

УДК 621.787:620.17

КОРОЗІЙНО-ВТОМНА ВИТРИВАЛІСТЬ СТАЛІ 45 ПІСЛЯ ПОВЕРХНЕВОГО НАНОСТРУКТУРУВАННЯ МЕХАНОІМПУЛЬСНОЮ ОБРОБКОЮ В РІЗНИХ СЕРЕДОВИЩАХ

В. І. КИРИЛІВ¹, О. В. МАКСИМІВ¹, О. І. ЗВІРКО¹,
Б. Р. ЦІЖ^{2,3}, Я. Б. КИРИЛІВ⁴

¹ Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів;

² Львівський національний університет ветеринарної медицини та біотехнологій
ім. С. З. Гжицького;

³ Університет Казимира Великого в Бидгощі, Польща;

⁴ Львівський державний університет безпеки життєдіяльності

Досліджено вплив технологічного середовища (ТС) під час формування нанокристалічної структури (НКС) на нормалізованій вуглецевій сталі 45 механоімпульсною обробкою (МІО) на параметри НКС та опір втомному та корозійно-втомному руйнуванню у 3%-му розчині NaCl. На зразках отримано поверхневий шар з феритно-аустенітною НКС та розміром зерна фериту 14 і 23 nm після МІО в мінеральній оливі та повітрі, відповідно. Встановлено, що втомна витривалість сталі з НКС суттєво вища, ніж без поверхнево обробленого шару, та практично не залежить від типу ТС під час МІО. Найвищим опором корозійній втомі володіє сталь з поверхневою НКС, сформованою МІО в оливі. Отримані результати проаналізовано з урахуванням характеристик НКС, мікротвердості зміцненого шару, розподілу в ньому залишкових напружень та хімічних елементів (H, N, C та O).

Ключові слова: нанокристалічна структура, середньовуглецева сталь, втома, корозійна втома, залишкові напруження.

The influence of the technological environment (TE) during the formation of a nanocrystalline structure (NCS) on the normalized carbon steel 45 by mechanical pulse treatment (MPT) on the parameters of the NCS and resistance to multicycle fatigue and corrosion-fatigue failure in a 3% NaCl aqueous solution was investigated. On the specimens, a surface layer with a ferritic-austenitic NCS and a ferrite grain size of 14 and 23 nm was obtained after MPT in mineral oil and air, respectively. It was established that the fatigue endurance of steel with NCS is significantly higher than that without a surface treated layer, and practically does not depend on the type of applied TE during MPT. The highest resistance to corrosion fatigue is characterized by steel with a surface NCS formed by MPT in oil. The obtained results were analyzed taking into account the NCS characteristics, the microhardness of the strengthened layer, the distribution of residual stresses and chemical elements (H, N, C and O).

Keywords: nanocrystalline structure, medium carbon steel, fatigue, corrosion fatigue, residual stresses.

Вступ. Природа поверхні металу, а також методи її цілеспрямованої модифікації, щоб надати матеріалу заданих фізико-механічних властивостей – актуальне завдання [1–4], яке часто вирішують, наносячи покриття [5–9] або формуючи на поверхні нанокристалічні структури (НКС) [1, 2, 10]. Для цього застосовують інтенсивну пластичну деформацію [1, 2, 10–17], яка охоплює, зокрема, методи поверхневого наноструктурного зміцнення високошвидкісним тертям [15], одним

з яких є механоімпульсна обробка (МІО) [18–23]. Вона підвищує зносотривкість сталей [18, 21, 22], їх опір втомі та корозійній втомі [20], а також опірність проникненню водню [18, 19]. Під час МІО найчастіше використовують рідинне технологічне середовище (ТС), яке подають у зону фрикційного контакту оброблюваної деталі з інструментом. ТС є джерелом швидкого охолодження та домішкових легувальних елементів у зміцненому шарі, які проникають у метал під дією високих тисків та температур у контактній зоні. Здебільшого використовують органічні ТС, які містять водень, кисень і вуглець. Під час МІО вони розкладаються до атомарного рівня, адсорбуються на поверхні НКС шару та розташовуються переважно межами зерен, збільшуючи або зменшуючи їх міжатомну взаємодію [24], а отже, можуть бути “корисними” або “шкідливими”, відповідно. Зокрема, вуглець, сегрегуючись на межах зерен, підвищує стабільність НКС [25]. МІО реалізують і без ТС в лабораторному чи промисловому повітрі. Однак і в цьому випадку відбувається деструкція повітря на складники, як і в рідинних ТС. Відповідно, тип ТС впливає на властивості поверхневих НКС.

