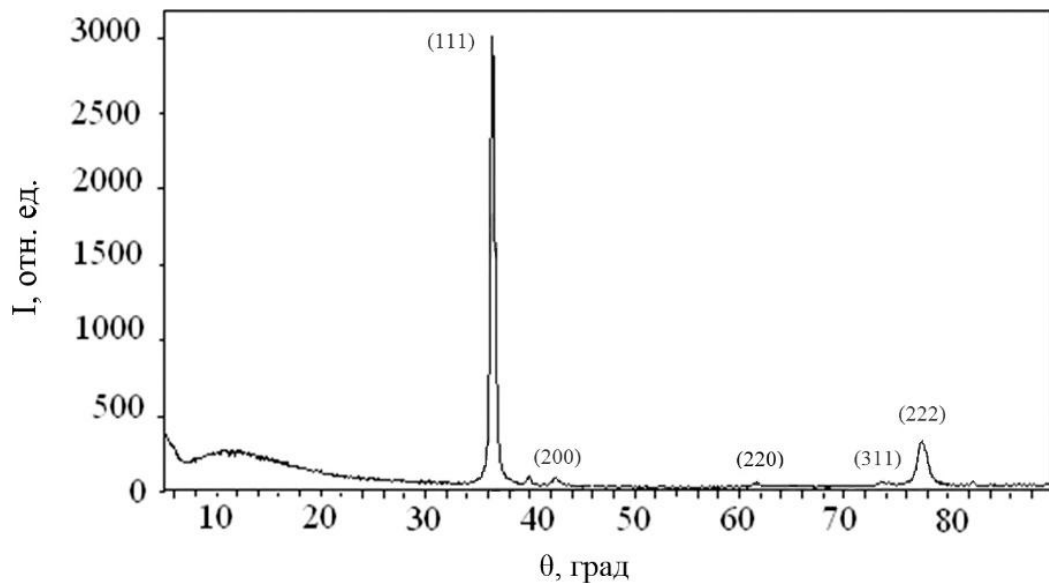


Рис. 5.2. Рентгенограммы TiN покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при опорном напряжении -100 В

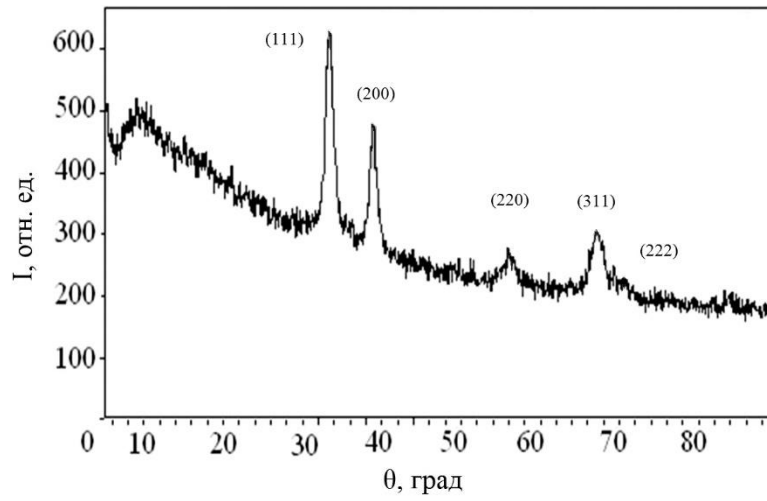


Рис. 5.3. Рентгенограммы ZrN покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при опорном напряжении -10 В

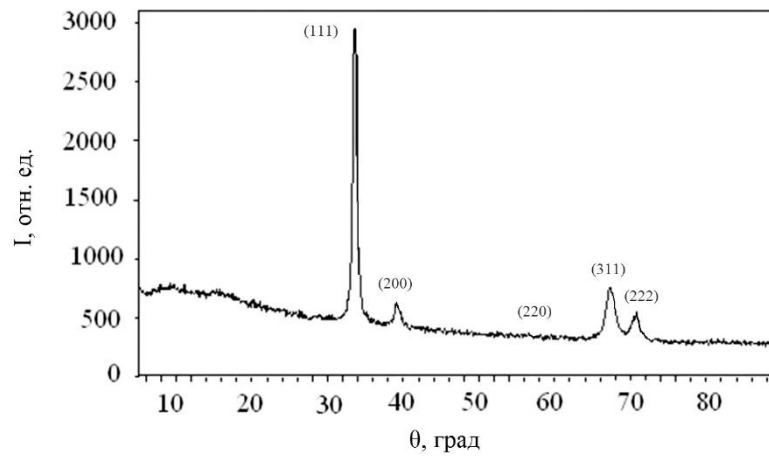


Рис. 5.4. Рентгенограммы ZrN покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при опорном напряжении -100 В

При увеличении опорного напряжения до -100 В полюсная плотность отражений от плоскости (111) TiN покрытия увеличивается с 1,2 до 3,45, а полюсные плотности остальных ориентаций снижаются: до 0,4 для (113) и ниже 0,1 для (001) и (011) ориентаций (см. рис. 5.5а). В отличие от TiN покрытия текстура ZrN является двухкомпонентной: в ней кроме основной компоненты (111), аналогичной TiN, присутствует также текстурная компонента (311). Эти различия тем не менее практически не отразились на характере изменения твердости: она снизилась приблизительно в два раза при повышении $U_{\text{оп}}$ от -10 В до -100 В для обоих покрытий (рис. 5.3б и 5.4б).

