

# Министерство образования и науки Российской Федерации

УДК: 539.23, 539.216.1, 621.787: 621.789  
ГРНТИ: 29.12.22, 55.03.05, 55.20.27, 55.22.29  
Инв. №

<b>УТВЕРЖДЕНО:</b>
<b>Исполнитель:</b> Федеральное Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева»
От имени Руководителя организации  _____/ В.А. Ковалев/ М.П.

## НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ОТЧЕТ

о выполнении 3 этапа Государственного контракта  
№ 16.740.11.0641 от 02 июня 2011 г.

**Исполнитель:** Федеральное Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева»

**Программа (мероприятие):** Федеральная целевая программа «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 гг., в рамках реализации мероприятия № 1.3.1 Проведение научных исследований молодыми учеными - кандидатами наук.

**Проект:** Наноинженерия поверхностного слоя при внешних энергетических воздействиях на стадиях жизненного цикла ответственных деталей машин

**Руководитель проекта:**

\_\_\_\_\_/Махалов Максим Сергеевич  
(подпись)

Кемерово  
2012 г.

**СПИСОК ОСНОВНЫХ ИСПОЛНИТЕЛЕЙ**  
по Государственному контракту 16.740.11.0641 от 02 июня 2011 на выполнение  
поисковых научно-исследовательских работ для государственных нужд

Организация-Исполнитель: Федеральное Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева»

Руководитель темы:

кандидат \_\_\_\_\_ Махалов М. С.  
технических наук, без \_\_\_\_\_  
ученого звания \_\_\_\_\_ подпись, дата

Исполнители темы:

доктор технических \_\_\_\_\_ Блюменштейн В. Ю.  
наук, профессор \_\_\_\_\_  
подпись, дата

кандидат \_\_\_\_\_ Кречетов А. А.  
технических наук, \_\_\_\_\_  
доцент \_\_\_\_\_ подпись, дата

без ученой степени, \_\_\_\_\_ Пимонов М. В.  
без ученого звания \_\_\_\_\_  
подпись, дата

без ученой степени, \_\_\_\_\_ Зенков А. А.  
без ученого звания \_\_\_\_\_  
подпись, дата

## Реферат

Отчет 61 с., 2 ч., 45 рис., 9 табл., 6 источн., 0 прил.

### НАНОСТРУКТУРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ, ПРОГРАММА НАГРУЖЕНИЯ, УПРОЧНЯЮЩАЯ ОБРАБОТКА, ПОВЕРХНОСТНЫЙ СЛОЙ, ИНТЕНСИВНАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ НАСЛЕДОВАНИЕ, ЖИЗНЕННЫЙ ЦИКЛ

В отчете представлены результаты исследований, выполненных по 3 этапу Государственного контракта № 16.740.11.0641 "Наноинженерия поверхностного слоя при внешних энергетических воздействиях на стадиях жизненного цикла ответственных деталей машин" (шифр "2011-1.3.1-207-008") от 02 июня 2011 по направлению "Проведение научных исследований молодыми кандидатами наук в следующих областях: - нанотехнологии и наноматериалы; - механотроника и создание микросистемной техники; - создание биосовместимых материалов; - создание и обработка композиционных и керамических материалов; - создание и обработка кристаллических материалов; - создание и обработка полимеров и эластомеров; - создание мембран и каталитических систем; - металлургические технологии; - строительные технологии" в рамках мероприятия 1.3.1 "Проведение научных исследований молодыми учеными - кандидатами наук.", мероприятия 1.3 "Проведение научных исследований молодыми учеными - кандидатами наук и целевыми аспирантами в научно-образовательных центрах", направления 1 "Стимулирование закрепления молодежи в сфере науки, образования и высоких технологий." федеральной целевой программы "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009-2013 годы.

Цель работы - Разработка теории и раскрытие наследственных физических закономерностей формирования и трансформации наноструктурного состояния и остаточных напряжений поверхностного слоя на стадиях жизненного цикла деталей машин и разработка средств автоматизации проектирования комбинированных упрочняющих технологических процессов

Экспериментальные исследования формирования и трансформации наноструктурного состояния поверхностного слоя упрочненных образцов проводились с использованием метода сканирующей электронной микроскопии и разработанных методик упрочняющей обработки экспериментальных образцов поверхностным пластическим деформированием и интенсивной пластической деформацией по схеме кручения с реализацией сжатия.

При исследовании формирования и трансформации остаточных напряжений поверхностного слоя использовались экспериментальные образцы, упрочненные деформирующей прокаткой. Исследования образцов проводились с использованием методов коэрцитиметрии, магнито-шумового и рентгено-фазового анализа, что позволило проводить сопоставление полученных результатов.

Экспериментальные исследования формирования и трансформации наноразмерной структуры металла упрочненного поверхностного слоя проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-7500FA.

Экспериментальные исследования формирования и трансформации остаточных напряжений упрочненного поверхностного слоя проводились с использованием:

- анализатора напряжений и структуры материалов на основе использования магнито-шумового эффекта Баркгаузена «IntroScan»;
- магнитного структуроскопа КРМ-Ц-К2М в комплекте с КПК, предназначенного для анализа напряжений и структуры металлов на основе измерения коэрцитивной силы;
- дифрактометра XRD-7000S, предназначенного для исследования структурного состояния, плотности и распределения плотности дислокаций и определения внутренних напряжений на основе излучения и регистрации рентгеновского излучения.

Упрочняющая обработка образцов интенсивной пластической деформацией проводилась с использованием специальных установок оригинальной конструкции.

Регрессионный анализ данных, получение статистических моделей и их оценка осуществлялись с использованием программного комплекса «Statistica».

Материалы теоретических и экспериментальных исследований, раскрывающие содержание работ по решению поставленных научно-исследовательских задач, включая:

1. Результаты экспериментальных исследований формирования и трансформации наноструктурного состояния поверхностного слоя упрочненных образцов.
2. Результаты экспериментальных исследований формирования и трансформации остаточных напряжений поверхностного слоя упрочненных образцов.

## СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
Титульный лист	1
Список исполнителей	2
Реферат	3
Содержание	5
Введение	7
1. Экспериментальные исследования формирования и трансформации наноструктурного состояния поверхностного слоя упрочненных образцов	9
1.1. Методики упрочняющей обработки экспериментальных образцов поверхностным пластическим деформированием и интенсивной пластической деформацией по схеме кручения с реализацией сжатия	9
1.1.1. Методика упрочняющей обработки экспериментальных образцов поверхностным пластическим деформированием	9
1.1.2. Методика обработки образцов интенсивной пластической деформацией металла кручением с реализацией сжатия	14
1.2. Методика экспериментальных исследований формирования и трансформации наноструктурного состояния упрочненного поверхностного слоя методом сканирующей электронной микроскопии	17
1.3. Результаты экспериментальных исследований формирования и трансформации наноструктурного состояния под действием программ нагружения интенсивной пластической деформации после упрочняющей обработки поверхностного слоя	23
1.4. Результаты проведения металлографических исследований свойств поверхностного слоя в процессах обработки интенсивной пластической деформацией методом кручения со сжатием	30
2. Экспериментальные исследования формирования и трансформации остаточных напряжений поверхностного слоя упрочненных образцов	34
2.1. Методики экспериментальных исследований остаточных напряжений поверхностного слоя упрочненных образцов	34
2.1.1. Методика упрочняющей обработки экспериментальных образцов деформирующей прокаткой	34
2.1.2. Методика исследования экспериментальных образцов методами коэрцитиметрии и магнито-шумового анализа	35
2.1.3. Методика исследования экспериментальных образцов методом рентгено-фазового анализа	43
2.2. Результаты исследований экспериментальных образцов методами коэрцитиметрии, магнито-шумового и рентгено-фазового анализа	49

Заключение	59
Список использованных источников	61

## ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день общепринятым является представление о трансформации структуры металла в наноразмерное состояние (с характерным размером структуры менее 100 нм) как об одном из эффективных способов существенного повышения эксплуатационных свойств изделий. Так, использование интенсивной пластической деформации (ИПД) позволяет повысить микротвердость титана в 1,9 раз, предел текучести более чем в 4 раза при сохранении удовлетворительной пластичности.

Дополнительное использование других технологических методов обработки позволяет создавать многофункциональные структурные наноразмерные поверхностные комплексы, обеспечивающие значительное повышение эксплуатационных свойств деталей машин, работающих в экстремальных условиях эксплуатации.

При характерном размере структуры менее 100 нм традиционные подходы материаловедения и технологии машиностроения не позволяют в полной мере объяснить наблюдаемые закономерности формирования наноразмерной структуры и прогнозировать результат обработки.

Также рассмотрение поверхностного слоя на наноразмерном уровне позволяет выявить некоторые неясные до настоящего времени особенности процессов, происходящих на стадиях комбинированной упрочняющей обработки и эксплуатации деталей машин. В многочисленных существующих работах в области нанотехнологий основное внимание уделяется физическим основам нанотехнологий; методам исследования, анализа и аттестации наноструктур и наноматериалов; наноэлектронике, наносистемам и др. Инженерные приложения деформационного наноструктурирования для повышения эксплуатационных свойств традиционных деталей машин практически отсутствуют, что сдерживает создание и широкое применение новых совмещенных и комбинированных

упрочняющих технологий наноструктурирования в реальном секторе экономики.

Проект направлен на раскрытие наследственных физических закономерностей формирования и трансформации наноструктурного состояния и остаточных напряжений поверхностного слоя на стадиях жизненного цикла деталей машин. Эти закономерности требуются для разработки комбинированных упрочняющих технологических процессов и средств их автоматизации.

В рамках отчетного этапа выполнены экспериментальные исследования формирования и трансформации наноструктурного состояния и остаточных напряжений поверхностного слоя упрочненных образцов под действием программ нагружения интенсивной пластической деформации.

Разработаны методики упрочняющей обработки экспериментальных образцов поверхностным пластическим деформированием и интенсивной пластической деформацией по схеме кручения с реализацией сжатия

Получены результаты исследований остаточных напряжений экспериментальных образцов методами коэрцитиметрии, магнито-шумового и рентгено-фазового анализа.

На следующем этапе выполнения НИР планируется исследование топографии поверхности и повышения механических и эксплуатационных свойств экспериментальных образцов за счет совмещения методов ИПД поверхностного слоя.

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФОРМИРОВАНИЯ И  
ТРАНСФОРМАЦИИ НАНОСТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ И  
ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ НА  
СТАДИЯХ ЖИЗНЕННОГО ЦИКЛА ПОД ДЕЙСТВИЕМ ПРОГРАММ  
НАГРУЖЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ИНТЕНСИВНОЙ  
ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ МЕТОДАМИ СКАНИРУЮЩЕЙ  
ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ, КОЭРЦИТИМЕТРИИ,  
МАГНИТОШУМОВОГО И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА**

**1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФОРМИРОВАНИЯ И  
ТРАНСФОРМАЦИИ НАНОСТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ  
ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ УПРОЧНЕННЫХ ОБРАЗЦОВ**

**1.1. Методики упрочняющей обработки экспериментальных образцов  
поверхностным пластическим деформированием и интенсивной  
пластической деформацией по схеме кручения с реализацией сжатия**

**1.1.1. Методика упрочняющей обработки экспериментальных образцов  
поверхностным пластическим деформированием**

Экспериментальные образцы для исследований состояния поверхностного слоя (ПС) изготавливались из отожженной *стали 45* ГОСТ 1050-88 одной поставки, химический состав и механические свойства которой представлены в табл. 1.1 и 1.2.

Выбор данной стали в качестве основного материала для исследований обусловлен большим количеством имеющихся результатов, что позволило сопоставлять полученные результаты с результатами других исследователей. В то же время сталь 45 является одной из самых распространенных конструкционных сталей в различных отраслях машиностроения.

Таблица 1.1

## Химический состав стали 45 ГОСТ 1050-88 (%)

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>Cr</b>	<b>S</b>	<b>P</b>
0,42-0,5	0,17-0,37	0,5-0,8	до 0,25	до 0,04	до 0,035

Таблица 1.2

## Механические свойства стали 45 ГОСТ 1050-88 после нормализации

$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\psi$ , %	$\delta$ , %	$KCU$ , Дж/см <sup>2</sup>	HV
355	600	16	40	49	160-180

Экспериментальные образцы представляли собой кольца (рис. 1.1), устанавливаемые на специальную цилиндрическую оправку с вспомогательными кольцами и закрепляемые гайкой (рис. 1.2).

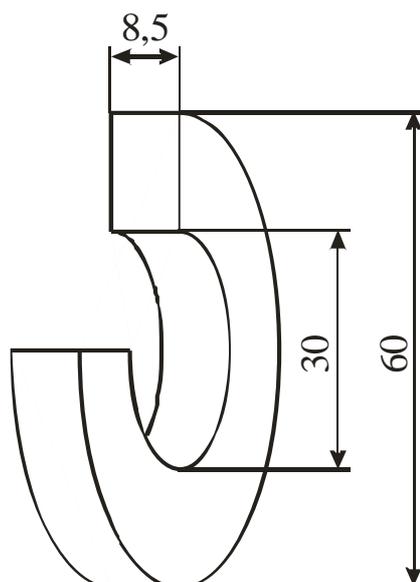


Рис. 1.1. Размеры экспериментального образца

Размеры образцов-колец выбирались в соответствии с рекомендациями, представленными в [1], исходя из необходимости дальнейшего проведения, наряду с другими, исследований остаточных напряжений поверхностного слоя.

Вспомогательные и экспериментальные кольца изготавливались одинаковых размеров.

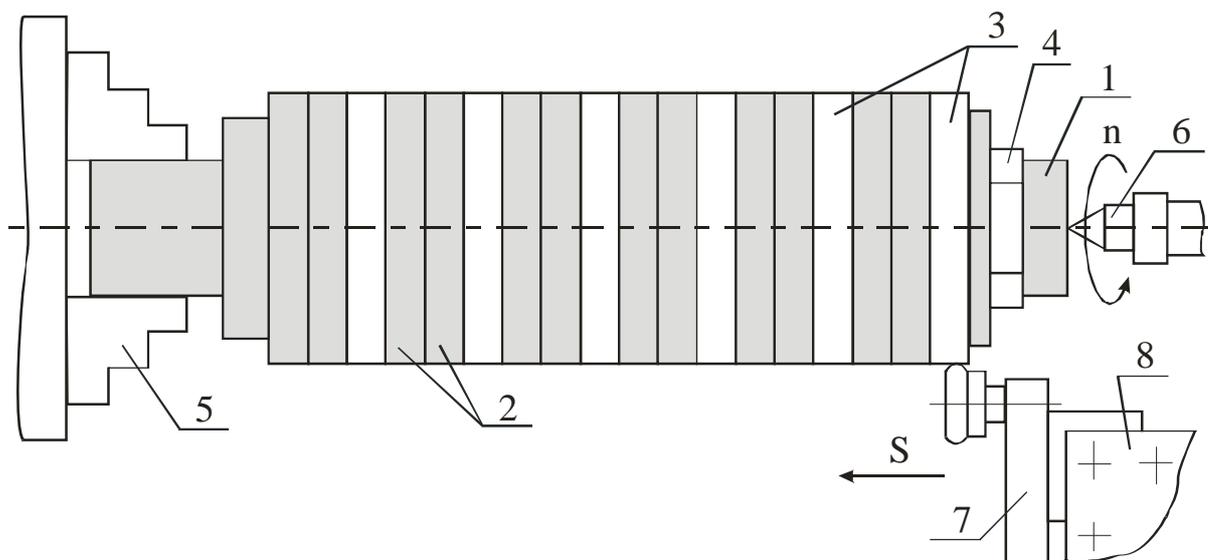


Рис. 1.2. Схема специальной цилиндрической оправки с образцами-кольцами:

- 1 – оправка; 2 – образцы; 3 – вспомогательные кольца; 4 – гайка;  
 5 – передний центр; 6 – передний центр; 7 – устройство для ППД роликом;  
 8 – резцедержатель

Маркировка экспериментальных (за исключением вспомогательных) образцов-колец осуществлялась на торце последних.

Вспомогательные кольца использовались для внедрения и отвода инструмента при смене режима обработки (рис. 1.3). Таким образом, обеспечивалась стационарность режима обработки ППД экспериментальных образцов, установленных между соседними вспомогательными кольцами.

Конструкция роликовой накатной установки для ППД была изготовлена по ГОСТ 16342-70, ГОСТ 16345-70 и оснащена сменными роликами торовой формы  $\varnothing 60$  мм, изготовленными в соответствии с ГОСТ 16344-70 из стали ШХ15 с последующей закалкой. Суммарное радиальное биение роликов не превышало 0,01 мм, а шероховатость рабочей поверхности роликов составляла  $Ra$  0,05.

Величина усилия обкатывания устанавливалась с помощью тарированной пружины, величина сжатия которой фиксировалась с помощью индикатора часового типа *Tesa Instruments 355B*, закрепленного с помощью магнитной индикаторной стойки на суппорте токарного станка. Цена деления

индикатора составляла 0,002 мм.

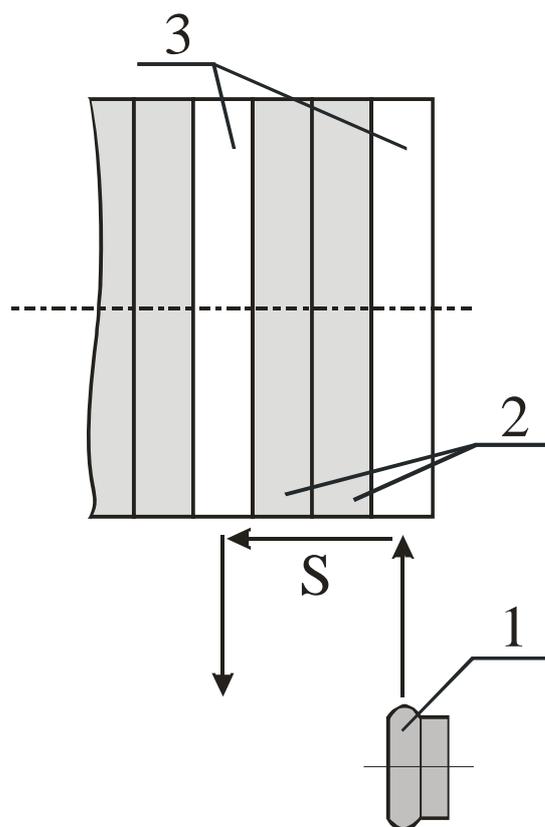


Рис. 1.3. Схема обработки ППД экспериментальных образцов с использованием вспомогательных колец: 1 – обкатной ролик; 2 – экспериментальные образцы; 3 – вспомогательные кольца;

Тарированная пружина обкатного устройства в рабочем диапазоне усилий имела линейную характеристику:

$$P = 18,39 \cdot x,$$

где  $p$  – усилие, кгс;  $x$  – величина сжатия пружины, мм;

Для устранения радиального биения экспериментальных образцов, вызванного погрешностью закрепления и биением переднего и заднего центров станка, образцы-кольца, закрепленные на оправке, подвергались предварительному многопроходному обтачиванию с уменьшающимся припуском. Каждое последующее обтачивание устраняло упрочненный слой от предыдущей обработки. Это позволило принять, что образцы, поступающие на обработку ППД, не имели упрочненного слоя, остаточные

напряжения в них отсутствовали. Последующая обработка ППД осуществлялась без переустановки оправки с образцами.