Мета дослідження – вивчити на прикладі середньовуглецевої сталі 45 вплив типу ТС на формування поверхневої НКС та її опір втомі та корозійній втомі.

Методика випроб. Досліджували нормалізовану середньовуглецеву сталь 45 (гранича плинності $\sigma_T = 360$ МПа, границя міцності $\sigma_B = 610$ МПа, пластичність $\delta = 16\%$). МІО реалізували на модернізованому токарному верстаті 1К62, використовуючи спеціальний пристрій, в якому інструмент для фрикційного контакту виготовили зі сталі 40Х. Діаметр диска 250 мм, ширина робочої поверхні 5 мм. Геометрія зразка для МІО циліндрична з центральною робочою частиною 10 мм (рис. 1), яку поверхнево обробляли.

МІО здійснювали за таких режимів: лінійна швидкість зміцнювального інструменту 60 м/с (4600 rev/min), частота обертання зразків $0,33$ s⁻¹, повздовжня подача 1 мм/rev, глибина врізання зміцнювального інструменту 0,35 мм, що відповідає тиску в зоні фрикційного контакту 0,7 ГПа. Як ТС використовували мінеральну оливу І-12А та, для порівняння, випробовували без рідинного ТС, тобто в лабораторному повітрі.

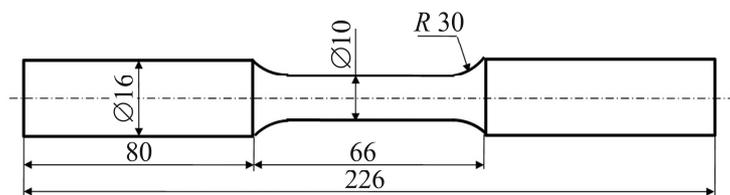


Рис. 1. Зразок для МІО з подальшими випробами на втомі.

Fig. 1. A specimen for mechanical pulse treatment (MPT) with the following fatigue tests.

Після МІО зразки досліджували на втомі на машині МВС-10 обертовим згинном за частоти циклічного навантаження 10 Hz з визначенням на базі $3 \cdot 10^6$ cycles границі витривалості у повітрі та на базі $5 \cdot 10^6$ cycles – умовної границі витривалості у корозивному середовищі. В останньому випадку використовували герметичну камеру, заповнену корозивним середовищем (3%-м розчином NaCl), яка охоплювала робочу частину зразка та оберталася разом з ним.

Фазовий склад поверхневих шарів та розмір зерен у сталі після МІО вивчали з допомогою дифрактометра-дифрактографа ДРОН-3 у $\text{CuK}\alpha$ -випромінюванні ($U = 30$ kV, $I = 20$ mA) з кроком $0,05^\circ$ та експозицією у точці 4 s. Обробляли дифрактограми, використовуючи програмне забезпечення CSD [26]. Рентгенограми ідентифікували за картотекою JCPDS-ASTM [27]. Зміну вмісту хімічних елементів (водню, азоту, вуглецю та кисню) у поверхневому шарі порівняно з необроб-

леною поверхнею оцінювали спектрометром SMI 300 (Camesa), зіставляючи висоту спектрів хімічних елементів [28]. Мікротвердість H_{μ} визначали приладом ПМТ-3 за навантаження 100 g. Залишкові напруження σ_{res} розраховували за деформацією згину зразка під час пошарового зняття металу електрохімічним травленням на половині циліндра [29].

Результати та їх аналіз. Після МІО в оливі та повітрі на робочих поверхнях зразків сформувалася феритно-аустенітна НКС з розміром зерна фериту 14 і 23 nm, відповідно. Залежно від використовуваного ТС змінювались глибина і мікротвердість зміцненого поверхневого шару (рис. 2a). Під час МІО зразків в оливі (рис. 2a, крива 1) ці показники приблизно на 10% вищі.