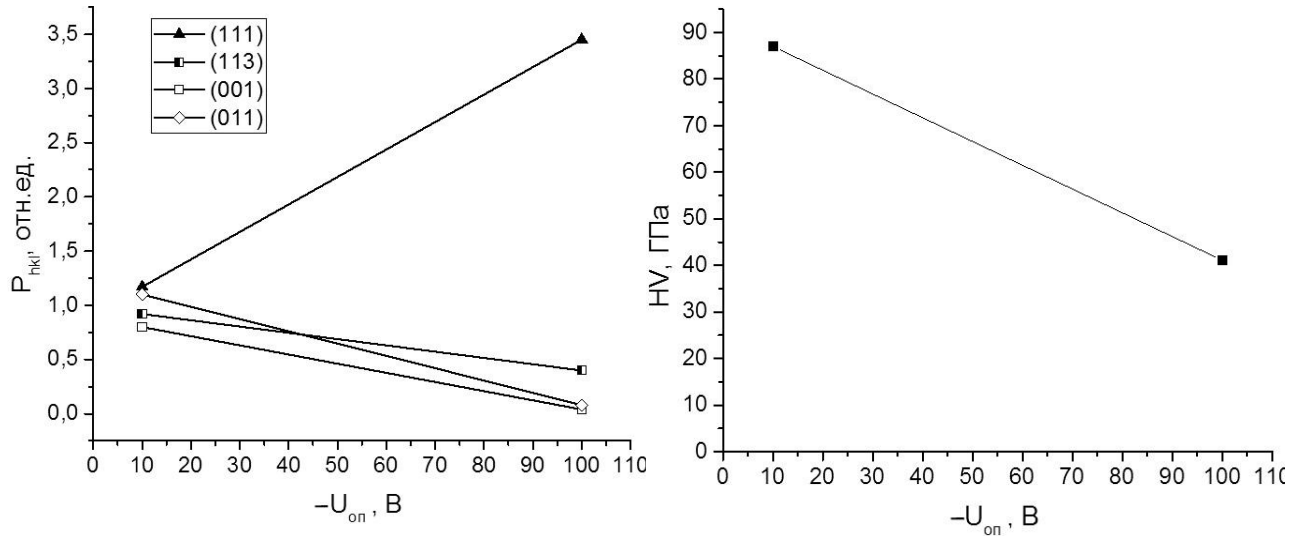


Рис. 5.5. Зависимость полюсной плотности ориентировок (hkl) (а) и твердости (б) от опорного напряжения для TiN покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при опорном напряжении -10 В и -100 В

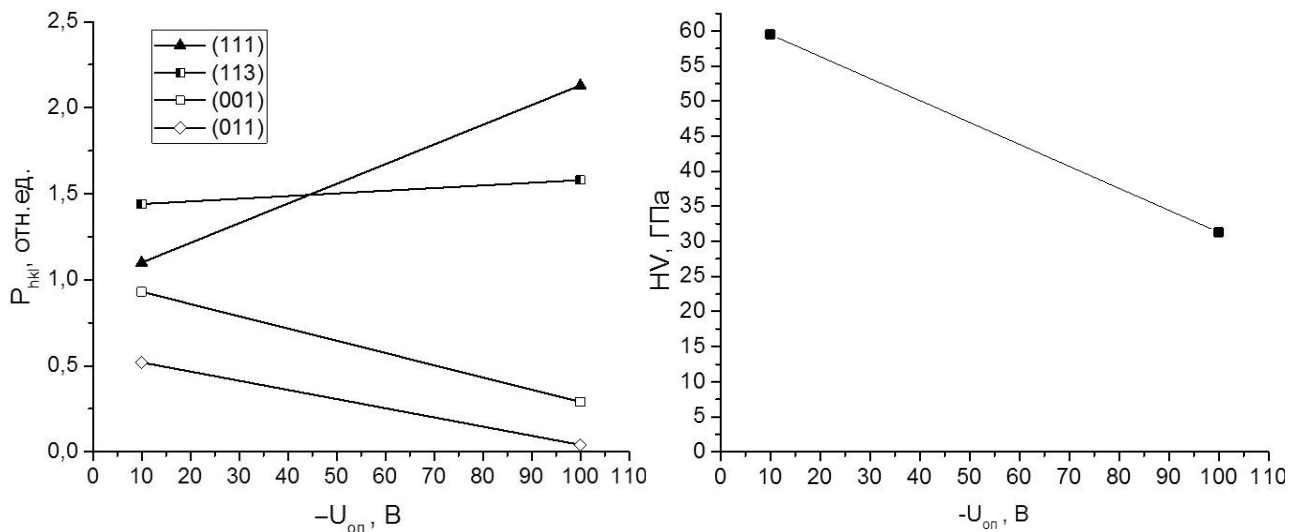


Рис. 5.6. Зависимость полюсной плотности ориентировок (hkl) (а) и твердости (б) от опорного напряжения для ZrN покрытий, полученных вакуумно-дуговым методом при опорном напряжении -10 В и -100 В

5.2. Влияние упругой анизотропии на текстуру TiN и ZrN покрытий

Можно предположить, что отсутствие существенного влияния текстуры на свойства связано с тем, что большинство покрытий имеют высокосимметричные кристаллические структуры – в основном кубическую решетку NaCl. Для кубических кристаллов даже в случае достаточно высокой монокристалльной анизотропии трудно реализовать существенную анизотропию свойств даже в сильно текстурированном поликристалле в силу высоких факторов повторяемости большинства кристаллографических ориентировок (до 48) и наличия обязательной области разброса текстуры, тем более при наличии двух или более текстурных компонент.

Тем не менее, кристаллографические закономерности, возможно, оказывают влияние на формирование преимущественных ориентировок в покрытиях, особенно при неравновесных условиях их нанесения: тогда в большинстве случаев формируется выраженная текстура (111). Плоскость (111) для ГЦК-решетки является атомной плоскостью с максимальным межатомным расстоянием, максимальной плотностью заполнения атомами и, кроме того, единственной атомной плоскостью, в которой тензорные свойства в любом направлении одинаковы, т. е. является плоскостью изотропии.

В этом плане решетка NaCl не отличается от ГЦК-решетки, но некоторые отличия все-таки есть, поскольку решетка NaCl представляет собой две вставленные одна в другую ГЦК-подрешетки, каждая из которых заполнена разными атомами (Na и Cl, Ti и N), и получается сдвигом одной подрешетки относительно другой вдоль оси куба на половину периода решетки. При этом именно плоскости совокупности $\{111\}$ заполнены атомами только одного сорта, которые последовательно чередуются друг с другом. Это обуславливает не только различия структурных факторов для рефлексов с четными и нечетными индексами для решетки NaCl по

отношению к ГЦК-решетке, для которой они эквивалентны, но и изменение анизотропии свойств. Все ГЦК-кристаллы обладают «положительной» анизотропией упругих свойств (максимальный модуль Юнга в направлении $\langle 111 \rangle$, а минимальный – в направлении $\langle 001 \rangle$). Для кристаллов с решеткой NaCl может быть также «отрицательная» анизотропия, когда соотношение модулей упругости противоположно. Кстати, такая анизотропия упругих свойств характерна для TiN, для которого максимальный модуль Юнга соответствует направлению $\langle 001 \rangle$, а минимальный – $\langle 111 \rangle$.

Рассмотрим этот вопрос более подробно. Формирование выраженной текстуры (111) в покрытиях происходит в неравновесных условиях, когда кинетические критерии доминируют над термодинамическими. В этой ситуации естественно ожидать, что преимуществом будут обладать ориентировки, симметрия которых в наибольшей степени соответствует симметрии процесса нанесения покрытия. Поскольку условия нанесения покрытий обладают аксиальной симметрией относительно нормали к плоскости подложки, естественно, что в неравновесных условиях большим преимуществом должны обладать ориентировки, в которых упругие свойства также обладают такой же аксиальной симметрией. В любой другой атомной плоскости модули Юнга будут различаться для разных направлений в этой плоскости. Поскольку температурный коэффициент линейного расширения кубических кристаллов всегда изотропен (изотропия свойств, описываемых тензором 2-го ранга в кубических кристаллах), то различие в напряженном состоянии на границах зерен при охлаждении покрытий будет целиком определяться различием их значений модуля Юнга в соседних зернах.