Режимы предварительного обтачивания образцов приведены в таблице 1.3.

Таблица 1.3

Режимы предварительного обтачивания экспериментальных образцов

№ хода	Вид обработки	Припуск на сторону $t$ , мм	Подача $s$ , мм/об	Частота вращения $n$ , об/мин
1	черновая	0,25	0,28	1600
2				
3	чистовая	0,15	0,07	
4		0,05		

Для черновой обработки резанием использовался токарный проходной резец с механическим креплением твердосплавных пластин 2101-0191 (25x25x140) ГОСТ 21651-75, материал режущей части T15K6. Передний угол  $\gamma = 12^{\circ}$ , главный задний угол  $\alpha = 8^{\circ}$ , главный угол заострения  $\beta = 70^{\circ}$ , вспомогательный задний угол  $\alpha_l = 2^{\circ}$ , главный угол в плане  $\varphi = 45^{\circ}$ , угол при вершине в плане  $\varepsilon = 90^{\circ}$ .

Для чистовой обработки резанием использовался токарный проходной резец с механическим креплением твердосплавных пластин 4979 (25x2) ГОСТ 21651-75, материал режущей части T15K6. Передний угол  $\gamma = 6^{\circ}$ , главный задний угол  $\alpha = 9^{\circ}$ , главный угол заострения  $\beta = 75^{\circ}$ , вспомогательный задний угол  $\alpha_l = 1,5^{\circ}$ , главный угол в плане  $\varphi = 45^{\circ}$ , угол при вершине в плане  $\varepsilon = 90^{\circ}$ .

Для обработки использовались обкатные ролики, изготовленные по ГОСТ 16344-70, поочередно устанавливаемые в роликовую головку с усилием обкатывания до 5000 Н (ГОСТ 16342-70). Роликовая головка в свою очередь устанавливалась в однороликовом универсальном приспособлении

для упрочняющей обкатки деталей, изготовленном по ГОСТ 16339-70 и ГОСТ 16345-70.

Варьируемыми параметрами при обкатывании являлись: профильный радиус ролика и усилие обработки. При этом с одинаковыми параметрами режима осуществлялась обработка не менее чем двух рабочих образцов, установленных вместе и расположенных между вспомогательными кольцами (рис. 1.3).

В рамках проведения экспериментальных исследований осуществлялась обработка экспериментальных образцов поверхностным пластическим деформированием мультирадиусными роликами специальных профилей трех типов, моделирование обработки которыми описано в отчете о выполнении 2-го этапа настоящего проекта. В настоящее время проводится подготовка документов к патентованию конструкции данных роликов.

### **1.1.2. Методика обработки образцов интенсивной пластической деформацией металла кручением с реализацией сжатия**

Для реализации данного технологического метода было разработано устройство, принципиальная схема которого показана на рис. 1.4.

Устройство представляет собой пару валков (1), имеющих электрический привод, с возможностью регулировки угла между их осями в горизонтальной плоскости, за валками установлены подпружиненные ролики (2). При подаче проволоки (3) через валки происходит её сдавливание и при углах скрещивания осей валков большем, чем  $0^\circ$  происходит закручивание. На выходе из валков проволока зажимается роликами. На выходе проволоки из роликов происходит снижение линейной и угловой скорости.

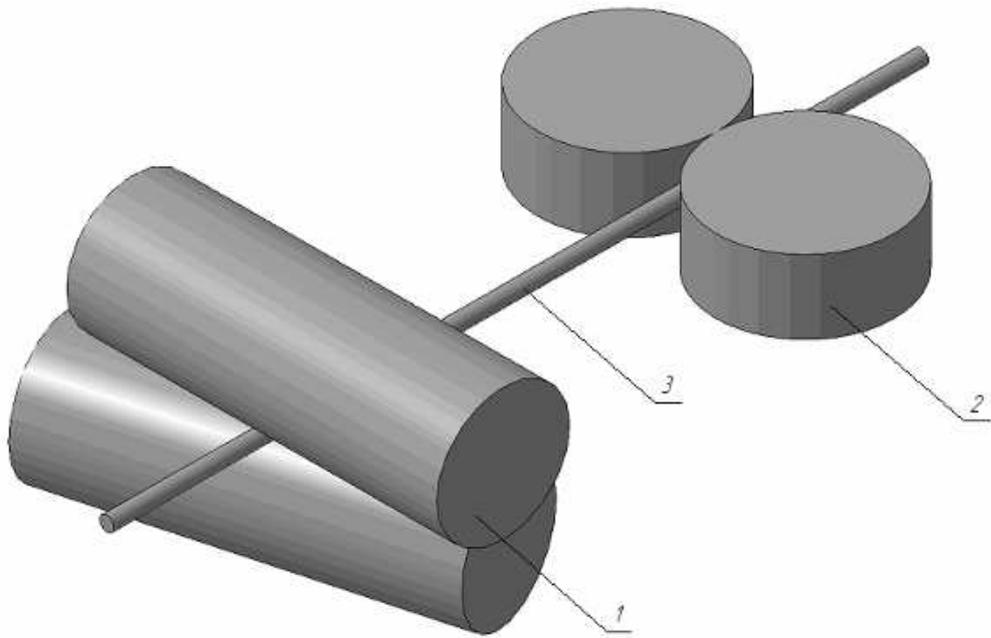


Рис. 1.4. Принципиальная схема устройства

Измерение скоростей перемещения проволоки производилось в зонах в соответствии со схемой приведённой на рис 1.5. Результаты измерений представлены в таблицах 1.4, 1.5.

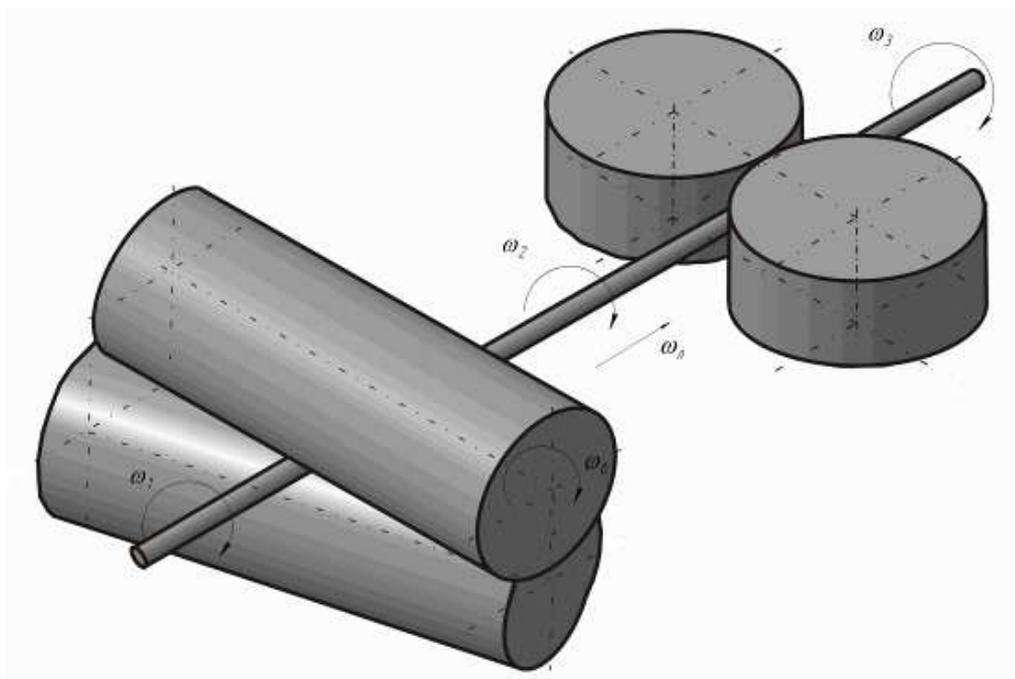


Рис. 1.5. Места замеров скоростей:  $\omega_b = 2,2$  об/мин, индексы скоростей обозначают соответствующие зоны замеров: 1 – на входе в валки, 2 – на входе в ролики, 3 – на выходе из роликов

Таблица 1.4

Линейная скорость проволоки, мм/мин

	5°	15°	20°
$\omega_{л1}$	313	313	313
$\omega_{л2}$	310,7	308	306,8
$\omega_{л3}$	305,8	302,6	300

Таблица 1.5

Угловая скорость вращения проволоки, об/мин

	5°	15°	20°
$\omega_1$	3,3	6	5,75
$\omega_2$	2,54	3,75	3,28
$\omega_3$	2,5	3,24	3,05

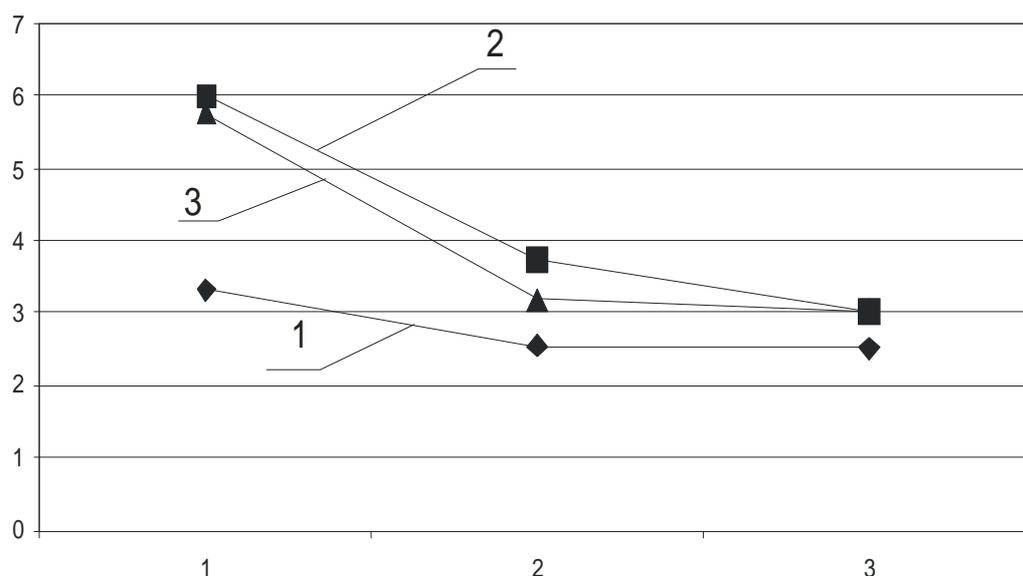


Рис. 1.6. Распределение скоростей вращения по зонам измерения;  
 угол скрещения осей: 1 – 5°; 2 – 15°; 3 – 20°

Для обработки использовалась проволока из технической чистой меди с содержанием кислорода 2-5%. Из проволоки нарезались проволочки длиной  $500 \pm 10$  мм, данная длина, принята в связи с конструкцией применяемой установки, а также позволяет изготовить из одной проволоки несколько образцов для дальнейших исследований.

## **1.2. Методика экспериментальных исследований формирования и трансформации наноструктурного состояния упрочненного поверхностного слоя методом сканирующей электронной микроскопии**

Электронная микроскопия – совокупность методов исследования микроструктуры тел (вплоть до атомно-молекулярного уровня), их локального состава и локализованных на поверхностях или в микрообъёмах тел электрических и магнитных полей (микрополей) с помощью электронных микроскопов. Электронный микроскоп расширил предел разрешения от длины световой волны до атомных размеров, а точнее до межплоскостных расстояний величиной порядка 0,15 нм.

Существуют электронные микроскопы двух типов: просвечивающие и растровые (сканирующие).

Просвечивающий электронный микроскоп во многом аналогичен оптическому микроскопу проходящего света, но его конструкция обратна конструкции оптического микроскопа. Источник электронов (энергией 100-400 кэВ) заменяет источник света и находится сверху колонны микроскопа, в то время как система регистрации – внизу. Источником электронов является нагретая вольфрамовая нить, создающая пучок электронов с плотностью тока до  $5 \times 10^4$  А/м<sup>2</sup>. Заметим, что кристаллы гексаборида лантана (LaB<sub>6</sub>) позволяют повысить плотность тока до  $10^6$  А/м<sup>2</sup>, а при полевой эмиссии электронов плотность тока может достигать  $10^{10}$  А/м<sup>2</sup>. Пучок высокоэнергетичных электронов фокусируется системой электромагнитных конденсорных линз за счет регулировки тока линз. Предметный столик представляет собой сложную конструкцию, позволяющую наклонять образец в двух плоскостях и перемещать его вдоль оси z. Фокусировка пучка в электронном просвечивающем микроскопе производится регулировкой тока электромагнитной линзы. Система построения изображения также использует электромагнитные линзы. Изображение обычно строится на флуоресцентном экране. Типичные значения удельного тока равны  $10^{-11}$ – $10^{-10}$

$\text{A}/\text{m}^2$ , а при максимальных увеличениях они еще ниже. Для регистрации изображения обычно используют фотопленку, но, как и в оптической микроскопии, она все более вытесняется цифровыми ПЗС-камерами.

Электроны имеют малую длину свободного пробега в воздухе, и поэтому колонна микроскопа находится в условиях вакуума. Загрязнение («подгорание») образца под действием пучка (появление углеродного слоя на его поверхности) является серьезной проблемой, которая ограничивает как время работы, так и предельно достигаемое разрешение. Обычно вакуум должен иметь порядок  $10^{-6}$  торр (мм ртутного столба), однако для самых высоких степеней увеличения желателен вакуум  $10^{-7}$ , причем необходимо удалить все источники загрязнения образца, что делается криогенным охлаждением.

Растровый электронный микроскоп также имеет источник высокоэнергетичных электронов и систему конденсора, но включает дополнительную электромагнитную управляющую линзу, позволяющую сканировать электронный пучок по поверхности образца. Управляющая линза в растровом электронном микроскопе выполняет функцию, аналогичную объективу в просвечивающем электронном микроскопе, и поэтому она определяет окончательное разрешение микроскопа. Однако в растровом микроскопе управляющая линза помещена над образцом и не имеет отношения к сбору сигнала. Сигнал упругорассеянных электронов играет незначительную роль в построении изображения в растровом электронном микроскопе, которое создается вторичными электронами, появляющимися при взаимодействии первичных электронов с образцом. Энергия первичных электронов в растровом микроскопе значительно ниже, чем в просвечивающем. Обычно она равна 5–30 кэВ, хотя иногда ее снижают и до 200 эВ.

Изображение в растровом электронном микроскопе получают, сканируя пучком электронов, и модулированный сигнал передают, записывают и демонстрируют на телеэкране.

Мощь сканирующего электронного микроскопа обусловлена наличием широкого диапазона сигналов, которые появляются при взаимодействии пучка электронов с поверхностью образца. Они включают характеристическое рентгеновское излучение, возникающее вследствие выбивания электронов из внутренних оболочек атомов; катодолюменисценцию в диапазоне видимого света, связанную с возбуждением валентных электронов; инициированный электрический ток образца и упруго-отраженные электроны. Наиболее часто для получения изображения используют сигнал низкоэнергетичных вторичных электронов, выбиваемых из образца первичным пучком. Вторичные электроны в большом количестве выбиваются из предельно локализованной области, в которую ударяет первичный электронный пучок. Их легко собрать и усилить, а затем построить изображение, разрешение которого ограничено лишь диаметром первичного пучка.

Основное различие принципов работы просвечивающего и растрового электронных микроскопов связано со способом сбора данных и формированием изображения. Как и в оптическом микроскопе, в просвечивающем электронном микроскопе информацию собирают непрерывно со всей изучаемой области, а увеличенное изображение фокусируют при помощи линз. Другими словами, информация со всех точек изображения собирается одновременно. В растровом электронном микроскопе информация собирается последовательно для каждой точки по мере движения первичного пучка. На это требуется время, необходимое для получения статистически значимого сигнала от каждой точки, и время формирования изображения ограничено скоростью сканирования и числом точек. Таким образом, различие состоит в различии оптического изображения, формируемого одновременно всей областью, и растрового изображения, создаваемого последовательно точка за точкой.

Высокое качество изображения растрового электронного микроскопа и большая глубина резкости, т.е. возможность наблюдать детали, значительно

смещенные по оптической оси, привели к его быстрому распространению практически во все области науки и техники.

Управляющая линза, фокусирующая и направляющая электронный пучок на поверхность образца в растровом электронном микроскопе, аналогична линзе объектива в просвечивающем электронном микроскопе. В некотором смысле геометрическая схема растрового электронного микроскопа обратна схеме просвечивающего микроскопа. Например, источник электронов находится там, где создается изображение в просвечивающем микроскопе. Конденсор уменьшает размер пучка (вместо увеличения изображения), а управляющая линза формирует пучок в месте, где находится источник электронов в просвечивающем микроскопе. Кроме того, пучок представляет собой уменьшенное изображение источника.

Имеются три ограничения, не позволяющие уменьшить размер электронного пучка ниже предельного уровня:

- сферическая и хроматическая абберация управляющей линзы, причем доминирует сферическая абберация;

- при фиксированной величине тока из-за кулоновского отталкивания электронов существует некоторый размер пучка, ниже которого диаметр пучка уменьшить не удастся;

- необходимо иметь некоторый объем за полюсами управляющей линзы для размещения образцов (обычно диаметром порядка 20 мм, а в некоторых случаях и 100 мм).

В растровом электронном микроскопе диаметр пучка может быть снижен до 2 нм. При этом приходится сильно уменьшать его ток. Чтобы увеличить сигнал, иногда диаметр пучка увеличивают до 1 мкм. В частности, если используют рентгеновский сигнал, так как поперечное сечение возбуждения рентгена мало, а разрешение лимитируется статистикой подсчета событий и длиной свободного пробега электронов в материале мишени.

Характеристический рентгеновский сигнал позволяет определить полный химический состав образца. Рентген обычно излучается объемом материала размером порядка 1 мкм, соответствующим глубине свободного пробега электронов. Рентгеновский сигнал может быть представлен тремя различными способами:

- в виде спектра, демонстрирующего зависимость интенсивности сигнала от энергии или длины волны;
- в виде линии сканирования, демонстрирующей зависимость интенсивности сигнала определенного элемента от координаты (например, поперек границы раздела фаз);
- в виде элементной карты, демонстрирующей распределение некоторого химического элемента по выбранной области.

Созданное отраженными электронами изображение отражает плотность образца, а не только топологию поверхности. Изображение можно также строить и на основании иницируемого пучком электрического тока или катодолюминисценции. Однако обычно оно создается сигналом вторичных электронов. Это обусловлено двумя причинами. Количество вторичных электронов намного выше количества первичных, а собираются они с эффективностью почти 100 %. Кроме того, вторичные электроны выбиваются лишь из очень тонкого поверхностного слоя образца, и поэтому разрешение очень высоко. В результате, сигнал очень сильный, а разрешение лимитируется лишь диаметром первичного пучка.

Подготовка образца для растрового электронного микроскопа очень проста. Однако нужно помнить, что пучок может повредить некоторые материалы (особенно полимеры и биологические ткани) и вызвать их загрязнение. Обычно для предотвращения зарядки образца его покрывают тонким проводящим слоем, который часто также увеличивает контрастность изображения. Вообще, контраст связан как с топологией поверхности образца, так и с изменениями плотности.