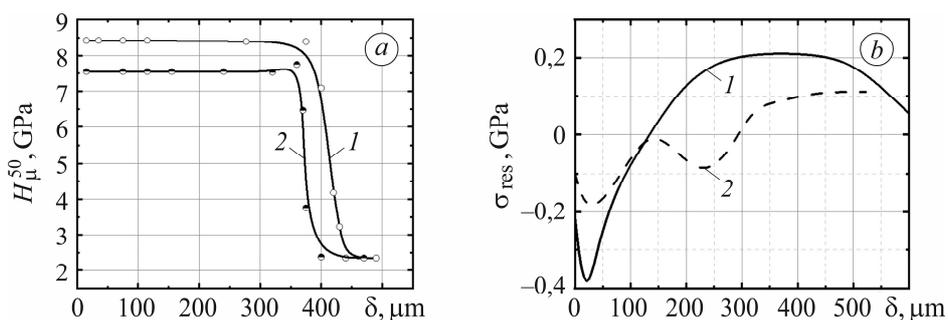


Рис. 2. Розподіл мікротвердості (a) та залишкових напружень (b) у сталі 45 по глибині після МІО в мінеральній оливі (крива 1) і в повітрі (крива 2).

Fig. 2. Microhardness (a) and residual stresses (b) distribution in 45 steel according to depth after MPT in mineral oil (curve 1) and air (curve 2).

Залишкові напруження під час оброблення в оливі вищі незалежно від їх знака (рис. 2b, крива 1). Важливо, що незалежно від ТС у приповерхневому шарі на глибині $\sim 130 \mu\text{m}$ стискальні напруження σ_{res} , які повинні підвищувати опір зародженню втомної тріщини, досягли $\sim 390 \text{ MPa}$. У повітрі ж (рис. 2b, крива 2), вони вдвічі нижчі на більшій глибині, що узгоджується з відомими результатами [1, 3, 17, 30, 31], де залишкові напруження стиску в приповерхневому шарі створюють обкочуванням роликів, дробиноструменевою обробкою тощо.

Під час МІО приповерхневі шари металу насичуються воднем, азотом, киснем і вуглецем (див. таблицю), тобто елементами, які присутні в органічному ТС та частково – у повітрі. МІО в оливі виявилася ефективнішою через інтенсивність насичення металу домішковими елементами, крім водню, які розташовані в основному межами зерен суттєвої довжини у НКС [25] та, відповідно, впливають на їх міжатомну взаємодію. Зокрема, вуглець розглядають як “корисний” елемент, оскільки він підвищує стабільність НКС, сегрегуючись на межах зерен [24], а водень, азот та кисень – “шкідливими”, проте малі добавки вуглецю суттєво послаблюють їх негативну дію [24]. Тому для поліпшення властивостей НКС застосовують насичення вуглецем.

Виявили позитивний ефект поверхневої НКС, сформованої МІО на сталі 45 (рис. 3, криві 1–3): границя витривалості для вихідного стану становить 240 MPa проти 315 MPa після МІО. Зазначимо, що ТС практично не вплинуло на криву довговічності (криві 2, 3) і границю витривалості σ_{-1} сталі з НКС, сформованою МІО у повітрі та оливі, яка становить 310 та 315 MPa, відповідно. Очікували відчутніший ефект від МІО в оливі, оскільки отримані фізико-механічні показники для шару з НКС (менший розмір зерен, більші мікротвердість та глибина зміцненого шару, підвищені стискальні залишкові напруження та інтенсивніше насичення металу “корисними” домішками, особливо вуглецем) давали для цього

підстави. Однак зауважимо, що пришвиджене насичення воднем в оливі (див. таблицю) може негативно вплинути на опір втомному руйнуванню зміцненої сталі [32]. Крім того, кисень блокує проникнення водню в метал [24], а його вміст дещо нижчий саме після МІО в оливі. Таким чином, можна припустити, що наводнювання наноструктурованого шару сталі послабило позитивний ефект інших чинників.

Вміст елементів у поверхневому НКС шарі сталі 45, отриманому МІО у різних ТС

| Вид МІО | Вміст елементів у поверхневому шарі, а. у. | | | |
|-----------|--------------------------------------------|-----|-----|-----|
| | H | N | O | C |
| Без | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| В оливі | 2,8 | 1,6 | 1,3 | 2,4 |
| У повітрі | 1,2 | 1,2 | 1,5 | 1,1 |

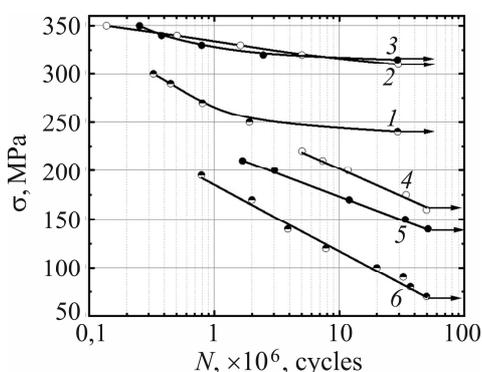


Рис. 3. Криві втомної витривалості сталі 45 за навантаження у повітрі (1–3) та 3%-му розчині NaCl (4–6):
1, 6 – у вихідному стані;
2, 5 – після МІО у повітрі;
3, 4 – після МІО у мінеральній оливі.

