

Таким образом, установлено, что при импульсном магнетронном осаждении композитных покрытий на основе системы Cu–Mo–S формируется сложная волокнисто-глобулярная структура. Глобулы этой структуры заполнены наночастицами  $\text{Cu}_2\text{Mo}_6\text{S}_8$ , в объеме которых расположены медные квазикубоиды, а волокна состоят из тех же наночастиц  $\text{Cu}_2\text{Mo}_6\text{S}_8$ . Испытания на износ показали многократное повышение износостойкости в результате образования смазывающей пленки на рабочих поверхностях образца и контртела.

### Список литературы:

1. Авербух В.Я., Гамыгин К.А., Глушкин Я.А. и др. Ферромагнитные электроконтактные материалы для многоканальных вращающихся контактных устройств//Электрические контакты. – Санкт-Петербург: С-ПБГПУ, 2002. – С. 148–150.
2. Baker C.C., Chromik R.R., Wahl K.J., Hu J.J., Voevodin A.A. Preparation of chameleon coatings for space and ambient environments//Thin Solid Films – 2007. – V. 515. – P. 6737–6743.
3. Chen Shu-xian, Feng Yi, Li Shu, Xie Yu-juan. Influence of  $\text{MoS}_2$  contents on sintering process and properties of Cu- $\text{MoS}_2$  composites //Journal of Materials Science and Engineering. – 2008. – V. 2.– №12. – С. 7–12.
4. Chromik R.R., Baker C.C., Voevodin A.A., Wahl K.J. In situ tribometry of solid lubricant nanocomposite coatings // Wear. – 2007. – V. 262. – P. 1239–1252.
5. Сергеев В.П., Воронов А.В., Сергеев О.В., Пушкарева Г.В. Трибологические свойства подшипниковой стали ШХ-15 с покрытием  $\text{MoS}_x$  после обработки пучком ионов молибдена // ФиХОМ. – 2005. – №6. – С. 38–42.

## ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ, ФАЗОВОГО СОСТАВА И МИКРОТВЕРДОСТИ АУСТЕНИТНОЙ ХРОМ-НИКЕЛЬ-МОЛИБДЕНОВОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

*Т.А. Козлова<sup>1</sup>, студент гр. 4БМ32,*

*Е.В. Мельников<sup>2</sup>, аспирант*

*Е.Г. Астафурова<sup>2</sup>, д.ф.-м.н., доцент*

<sup>1</sup>*Томский политехнический университет, 634050, г.Томск, пр.Ленина, 30,*

<sup>2</sup>*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055,*

*г.Томск, пр.Академический, 2/4*

*тел. (952)-889-30-05*

*E-mail: Tati21@inbox.ru*

**Введение.** Аустенитная нержавеющая сталь является основным материалом, используемым в различных областях человеческой жизни. Некоторые современные материалы имеют преимущества по сравнению со сталью, но, несмотря на это, стали остаются одним из основных материалов для машиностроения, металлургии, авиации, буровых установок и др.[1-2] Таким образом, вопрос о модернизации механических, физических и технологических свойств сталей является, по-

прежнему, актуальным.

Аустенитные хромо-никелевые нержавеющие стали имеют высокие прочностные и пластические характеристики при комнатной температуре, и, по сравнению с другими сталями, имеют высокую устойчивость к коррозии [1-2]. Аустенитные хром-никель-молибденовые стали с высокими прочностными свойствами, необходимыми для конструкционных материалов, являются медицинскими сталями, поэтому вопрос об исследовании и модернизации их свойств также имеет большое значение. Есть много способов для изменения свойств стали, таких как отжиг, деформационное упрочнение, легирование, модификация поверхности и др. Деформационная обработка при низких температурах может способствовать развитию мартенситных превращений и двойникованию в сталях за счет уменьшения энергии дефекта упаковки [3]. Фазовые превращения и двойникование являются эффективными механизмами, способствующими упрочнению сплавов.

Целью данной работы являлось изучение влияния температуры прокатки на структуру, фазовый состав и микротвердость стабильной аустенитной стали 03X17H13M3 (аналог AISI 316L).