Наклоняя образец и регистрируя два изображения, можно создать имеющее ощущение глубины стереоизображение. Кроме того, точное измерение боковых смещений (параллакса) позволяет определить смещение вдоль оптической оси.

Исследования параметров nano- и микроструктуры методом сканирующей электронной микроскопии проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-7500FA (Япония) (рис. 1.7).

Перед помещением в вакуумную камеру микроскопа, с целью удаления загрязнений, образцы промывались в растворе ацетона.



Рис. 1.7. Сканирующий электронный микроскоп JEOL JSM-7500FA

### 1.3. Результаты экспериментальных исследований формирования и трансформации наноструктурного состояния под действием программ нагружения интенсивной пластической деформации после упрочняющей обработки поверхностного слоя

На подготовленных образцах для подробного рассмотрения были выбраны 3 зоны, расположение которых продемонстрировано на рис 1.8.

1. - зона на глубине 0,1 мм от упрочненной поверхности образца;
2. - зона на глубине 0,6 мм от упрочненной поверхности образца;
3. - зона на глубине 1,1 мм от упрочненной поверхности образца;

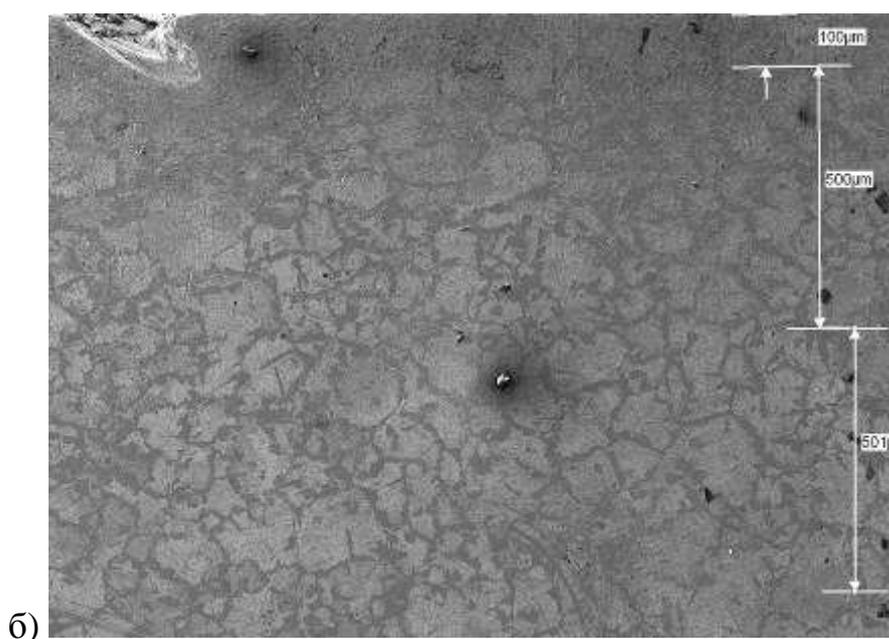
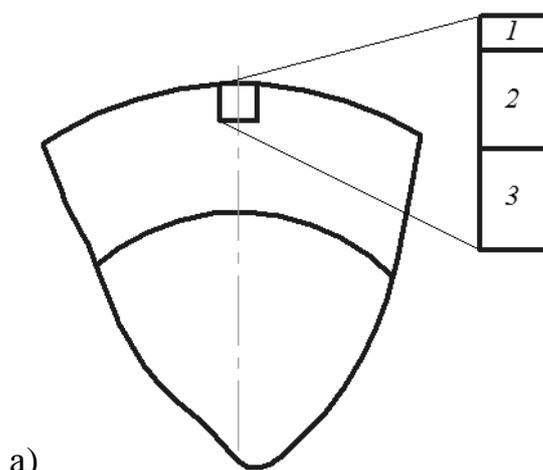


Рис. 1.8. Расположение зон подробного рассмотрения

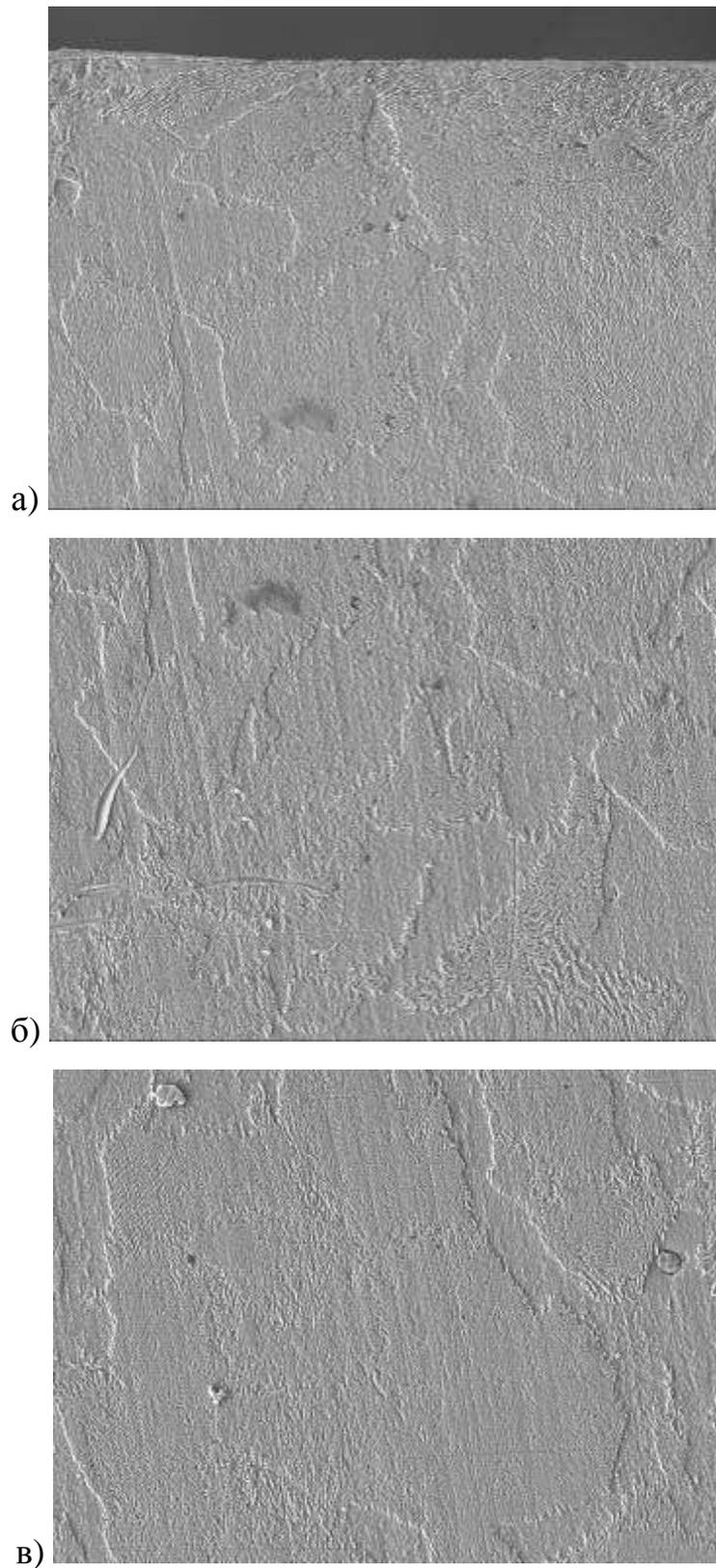


Рис. 1.9. СЭМ фотографии образец №1 «ии», х1000; а), б), в) – 1, 2, 3 зоны образца

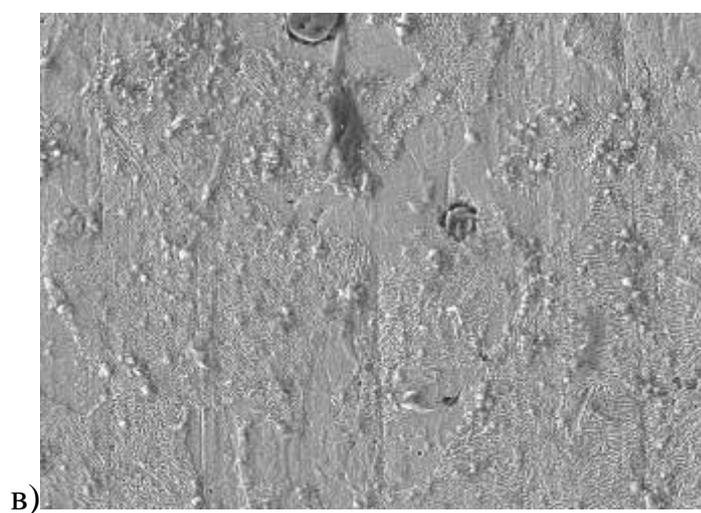
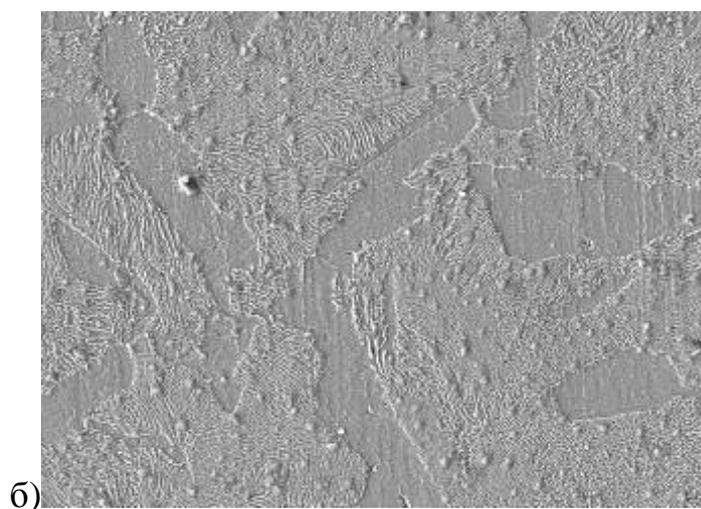
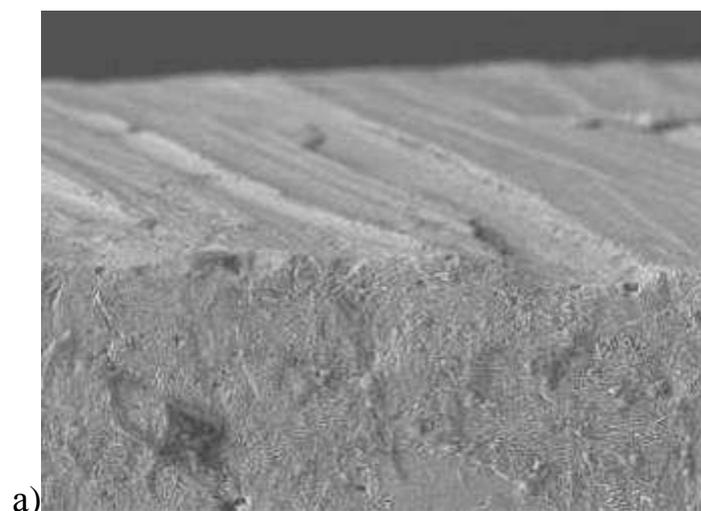


Рис. 1.10. СЭМ фотографии образец №2 «и», х1000; а), б), в) – 1, 2, 3 зоны образца

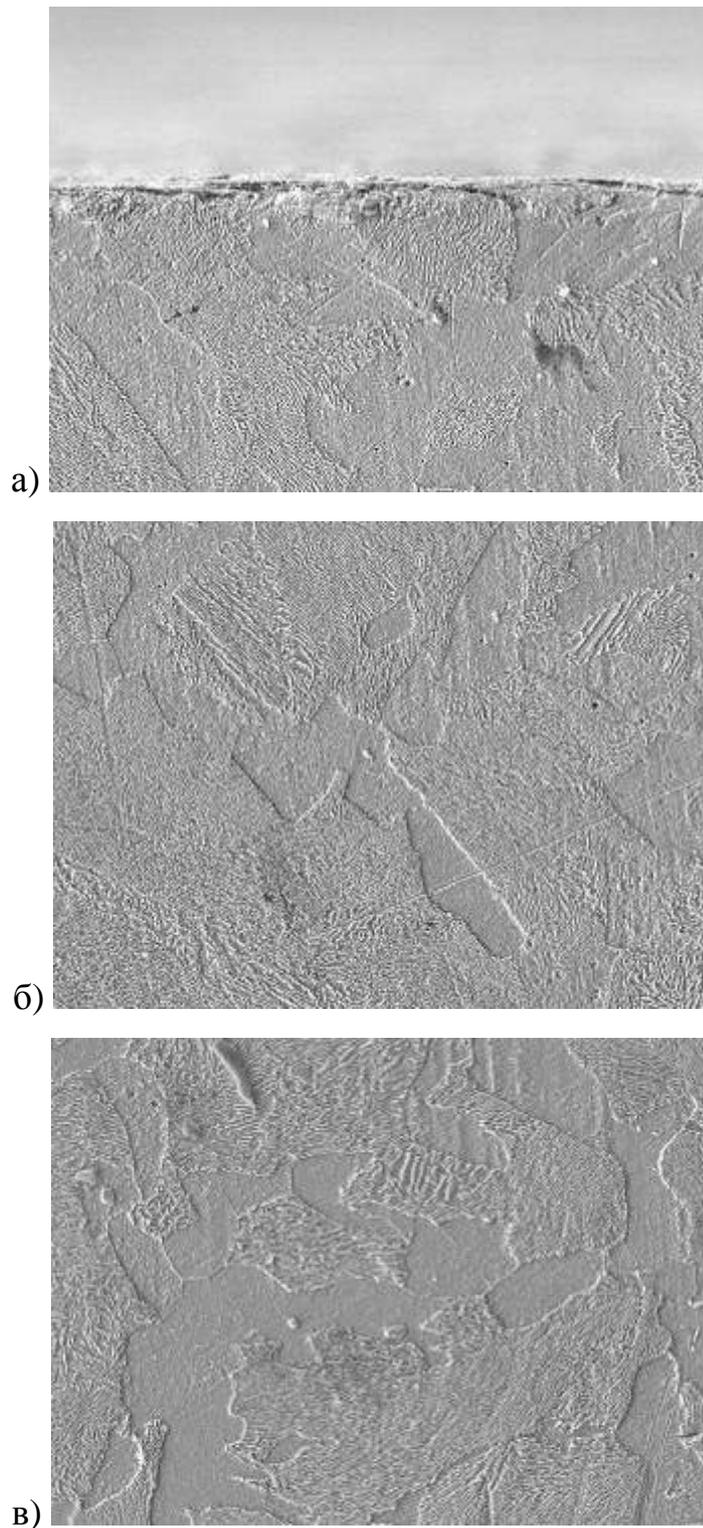


Рис. 1.11. СЭМ фотографии образец №3 «лол», x1000; а), б), в) – 1, 2, 3 зоны образца

Образец №1 «ии», подвергавшийся только токарной обработке, демонстрирует первоначальную структуру металла (рис 1.9)

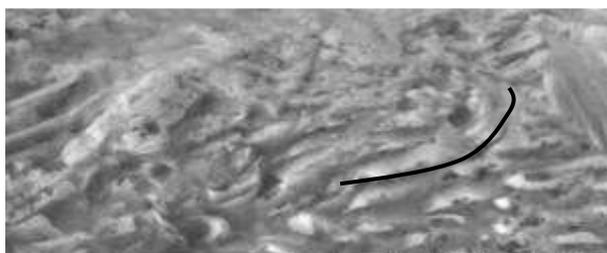
Образец №2 «и», после токарной обработки производилось ППД (рис 1.10).

Образец №3 «лол» после токарной обработки производилось ППД (рис 1.11).

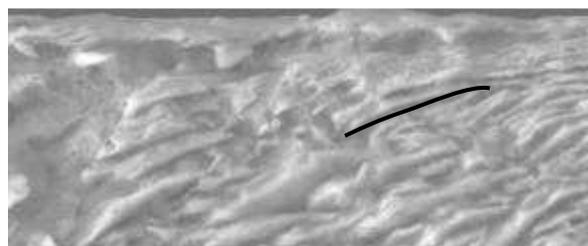
Все образцы имеют ферритно-перлитную структуру и сохраняют её и при последующей обработке, однако наблюдаются некоторые изменения:

1. Переориентировка кристаллов;
2. Измельчение зерна.

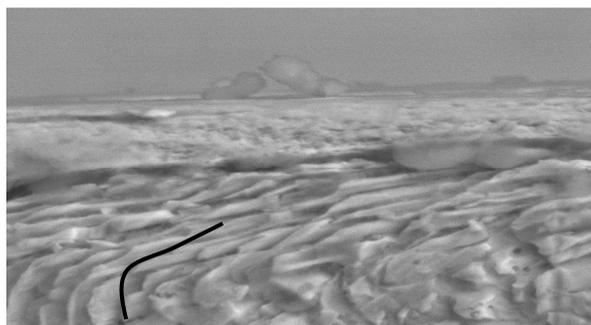
По зонам образцов наблюдается переориентировка кристаллов в направлении подачи при деформировании (рис. 1.12), данное явление уменьшается по толщине, и постепенно переходит к состоянию первоначальной структуры недеформированного образца, данное явление, возможно объяснить пластическим течением металла в зоне деформирования, приводящим к изменению формы кристалла.



а)



б)



в)

Рис. 1.12. СЭМ фотографии зоны 1 образца 1(а) и 2(б) и 3(в), x10000; линией показана осевая линия зерна перлита

В результате деформирования происходит измельчение зёрен, присутствующее в обработанных образцах (рис. 1.13). Характерно что, чем больше степень деформации, тем на большую величину измельчаются зёрна. Так, например, в образце №1 измельчение зерна не проявляется, в свою очередь при ППД образец №2 и №3, где имеют место пластические деформации, проявляется измельчение зерна, интенсивность которого коррелирует с интенсивностью пластической деформации. Явление измельчения зерна при пластических деформациях подтверждается работами Валиева Р. З., Александрова И. В., Сегала В. М., посвященными наноструктурированию металлов интенсивной пластической деформацией.