Fig. 3. Fatigue endurance curves of 45 steel under loading in air (1–3) and in 3% NaCl solution (4–6):
1, 6 – as-received state; 2, 5 – after MPT in air; 3, 4 – after MPT in oil.

Під час випроб у корозивному середовищі (рис. 3, криві 4–6) вдається визначити лише умовну границю витривалості, залежну від бази випробувань ($5 \cdot 10^6$ cycles), що ускладнювало порівняльний аналіз впливу МІО в різних ТС на корозійно-втомну витривалість сталі проти втомної витривалості з чіткою границею. Однак виявили низку закономірностей. Зокрема, досліджувана сталь у нормалізованому стані чутлива до корозивного середовища (криві 1, 6). МІО, особливо в оливі, суттєво підвищує її корозійно-втомну витривалість (криві 4–6). Залишкові стискальні напруження в корозивному середовищі істотно нижчі, ніж у повітрі. Тому у першому випадку можна очікувати позитивніший вплив напружень, сформованих під час МІО. За вищевказаними показниками, одержаними в оливі, можна очікувати підвищення втомної витривалості сталі з поверхневим НКС шаром, сформованим МІО. Обґрунтовуючи потенційно негативний вплив водню, зазначимо, що корозійно-втомну витривалість у нейтральному корозивному середовищі визначає електрохімічне розчинення металу, а не наводнювання [33].

ВИСНОВКИ

Встановлено, що параметри поверхневого НКС шару та його властивості залежать від типу ТС, застосованого під час МІО середньовуглецевої сталі. МІО сталевих зразків у мінеральній оливі та повітрі отримано поверхневий шар з феритно-аустенітною НКС та розміром зерен фериту 14 і 23 nm, відповідно. Виявлено переваги оливи як ТС: менший розмір нанозерен, більші мікротвердість та глибина зміцненого шару, підвищені приповерхневі стискальні залишкові напруження та вміст вуглецю у поверхневому НКС шарі. Проте зафіксовано інтенсив-

ніше насичення поверхневого шару сталі воднем та менше – киснем, який послаблює проникнення водню. Опір втомному та корозійно-втомному руйнуванню у 3%-му розчині NaCl сталі 45 з поверхневим НКС шаром суттєво вищий, ніж необробленої. На корозійно-втомну витривалість особливо позитивно впливають залишкові стискальні напруження. Вища втомна витривалість сталі з НКС практично не залежить від типу ТС під час МІО, що є результатом протилежної дії вказаних чинників. Водночас найвищий опір корозійній втомі властивий сталі з поверхневою НКС, сформованою МІО в оливі, що, очевидно, зумовлено особливостями електрохімічної взаємодії металу з електролітом.