**Материал и методы исследования.** В качестве материала для исследования была выбрана коррозионнотойкая сталь аустенитного класса 03X17H13M3. Образцы для испытаний вырезали на электроискровом станке в форме прямоугольных пластин с размерами  $15 \times 10 \times 1,5$  мм<sup>3</sup> из стали промышленной выплавки (закалка от 1100°C). Поврежденный при резке поверхностный слой на образцах удаляли химической чисткой в растворе: 2 части HNO<sub>3</sub> + 3 части HCl. Затем образцы подвергали механической шлифовке и электролитической полировке в растворе 25 гр CrO<sub>3</sub> + 210 мл H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

Образцы прокатывали до различных степеней обжатия ( $\epsilon$ ) 25, 50, 75 и 90% с использованием вальцов настольных электромеханических В-51. Прокатывали образцы, выдержанные при комнатной температуре ( $T=300$ К) и охлажденные до температуры жидкого азота перед каждым циклом прокатки (далее прокатка при  $T=77$ К).

Прочностные свойства (микротвердость) образцов изучали с помощью микротвердомера ПМТ-3 с механической нагрузкой  $P=200$ г. Одноосное статистическое растяжение проводили на испытательной машине Instron 3369 при комнатной температуре со скоростью  $4,2 \times 10^{-4}$  с<sup>-1</sup>. Образцы для растяжения вырезали в форме двойных лопаток из предварительно прокатанных пластинок.

Зеренную и дефектную структуру изучали методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ) с использованием сканирующих электронных микроскопов Quanta 200 3D и Quanta 600 FEG при ускоряющем напряжении 30 кВ. Также использовали метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ). Образцы для электронно-микроскопических исследований готовили стандартными методами. Рентгеновские исследования выполнены на дифрактометре Rigaku Ultima IV с использованием  $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучения.

**Результаты исследования.** Анализ рентгенограммы (рис. 1 а) показал, что исходная структура исследуемой стали 03X17H13M3 – аустенит с параметром решетки  $a=3,6028 \text{ \AA}$ . Размер областей когерентного рассеяния (ОКР) составляет  $>200$  нм, микродеформация кристаллической решетки –  $7,3 \times 10^{-4}$ . Средний размер зерна аустенита (рис. 1 б) – 14,3 мкм; границы зерен в основном большеугловые (разориентировки более 15°).

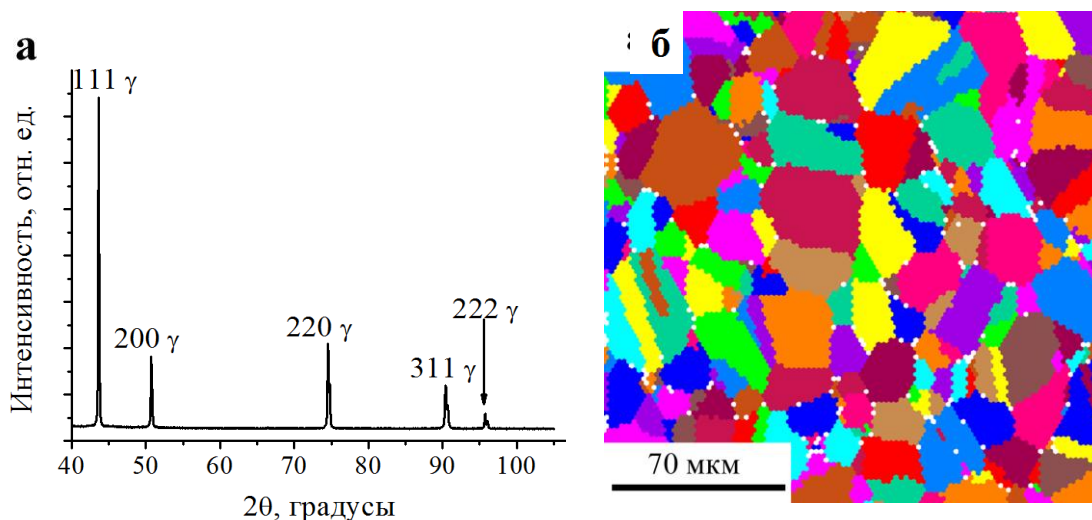


Рис. 1. Исходное состояние стали 03X17H13M3: а) рентгенограмма стали (рефлексы на рентгенограмме принадлежат  $\gamma$ -фазе); б) карта зеренной структуры, полученная методом ДОЭ.