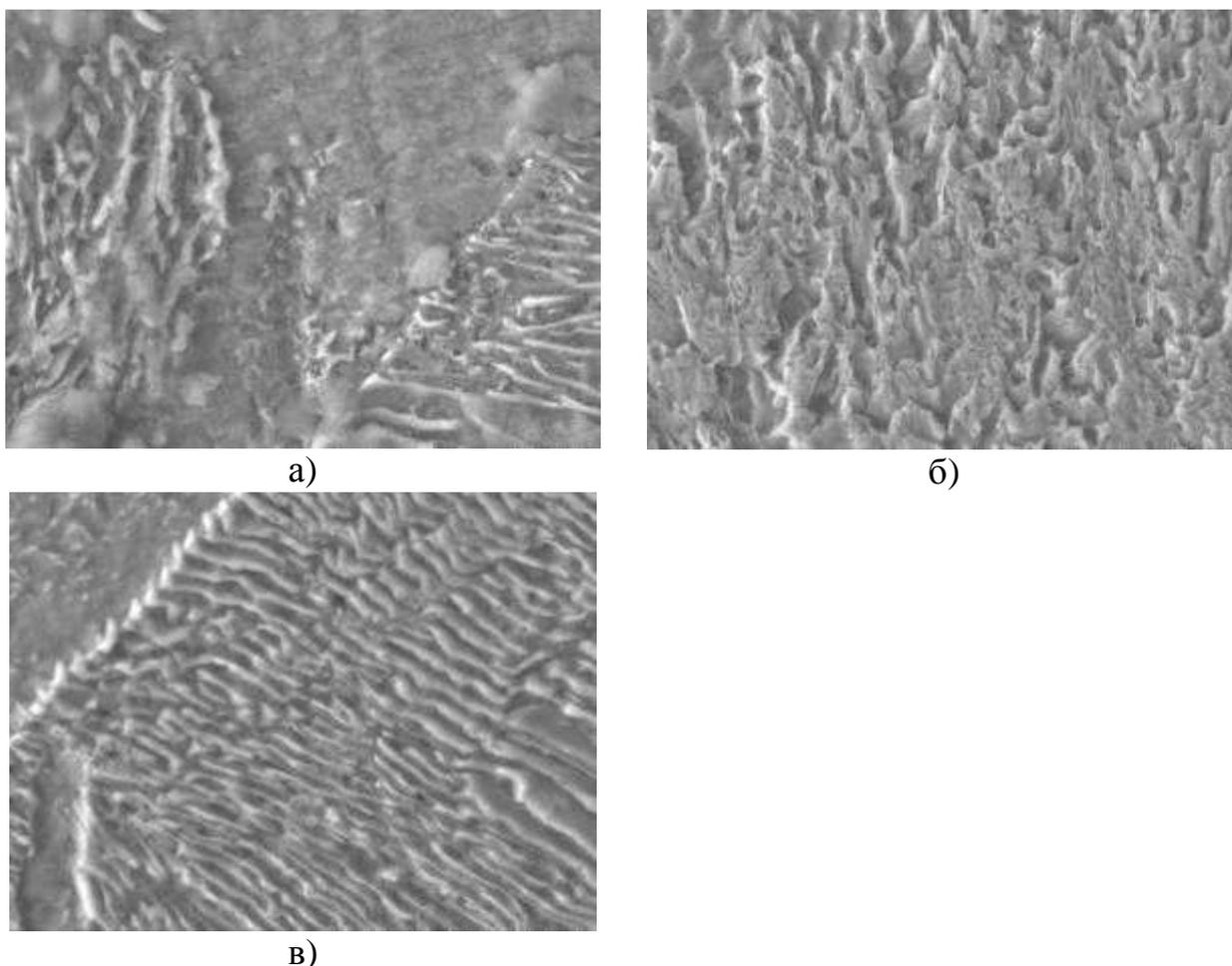


Рис. 1.13. Микроструктура зоны 1 образца 1(а), 2(б), 3(в);  $\times 10000$

Как видно по рис. 1.14 в структуре деформированных образцов, наряду с крупными зёрнами, присутствуют и зерна с размерами порядка 100 нм.

Однако в результате измельчения структуры не достигается большая разориентировка границ зёрен, что не позволяет говорить о приобретении образцами свойств присущих ультрамелкозернистым и наноструктурированным материалам с большими углами разориентировки зёрен.

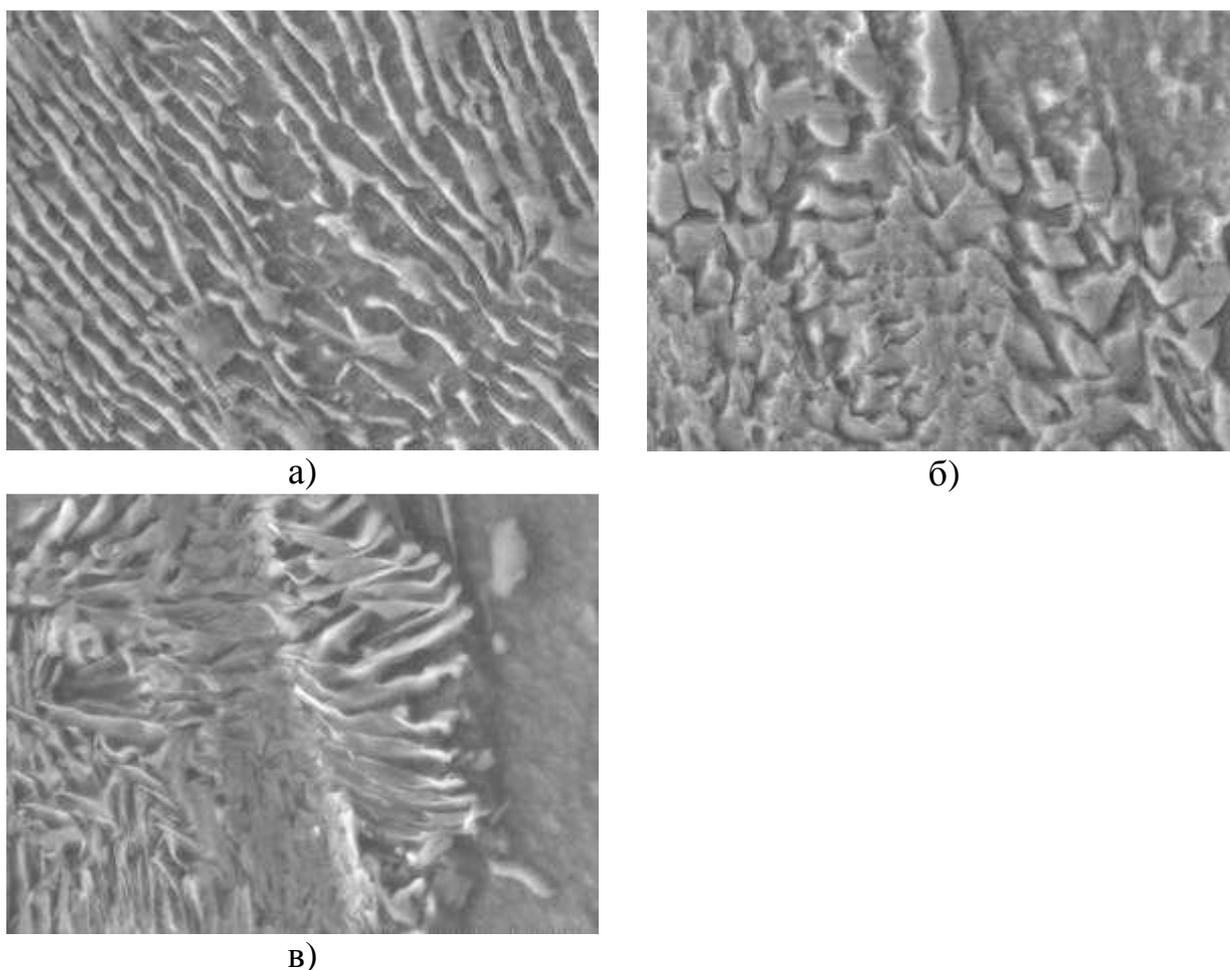


Рис. 1.14. Микроструктура зоны 2 образца 1(а), 2(б) и 3(в), x25000

В результате анализа микроструктуры образцов установлено, что в полученных образцах происходит переориентировка кристаллов, а также измельчение зерна. Размеры зёрен образующихся в образцах и угол их разориентировки недостаточно чтобы говорить в полной мере о получении ультрамелкозернистой структуры.

#### **1.4. Результаты проведения металлографических исследований свойств поверхностного слоя в процессах обработки интенсивной пластической деформацией методом кручения со сжатием**

Представленная микроструктура на всех образцах соответствует чистой меди (альфа структура с небольшим включением эвтектики - оксида меди). В результате анализа микроструктуры образцов установлено, что в полученных образцах происходит изменение структуры, а также некоторое измельчение размеров зерен.

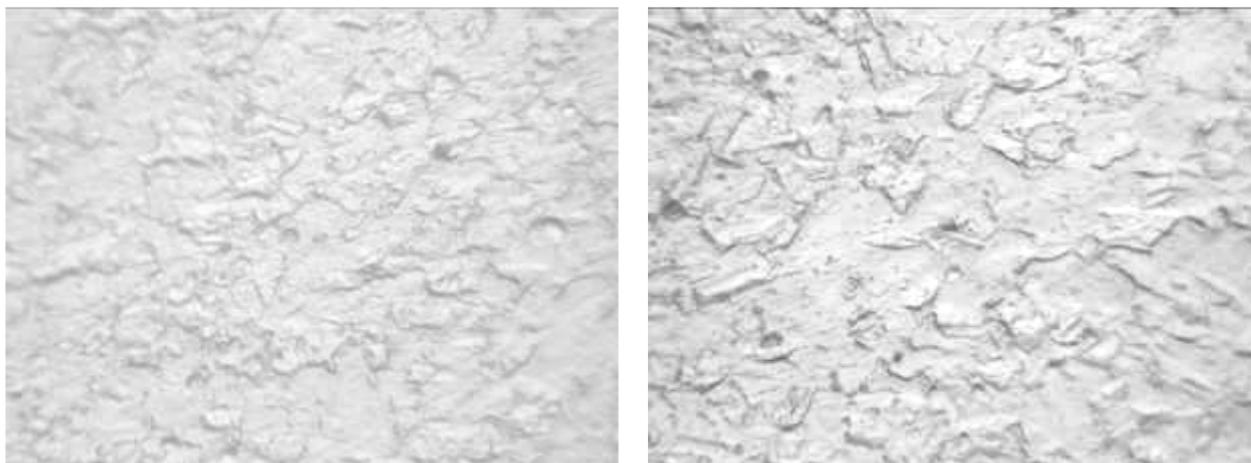


Рис. 1.15.

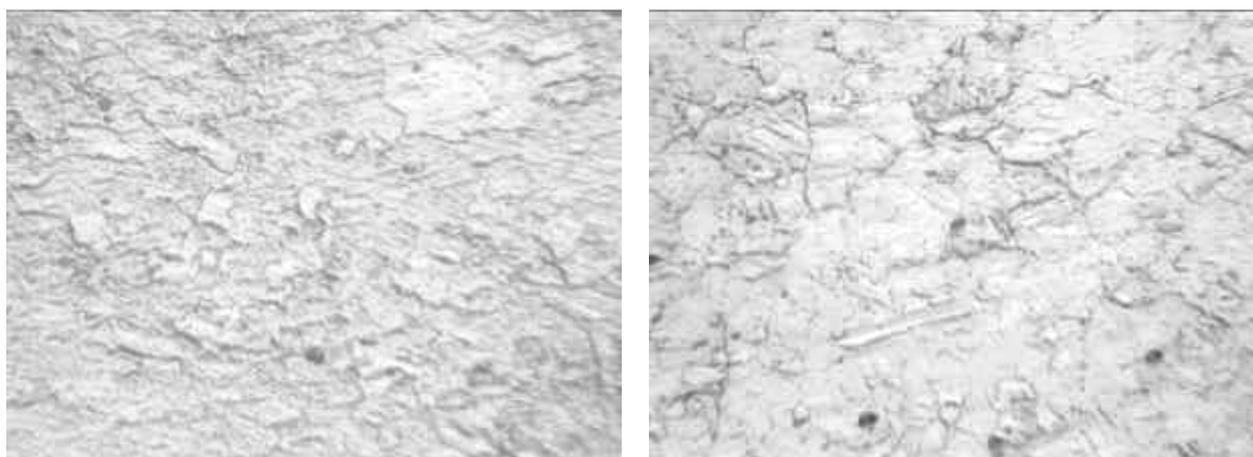


Рис. 1.16. Образец с маркировкой «0x2»



Рис. 1.17. Образец с маркировкой «0x3»



Рис. 1.18. Образец с маркировкой «15»



Рис. 1.19. Образец с маркировкой «15x2»

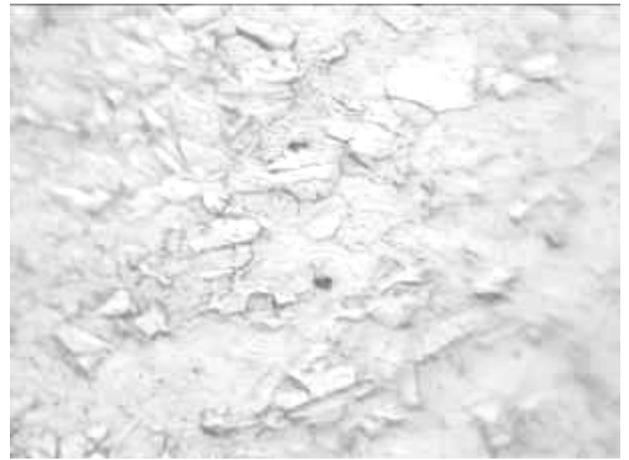


Рис. 1.20. Образец с маркировкой «15x3»

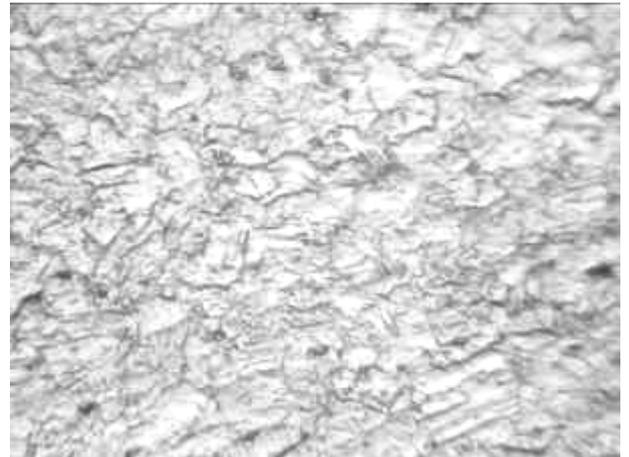
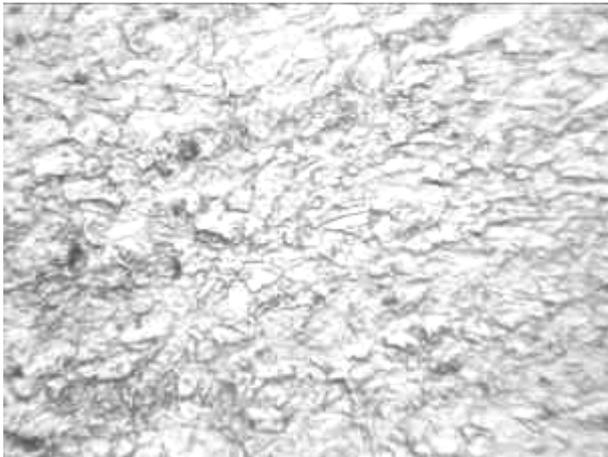


Рис. 1.21. Образец с маркировкой «20»



Рис. 1.22. Образец с маркировкой «20x2»

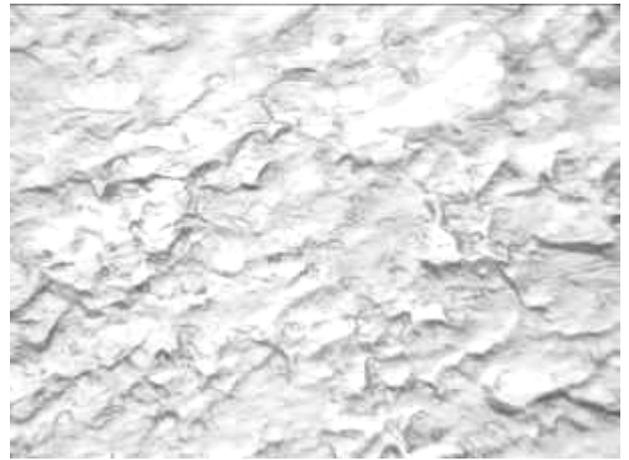
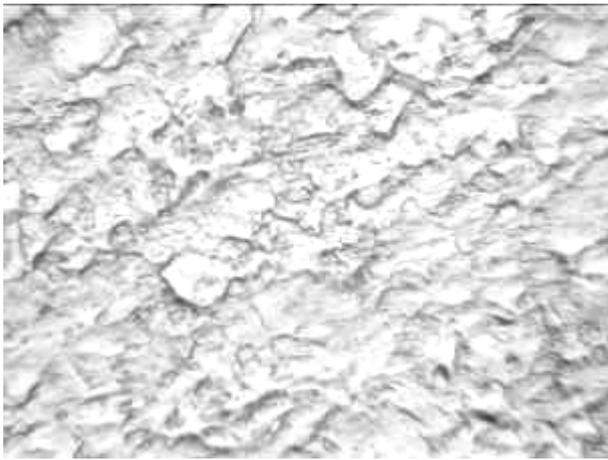


Рис. 1.23. Образец с маркировкой «20x3»

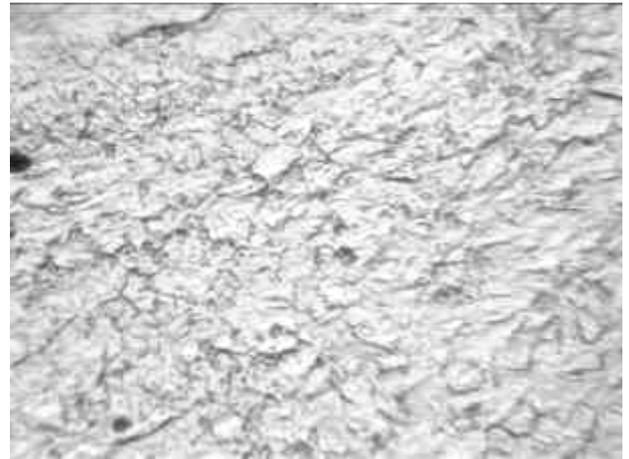
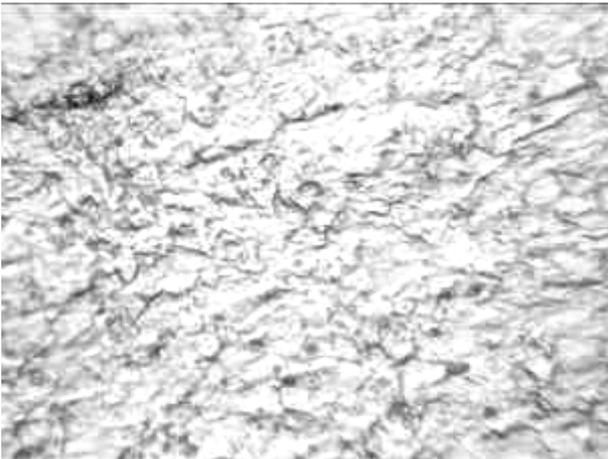


Рис. 1.24. Образец с маркировкой «35»

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ФОРМИРОВАНИЯ И ТРАНСФОРМАЦИИ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ УПРОЧНЕННЫХ ОБРАЗЦОВ

### 2.1. Методики экспериментальных исследований остаточных напряжений поверхностного слоя упрочненных образцов

#### 2.1.1. Методика упрочняющей обработки экспериментальных образцов деформирующей прокаткой

Для проведения экспериментальных исследований использовались образцы в виде пластин размером  $50 \times 5 \times 1$  мм, изготовленные из отожженной стали 45 ГОСТ 1050-88 (160-180 HV) одной поставки фрезерованием, которые затем подвергались пластическому деформированию прокаткой с различными режимами.