Из изложенного следует, что только ориентации зерен, в которых плоскость (111) параллельна плоскости подложки, будут обеспечивать аксиальную симметрию поля напряжений при термических воздействиях на покрытие. Эти соображения близки к кристаллофизическому принципу Неймана, связывающего симметрию физического свойства с симметрией кристалла, согласно которому элементы симметрии любого физического

свойства кристалла должны включать элементы симметрии точечной группы кристалла. Главным отличительным признаком точечной группы симметрии для кубической сингонии является наличие четырех осей 3-го порядка, совпадающих с пространственными диагоналями куба. Важно отметить, что предлагаемый подход к интерпретации текстуры покрытий основан на предположении, что преимущественно обладают ориентации, обеспечивающие такую же симметрию термических напряжений, как и симметрия внешнего воздействия, формирующего само покрытие. Это близко к принципу отбора вариантов фазовых превращений в условиях макроскопической деформации, когда преимущественно обладают те варианты фазового превращения, в которых деформация решетки соответствует макродеформации образца.

Приведенные соображения полностью реализуются в случае TiN покрытий. Для них получена четкая закономерность, заключающаяся в том, что при высоком опорном напряжении формируется выраженная (111) текстура, а при снижении опорного напряжения какая-либо текстура исчезает. Это хорошо иллюстрирует данные рис. 5.5а. Однако для ZrN покрытий эта закономерность в значительной степени ослаблена (рис.5.6а), поскольку при высоком опорном напряжении присутствуют две компоненты текстуры, после снижения этого напряжения текстура ослабляется, но все-таки обе текстурных компоненты остаются заметными, и соотношение полюсных плотностей текстурных и остальных рефлексов почти трехкратное, что соответствует, пусть слабовыраженной, но все-таки текстуре.

В менее выраженной форме аналогичная закономерность отмечена и для TiN покрытия, для которого рефлекс (113) не является текстурным компонентом ($P_{(113)}=0,4$), но все же его полюсная плотность в пять раз выше, чем для (200) и (220) рефлексов. Соотношение полюсных плотностей рефлексов (111), (113), (200) и (220) для TiN покрытия следующее: 43:5:0,9:1, после снижения опорного напряжения оно изменяется на 1,1:0,8:0,7:1. В случае ZrN покрытия это соотношение для рефлексов в той же

последовательности составляет 53:40:7:1 при высоком напряжении и 2,1:2,8:1,8:1 при низком. Эти результаты можно объяснить, во-первых, тем, что три ориентировки, отличные от (111), различаются между собой, и, во-вторых, различием анизотропии упругих свойств TiN и ZrN покрытий. Сходная тенденция поведения различных ориентировок свидетельствует о качественном совпадении поведения обоих нитридов.

Поскольку доминирование (111) текстуры при формировании покрытий в неравновесных условиях нами связано с изотропией упругих свойств для этой атомной плоскости, то отличия интенсивностей текстуры для остальных ориентировок можно объяснить на основе количественной оценки степени анизотропии упругих свойств для этих ориентировок. Для кристаллов с кубической решеткой величина модуля упругости определяется соотношением:

$$1/E_{hkl} = S_{11} - 2J\Gamma_{hkl},$$

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

Положительной анизотропией ($J > 0$) обладают металлы с ГЦК-решеткой (Ag, Au, Cu, Ni), ОЦК-решеткой (Fe, Ta) и некоторые соединения с кристаллической решеткой типа NaCl (LiF, MgO), табл.5.1 Отрицательную анизотропию ($J < 0$) имеют ОЦК-металлы – Cr, Nb и V, а также NaCl. Для TiN: $S_{11} = 1,79 \text{ ТПа}^{-1}$, $S_{12} = -0,374 \text{ ТПа}^{-1}$, $S_{44} = 6,13 \text{ ТПа}^{-1}$, этому соответствует $J = -0,901 \text{ ТПа}^{-1}$, т.е. TiN имеет отрицательную анизотропию [112] (табл. 5.2). Величина Γ изменяется от 0 для направления $\langle h00 \rangle$ до 1/3 для $\langle hhh \rangle$ -направлений, поэтому для кристаллов с положительной упругой анизотропией модуль Юнга имеет максимальную величину в направлении $\langle 111 \rangle$ и минимальную в направлении $\langle 100 \rangle$. В случае отрицательной анизотропии соотношение изменяется на обратное (табл. 5.3).

Табл.5.1. Упругие константы металлов с положительной упругой анизотропией

Упругие константы	Cu	Fe	Ni	β -Ti	Al
$S_{11}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	1,50	0,76	0,73	1,352	1,57
$S_{12}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	-0,63	-0,29	-0,27	-0,341	-0,57
$S_{44}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	1,33	0,89	0,80	2,602	3,51
$I=S_{11}-S_{12}-0,5S_{44}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	1,464	0,892	0,607	0,392	0,38

Табл.5.2. Упругие константы металлов и соединений с отрицательной упругой анизотропией

	Nb	V	Mo	Cr	TiN	Nb
$S_{11}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	0,66	0,683	0,28	0,30	0,179	0,66
$S_{12}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	-0,23	-0,234	0,078	-0,04	-0,0374	-0,23
$S_{44}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	3,48	2,348	0,91	0,99	0,613	3,48
$I=S_{11}-S_{12}-0,5S_{44}, 10^{-2} \text{ ГПа}^{-1}$	-0,85	-0,257	-0,102	-0,153	-0,0901	-0,85

Табл.5.3. Анизотропия модуля Юнга в плоскостях (111), (113), (001) и (011) TiN

(hkl)	$E_{\perp(hkl)}$	Направления $\langle uvw \rangle$ с E_{\max}	$E_{\max}, \text{ ГПа}$	Направления $\langle uvw \rangle$ с E_{\min}	$E_{\min}, \text{ ГПа}$	$\Delta E/E_{\max}, \%$
(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

В табл. 5.3 и на рис. 5.7 приведены максимальные и минимальные значения модуля Юнга в соответствующих плоскостях и параметр анизотропия этих модулей $\Delta E/E_{\max}=(E_{\max} - E_{\min})/E_{\max}$, значение которого варьируется от нуля для (111) до 25% для (110). Данные в табл. 5.3 и на рис. 5.7 приведены на основании значений монокристаллических констант податливости для TiN.