1. *Olugbade T. O. and Lu J.* Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT) // *Nano Mater. Sci.* – 2020. – **2**. – P. 3–31. DOI: 10.1016/j.nanoms.2020.04.002
2. *Grosdidier T. and Novelli M.* Recent developments in the application of surface mechanical attrition treatments for improved gradient structures: Processing parameters and surface reactivity // *Mater. Trans.* – 2019. – **60**, № 7. – P. 1344–1355. DOI: 10.2320/matertrans.MF201929
3. *Influence of surface mechanical attrition treatment parameters on the residual stress of EN8 steel / T. Balusamy, P. M. Sathyaraj, K. Racichandran, and T. S. N. S. Narayanan // J. Mater. Eng. Perform.* – 2024. DOI: 10.1007/s11665-024-09521-4
4. *Stressed state of chrome partes during diamond burnishing / M. Bembenek, V. Kopei, L. Ropyak, and K. Levchuk // Metallofizika i Noveishie Tekhnologii.* – 2023. – **45**. – P. 239–250. DOI: 10.15407/mfint.45.02.0239
5. *Student M. M., Pokhmurska H. V., and Zadorozhna K. R.* Structure and wear resistance of VC–FeCr and VC–FeCrCo coatings obtained by supersonic flame spraying // *Materials Science.* – 2018. – **54**, № 1. – P. 22–29. DOI: 10.1007/s11003-018-0152-9
6. *The role of hydrogen in the formation of oxide-ceramic layers on aluminum alloys during their plasma-electrolytic oxidation / V. Hutsaylyuk, M. Student, V. Posuvailo, O. Student, V. Hvozdet's'kyi, P. Maruschak, and V. Zakiev // J. of Mat. Res. and Tech.* – 2021. – **14**. – P. 1682–1696. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.07.082
7. *Corrosion-mechanical wear of nitrided steels in acidic medium / M. S. Stechyshyn, N. M. Stechyshyna, O. V. Dykha, A. V. Martynyuk, V. V. Liukhovets, and M. V. Lukyanyuk // Materials Science.* – 2023. – **58**, № 5. – P. 597–601. DOI: 10.1007/s11003-023-00704-3
8. *Self-lubricating glass composite nanocoatings / V. P. Babak, N. M. Fialko, V. V. Shchepetov, S. D. Kharchenko, Ya. M. Hladkyi, and S. S. Bys // Materials Science.* – 2023. – **59**, № 1. – P. 33–39. DOI: 10.1007/s11003-023-00740-z
9. *Gibbs energy calculation of electrolytic plasma channel with inclusions of copper and copper oxide with Al-base / V. M. Posuvailo, M. D. Klapkiv, M. M. Student, Y. Y. Sirak, and H. V. Pokhmurska // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. and Eng.* – 2017. – **181**, № 1. – Article number 012045. DOI: 10.1088/1757-899X/181/1/012045
10. *Formation of nanocrystalline surface layers in various metallic materials by near surface severe plastic deformation / S. Masahide, T. Nobuhiro, M. Yoritoshi, and K. Yuichiri // Sci. Technol. Adv. Mater.* – 2004. – **5**. – P. 145–152. DOI: 10.1016/j.stam.2003.10.015
11. *Features of cadmium chloride substrates with surface nanostructure / T. Mazur, M. Slyotov, M. Mazur, V. Prokopiv, O. Kinzerska, and O. Slyotov // Materials Today: Proc.* – 2019. – **35**. – P. 626–629. DOI: 10.1016/j.matpr.2019.12.112
12. *Mordyuk B. N. and Prokopenko G. I.* Ultrasonic Impact Treatment — An Effective Method for Nanostructuring the Surface Layers in Metallic Materials // *Handbook of Mechanical Nanostructuring.* – Verlag: Wiley, 2015. – **2**. – P. 417–434. DOI: 10.1002/9783527674947.ch17
13. *Khomenko A. V.* Severe plastic deformation: methods and mathematical models of nanomaterials formation // *J. of Physical Studies.* – 2020. – **24**, № 2. – P. 1–20. DOI: 10.30970/jps.24.2001
14. *Microstructure evaluation of the carbon steels during surface severe plastic deformation / M. O. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. M. Voloshko, and D. A. Lesyk // Prog. Phys. Met.* – 2021. – **22**, № 4. – P. 562–618. DOI: 10.15407/UFM.22.04.562