Прокатка пластин осуществлялась между двумя жестко закрепленными валками, имеющими профильный радиус  $R = 25$  мм (рис. 2.1) [2].

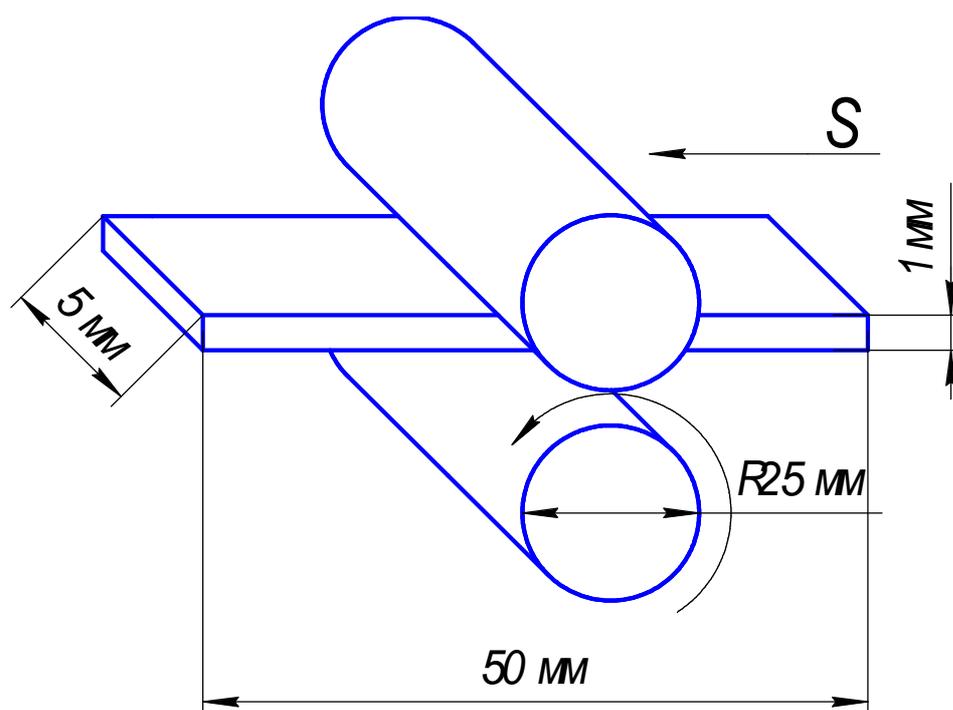


Рис. 2.1. Схема прокатки образцов

Варьируемым параметром режима являлся фактический натяг деформирования, который определялся разностью между фактической толщиной образца и расстоянием между валками.

Фактические размеры экспериментальных образцов до и после деформирования определялись с помощью микрометра. Для каждого образца заданное значение натяга корректировалось с учетом его фактической толщины. В таблице 2.1 приведены размеры образцов до и после пластической деформации, а также величина натяга.

Таблица 2.1

Размеры образцов и величина натяга при прокатке, мм

№ образца	Размеры до деформации		Размеры после деформации		Величина натяга
	Ширина	Толщина	Ширина	Толщина	
1	5,6	1,04	5,61	1,03	0,14
2	5,62	1,04	5,63	1,03	0,24
3	5,61	1,05	5,625	1,03	0,15
4	5,56	1,06	5,58	1,05	0,255
5	5,66	1,06	5,67	1,05	0,355
6	5,57	1,06	5,59	1,05	0,455
7	5,57	1,05	5,58	1,04	0,35
8	5,61	1,05	5,63	1,03	0,45
9	5,61	1,06	5,63	1,03	0,56
10	5,56	1,06	5,58	1,02	0,56

### 2.1.2. Методика исследования экспериментальных образцов методами коэрцитиметрии и магнито-шумового анализа

На сегодняшний день определение остаточных напряжений (ОН) путем измерения магнитных характеристик является весьма сложной задачей, поскольку магнитные свойства материалов имеют взаимосвязь только с ОН, а сами эпюры остаточных напряжений могут изменяться по различным законам в пределах исследуемого слоя.

Однако, простота этих методов, их высокая производительность, возможность определения остаточных напряжений в тонком поверхностном

слое без разрушения детали делают их весьма привлекательными для этих целей.

Как известно, коэрцитивная сила – это одна из характеристик явления гистерезиса (от греч. *hysteresis* — отставание), запаздывание изменения физической величины, характеризующей состояние вещества (намагниченности ферромагнетика, поляризации сегнетоэлектрика и т. п.), от изменения другой физической величины, определяющей внешние условия (напряженности магнитного и электрического полей). Гистерезис наблюдается в тех случаях, когда состояние тела определяется внешними условиями не только в данный момент времени, но и в предшествующие моменты.) в ферромагнитных материалах, показывающая в какой степени затруднены в них процессы намагничивания (перемагничивания).

Для измерения коэрцитивной силы применялся магнитный структуроскоп КРМ-Ц-К2М (рис. 2.2). Данный прибор предназначен для контроля напряженно-деформированного состояния металлоконструкций, изготовленных из магнитных марок конструкционных сталей. Прибор различает по коэрцитивной силе механические свойства и структурное состояние конструкционных марок сталей широкого применения на основных стадиях диаграммы нагружения - упругой, упруго-пластической и пластической. Используя соответствующие методические разработки, возможна оценка остаточного ресурса металлоконструкций.

Принцип действия прибора основан на вычислении коэрцитивной силы по измеряемому току компенсации остаточной магнитной индукции в замкнутой магнитной цепи, составленной из магнитопровода преобразователя и стандартного образца или контролируемого изделия.

В процессе магнитной подготовки область исследуемого изделия между полюсными наконечниками магнитной системы преобразователя периодически намагничивается до насыщения импульсами тока с амплитудой не менее 2,0 А. Затем осуществляется автоматическая компенсация поля остаточной намагниченности. По величине тока

компенсации магнитного поля автоматически вычисляется значение коэрцитивной силы. Преобразователь представляет собой магнитную систему, которая замыкается контролируемым изделием. В качестве нуля-индикатора индукции магнитного поля выбран датчик Холла. Магнитопровод выполнен из магнитомягкого материала. На магнитопроводе размещены катушки для намагничивания контролируемого изделия и компенсации поля остаточной индукции.

В приборе реализован компенсационный метод измерения. При начале измерения начинается первый подцикл измерения (намагничивание). Блок управления через коммутатор подключает к преобразователю блок намагничивающих импульсов. Через катушки ключ подает ток намагничивания. При этом в магнитной системе создается поле напряженностью, достаточной для промагничивания, как правило, до насыщения, контролируемого образца.

По окончании намагничивания начинается второй подцикл измерения (компенсация). Блок управления подает соответствующий сигнал на коммутатор, который подключает катушки к схеме компенсации. Схема компенсации представляет собой цепь с отрицательной обратной связью и состоит из нуля-индикатора магнитного поля (датчика Холла), измерительной катушки, усилителя и источника тока. Ток, протекающий по обмотке размагничивания, компенсирует до нуля магнитный поток остаточной намагниченности исследуемого изделия, что контролируется по нуля-индикатору магнитного поля. Фиксируемое при этом значение тока в обмотке размагничивания пропорционально коэрцитивной силе контролируемого участка материала изделия. Таким образом, информационным параметром является ток в катушке компенсации. Его значение подается на вход АЦП.

Основным информативным параметром данного метода НК является значение коэрцитивной силы при намагничивании, измеряемое в  $A/cm^2$ .



Рис. 2.2. Магнитный структуроскоп КРМ-Ц-К2М

Одним из эффективных методов контроля остаточных и приложенных напряжений ферромагнитных материалов, характеристик микроструктуры, толщины упрочненных слоев и др. зарекомендовал себя магнито-шумовой анализ, основанный на смещении доменных границ кристаллической решетки под воздействием изменяющегося магнитного поля. На рис. 2.3 показано фото прибора «Интроскан», реализующего данный метод.



Рис. 2.3. Анализатор магнито-шумовой Интроскан

Эффект был открыт немецким физиком Генрихом Баркгаузенем в 1919 г., но лишь в последние три – четыре десятилетия его начали активно использовать в промышленности. Для возбуждения и регистрации в исследуемом образце магнитного шума Баркгаузена используются накладные датчики преобразователи. Схема типичного двухполюсного преобразователя Баркгаузена показана на рисунке 2.4. Двухполюсный приставной электромагнит 1 с обмоткой возбуждения 2 создает в образце 4 переменное магнитное поле, возбуждающее скачки намагниченности, в результате чего в катушке 3 возникает магнитный шум Баркгаузена, регистрируемый прибором (на рисунке не показан).

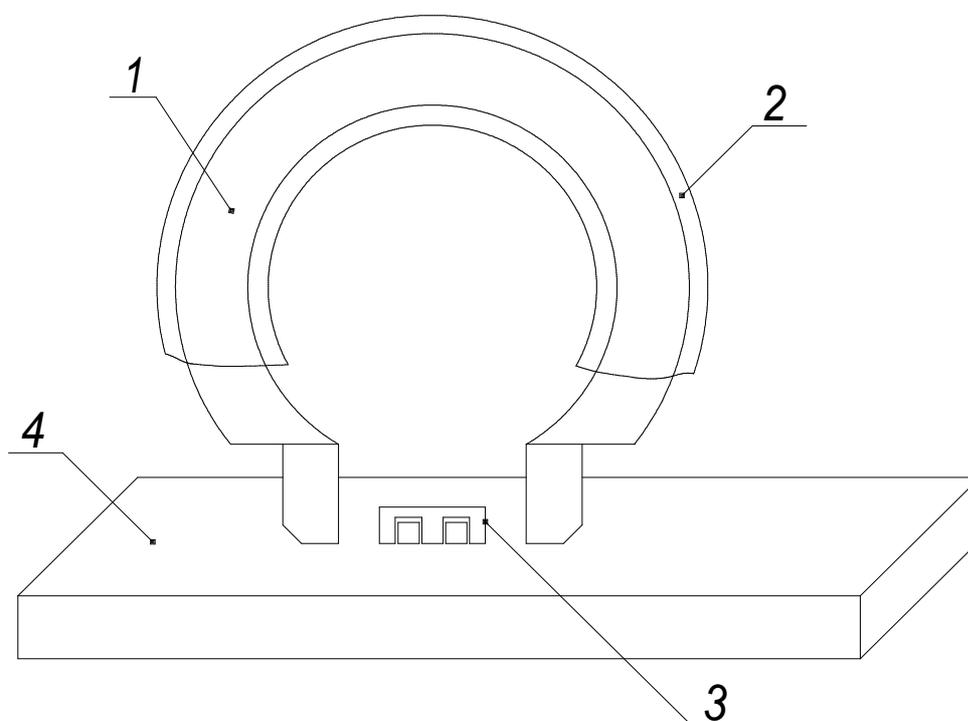


Рис. 2.4. Схематическое изображение двухполюсного преобразователя Баркгаузена

Сигнал магнито-шумового датчика, питаемого от генератора, поступает на вход фильтра, который выполнен с автоматической адаптацией к уровню сигнала. После фильтрации сигнал детектируется и поступает в аналого-цифровой интегратор, куда также поступает

информация с автоматически адаптируемого фильтра. Управление всеми параметрами и обработка выходной информации интегратора осуществляется управляющим компьютером через коммуникационный контроллер. Задание режимов работы и величин исходных параметров осуществляется с помощью клавиатуры, а индикация состояния, значения параметров и результат измерения выводятся на дисплей управляющего компьютера. Задание режимов работы и величин исходных параметров может также осуществляться прикосновением пластиковой указкой к управляющим элементам, изображённым на дисплее. Кроме того, результаты измерения выводятся на масштабируемый шкальный индикатор, отображаемый на том же дисплее. Анализатор позволяет сохранять в файловой системе управляющего компьютера информацию о режимах работы, калибровках и данных измерений для различных материалов и изделий. Через инфракрасный интерфейс анализатор может связываться с компьютером более высокого уровня, передавать результаты измерений и принимать необходимую информацию.

Основным информативным параметром метода МША является интенсивность магнитного шума (ИМШ) в направлении перемагничивания, регистрируемая в относительных единицах.

Как было сказано выше, одним из важных параметров состояния, как поверхностного слоя, так и сердцевины деталей машин и металлоконструкций являются остаточные напряжения (ОН). При этом, для ответственных деталей машин, работающих при различных видах циклических знакопеременных эксплуатационных нагрузок ОН являются одним из ключевых параметров качества поверхностного слоя (ПС).

Важную роль играют как величина, так и характер распределения ОН по глубине ПС. Известно, что отрицательные (сжимающие) ОН увеличивают эксплуатационную долговечность детали, в то время как положительные (растягивающие) ОН в значительной степени снижают ее. Это объясняется тем, что сжимающие напряжения, суммируясь при

эксплуатационном нагружении детали с неблагоприятными растягивающими эксплуатационными напряжениями, взаимно компенсируют друг друга, снижая, тем самым, тензор действующих напряжений.

Широкими возможностями по созданию в поверхностном слое значительных сжимающих ОН обладают различные способы упрочняющей обработки поверхностным пластическим деформированием [3-4].

На сегодняшний день наибольшей проблемой в этой области является сложность экспериментального определения величины и знака компонент тензора ОН, что в свою очередь сильно затрудняет и сдерживает развитие теории.

К настоящему времени известно и используется значительное число методик определения ОН, большая часть которых основана на удалении ПС металла детали и измерении остаточных деформаций с последующим расчетом величины ОН. К таким методикам относятся методы разрушающего контроля.

Большинство известных методик имеет ряд недостатков, главными из которых являются трудоемкость, относительно невысокая точность и невозможность оперативного определения ОН.

Эффективное решение этой проблемы возможно, с одной стороны, за счет развития существующих физических методов неразрушающего контроля и их адаптации к задачам оперативного определения знака, величины и распределения составляющих компонент ОН по глубине ПС контролируемой детали [5].

В то же время современные методы неразрушающего контроля недостаточно адаптированы для практического определения компонент ОН. К таким методам следует отнести: метод определения структурного и напряженно-деформированного состояния на основе измерения коэрцитивной силы, метод магнитно-шумового анализа [6].

Измерения ИМШ проводились с помощью прибора Интроскан в двух направлениях: по длине и по ширине образца, в 3-х точках, расположенных соответственно по центру и ближе к краям с двух сторон каждого образца (рис. 2.5, б). Использовался анализатор Интроскан, оснащенный стандартным датчиком. Таким образом, для каждого образца было сделано 6 измерений с повторностью не менее 3 раз.

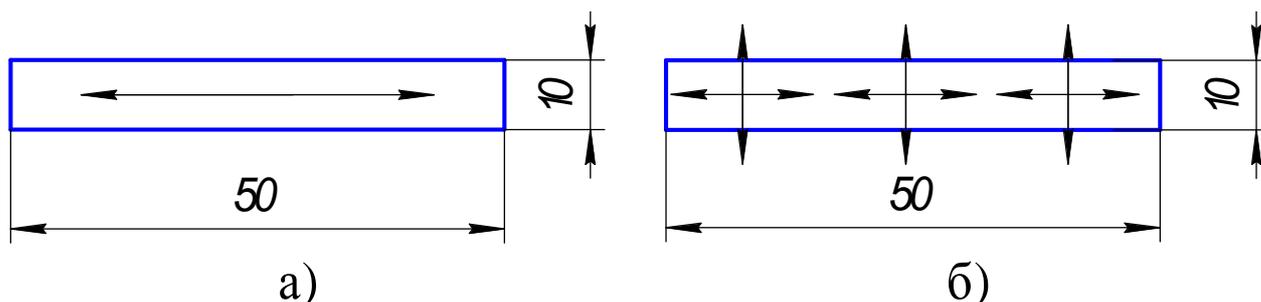


Рис. 2.5. Схема измерения: коэрцитивной силы (а) и магнитного шума (б)

Измерения коэрцитивной силы осуществлялись с обеих сторон только по длине пластин (рис. 2.5, а), вследствие значительных по сравнению с размерами образца размеров датчика прибора (рис. 2.6). Использовался магнитный структуроскоп КРМ-Ц-К2М, оснащенный стандартным датчиком. Погрешность измеренной величины коэрцитивной силы при повторных измерениях не превышала 3%.

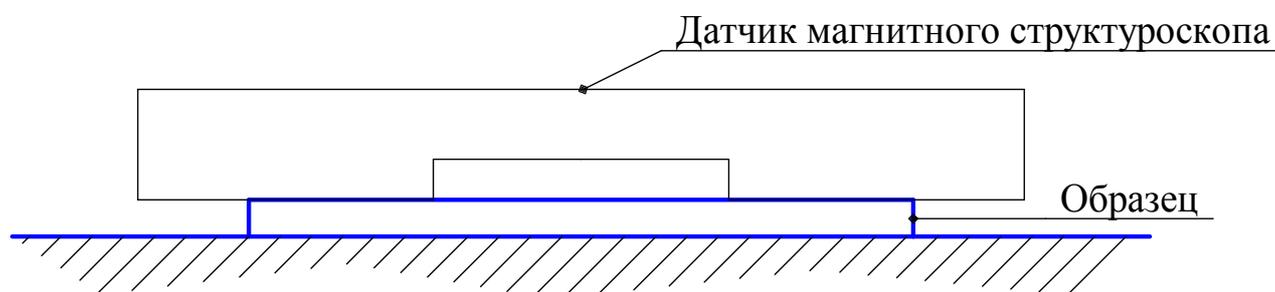


Рис. 2.6. Схема измерения образцов магнитным структуроскопом КРМ-Ц-К2М

### 2.1.3. Методика исследования экспериментальных образцов методом рентгено-фазового анализа

Исследования остаточных напряжений, параметров нано- и микроструктуры и определение усредненного размера структурных элементов рентгено-фазовым анализом осуществлялись с использованием рентгеновского дифрактометра XRD-7000 корпорации SHIMADZU (Япония) (рис. 2.7).