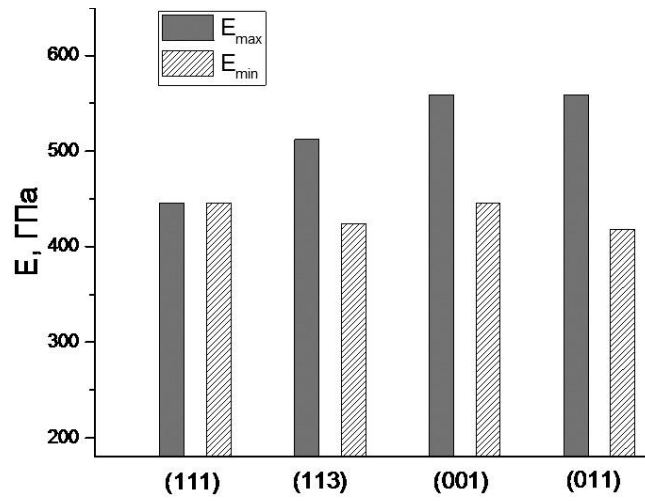


Рис. 5.7. Максимальные и минимальные значения модуля Юнга для различных плоскостей для TiN и ZrN покрытий

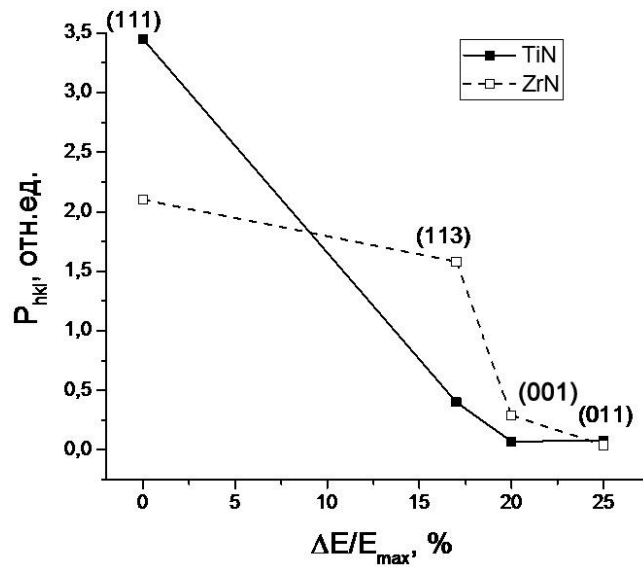


Рис. 5.8. Зависимости полюсной плотности ориентировок (hkl) от анизотропии модуля Юнга ($\Delta E/E_{\max}$) в соответствующей атомной плоскости для TiN и ZrN покрытий

Данные для ZrN, приведенные на рис. 5.8 получены на основании текстурных данных для ZrN покрытий, но с использованием констант упругости для TiN [113]. Это допущение принято по причине отсутствия данных о монокристалльных константах для ZrN. Принятое допущение основано на предположении, что эти нитриды циркония обладают аналогичной TiN упругой анизотропией, при этом абсолютные значения упругих модулей, безусловно, отличаются. Сходный характер зависимостей, приведенных на рис. 5.8, свидетельствует о том, что принятое допущение верно. При этом менее жесткий отбор текстурных компонент для TiN по сравнению с ZrN, по-видимому, связан с некоторыми различиями в упругой анизотропии этих соединений.

Полученные нами результаты (см. рис. 5.5 б, 5.6, б) 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.

Сходный эффект получен при замещении атомов титана алюминием и кремнием в TiN покрытиях с интенсивной (111) текстурой, что сопровождалось формированием бестекстурного состояния, повышением твердости и сопротивления коррозии [114, 115]. 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:

$$E = \sum_{i=1}^n A_i P_i E_i .$$

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

Рассчитанные для TiN покрытий, нанесенных при опорных напряжениях -10 В, значения модулей Юнга на 10% выше, чем при -100 В (см. табл. 5.4). 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.

Табл.5.4. Значения ориентационного фактора и модуля Юнга для различных плоскостей кристаллов TiN

(hkl)	Γ	E_{hkl} , ГПа	P_{hkl} , отн.ед.		$P_{hkl}E_{hkl}$, ГПа	
			$U_{оп} = -10$ В	$U_{оп} = -100$ В	$U_{оп} = -10$ В	$U_{оп} = -100$ В
(111)	0,333	418,3	1,17	3,45	490,4	1443,2
(100)	0	558,7	0,8	0,07	445,5	40,3
(110)	0,25	446,3	0,92	0,08	497,1	35,9
(113)	0,157	482,4	1,11	0,4	442,1	191,7
Среднее:					469	428

Выводы по 5 главе

1. Высокое опорное напряжение (-100 В) приводит к формированию выраженной текстуры (111) в TiN покрытиях и двойной текстуры (111) + (113) в ZrN покрытии.
2. Двукратное снижение твердости TiN и ZrN покрытий с интенсивной (111) текстурой может быть связано с более низким модулем Юнга в этом направлении, а также со структурными изменениями, обусловленными изменением механизма формирования покрытия при высоких опорных напряжениях, поскольку значительные изменения текстуры покрытий обычно связывают именно с изменениями механизма их формирования.
3. На основе расчета упругой анизотропии в различных атомных плоскостях покрытий с кубической решеткой предложен критерий отбора текстурных компонентов в условиях неравновесного формирования покрытия, основанный на предпочтительности кристаллитов с ориентацией {111}, которая характеризуется изотропией модуля Юнга в плоскости этого текстурного компонента.
4. Для текстурных компонент (113), (200) и (220) TiN и ZrN покрытий анизотропия модуля Юнга составляет 17, 20 и 25%, их полюсная плотность снижается в такой же последовательности, что подтверждает работоспособность предложенного критерия отбора текстурных компонентов.

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 преобладают 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 градусам 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 $300-600^\circ\text{C}$ 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, состоящая из 80-85% метастабильной γ -фазы в объеме ленты, которая снижается до $\sim 40\%$ 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 500⁰С (84%) обеспечивает максимальный предел прочности в 1850 МПа, снижение количества аустенита при 600⁰С 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 500⁰С 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.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhao L., van Dijk N.H., Bruck E., Sietsma J., van der Zwaag S. Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels // *Materials Science and Engineering A*. 2001. V.313. P.145–152.
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
3. Van Dijk N.H., Butt A.M., Zhao L., Sietsma J., Offerman S.E., Wright J.P., van der Zwaag S. Thermal stability of retained austenite in TRIP steels studied by synchrotron X-ray diffraction during cooling//*ActaMaterialia*.2005. V.53. P.5439–5447.
4. Tomota Y., Tokuda H., Adachi Y., Wakita M., Minakawa N., Moriai A., Morii Y. Tensile behavior of TRIP-aided multi-phase steels studied by in situ neutron diffraction //*ActaMaterialia*.2004. V. 52. P. 5737–5745.
5. Xu P.G., Tomota Y., Arakaki Y., Harjo S., Sueyoshi H. Evaluation of austenite volume fraction in TRIP steel sheets using neutron diffraction//*Materials Characterization*.2017. V. 127. P. 104–110.
6. Chen Shih-Che, Wang Yuan-Tsung, Lin Yu-Chen, HuangChing-Yuan, YangJer-Ren, Yen Hung-Wei. Microstructure and mechanical behaviors of GPa-grade TRIP steels enabled by hot-rolling processes//*Materials Science & Engineering A*. 2019. V. 761.138005
7. Cai Z.H., Ding H., MisraR.D.K. and Ying Z.Y. Austenite stability and deformation behavior in a cold-rolled transformation-induced plasticity steel with medium manganese content // *ActaMaterialia*.2015. V. 84.P. 229–236.
8. Kanga J., Li Y.J., Wang X.H., Wang H.S., Yuan G., Misra R.D.K., Wang G.D.Design of a low density Fe-Mn-Al-C steel with high strength-high ductility combination involving TRIP effect and dynamic carbon partitioning // *Materials Science & Engineering A*. 2019. V. 742. P.464–477.