Рентгенофазовый анализ образцов стали 03X17H13M3 после холодной прокатки показал, что деформация как при  $T=300\text{K}$ , так и при  $T=77\text{K}$  не вызывает фазовых  $\gamma$ - $\alpha'$ ,  $\gamma$ - $\epsilon$  превращений, на рентгенограммах наблюдаются рефлексы только от  $\gamma$ -фазы (рис. 2 а, б). Из анализа рентгенограмм следует, что размеры ОКР уменьшаются с деформацией до нескольких десятков нанометров, а микродеформация кристаллической решетки возрастает до величин  $\sim 10^{-3}$ .

Методом магнитофазового анализа было обнаружено формирование небольшой доли  $\alpha'$ -мартенситной фазы в образцах прокатанных до при температуре жидкого азота (4,7%,  $\epsilon=50\%$ ). Электронно-микроскопически наблюдали образование  $\epsilon$ -мартенсита в структуре стали, прокатанной при обеих исследуемых температурах.

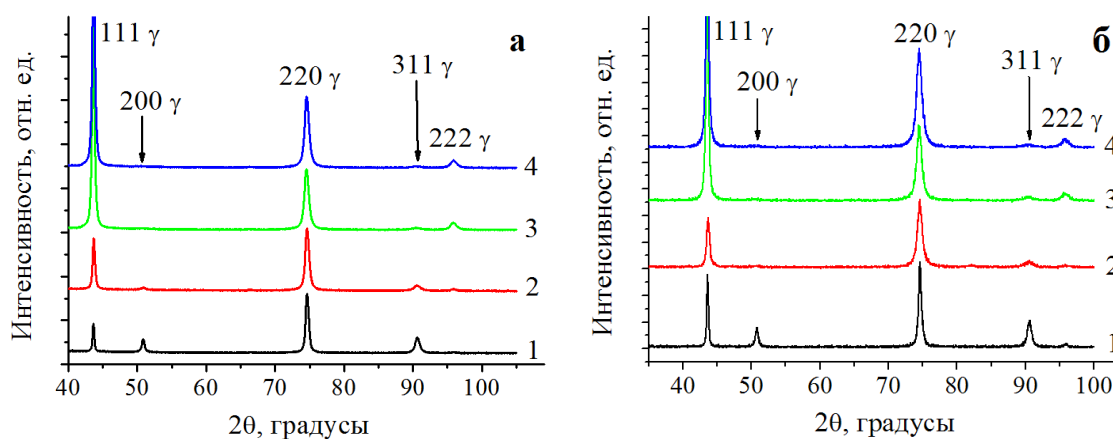


Рис. 2. Рентгенограммы для образцов стали 03X17H13M3 после прокатки: а)  $T=300\text{K}$ ; б)  $T=77\text{K}$ ; 1)  $\epsilon=25\%$ ; 2)  $\epsilon=50\%$ ; 3)  $\epsilon=75\%$ ; 4)  $\epsilon=90\%$ .

Анализ ДОЭ-картин и ПЭМ-изображений показал, что структура аустенита после прокатки при  $T=300\text{K}$  и  $T=77\text{K}$  имеет ориентированный характер, реализуется деформация скольжением, механическим двойникованием и происходит

формирование полос локализованного течения различного масштаба, наблюдается фрагментация исходных аустенитных зерен. Из таблицы 1 видно, что после деформационной обработки со степенью осадки до  $\varepsilon=50\%$  плотность дислокаций одинакова, т.е. понижение температуры прокатки не способствует увеличению плотности дислокаций.

Электронно-микроскопические данные свидетельствуют о том, что низкотемпературная прокатка приводит к образованию большего количества двойников, чем в стали после прокатки при комнатной температуре. Так же при увеличении степени деформации и при понижении температуры происходит уменьшение толщины двойниковых пластин, что способствует большему измельчению структуры и упрочнению (табл. 1).

Таблица 1. Параметры микроструктуры и механические свойства стали после различных режимов обработки.

