

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACS numbers: 43.35.+d, 61.72.Ff, 62.20.Qp, 81.20.Hy, 81.40.Ef, 81.65.-b, 83.10.Tv

Еволюція структурно-фазового стану та мікротвердості поверхні неіржавійної сталі 12X18H10T за умов ультразвукового ударного оброблення в різних середовищах

М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко*, С. М. Волошко*,
А. П. Бурмак*, Н. В. Франчік*

*Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Акад. Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

**Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»,
просп. Перемоги, 37,
03056 Київ, Україна*

Досліджено мікротвердість HV та структурно-фазовий стан аустенітної сталі 12X18H10T після інтенсивної пластичної деформації за допомогою ультразвукового ударного оброблення (УЗУО) впродовж різного часу та у різних середовищах, а саме, на повітрі, у газі аргоні та у рідкому азоті. Показано, що еволюція мікротвердості поверхні з часом має циклічний характер (зміцнення/знеміцнення) за умов УЗУО на повітрі, параболічний — при обробленні в газі аргоні та сигмоподібний — за умов криогенного УЗУО (в рідкому азоті). Особливістю мікроструктури сталі після УЗУО на повітрі та в аргоні є формування нетипових комірчастих структур з розміром комірок у 200–700 нм, що забезпечує величину $HV \cong 4$ ГПа. Максимальні значення мікротвердості поверхні сталі 12X18H10T

Corresponding author: Bohdan Mykolajovych Mordyuk
E-mail: mordyuk@imp.kiev.ua

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

**National Technical University of Ukraine 'Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute'
37 Peremohy Ave., 03056 Kyiv, Ukraine*

Please cite this article as: M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sydorenko, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, and N. V. Franchik, Evolution of a Structure–Phase State and Microhardness of a Surface of Stainless Steel 12Cr18Ni10Ti in the Conditions of Ultrasonic Impact Treatment in Various Mediums, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 39, No. 7: 905–928 (2017) (in Ukrainian), DOI: 10.15407/mfint.39.07.0905.

($HV = 5\text{--}5,66$ ГПа) одержано після криогенного УЗУО, що зумовлено формуванням максимальної з досліджених випадків об'ємної частки α' -мартенситу ($\cong 53\%$), нанорозмірами зерен α' -мартенситу (24 нм) та аустеніту (45 нм) і наявністю нанодвійників (60–120 нм). Крім низької енергії дефектів пакування ($\cong 30$ мДж/м²), це зумовлено високою швидкістю деформації ($\cong 10^3$) та криогенними температурами (77 К). Значення параметра Зенера–Холомона за умов УЗУО в рідкому азоті складає $\ln Z = 26$, тоді як за кімнатної температури на повітрі та в аргоні — 15 і 17 відповідно.

Ключові слова: неіржавійна сталь, мартенсит, двійники, наноструктура, ультразвукове ударне оброблення, рідкий азот.

The microhardness HV and structure–phase state of austenitic steel 12Cr18Ni10Ti are investigated after severe plastic deformation induced by ultrasonic impact treatment (UIT) carried out for various times and in various mediums (temperatures) such as the air, argon gas, and liquid nitrogen. As shown, the surface HV evolution with time (with the strain extent accumulated in the surface layer) has a cyclic character (of alternate strengthening/softening) during the air-UIT process. It has the parabolic character during the argon-UIT process and the sigmoidal character at the cryogenic UIT (in liquid nitrogen). The main microstructural feature of the steel after the air-UIT and argon-UIT processes is the formation of the dislocation cell structures with a cell size of 200–700 nm that provides the HV value of $\cong 4$ GPa. The maximum values of the surface HV of the steel 12Cr18Ni10Ti ($HV = 5\text{--}5.66$ GPa) are obtained after the cryogenic UIT due to the formation of the maximum volume fraction of α' -martensite ($\cong 53\%$) as well as the nanosize grains of α' -martensite (24 nm) and austenite (45 nm) and the nanotwins (60–120 nm). This is due to the low value of stacking fault energy ($\cong 30$ mJ/m²) and the applied UIT conditions (high strain rate of $\cong 10^3$ and cryogenic (77 K) temperatures), which determine the Zener–Hollomon parameter magnitude $\ln Z = 26$, whereas for the air-UIT and argon-UIT processes at room temperature, it is equal to 15 and 17, respectively.