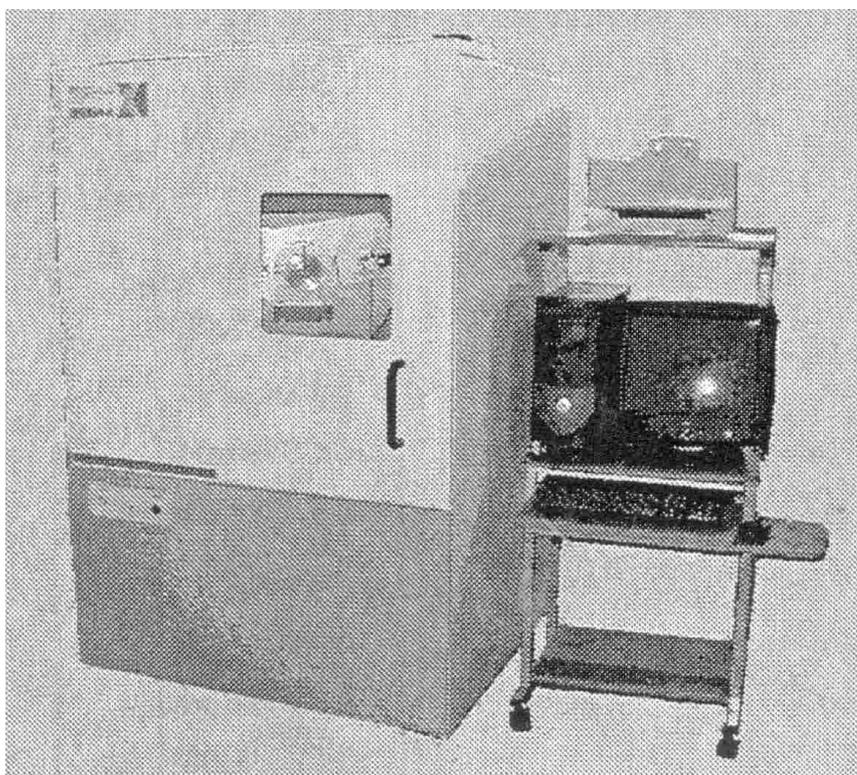


Рис. 2.7. Рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD-7000

В рентгеновском дифрактометре рентгеновские лучи, испускаемые рентгеновской трубкой, ограничиваются отклоняющей щелью и попадают на образец, помещенный в центр гониометра. Рентгеновские лучи, дифрагированные на образце, сходятся на приемной щели, расположенной симметрично рентгеновской трубке со стороны образца (рис. 2.8). Эти лучи регистрируются сцинтиляционным детектором и преобразуются в электрические сигналы. Сигналы со сцинтиляционного детектора, после

фильтрации шумов, подсчитываются анализатором высоты импульсов (РНА). Интенсивность рентгеновского излучения выражается величиной подсчитанных импульсов. Расстояние между плоскостями атомов, где происходит дифракция рентгеновских лучей, может быть получено, используя условие Брэгга, приведенное ниже:

$$2d \cdot \sin\theta = n\lambda,$$

где  $\theta$  - угол отражения дифрагированного рентгеновского излучения,  $\lambda$  - длина волны рентгеновского излучения.

Расстояние между атомами регулярно варьируется в зависимости от вида атома или иона. Поэтому, если известно расстояние между плоскостями атомов, вы можете установить состав образца. Поскольку интенсивность дифрагированного рентгеновского излучения пропорциональна количеству компонента, становится возможно проведение количественного анализа.

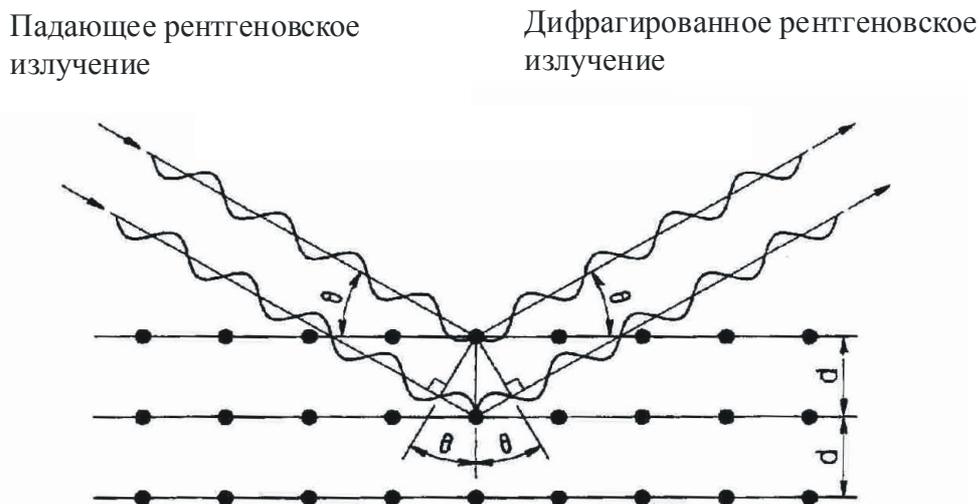


Рис. 2.8. Дифракция рентгеновских лучей в кристалле

Нагревание спирали в вакууме приводит к образованию термоэлектронов. Затем электроны ускоряются высоким напряжением и бомбардируют металлическую мишень (анод), где происходит генерирование рентгеновского излучения (рис. 2.9). Рентгеновские лучи, генерируемые рентгеновской трубкой, представляют собой совокупность непрерывного и

характеристического излучения, в зависимости от мишени. Непрерывное рентгеновское излучение слабее характеристического. При использовании медного анода, соотношение интенсивностей между ними составляет примерно 1/100 при ускоряющем напряжении 40КВ. Характеристическое рентгеновское излучение включает в себя  $K\alpha$  лучи и более коротковолновые  $K\beta$ . Соотношение интенсивностей между  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$  и  $K\beta$  составляет приблизительно 100/50/20-30 для любых анодов.

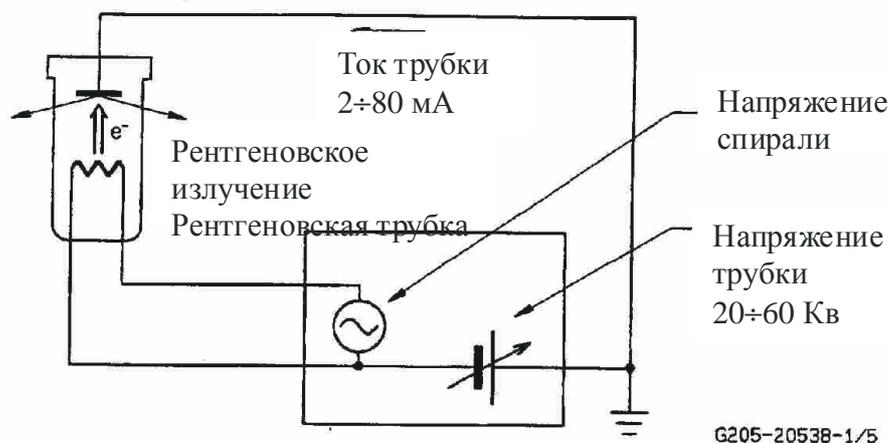


Рис. 2.9. Генерирование рентгеновского излучения

В рентгеновских дифрактометрах, кроме некоторых камерного типа, используется более интенсивная  $K\alpha$ -составляющая характеристического излучения ( $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$  используются вместе, поскольку их разделение затруднено). Остальное рентгеновское излучение с различными длинами волн отсекается  $K\beta$  фильтром или монохроматором (специальная принадлежность).

Ниже приведено краткое описание генератора рентгеновского излучения. В генераторе рентгеновского излучения в дифрактометре на спираль подается отрицательное высокое напряжение (-20÷-60 КВ) с заземлением со стороны мишени. Это напряжение называется напряжением трубки.

Термоэлектроны, испускаемые спиралью, ускоряются напряжением на трубке и бомбардируют мишень. После этого термоэлектроны возвращаются в электрическую цепь рентгеновской трубки (рис. 2.10). Поток этих термоэлектронов представляет собой ток трубки. Эффективность генерирования рентгеновских лучей очень мала. Она составляет величину не более 1 % от энергии термоэлектронов, попавших на анод. Остальные 99 % энергии почти полностью преобразуются в тепло. Поэтому мишень в процессе генерирования рентгеновских лучей должна охлаждаться водой.

Рентгеновская трубка для дифракции представляет собой закрытую лампу, внутренние части которой находятся в высоком вакууме.

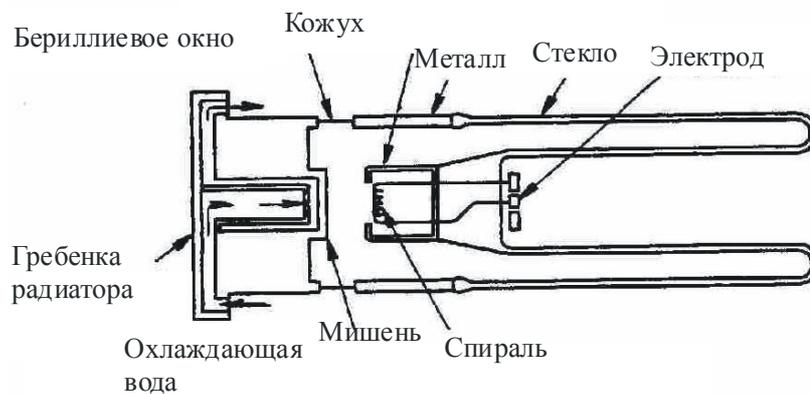


Рис. 2.10. Строение закрытой рентгеновской трубки

Угол выхода рентгеновского излучения из экранированной рентгеновской трубки XRD-7000 составляет  $6^\circ$ , а эффективный фокус около  $1/10$  (рис. 2.11). Если трубка типа NF работает в режиме линейной фокусировки, ее эффективный фокус будет  $0,1 \times 10$  мм, и  $1 \times 1$  мм в режиме точечной фокусировки.

Гониометр – это устройство, которое позволяет точно определить угол дифракции и интенсивность рентгеновского излучения, дифрагированного на порошковом или поликристаллическом образце. Конструкция гониометра практически удовлетворяет условиям работы методом концентрирования.

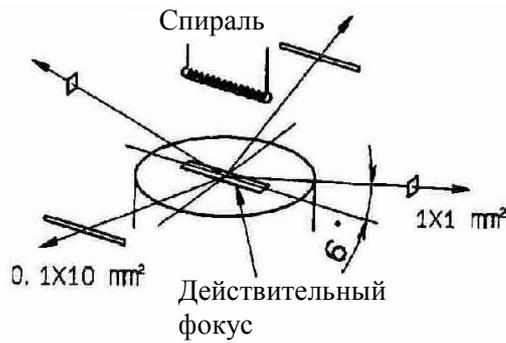


Рис. 2.11. Сравнение эффективного и реального фокуса.

Детектор рентгеновского излучения (сцинтиляционный детектор) вращается с удвоенной по сравнению с образцом скоростью, для того чтобы угол падения  $\theta_s$  и угол отражения рентгеновских лучей  $\theta_d$  относительно образца совпадали. Рентгеновские лучи, исходящие из фокуса трубки, воздействуют на образец через отклоняющую щель, излучение, дифрагированное на образце, направляется в приемную щель (рис. 2.12).

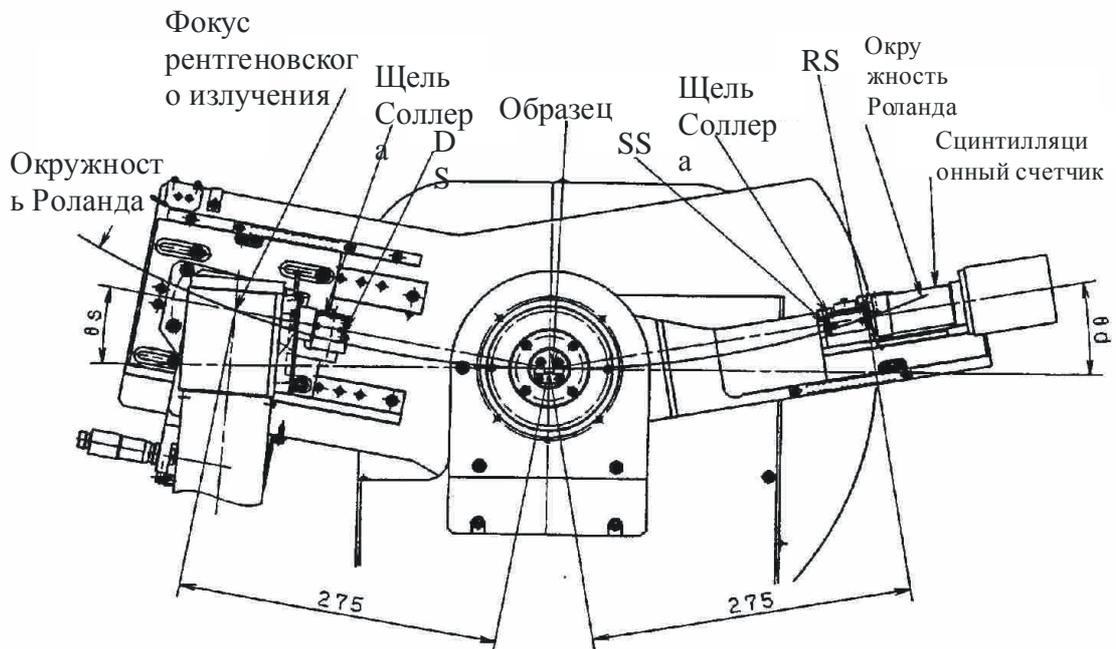


Рис. 2.12. Оптическая система гониометра

Основной задачей рентгенографического фазового анализа является определение фазового состава смеси (качественный анализ) и содержания этих фаз (количественный анализ). Под кристаллической фазой понимается

однородное вещество с определенным составом, структурой и, следовательно, набором характерных рентгенометрических констант.

Любой природный и искусственный объекты могут быть однофазными или многофазными. Если изучаемый объект представляет собой смесь не вступающих во взаимодействие друг с другом  $q$ -фаз, то говорят о  $q$ -фазном образце. Рентгенограмма нескольких фаз представляет собой суперпозицию их дифракционных картин, причем каждая фаза, независимо от других, образует свою дифракционную картину. В геологии понятия минерала и кристаллической фазы практически совпадают. Минерал представляет собой монофазу, а проба, являющаяся смесью минералов, – многофазный образец. Рентгендифракционные параметры являются своеобразным паспортом каждой кристаллической фазы, потому что каждая фаза характеризуется строго индивидуальными параметрами ( $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$ ) и координатами атомов ( $x, y, z$ ).

Рентгенографический фазовый анализ любых объектов осуществляется сравнением экспериментальной дифракционной картины – набор  $d(hkl)$  и  $I(hkl)$  – с дифракционными картинками, собранными в библиотеки справочных эталонов-определителей. После того, как были накоплены прецизионные данные о параметрах решетки и получены высококачественные структурные модели для разнообразных кристаллических фаз, широкое применение ЭВМ позволило развить новое направление получения порошковых рентгендифракционных данных – рассчитанных порошковых рентгенограмм ( $d_p, I_p$ ).

Однако следует помнить, что состав и особенности строения кристаллов, отражающие условия их образования, затрудняют получение высококачественных структурных моделей. В связи с этим по-прежнему сохраняют свою значимость эмпирические эталонные порошковые рентгенограммы, наиболее полной библиотекой которых является картотека PDF (Powder diffraction files).

## 2.2. Результаты исследований экспериментальных образцов методами коэрцитиметрии, магнито-шумового и рентгено-фазового анализа

После проведенных исследований были получены данные ИМШ, величины коэрцитивной силы и знака и величины остаточных напряжений в поверхностном слое образцов (табл. 2.2).

Таблица 2.2

Полученные экспериментальные данные

Натяг, мм	Интенсивность магнитного шума, отн. ед.				$H_c$ , А/мм <sup>2</sup>	Величина остаточных напряжений вдоль осей, МПа	
	Перп А	Перп В	Паралл А	Паралл В		Х	У
0,14	417	505	219	194	4,4	969,842	-38,6161
0,15	440	437	203	193	4,5	937,9809	-5,84706
0,24	435	464	208	172	4,95	767,2364	0
0,255	448	505	250	215	5,15	0	0
0,35	465	437	175	238	5,5	-386,377	-318,885
0,355	453	430	190	224	5,4	-380,946	-324,367
0,455	441	502	216	187	4,95	-394,37	-317,35

Предварительный анализ показал, что наиболее тесную взаимосвязь при наименьшем разбросе экспериментальных данных имеют следующие зависимости:

1. ИМШ при параллельном расположении датчика на стороне пластины-образца В (ИМШ паралл. В) от величины натяга ( $h_d$ ) (рис. 2.13);
2. ИМШ перп. А от  $h_d$  (рис. 2.14);
3. ИМШ паралл. А от величины ОН по Х (ОН Х) (рис. 2.15);
4. ИМШ паралл. В от ОН Х (рис. 2.16);
5. ИМШ перп. А от ОН Х (рис. 2.17);
6. величины коэрцитивной силы ( $H_c$ ) от  $h_d$  (рис. 2.18);
7.  $H_c$  от ОН Х (рис. 2.19);

8. ОН X от  $h_d$  (рис. 2.20);

9. ОН Y от  $h_d$  (рис. 2.21).

Полученные взаимосвязи, описываются функцией вида:

$$y = k_1 - k_2 \times x - k_3 \times x^2,$$

где  $k$ – коэффициенты, полученные экспериментально для значений, отложенных по абсциссе.

Коэффициенты функции для полученных зависимостей приведены в таблице 2.3.

Таблица 2.3

Значения коэффициентов

№ рис.	Обозначение коэффициентов		
	$k_1$	$k_2$	$k_3$
2.13	120,0963	-597,344	934,2764
2.14	368,4972	-502,7507	738,9152
2.15	237,3206	-0,0665	0,0001
2.16	205,6271	0,0276	-8,8945
2.17	450,0078	0,0113	$1,1859 \cdot 10^{-5}$
2.18	2,4666	-17,0991	25,2695
2.19	5,2787	0,0002	$6,2946 \cdot 10^{-7}$
2.20	2541,7306	11385,3991	-12592,5647
2.21	108,0479	503,6816	1260,3136

Анализ показал, что зависимость ИМШ при параллельном расположении датчика на стороне пластины В от натяга возрастает от 185 относ. ед. до 215 относ. ед. на интервале от 0,14 мм до 0,32 мм. Далее наблюдается плавный спад ИМШ от 215 относ. ед. до 198 относ. ед. на интервале от 0,32 мм до 0,45 мм. Точка экстремума кривой зависимости ИМШ от натяга зафиксирована на величине натяга 0,32 мм и равна 215 относ. ед. (рис. 2.13).