15. *Morshed-Behbahani K., Farchat Z., and Nasiri A.* Effect of surface nanocrystallization on wear behaviour of steels: a review // *Materials*. – 2024. – **17**, № 7. – Article number 1618. DOI: 10.3390/ma17071618
16. *Dynamic analysis of the thermo-deformation treatment process of flat surfaces of machine parts / V. Gurey, P. Maruschak, I. Hurey, V. Dzyura, T. Hurey, and W. Wojtowicz // J. Manuf. Mater. Proc.* – 2023. – **7**, № 3. – Article number 101. DOI: 10.3390/jmmp7030101
17. *Strengthening mechanism of abnormally enhanced fatigue ductility of gradient nanostructured 316L stainless steel / Y. Cheng, Z. Lin, S. Xie, X. Wang, and Y. Jiang // Int. J. Fatigue.* – 2024. – **186**. – Article number 108415. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2024.108415
18. *Nykyforchyn H., Kyryliv V., and Maksymiv O.* Effect of nanostructuring on their wear hydrogen embrittlement resistance // *Solid State Phenom.* – 2015. – **225**. – P. 65–70. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.225.65
19. *Influence of hydrogen on the mechanical properties of steels with the surface nanostructure / H. Nykyforchyn, E. Lunarska, V. Kyryliv, and O. Maksymiv // Nanoplasmonics, Nano-Optics, Nanocomposites, and Surface Studies.* – Cham: Springer, 2015. – **167**. – P. 457–465. DOI: 10.1007/978-3-319-18543-9_32
20. *Serviceability of 60KH2M roll steel with surface nanostructure / V. I. Kyryliv, B. P. Chaikovs'kyi, O. V. Maksymiv, A. V. Shal'ko, and P. Ya. Sydor // Materials Science.* – 2017. – **52**, № 6. – P. 848–853. DOI: 10.1007/s11003-017-0030-x
21. *Wear resistance of the surface nanocrystalline structure under an action of diethylene glycol medium / H. Nykyforchyn, V. Kyryliv, O. Maksymiv, V. Kochubie, R. Boyko, and V. Dovhunyk // Appl. Nanosci.* – 2019. – **9**, № 1. – P. 1085–1090. DOI: 10.1007/s13204-018-0690-3
22. *Influence of the deformation mode on the force conditions of formation of the surface nanostructure of 40Kh steel / V. Kyryliv, V. Gurey, O. Maksymiv, I. Hurey, and Y. Kulyk // Materials Science.* – 2021. – **57**, № 3. – P. 422–427. DOI: 10.1007/s11003-021-00556-9
23. *Kyryliv V. I., Zakiev V. I., and Maksymiv O. V.* Change of the modulus of elasticity of the surface nanostructured layer on U8 steel // *Materials Science.* – 2023. – **58**, № 6. – P. 795–800. DOI: 10.1007/s11003-023-00732-z
24. *Glikman E. E. and Bruver R. E.* Equilibrium segregation at the grain boundaries and inter-crystalline cold brittleness of solid solutions // *Metallofizika.* – 1972. – **43**. – P. 42–43.
25. *Segregation stabilizes nanocrystalline bulk steel with near theoretical strength / Y. Li, D. Raabe, M. Herbig, P.-P. Choi, S. Goto, A. Kostka, Y. Hiroshi, C. Borchers, and R. Kirchheim // Phys. Rev. Lett.* – 2014. – **113**, № 10. – Article number 106104. DOI: 10.1103/PhysRevLett.113.106104
26. *Krous W. and Nolze G.* Powder cell – a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns // *J. Appl. Crystallogr.* – 1996. – **29**, № 3. – P. 301–303. DOI: 10.1107/S0021889895014920
27. *Powder Diffraction File Search Manual: Alphabetical Listing and Search Section of Frequently Encountered Phases.* – Philadelphia: JCPDS, 1974. – 839 p.
28. *Baker J. E.* Secondary ion mass spectrometry. // *Practical Materials Characterization.* – New York: Springer, 2014. – P. 133–187. DOI: 10.1007/978-1-4614-9281-8
29. *Determination of residual stresses in electric-spark deposited coatings / M. Berezhnitskaya, A. Paustovskii, S. Kirilenko, and Y. Gubin // Strength Mater.* – 2003. – **35**, № 6. – P. 633–637. DOI: 10.1023/B:STOM.0000013614.68800.d9
30. *Effect of shot-peening treatment on high cycle fatigue property of ductile cast iron / Y. Ochi, K. Masaki, T. Matsumura, and T. Sekino // Int. J. Fatig.* – 2001. – **23**, № 5. – P. 441–448. DOI: 10.1016/S0142-1123(00)00110-9
31. *Dai K. and Shaw L.* Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation // *Int. J. Fatig.* – 2008. – **30**, № 8. – P. 1398–1408. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2007.10.010
32. *A review on hydrogen embrittlement and risk-based inspection of hydrogen technologies / A. Campari, F. Ustolin, A. Alvaro, and N. Paltrinieri // Int. J. Hydrogen Energy.* – 2023. – **48**, № 90. – P. 35316–35346. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2023.05.293
33. *A review of the fatigue failure mechanism of metallic materials under a corroded environment / N. I. I. Mansor, S. Abdullah, A. K. Ariffin, and J. Syarif // Eng. Fail. Anal.* – 2014. – **42**. – P. 353–365. DOI: 10.1016/j.engfailanal.2014.04.016

Одержано 16.05.2024