	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\varepsilon$ , %	$\rho$ , $m^{-2}$	$\sigma_p$ , МПа	$\rho_{tw}$ , $m^{-1}$	$t$ , нм
<b>исх.сост.</b>	340	595	54	$\sim 10^{12}$	19	–	–
<b>300К</b> $\varepsilon=25\%$	–	–	–	$0,4 \times 10^{15}$	370	$2 \times 10^6$ ( $16 \times 10^6$ )	96 (26)
<b>300К</b> $\varepsilon=50\%$	1080	1155	9	$1,0 \times 10^{15}$	590	$8 \times 10^6$	50
<b>77К</b> $\varepsilon=25\%$	–	–	–	$0,7 \times 10^{15}$	480	$7 \times 10^6$ ( $12 \times 10^6$ )	22 (30)
<b>77К</b> $\varepsilon=50\%$	1200	1260	7	$1,0 \times 10^{15}$	590	$10 \times 10^6$	30

Понижение температуры прокатки способствует измельчению зерна и упрочнению стали, так предел текучести повышается от 340МПа (исходное состояние) до 1080МПа и 1200МПа после прокатки при температурах 300К и 77К соответственно. Предел прочности также увеличивается от 595МПа (исходное состояние) до 1155МПа и 1260МПа после прокатки при температурах 300К и 77К соответственно. При этом после прокатки пластичность снижается в 6 раз по сравнению с исходным состоянием стали (рис. 3 а, табл. 1). При пластической деформации происходит измельчение зерна, накопление дефектов кристаллического строения и рост внутренних напряжений, что приводит к описанным выше эффектам упрочнения при увеличении степени деформации.

Различие в упрочнении стали при разной температуре прокатки может быть вызвано несколькими факторами. Первый – плотность дислокаций, накопленных в структуре стали при деформации. Проанализировав полученные экспериментальные данные (табл. 1) можно сделать вывод о том, что плотность дислокаций слабо зависит от температуры прокатки. Высокая плотность дислокаций, сформированная в исследуемой стали при деформационных обработках, вносит одинаковый вклад в упрочнение, и, следовательно, не является фактором, влияющим на различие механических свойств. На основе данных по изменению плотности двойниковых границ, формируемых в результате пластической деформации в стали, можно предположить, что наблюдаемые различия в механических свойствах образцов стали, прокатанных при разных

температурах, обусловлены увеличением плотности двойников деформации при понижении температуры прокатки. Еще одним фактором влияющим на различие механических свойств является образование при прокатке при температуре жидкого азота  $\alpha'$ -мартенситной фазы. Таким образом, понижение температуры прокатки способствует формированию более высоких прочностных свойств в стали 03X17H13M3 за счет увеличения плотности двойниковых границ и формирования мартенситной фазы, об этом свидетельствуют также данные по зависимости значений микротвердости от температуры прокатки (рис. 3 б).

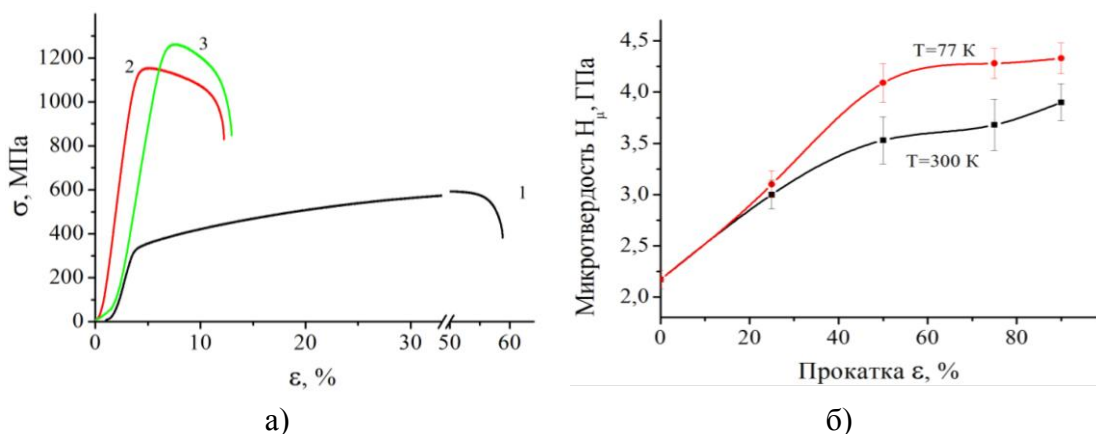


Рис. 3. а) кривые течения стали 08X17H14M2 в исходном состоянии (1) и после прокатки ( $\varepsilon=50\%$ ) при температурах  $T=300\text{K}$  (2) и  $T=77\text{K}$  (3); б) микротвердость образцов стали 03X17H13M3 после различных режимов обработки.