9. 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.
10. Пенкин А.Г., Терентьев В.Ф., Ашмарин А.А., Рощупкин В.В., Кораблева С.А. Исследование особенностей пластической деформации трип-стали с использованием акустической эмиссии и рентгеноструктурного анализа. Деформация и разрушение материалов. 2013. № 12. С. 19-24
11. Терентьев В.Ф., Бецофен С.Я., Кораблева С.А., Слизов А.К., Ашмарин А.А. Анализ структурных изменений трип-стали внс 9-ш при циклическом деформировании // Деформация и разрушение материалов. 2013. №6. С.16-20.
12. Банных И.О., Бецофен С.Я., Грушин И.А., Черногорова О.П. Влияние легирования на величину объемного эффекта $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в высокоазотистых сталях // Деформация и разрушение материалов. 2020. №4.С.8-15.
13. N. Tsuchida, N. Nagahisa, S. Harjoc. Room-temperature creep tests under constant load on a TRIP-aided multimicrostructure steel//Materials Science & Engineering A 700 (2017) 631–636
14. B.L. Ennis, E. Jimenez-Melero, E.H. Atzema, M. Krugla, M.A. Azeem, D. Rowley, D. Daisenberger, D.N. Hanlon, P.D. Lee. Metastable austenite driven work-hardening behaviour in a TRIP-assisted dual phase steel // International Journal of Plasticity 88 (2017) p. 126-139.
15. Masumura Takuro, Nakada Nobuo, Tsuchiyama Toshihiro, Takaki Setsuo, Koyano Tamotsu and Adachi Kazuhiko. The difference in thermal and mechanical stabilities of austenite between carbon- and nitrogen-added metastable austenitic stainless steels // ActaMaterialia. 2015. V. 84. P. 330–338.
16. NOHARA Kiyohiko, ONO Yutaka, and OHASHI Nobuo. Composition and Grain Size Dependencies of Strain-induced Martensitic Transformation in Metastable Austenitic Stainless Steels//Tetsu to Hagane. 1977. V. 63. 212-222.

17. Ye Tian, Sen Lin, J.Y. Peter Ko, Ulrich Lienert, Annika Borgenstam, Peter Hedström. Micromechanics and microstructure evolution during in situ uniaxial tensile loading of TRIP-assisted duplex stainless steels // *Materials Science & Engineering. A* 734 (2018) 281–290
18. Song Chenghao, Yua Hao, Lu Jun, Zhoua Tao, Yang Shufeng. Stress partitioning among ferrite, martensite and retained austenite of a TRIP-assisted multiphase steel: An in-situ high-energy X-ray diffraction study // *Materials Science & Engineering A*. 2018. V. 726. P. 1–9.
19. R. Blondé, E. Jimenez-Melero, L. Zhao, J.P. Wright, E. Brück, S. van der Zwaag, N.H. van Dijk, High-energy X-ray diffraction study on the temperature-dependent mechanical stability of retained austenite in low-alloyed TRIP steels, *Acta Mater.* 60 (2) (2012) 565–577.
20. 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
21. Биргер И.А., Шорр Б.Ф., Иосилевич Т.Б. Расчет на прочность деталей машин. Справ. М.: Машиностроение. 1993. 640 с.
22. Бецофен С.Я., Плихунов В.В., Ашмарин А.А. Рентгеновская методика оценки остаточных напряжений после формообразующей дробеструйной обработки // *Металлы*. 2008. №2. С.67.
23. Allain S Y.P., Geandier G., Hell J.C., Soler M., Danoix F., Gouné M. In-situ investigation of quenching and partitioning by High Energy X-Ray Diffraction experiments // *Scripta Materialia*. 2017. V.131.P.15-18.
24. Терентьев В.Ф., Бецофен С.Я., Кораблева С.А., Слизов А.К., Ашмарин А.А. Анализ структурных изменений трип-стали ВНС9-Ш при циклическом деформировании // *Деформация и разрушение материалов*. 2013. №6. С. 16-20.
25. Терентьев В.Ф., Елисеев Э.А., Матюнин В.М., Слизов А.К., Марченков А.Ю., Сиротинкин В.П., Баикин А.С., Севальнёв Г.С.: Влияние температуры

- отпуска на механические свойства и фазовый состав тонколистовой трип – стали // Деформация и разрушение, 2016, № 11. С. 33 – 36.
26. Терентьев В.Ф., Ашмарин А.А., Блинова Е.Н., Титов Д.Д., Блинов В.М., Слизов А.К., Севальнева Т.Г. Исследование зависимости механических свойств и структуры трип – стали ВНС9-Ш от отпуска // Деформация и разрушение материалов, 2018, № 6. С. 20- 25
27. Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Слизов А.К., Кобелева Л.И., Марченков А.Ю. Ашмарин А.А., Сиротинкин В.П. Особенности поведения тонколистовой аустенитно – мартенситной трип – стали ВНС9 – Ш в условиях статического и циклического деформирования // Деформация и разрушение материалов, 2017, № 8. С. 39 – 47.
28. Терентьев В.Ф., Слизов А.К., Просвирнин Д.В., Ашмарин А.А., Сиротинкин В.П., Рыбальченко О.В., Каплан М.А., Баикин А.С. Влияние удаления поверхностного слоя на механические свойства и вид кривых статического растяжения тонколистовой аустенитно-мартенситной трип-стали. Деформация и разрушение материалов. 2017. № 12. С. 16-20.
29. Терентьев В.Ф., Слизов А.К., Просвирнин Д.В., Сиротинкин В.П., Ашмарин А.А., Елисеев Э.А., Рыбальченко О.В. Влияние фазового состава поверхностного слоя на механические свойства тонколистовой трип-стали 23х15н5ам3-ш. Деформация и разрушение материалов. 2015. № 7. С. 30-33.
30. Терентьев В.Ф., Слизов А.К., Просвирнин Д.В., Сиротинкин В.П., Ашмарин А.А. Изменение фазового состава высоколегированной трип-стали в процессе статического и циклического деформирования. Авиационные материалы и технологии. 2014. № S4. С. 45-49.
31. T. L. Teng, C. P. Fung, P. H. Chang, W. C. Yang, Analysis of residual stresses and distortions in T-joint fillet welds, International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2001(78) 523-538.