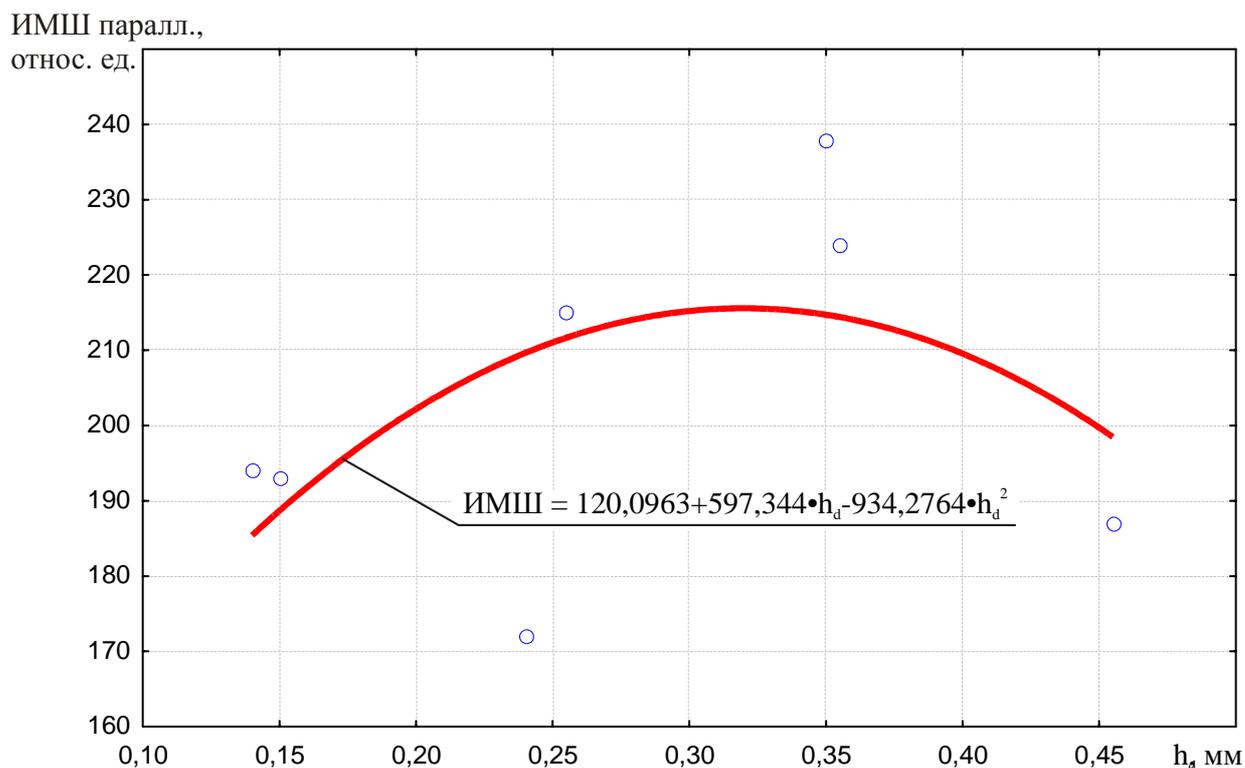


Рис. 2.13. График интенсивности магнитного шума при параллельном расположении датчика на стороне пластины В (ИМШ паралл.) и величины натяга ( $h_d$ )

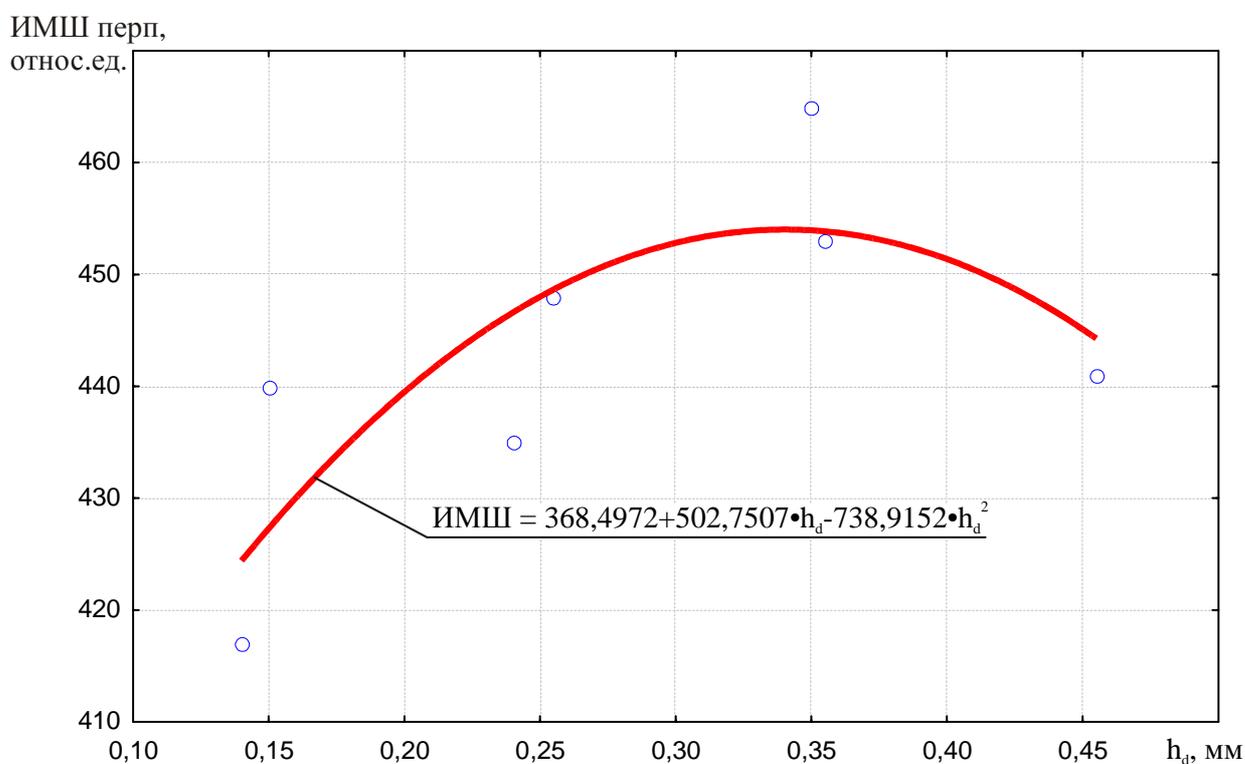


Рис. 2.14. График интенсивности магнитного шума при параллельном расположении датчика на стороне пластины А и величины натяга ( $h_d$ )

На рис. 2.14 видно, что кривая зависимости ИМШ при параллельном расположении датчика на стороне пластины А от натяга возрастает от 425 относ. ед. до 454 относ. ед. на интервале от 0,14 мм до 0,34 мм. Соответственно, максимум значения ИМШ имеет значение 454 относ. ед. После точки экстремума кривая зависимости опускается на величину 445 относ. ед.

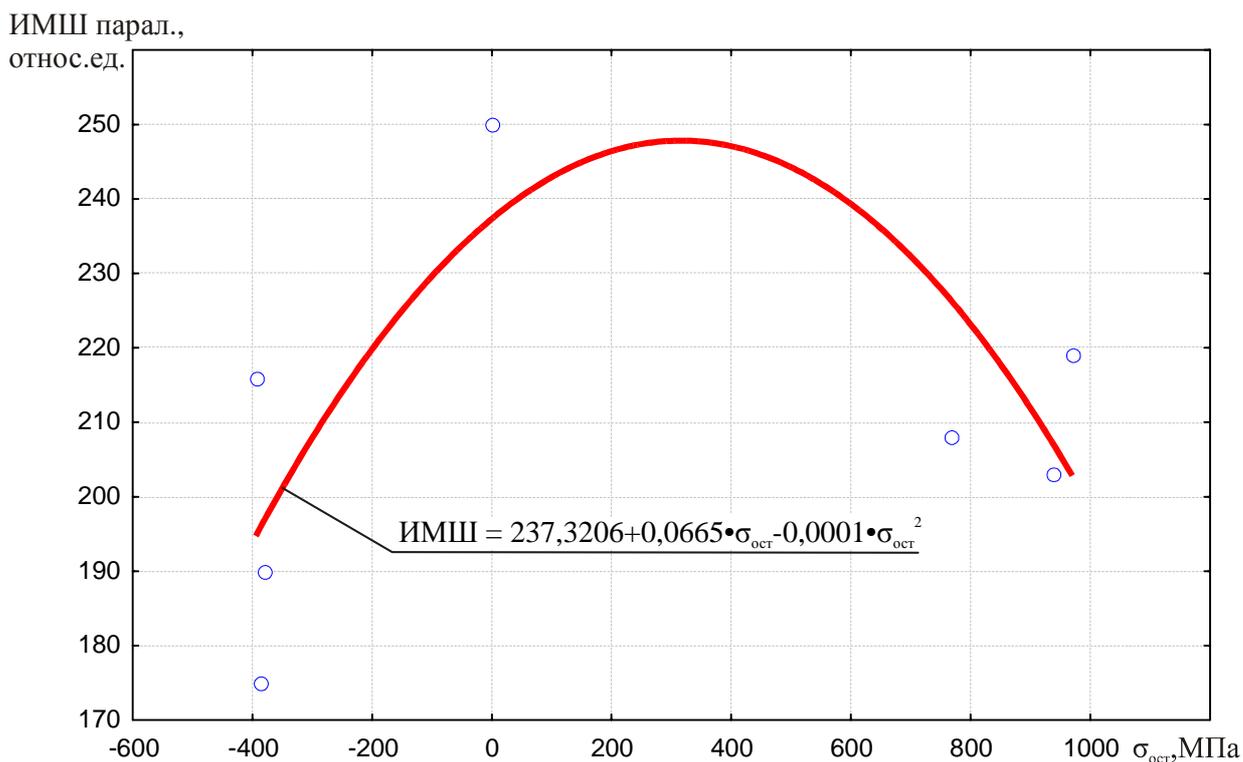


Рис. 2.15. График интенсивности магнитного шума при параллельном расположении датчика на стороне пластины А и величины остаточных напряжений по X ( $\sigma_{ост}$ )

Как показано на рис. 2.15, зависимость ИМШ при параллельном расположении датчика на стороне пластины А от ОН по X возрастает с 195 относ. ед. по 248 относ. ед. на отрезке от -400 МПа до 350 МПа. Точка экстремума наблюдается на величине ОН равной 350 МПа и составляет 248 относ. ед.

Зависимость ИМШ при параллельном расположении датчика на стороне пластины В от величины ОН по X постепенно опускается с

величины 218 относ. ед. на величину 188 относ. ед. на отрезке от -400 МПа до 969,842 МПа. Пиком кривой зависимости является ИМШ равная 218 относ. ед. при значении ОН -400 МПа (рис. 2.16).

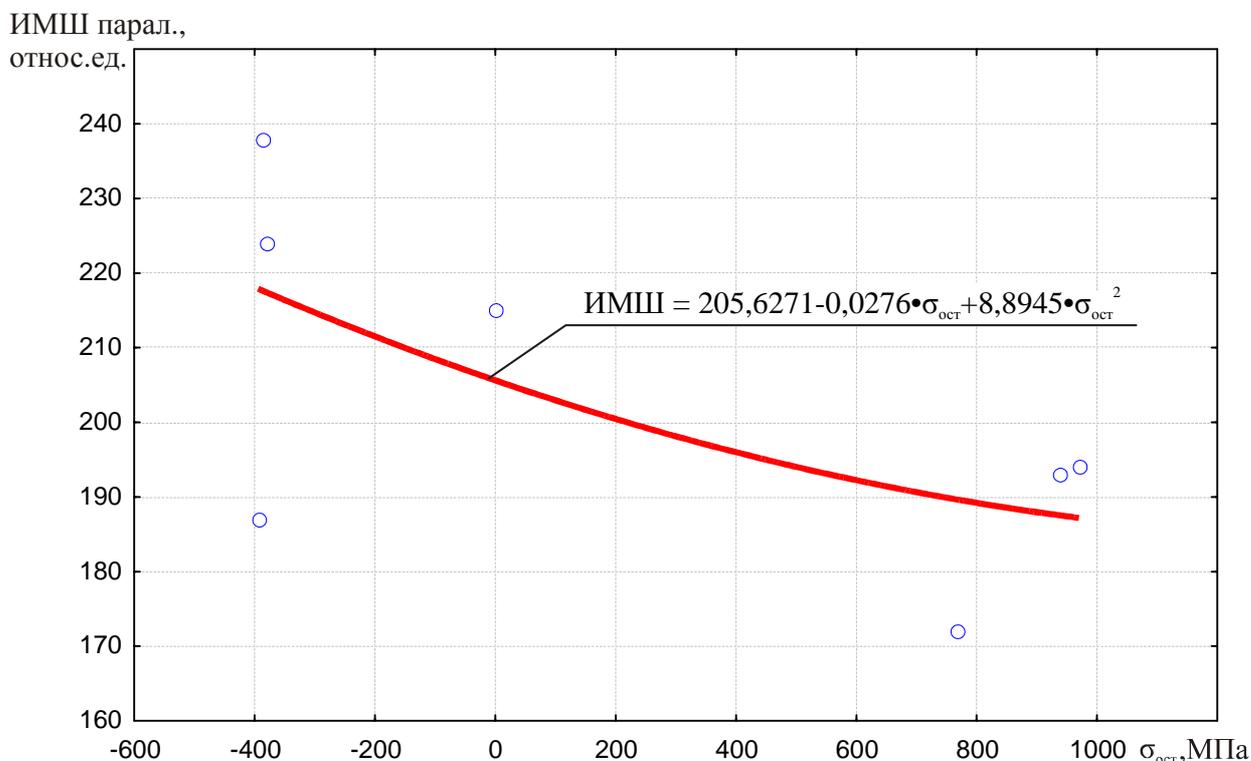


Рис. 2.16. График интенсивности магнитного шума при параллельном расположении датчика на стороне пластины В и величины остаточных напряжений по X ( $\sigma_{ост}$ )

Из графика, показанного на рис. 2.17, следует, что величина ИМШ при перпендикулярном расположении датчика на стороне пластины А при увеличении ОН по X на интервале от -400 МПа до 969,842 МПа постепенно падает от значения 453 относ. ед. до 428 относ. ед. Максимум значения ИМШ зафиксирован на величине -400 МПа и равно 453 относ. ед.

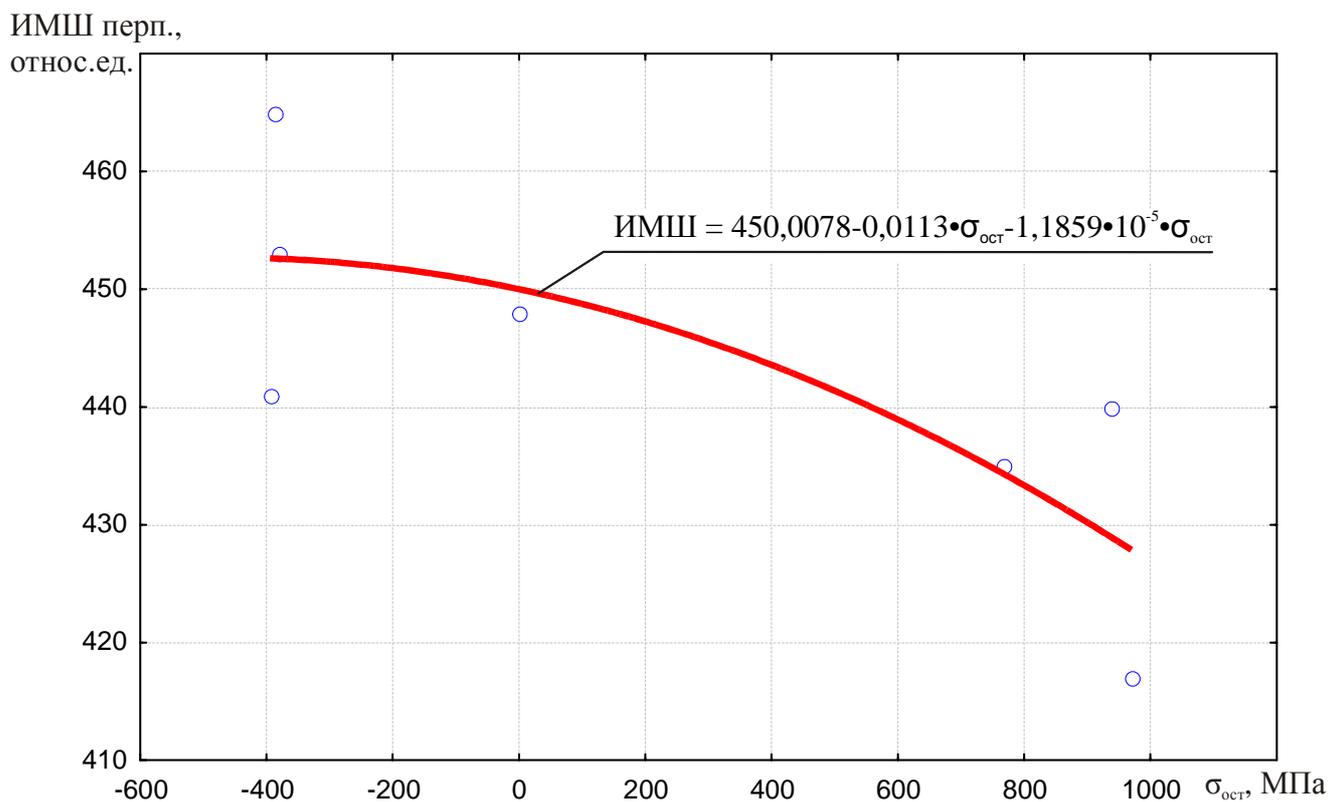


Рис. 2.17. График интенсивности магнитного шума при перпендикулярном расположении датчика на стороне пластины А и величины остаточных напряжений по X ( $\sigma_{ост}$ )

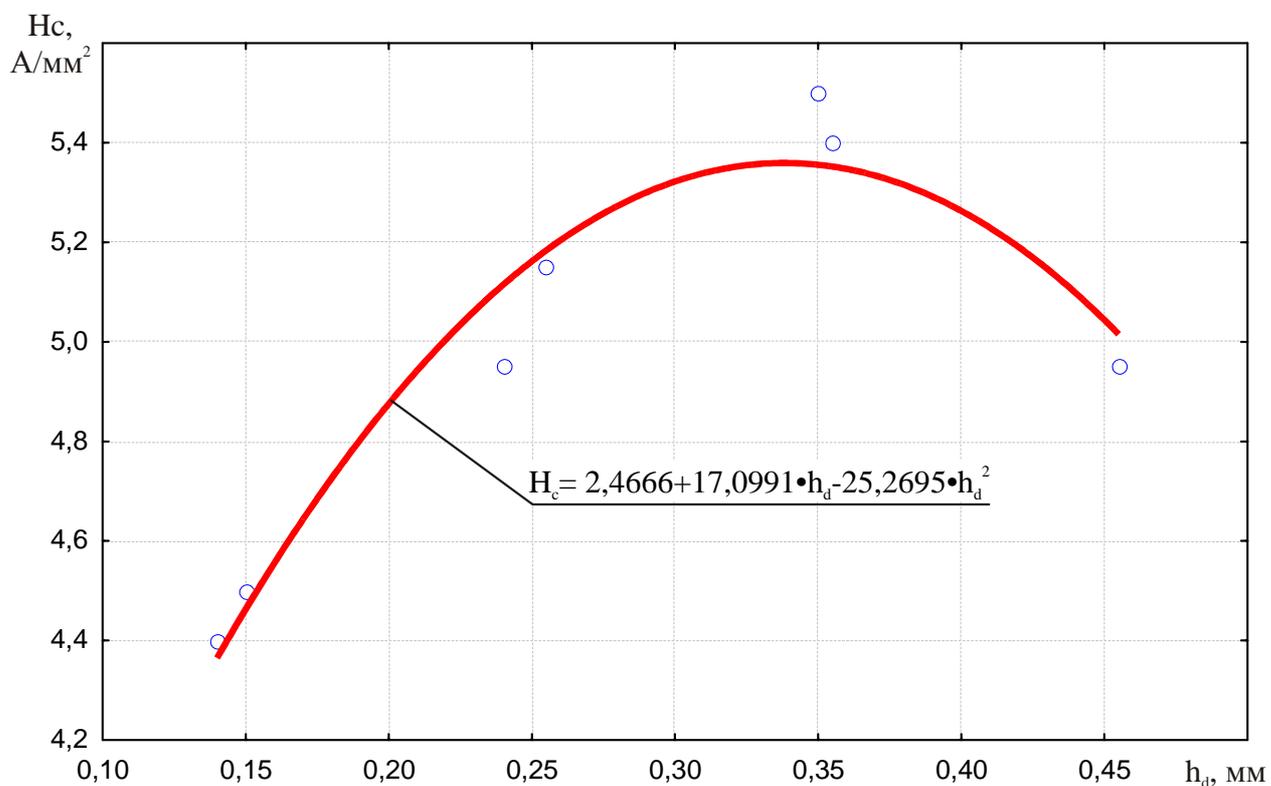


Рис. 2.18. График коэрцитивной силы ( $H_c$ ) и величины натяга ( $h_d$ )

При увеличении натяга с величины 0,14 мм до 0,34 мм наблюдается увеличение значения  $H_c$  от 4,4 А/мм<sup>2</sup> до 5,38 А/мм<sup>2</sup> (рис. 2.18). С последующим увеличением натяга (с 0,34 мм до 0,45 мм) величина  $H_c$  падает с 5,38 А/мм<sup>2</sup> до 5,02 А/мм<sup>2</sup>.