**Заключение.** Холодная прокатка приводит к формированию в стали 03X17H13M3 разориентированной зеренно-субзеренной структуры с высокой долей двойниковых границ. Основными механизмами деформации стали выступают дислокационное скольжение, механическое двойникование и образование полос локализованной деформации. Понижение температуры прокатки и увеличение степени осадки способствует росту линейной плотности двойниковых границ.

Независимо от температуры прокатки, на рентгенограммах наблюдаются рефлексии только от  $\gamma$ -фазы, т.е. прокатка не способствует появлению заметного количества  $\varepsilon$  и  $\alpha'$ -мартенсита, но методом магнитофазового анализа было обнаружено формирование небольшой доли  $\alpha'$ -мартенситной фазы в образцах, прокатанных при температуре жидкого азота. Электронно-микроскопически наблюдали образование  $\varepsilon$ -мартенсита в структуре стали, прокатанной при обеих исследуемых температурах.

Прокатка приводит к повышению микротвердости, увеличению пределов текучести и прочности, снижению пластичности стали 03X17H13M3. Понижение температуры прокатки вызывает большие эффекты упрочнения, что вызвано увеличением плотности двойниковых границ и фазовыми переходами, активируемыми при температуре деформации 77K.

### Список литературы.

1. H. Berns, V. Gavriljuk, S. Riedner. High Interstitial Stainless Austenitic Steels. – Springer, USA, 2013.

2. K.H. Lo, C.H. Shek, J.K.L.Lai. Recent developments in stainless steels // Materials Science and Engineering R. – 2009. – V. 65. – P. 39–104.

3. Лободюк В.А., Эстрин Э.И. Мартенситные превращения.– М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. – 352 с.

## **САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ КОМПОЗИЦИОННОГО НАНОПОРОШКА AlN-BN ИЗ СИСТЕМ «АЗИД НАТРИЯ – ГАЛОИДНЫЕ СОЛИ АЛЮМИНИЯ И БОРА»**

*Л.А. Шиганова, к.т.н., доцент,*

*И.А. Керсон, магистрант*

*Самарский государственный технический университет,*

*443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244,*

*тел.(846)-242-28-89*

*E-mail: schiglou@yandex.ru*

Для получения нитридных композиций нано- и микропорошков перспективно использовать азидную технологию СВС (СВС-Аз). Эта технология основана на использовании азидата натрия  $\text{NaN}_3$  в качестве твердого азотирующего реагента и галоидных солей различного состава [1].

Нитевидные кристаллы нитрида алюминия являются одним из наиболее перспективных армирующих наполнителей для композиционных материалов. На основе нитрида алюминия марки СВС была создана новая высокотемпературная диэлектрическая керамика. Нитрид бора применяется для получения высокоогнеупорных материалов, армирующих волокон, как полупроводниковый материал, сухая смазка для подшипников, поглотитель нейтронов в ядерных реакторах.

Известно, что свойства керамики на основе индивидуальных нитридов алюминия и бора заметно различаются. Поэтому свойства керамики на основе композиционных материалов с применением этих нитридов будут значительно различаться. Например, при использовании одноименных композиций, но с различным содержанием нитридных фаз, например,  $\text{AlN}/\text{BN}=90/10$  и  $\text{AlN}/\text{BN}=10/90$ , свойства материала будут различными. В первом случае материал будет обладать больше теплопроводными свойствами, а во втором случае – повышенной твердостью. Вследствие этого и применение этих композиций будет различным [2].

Проведение синтеза нитридной композиции AlN-BN в режиме СВС-Аз, измерение линейных скоростей и максимальных температур горения проводились в лабораторном реакторе СВС-Аз постоянного давления с рабочим объемом 4,5 литра.

На рис. 1 представлены зависимости температуры и скорости горения от соотношения компонентов в системах «азид натрия – галоидные соли алюминия и бора» для получения нитридной композиции AlN-BN.

Известно, что при азотировании пудры алюминия образование AlN начинается уже при температуре 400 °С, при 500-600 °С в нитрид переходит до 15-20 % пудры Al, но для получения качественного продукта, полностью проазотированного, в печной технологии из элементов необходима температура 1200 °С для AlN и 1500 °С для BN [3].