32. I. Weich, U. Thomas, N. Thomas, K. Dilger, H. E. Chalandar. Fatigue behavior of welded high-strength steels after high frequency mechanical post-weld treatments, *Weld World*, 53(2009) R322-R332.
33. R. Rakesh, K. Ghahremani, S. Walbridge, A. Ince, Testing and fracture mechanics analysis of strength effects on the fatigue behavior of HFMI-treated welds, *Weld World*, 60(2016) 987-999, DOI: 10.1007/s40194-016-0354-4.
34. G.B. Marquis, E. Mikkola, H.C. Yildirim, Z. Barsoum, Fatigue strength improvement of steel structures by high-frequency mechanical impact: proposed fatigue assessment guidelines, 57(2013) 803-822.
35. E.S. Statnikov, Applications of operational ultrasonic impact treatment (UIT) technologies in production of welded joints, *Welding in the World*, 44(2000) 11-21.
36. D. Deng, H. Murakawa, Numerical simulation of temperature field and residual stress in multi-pass welds in stainless steel pipe and comparison with experimental measurements, *Computational Materials Science*, 37 (2006) 269-277.
37. M. Turski, S. Clitheroe, A.D. Evans, C. Rodopoulos, D.J. Hughes, P.J. Withers, Engineering the residual stress state and microstructure of stainless steel with mechanical surface treatments, *Applied physics a-materials science & processing*, 99(2010) 549-556.
38. Liu, Q. Ge, D.J. Chen, F. G, J.S. Zou, Residual stress variation in a thick welded joint after ultrasonic impact treatment, *Science and Technology of Welding and Joining*, 21(2016) 634-631.
39. J. Foehrenbach, V. Hardenecke, M. Farajian, High frequency mechanical impact treatment (HFMI) for the fatigue improvement: numerical and experimental investigations to describe the condition in the surface layer, *Welding in the World*. 60(2016) 749-755.
40. A.I. Dekhtyar, B.N. Mordyuk, D.G. Savvakina, V.I. Bondarchuk, I.V. Moiseeva, N.I. Khripta, Enhanced fatigue behavior of powder metallurgy Ti-6Al-4V alloy by applying ultrasonic impact treatment, *Materials Science and Engineering: A*, 641(2015) 348-359.

41. C.B. Guo, Z.J. Wang, D.P. Wang, Numerical analysis of the residual stress in ultrasonic impact treatment process with single-impact and two-impact models, *Applied Surface Science*, 347(2015) 596-601.
42. Jing Zheng, AyhanInce, LanqingTang. Modeling and simulation of weld residual stresses and ultrasonic impact treatment of welded joints *Procedia Engineering* 213 (2018) 36–47
43. J. Zheng, A. Ince, Numerical modeling and simulation of welding residual stresses using finite element method, 8th International Conference on Physical and Numerical Simulation of Materials Processing (ICPNS), Seattle, Washington (2016).
44. S. Roy, J.W. Fisher, B.T. Yen, Fatigue resistance of welded details enhanced by ultrasonic impact treatment (UIT), *International Journal of Fatigue*, 25(2003) 1239-1247.
45. K. Yuan, Y. Sumi, Simulation of residual stress and fatigue strength of welded joints under the effects of ultrasonic impact treatment (UIT), *International Journal of Fatigue*, 92(2016) 321-332.
46. Y. Liu, D.P. Wang, C.Y. Deng, L.Q. Xia, L.H. Huo, L.J. Wang, B.M. Gong, Influence of re-ultrasonic impact treatment on fatigue behaviors of S690QL welded joints, *International Journal of Fatigue*, 66(2014) 155-160.
47. K. Ghahremani, R. Ranjan, S. Walbridge, A. Ince, Fatigue strength improvement of aluminum and high strength steel welded structures using high frequency mechanical impact treatment, *Procedia Engineering*, 113(2015) 465-476,
48. A. Ince, A novel technique for multiaxial fatigue modelling of ground vehicle notched components, *International Journal of Vehicle Design*, 67(2015) 294–313,
49. A. Ince, A Computational Multiaxial Model for Stress-Strain Analysis of Ground Vehicle Notched Components. *SAE International Journal of Engines*, 10(2017) 316-322

50. Jeong-ung Park a, Gyubaek An b, Wanchuck Woo. The effect of initial stress induced during the steel manufacturing process on the welding residual stress in multi-pass butt welding // *International Journal of Naval Architecture and Ocean Engineering* 10 (2018) 129-140.
51. Romanin Luca, Ferro Paolo, Berto Filippo. The influence of metallurgical data on residual stresses in Computational Welding. *Structural Integrity Procedia*. 9 (2018). P. 53-6322.
52. L.-E. Lindgren, Finite Element Modeling and Simulation of Welding. Part 3: Improved Material Modeling, *J. Therm. Stress*. 24 (2001) 195–231. doi:10.1080/014957301300006380
53. Y. Javadi, M.C. Smith, K. Abburi Venkat, N. Naveed, A.N. Forsey, J.A. Francis, R.A. Ainsworth, C.E. Truman, D.J. Smith, F. Hosseinzadeh, S. Gungor, P.J. Bouchard, H.C. Dey, A.K. Bhaduri, S. Mahadevan. Residual stress measurement round robin on an electron beam welded joint between austenitic stainless steel 316L(N) and ferritic steel P91. *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 154 (2017) 41-57.
54. Huai Wang, Wanchuck Woo, Dong-Kyu Kim, Vyacheslav Em, SooYeol Lee, Effect of chemical dilution and the number of weld layers on residual stresses in a multi-pass low-transformation-temperature weld // *Materials and Design* 160 (2018) 384–394
55. M.E. Kartal, Y.-H. Kang, A.M. Korsunsky, A.C.F. Cocks, J.P. Bouchard. The influence of welding procedure and plate geometry on residual stresses in thick components. *International Journal of Solids and Structures* 80 (2016) 420–429.
56. M.E. Kartal, C.D.M. Liljedahl, S. Gungor, L. Edwards, M.E. Fitzpatrick. Determination of the profile of the complete residual stress tensor in a VPPA weld using the multi-axial contour method. *Acta Materialia* 56 (2008) 4417–4428
57. Lang Shi, Angie Hill Price, Wayne Nguyen Hung. Use of contour method for welding residual stress assessment // *Procedia Manufacturing* 26 (2018) 276–285.