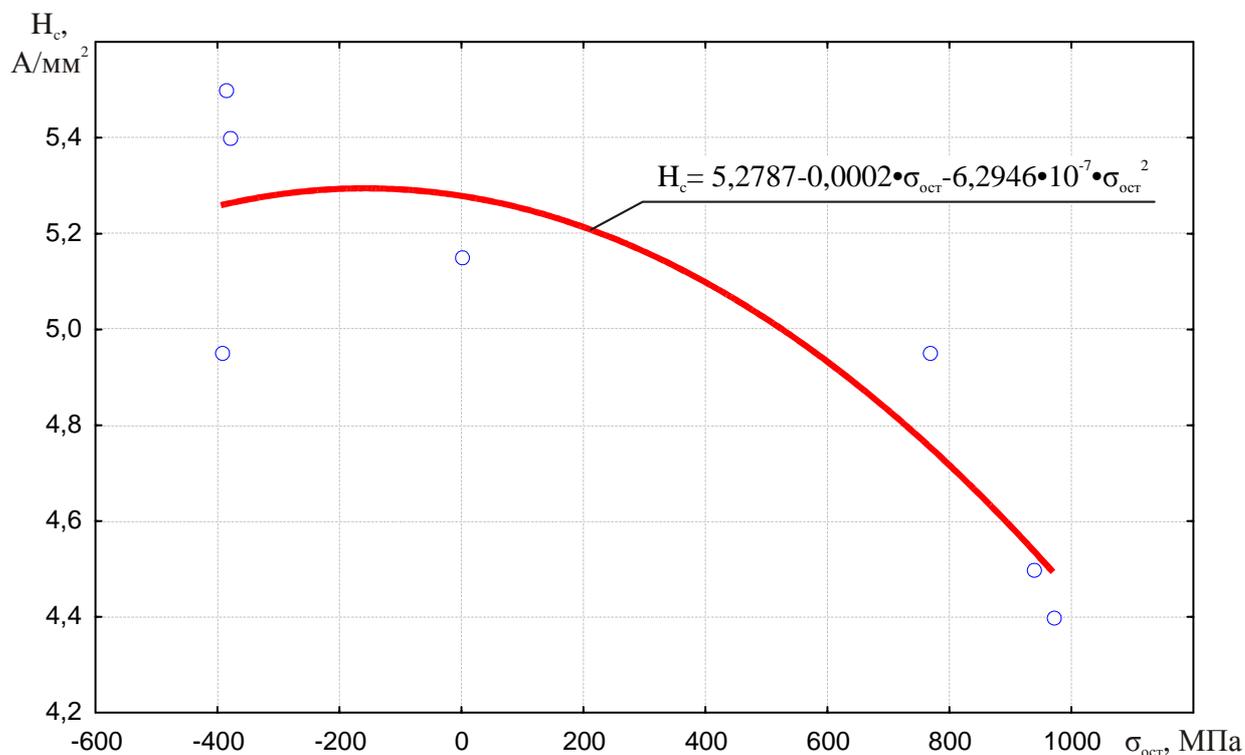


Рис. 2.19. График коэрцитивной силы ( $H_c$ ) и величины остаточных напряжений по X ( $\sigma_{ост}$ )

Кривая зависимости  $H_c$  от ОН по X имеет небольшой подъём со значения 5,28 А/мм<sup>2</sup> до 5,3 А/мм<sup>2</sup> на интервале ОН от -400 МПа до -180 МПа (рис. 2.19). При дальнейшем увеличении значения ОН от -180 МПа до 969,842 МПа, величина  $H_c$  уменьшается до 4,4 А/мм<sup>2</sup>.

На рис. 2.20 показана зависимость величины ОН по X от натяга. Как видно, данная зависимость имеет тенденцию плавного уменьшения значения ОН с 1000 МПа до -394,37 МПа на интервале натяга от 0,14 до 0,45 мм, что свидетельствует о том, что при увеличении фактического натяга величина ОН растёт в отрицательную сторону, что говорит о наличии сжимающих ОН.

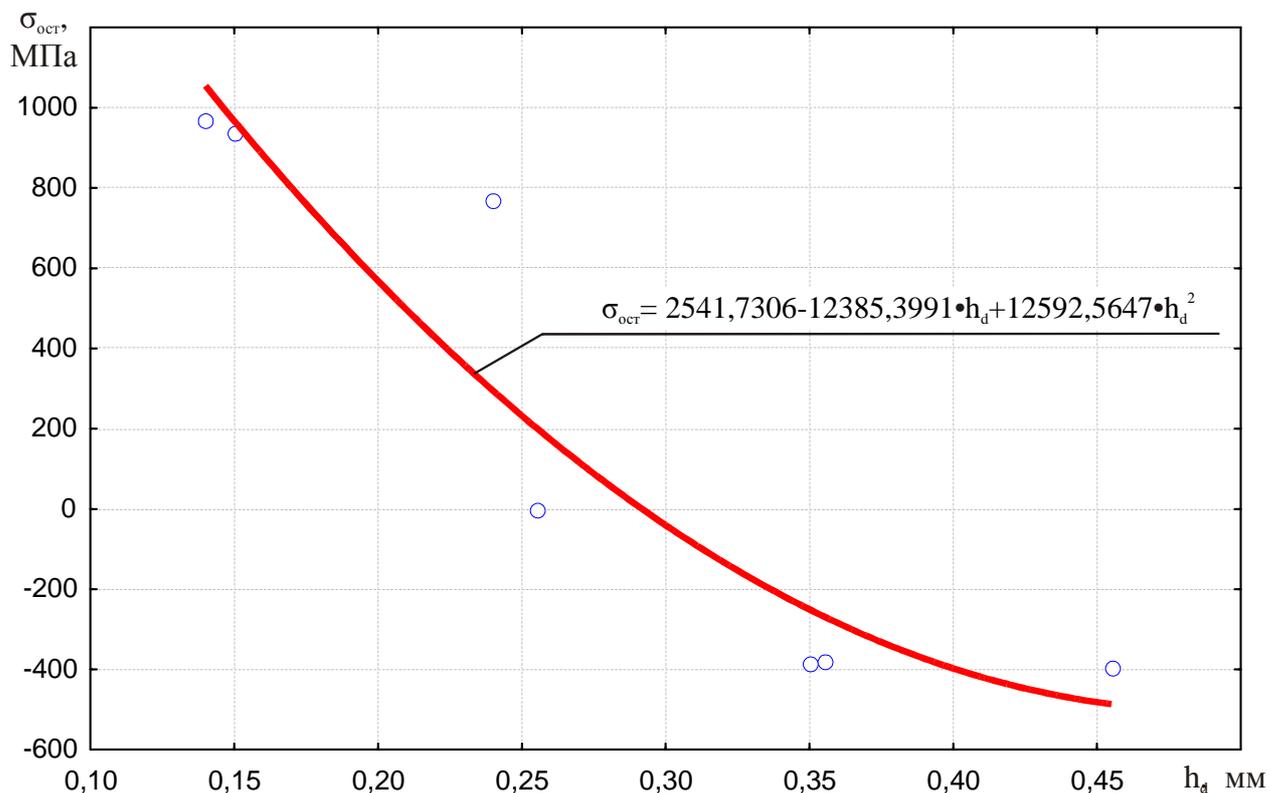


Рис. 2.20. График величины остаточных напряжений по X ( $\sigma_{ост}$ ) и величины натяга ( $h_d$ )

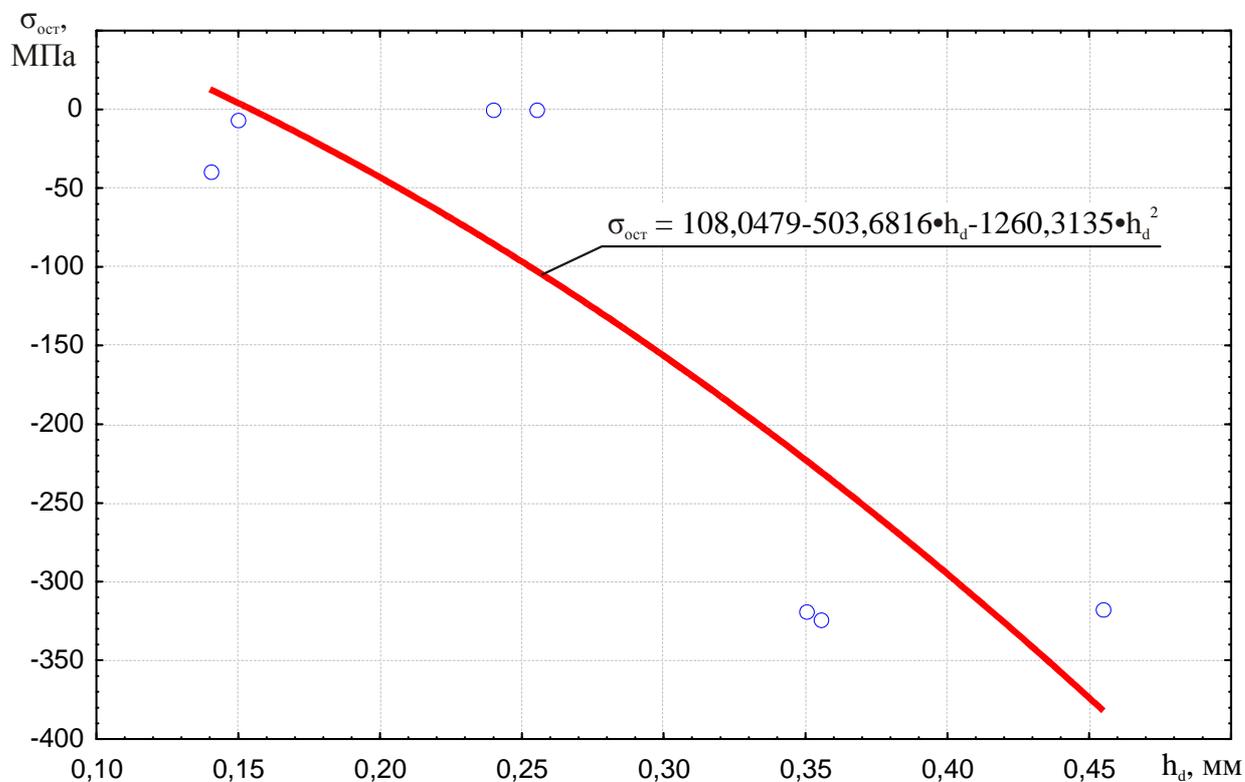


Рис. 2.21. График величины остаточных напряжений по Y ( $\sigma_{ост}$ ) и величины натяга ( $h_d$ )

Также характерна зависимость ОН по  $Y$  от величины натяга (рис. 2.21). Как показано на графике, кривая зависимости принимает отрицательное значение с увеличением натяга, что тоже говорит о наличие сжимающих ОН. При этом, на интервале натяга от 0,14 мм до 0,45 мм, величина ОН изменяется с 10 МПа до -380 МПа.

Результаты рентгено-фазового анализа исследуемых экспериментальных образцов приведены в таблице 2.4. В настоящее время проводится анализ полученных результатов с целью выявления устойчивых взаимосвязей и тенденций.

## Результаты рентгено-фазового анализа образцов (фрагмент)

Образец «ИИ»	Образец «И»	Образец «ЛОЛ»
X-ray tube target = Cu voltage = 40.0 (kV) current = 30.0 (mA) Slits divergence slit = 0.50000 (deg) scatter slit = 1.00000 (deg) receiving slit = 0.15000 (mm) Scanning drive axis = Theta-2Theta scan range = 10.000 - 120.000 scan mode = Continuous Scan scan speed = 2.0000 (deg/min) sampling pitch = 0.0200 (deg) preset time = 0.60 (sec)	X-ray tube target = Cu voltage = 40.0 (kV) current = 30.0 (mA) Slits divergence slit = 0.50000 (deg) scatter slit = 1.00000 (deg) receiving slit = 0.15000 (mm) Scanning drive axis = Theta-2Theta scan range = 10.000 - 120.000 scan mode = Continuous Scan scan speed = 2.0000 (deg/min) sampling pitch = 0.0200 (deg) preset time = 0.60 (sec)	X-ray tube target = Cu voltage = 40.0 (kV) current = 30.0 (mA) Slits divergence slit = 0.50000 (deg) scatter slit = 1.00000 (deg) receiving slit = 0.15000 (mm) Scanning drive axis = Theta-2Theta scan range = 10.000 - 120.000 scan mode = Continuous Scan scan speed = 2.0000 (deg/min) sampling pitch = 0.0200 (deg) preset time = 0.60 (sec)
# Data [ Total No. = 5501 ]	# Data [ Total No. = 5501 ]	# Data [ Total No. = 5501 ]
<2Theta> < I >	<2Theta> < I >	<2Theta> < I >
10.0000 188	10.0000 248	10.0000 258
10.0200 212	10.0200 214	10.0200 236
10.0400 204	10.0400 190	10.0400 254
10.0600 166	10.0600 198	10.0600 240
10.0800 180	10.0800 240	10.0800 224
10.1000 176	10.1000 206	10.1000 212
10.1200 194	10.1200 202	10.1200 234
10.1400 194	10.1400 222	10.1400 254
10.1600 194	10.1600 206	10.1600 242
10.1800 186	10.1800 208	10.1800 236
10.2000 202	10.2000 210	10.2000 216
10.2200 200	10.2200 224	10.2200 242
10.2400 176	10.2400 200	10.2400 226
10.2600 178	10.2600 206	10.2600 256
10.2800 200	10.2800 220	10.2800 228
10.3000 198	10.3000 240	10.3000 244
10.3200 202	10.3200 206	10.3200 234
10.3400 170	10.3400 224	10.3400 212
10.3600 204	10.3600 214	10.3600 240
10.3800 180	10.3800 190	10.3800 218
10.4000 188	10.4000 212	10.4000 228
10.4200 178	10.4200 212	10.4200 214
10.4400 176	10.4400 222	10.4400 214
10.4600 172	10.4600 212	10.4600 252
10.4800 200	10.4800 236	10.4800 218
10.5000 172	10.5000 250	10.5000 232
10.5200 188	10.5200 240	10.5200 232
10.5400 198	10.5400 202	10.5400 238
10.5600 176	10.5600 212	10.5600 232
10.5800 190	10.5800 218	10.5800 226

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполнения отчетного этапа исследований:

1. Проведены экспериментальные исследования формирования и трансформации наноструктурного состояния и свойств упрочненного под действием программ нагружения интенсивной пластической деформации поверхностного слоя после обработки интенсивной пластической деформацией кручением со сжатием. Исходная и деформированная микроструктура образцов соответствует чистой меди (альфа структура с небольшим включением эвтектики - оксида меди). В результате анализа установлено, что после ИПД происходит интенсивное изменение структуры и уменьшение размеров зерен. В исследованных образцах после ИПД наблюдается переориентировка кристаллов в направлении подачи при деформировании. В результате деформирования происходит также измельчение зёрен. Характерно что, чем больше интенсивность пластической деформации, тем больше величина измельчения. В структуре деформированных образцов, наряду с крупными зёрнами, присутствуют зерна с размерами порядка 100 и менее нанометров.

2. Проведены экспериментальные исследования формирования и трансформации остаточных напряжений поверхностного слоя упрочненных образцов.

Выполнены исследования изменения магнитных характеристик образцов после деформирующей прокатки с различными режимами. Для чего были изготовлены образцы-пластины, которые впоследствии подвергались упрочняющей обработке деформирующей прокаткой. После этого проводилось измерение магнитных характеристик образцов: интенсивности магнитного шума и коэрцитивной силы. Выявлены взаимосвязи между экспериментально измеренными магнитными характеристиками (интенсивностью магнитного шума и коэрцитивной силой), расчетной величиной ОН, полученной в результате моделирования и режимами

деформирования образцов. Получены результаты, позволяющие говорить о наличии взаимосвязей, большая часть которых описывается параболической функцией, однако установлено, что помимо величины ОН, имеется ряд других факторов, значительно влияющих на изменение магнитных характеристик, в т.ч. структурная неоднородность, дефекты ПС, различная начальная намагниченность образца и др., что делает необходимым дальнейшие исследования в этом направлении.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Блюменштейн В. Ю. Очаг деформации при размерном совмещенном обкатывании как основа физических представлений и решения задач механики технологического наследования / В. Ю. Блюменштейн, М. С. Махалов // Вестник КузГТУ. - 2004. - № 4. - С. 83-89.
2. Махалов М. С. Определение остаточных напряжений деформированного поверхностного слоя магнитными методами неразрушающего контроля / М. С. Махалов, А. А. Зенков // Инновации в машиностроении: сборник трудов 2-ой Международной научно-практической конференции / под ред. В.Ю. Блюменштейна. – Кемерово: КузГТУ, 2011. – 535 с. - С. 267-271.
3. Блюменштейн В. Ю. Механика технологического наследования на стадиях обработки и эксплуатации деталей машин / В. Ю. Блюменштейн, В. М. Смелянский. – М.: Машиностроение-1, 2007. – 400 с.: ил.
4. Смелянский В. М. Механика упрочнения деталей поверхностным пластическим деформированием / В. М. Смелянский. - М.: Машиностроение, 2002. - 300 с.
5. Махалов М. С. Моделирование остаточных напряжений поверхностного слоя после совмещенной упрочняющей обработки поверхностным пластическим деформированием / М. С. Махалов // Жизненный цикл конструкционных материалов (от получения до утилизации). Межвузовский сб. науч. тр. / под ред. С.А. Зайдеса. - Иркутск: Изд-во ИрГТУ, 2011. - 314 с. - С. 150-162.
6. Махалов М. С. Модель остаточных напряжений поверхностного слоя после упрочняющей обработки поверхностным пластическим деформированием / М. С. Махалов // Инновации в машиностроении: сборник трудов 2-ой Международной научно-практической конференции / под ред. В.Ю. Блюменштейна. – Кемерово: КузГТУ, 2011. – 535 с. - С. 363-369.