Key words: stainless steel, martensite, twins, nanostructure, ultrasonic impact treatment, liquid nitrogen.

Исследована микротвёрдость HV и структурно-фазовое состояние аустенитной стали 12Х18Н10Т после интенсивной пластической деформации с помощью ультразвуковой ударной обработки (УЗУО) в течение разного времени и в разных средах (температурах), а именно, на воздухе, в газе аргоне и в жидком азоте. Показано, что эволюция микротвёрдости поверхности со временем (степенью деформации поверхностного слоя) имеет циклический характер (упрочнение/разупрочнение) в условиях УЗУО на воздухе, параболический — при обработке в газе аргоне и сигмоидальный — в условиях криогенной УЗУО (в жидком азоте). Особенностью микроструктуры стали после УЗУО на воздухе и в аргоне является формирование нетипичных ячеистых структур с размером ячеек в 200–700 нм, что обеспечивает величину $HV \cong 4$ ГПа. Максимальные значения микротвёрдости поверхности стали 12Х18Н10Т ($HV = 5\text{--}5,66$ ГПа) получены после криогенной УЗУО, что обусловлено формированием максимальной из исследованных случаев объёмной долей α' -мартенсита ($\cong 53\%$), наноразме-

рами зёрен α' -мартенсита (24 нм) и аустенита (45 нм) и наличием нанодвойников (60–120 нм). Кроме низкой энергии дефектов упаковки (≈ 30 МДж/м²), это обусловлено и использованными условиями УЗУО (высокая скорость деформации ($\approx 10^3$) и криогенные температуры (77 К)), которые определяют параметр Зенера–Холомона $\ln Z = 26$ — иной по сравнению с УЗУО на воздухе и в аргоне при комнатной температуре (15 и 17 соответственно).

Ключевые слова: нержавеющая сталь, мартенсит, двойники, наноструктура, ультразвуковая ударная обработка, жидкий азот.

(Отримано 24 червня 2017 р.)

1. ВСТУП

Формування модифікованих шарів за допомогою методу інтенсивної пластичної деформації (ІПД) є актуальним і широко досліджуваним напрямом інженерії поверхні. Це пов'язано з тим, що руйнування матеріалів, зокрема внаслідок корозії, зношування чи втоми, зазвичай залежить від структурного стану поверхні [1].

Цілий ряд методів поверхневої пластичної деформації — дробоструменеве оброблення (shot peening) [2], механічне оброблення тертям (surface mechanical attrition treatment—SMAT) [3, 4], ультразвукове ударне оброблення (УЗУО) (ultrasonic impact treatment—UIT) [5–8] уможливають одержувати нанорозмірні зеренні структури у поверхневих шарах традиційних конструкційних матеріалів, суттєво підвищуючи їх фізико-механічні характеристики. Застосування методів поверхневої ІПД уможливорює подолати обмеження, властиві таким методам одержання об'ємних наноматеріалів, як скручування під високим тиском (high pressure torsion—НРТ), рівноканальне пресування (екструзія) (РКУП–РКУЕ), багатократна прокатка (accumulative roll bonding—ARB) [9], які стримують їх промислове впровадження.

Показано, що серед факторів, що ведуть до наноструктуризації поверхневих шарів, поряд зі значними ступенем і швидкістю деформації важливою є температура оброблення [10]. Підвищення температури оброблення може або обмежувати мінімальні розміри одержаних зеренних структур, сприяючи динамічній рекристалізації [11], або сприяти більшому подрібненню структури за рахунок перебігу фазових перетворень у метастабільних матеріалах, формуючи більш дисперсну гетерофазну структуру поверхневого шару. У випадку ж проведення ІПД за від'ємних температур [12], у тому числі за температури рідкого азоту [13], є можливість загальмувати процеси динамічної рекристалізації та одержати ультрадисперсні і нанорозмірні зеренні структури навіть у таких легкоплавких матеріалах як магнійові стопи [14].