58. У.Пирсон «Кристаллохимия и физика металлов», изд.«Мир», М., 1977, часть 2.
59. Б.Е. Патон, Б.И. Медовар, Г.М. Григоренко, К.Г. Григоренко Структура и свойства сплавов титана с азотом //МиТОМ N1,1992, сс.45-47.
60. Структура и коррозия металлов и сплавов: Атлас, Справ. Изд. / Под ред. Ульянина Е.А. М.: Metallurgia, 1989, 400с.
61. Федирко В.М. Погрелюк И.М. Азотирование титана и его сплавов. Киев: Наук. думка, 1995, 220с.
62. M.K. Hibbs, J.-E. Sundgren, B.O.Johansson, B.E. Jacobson The microstructure of reactively sputtered Ti-N films containing the Ti_2N phase// Acta metall. 1985. Vol. 33. No.5. pp.797-803.
63. N. Dahotre, P.Kadolkar, S. Shah Refractory ceramic coatings: processe, systems and wettability/adhesion//Surface and interface analysis, 2001, 31, pp.659-672.
- 64.Н. Hasegava, A. Kimura, T. Suzuki $Ti_{1-x}Al_xN$, $Ti_{1-x}Zr_xN$ and $Ti_{1-x}Cr_xN$ films synthesized by the AIP method // Surface and Coatings Technology V.132, 2000, pp. 76-79.
65. Yun Ha Yoo, Diem Phuong Le, Jung Gu Kim, Sun Kyu Kim, Pham Van Vinh. Corrosion behavior of TiN, TiAlN, TiAlSiN thin films deposited on tool steel in the 3.5 wt.%NaCl solution//Thin Solid Films. 2008. V.516.P. 3544–3548
- 66.D.B. Lewis, L.A. Donohue The influence of the yttrium content on structure and properties of $Ti_{1-x-y-z}Al_xCr_yY_zN$ PVD hard coatings // D.B.Lewis, L.A.Donohue, Surface and Coatings Technology 114 (1999) pp.187-199
67. QinghuaKong,LiJi, Hongxuan Li, Xiaohong Liu, Yongjun Wang, Jianmin Chen, Huidi Zhou. Composition, microstructure, and properties of CrN_x films deposited using medium frequency magnetron sputtering// Applied Surface Science. 2011. V.257. P.2269–2274.
68. Shuyong Tan, Xuhai Zhang, Xiangjun Wu, Feng Fang, Jianqing Jiang. Effect of substrate bias and temperature on magnetron sputtered CrSiN films. Applied Surface Science. 2011. V.257. P. 1850–1853.

69. Chi-Lung Chang, Chao-Te Lin, Pi-Chuen Tsai, Wei-Yu Ho, Da-Yung Wang. Influence of bias voltages on the structure and wear properties of TiSiN coating synthesized by cathodic arc plasma evaporation. *Thin Solid Films*. 2008. V. 516. P. 5324–5329.
70. M. Discerens, J. Patscheider, F. Levy Improving the properties of titanium nitride by incorporation of silicon // *Surface and Coatings Technology* 108-109 (1998) pp. 241-246
71. H. Hasegawa, A. Kimura, T. Suzuki $Ti_{1-x}Al_xN$, $Ti_{1-x}Zr_xN$ and $Ti_{1-x}Cr_xN$ films synthesized by the AIP method // *Surface and Coatings Technology* V.132, 2000, pp. 76-79.
72. L. Karlsson, L. Hultman, J. –E. Sundgren Influence of residual stresses on the mechanical properties of TiC_xN_{1-x} ($x=0, 0.15, 0.45$) thin films deposited by arc evaporation // *Thin Solid Films*, 371 (2000) pp. 167-177.
73. С.Я. Бецофен, В.В. Плихунов, Л.М. Петров, И.О.Банных Исследование фазового состава и структуры многокомпонентных вакуумных ионно-плазменных покрытий $(Ti,Nb,Me)N$ и $(Zr,Nb)N(C)$ в зависимости от их химического состава и параметров технологии. *Авиационная промышленность*, 2007, № 4, С. 9-15.
74. Chi-Lung Chang, Jyh-Wei Lee, Ming-Don Tseng. Microstructure, corrosion and tribological behaviors of TiAlSiN coatings deposited by cathodic arc plasma deposition// *Thin Solid Films* 2009. V. 517. P. 5231–5236.
75. Z.G. Zhang, O. Rapaud, N. Bonasso, D. Mercs, C. Dong, C. Coddet. Microstructures and corrosion behaviors of Zr modified CrN coatings deposited by DC magnetron sputtering// *Vacuum*. 2008. V.82. P.1332–1336.
76. Chi-Lung Chang, Chung-Wei Wu. Tribological and corrosion behaviors of TiSi(N,O) coatings prepared by cathodic arc plasma deposition// *Thin Solid Films*. 2009. V.517. P. 5219–5223
77. M.Leoni, P.Scardi, S.Rossi and et al. $(Ti, Cr)N$ and Ti/TiN PVD coatings on 304 stainless steel substrates: Texture and residual stress // *Thin Solid Films* 345 (1999) 263-269

78. Meindlhumer M., Spor S., Rosenthal M., Keckes J., Hruby H., Mitterer C., Daniel R., Keckes J., Todt J. Nanoscale residual stress and microstructure gradients across the cutting edge area of a TiN coating on WC-Co. *Scripta Materialia*, 2020, v. 182, pp. 11-15.
79. Yi-Chung Huang, Shou-Yi Chang, Chih-Hsiang Chang. Effect of residual stresses on mechanical properties and interface adhesion strength of SiN thin films. *Thin Solid Films*. 2009 V.517. P.4857–4861.
80. Shuyong Tan, Xuhai Zhang, Xiangjun Wu, Feng Fang, Jianqing Jiang. Effect of substrate bias and temperature on magnetron sputtered CrSiN films. *Applied Surface Science*. 2011. V.257. P. 1850–1853.
81. C. Kirchlechner, K.J. Martinschitz, R. Daniel, M. Klaus, C. Genzel, C. Mitterer, J. Keckes. Residual stresses and thermal fatigue in CrN hard coatings characterized by high-temperature synchrotron X-ray diffraction. *Thin Solid Films*. 2010. V. 518. P. 2090–2096.
82. C. Kirchlechner, K.J. Martinschitz, R. Daniel, C. Mitterer, J. Keckes. Residual stresses in thermally cycled CrN coatings on steel. *Thin Solid Films*. 2008. V. 517. P. 1167–1171.
83. Lenkovets A. S., Lozovan A. A., Betsofen S. Ya., Bepalov A. V., Grushin I. A., Ivanov N. A. Study of the bias voltage influence on the structure, texture and residual stresses in Ta coatings deposited on a copper substrate of inverted magnetron. *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conference Series*, 2019, 1396, 012028.
84. Lenkovets A. S., Lozovan A. A., Betsofen S. Ya., Grushin I. A., Ivanov N. A., Lebedev M. A. Research of the influence of bias voltage on structure and residual stresses in W-coatings deposited on a copper substrate by inverted magnetron. *IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series*, 2019, 1281, 012047.
85. 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 Conf. Series: Materials Science and Engineering 889 (2020) 012019. IOP Publishing. doi:10.1088/1757-899X/889/1/012019
86. A. Thobor, C. Rousselot, C. Clement, J. Takadoum, N. Martin, R. Sanjines, f. Levy Enhancement of mechanical properties of TiN/AlN multilayers by modifying the number and the quality of interfaces // Surface and Coatings Technology 124 (2000) pp. 210-221.
87. K.N. Andersen, E.J. Bienk, K.O. Schweitz, H. Reitz, J. Chevallier Deposition, microstructure and mechanical and tribological properties of magnetron sputtered TiN/TiAlN multilayers / Surface Coating and Technology, 123 (2000), pp. 219-226.
88. T.S. Li, H. Li, F.Pan Microstructure and nanoindentation hardness of Ti/TiN multilayered films / Surface Coating and Technology, 137 (2001), pp. 225-229.
89. C.J. Tavares, L.Rebouta, M. Andritschky, A. Cavaleiro Mechanical and surface analysis of $Ti_{0.4}Al_{0.6}N/Mo$ multilayers // Vacuum, 60 (2001), pp. 339-346.
90. С.Я. Бецофен, В.С.Спектор, И.О. Банных. Закономерности формирования многокомпонентных вакуумных ионно-плазменных покрытий (Zr, Nb)N,C и (Ti, Nb,Me)N с микрокристаллической структурой. Технология легких сплавов, 2008, №3, 111-115
91. T.Egami. Universal criterion for metallic glass formation. // Mater. Sci.and Engineering, 1997. A226-228. P.261-267
92. Z.J.Yan, J.F. Li, S.R.He, et.al. Evaluation of the optimum solute concentration for good forming ability in multicomponent metallic glasses // Material Research Bulletin.2003. 38(4).P.681-689.
93. 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
94. 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.

95. Kaputkina L.M., Prokoshkina V.G., Smarygina I.V., Svyazhin A.G., Medvedev M.G. Influence of alloying by nitrogen on the strength and austenite stability of x18h10 steel // *Steel in Translation*. 2014. Т. 44. № 7. С. 502-508
96. 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-III. *Деформация и разрушение материалов*, 2021, №5, с.22-28.
97. Bleck W., Grossterlinden R., Lotter U., RelpC.-P. Textures in steel sheets // *Materials Technology*. 1991. №12 P.580-586.
98. Sakai T., Saito Y., Kato K. Texture formation in Low Carbon Ti bearing Steel Sheets by High Speed Hot Rolling in Ferrite Region // *Trans. of Iron and Steel Inst. of Japan*, 1988. №12. P.1036-1042.
99. Tsukatani I., Yakushiji T., KatsumataM. Deep Drawability of Low Carbon Cold Rolled Steel Sheets produced from Rapidly-Solidified Plates // *Trans. of Iron and Steel Inst. of Japan*. 1988. №1. P.28-35.
100. Бецофен С.Я., Славов В.И., Мацнев В.Н., Костыкова О.С. Текстура и анизотропия пластического течения низкоуглеродистых сталей для глубокой вытяжки. *Металлы*. 2004. №5. С.93-98.
101. 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.
102. Ф. Макклинтон, А. Аргон. *Деформация и разрушение материалов*. М.: Мир, 1970. 444 с.
103. В.И. Лукин, С.Я. Бецофен, М.Д. Пантелеев, М.И. Долгова. Влияние термомодеформационного цикла сварки трением с перемешиванием на формирование структуры сварного соединения сплава В-1469. *Сварочное производство*. 2017. №7. С. 17-22.
104. С.Я. Бецофен, В.И. Лукин, М.И. Долгова, М.Д. Пантелеев, Ю.В. Кабанова. Фазовый состав, текстура и остаточные напряжения в соединениях

из сплава В-1469, полученных сваркой трением с перемешиванием. Деформация и разрушение материалов. 2017. №11, с.42-49.

105. В.В. Плихунов, С.Я. Бецофен, А.М. Мамонов, В.С. Спектор Исследование закономерностей формирования структуры и внутренних напряжений в сварных соединениях из сплава ВТ20. Металлы, 2007, №5, с.104-109.

106. Бецофен С.Я., Рябенко Б.В., Ашмарин А.А., Молостов Д.Е. Исследование фазового состава и остаточных напряжений в теплозащитных покрытиях // Деформация и разрушение материалов. 2014. №9. С.8-13.

107. С.Я. Бецофен, А.А. Ашмарин, А.А. Лозован, Б.В. Рябенко, А.Н. Луценко, Д.Е. Молостов. Особенности измерения остаточных напряжений в теплобарьерных покрытиях // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования 2016, № 7, с.1-8.

108. С.Я. Бецофен, Л.М. Петров, А.А. Ильин, И.О. Банных, А.Н. Луценко. Исследование влияния текстуры и гетерогенности состава на измерение остаточных напряжений в ионно-плазменных покрытиях // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2004, №1, с. 39-45.

109. С.Я. Бецофен, Банных И.О., Сарычев С.М. Формирование остаточных напряжений в сталях и титановых сплавах при ионном азотировании // Металлы, 2006, №5, с.23-28.

110. 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.

111. 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

112. Бецофен С.Я., Петров Л.М., Лазарев Э.М., Коротков Н.А. Структура и свойства ионно-плазменных покрытий TiN. Известия Академии наук СССР. Металлы. 1990, № 3, с. 158-163.
113. Saerens A., Van Houtte P., Meert B., and C. Quaeysaegens Assessment of different X-ray stress measuring techniques for thin titanium nitride coatings // J. Appl. Cryst. 2000. V. 33. P. 312-322.
114. Yoo Y., Phuong L., Kim J., Kim S., Vinh P. Corrosion behavior of TiN, TiAlN, TiAlSiN thin films deposited on tool steel in the 3.5 wt.% NaCl solution. Thin Solid Films, 2008, v. 516, pp. 3544–3548.
115. Chang Chi-Lung, Lee Jyh-Wei, Tseng Ming-Don. Microstructure, corrosion and tribological behaviors of TiAlSiN coatings deposited by cathodic arc plasma deposition. Thin Solid Films, 2009, v. 517. pp. 5231–5236.