Аустенітні сталі одержали широке застосування у промисловості завдяки високим значенням опору корозії та міцності у широкому інтервалі температур. Проте, ці характеристики суттєво залежать від фазового стану таких сталей, а саме, наявності чи відсутності ε - і α' -мартенситу, що зазвичай формуються за умов деформації. Формування α' - і ε -фаз впродовж деформації розтягом неіржавійної сталі досить повно вивчено за умов прокатки [14] та розтягу [15], у тому числі і за від'ємних [12, 16] і криогенних [16, 17] температур. Досить детально обговорені також особливості формування мартенситу деформації, як чинника нанокристалізації поверхневих шарів неіржавійних сталей при ПД за умов багатократного ударного навантаження на повітрі (SMAT) [2, 3] чи у вакуумі (УЗУО) [6]. В той же час, лише кілька досліджень стосувалися структурно-фазових перетворень за умов криогенного стиснення [18] або лазерного ударного оброблення у середовищі рідкого азоту [19], а роботи щодо криогенної УЗУО відсутні взагалі.

Метою даної роботи є дослідження еволюції мікротвердості та структурно-фазових перетворень впродовж ультразвукового ударного оброблення поверхні сталі 12X18H10T в різних середовищах.

2. МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

В якості матеріалу для дослідження обрано неіржавійну сталь 12X18H10T, хемічний склад якої наведено в табл. 1. Використовувались зразки у вигляді циліндрів діаметром 10 мм і висотою 5 мм ($\pm 0,1$ мм), які були одержанні шляхом різання прутків перпендикулярно напрямку гарячої прокатки.

Ультразвукове ударне оброблення проводилося на приладі УЗГ-300 [20–22] (рис. 1), який складається з ультразвукового генератора (7) частотою 21 кГц та потужністю 0,6 кВт, вібратора зі ступінчастим концентратором (1), на якому за допомогою пружин розміщувалась ударна головка. Оброблення проводилось ударною головкою з циліндричним бойком (3) діаметром 5 мм та довжиною 18 мм (із загартованої сталі ШХ15). Аргон або рідкий азот подавалися по каналу (6) у герметичну камеру (2). Амплітуда торця концентратора у

ТАБЛИЦЯ 1. Хемічний склад неіржавійної сталі 12X18H10T.

TABLE 1. The chemical composition of the 12Cr18Ni10Ti stainless steel.

Масова частка елементу, % (Fe — решта (≅ 69,8%))										
C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Ti	Домішки		
								P	S	Cu
0,12	1,21	0,47	17,42	10,30	0,203	<0,003	<0,47	<0,02	<0,02	<0,147

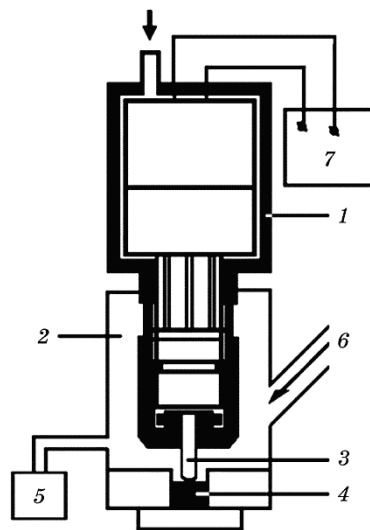


Рис. 1. Схема проведення ультразвукового ударного оброблення (УЗУО) в різних середовищах: 1 — вібратор зі ступінчастим концентратором, 2 — герметична камера, 3 — боек, 4 — зразок, 5 — манометр, 6 — канал для заповнення газом або рідким азотом, 7 — ультразвуковий генератор.

Fig. 1. Scheme of ultrasonic shock treatment in different environments: 1—vibrator with a stepped concentrator, 2—sealed chamber, 3—striker, 4—sample, 5—pressure gauge, 6—a channel for filling with gas or liquid nitrogen, 7—ultrasonic generator.

всіх застосованих середовищах (на повітрі, у середовищі газу аргону та у рідкому азоті) складала $A = 25$ мкм. За рахунок періодичного контакту бойка з торцем концентратора боек одержує імпульс сили і кінетичну енергію, яка витрачається на деформування поверхневих шарів зразка, спричинене уданими імпульсами. Тривалість оброблення варіювалася від 50 до 250 с. В процесі навантаження зразок одержував 10^4 – 10^5 ударів.

Зразок з неіржавійної сталі розміщувався в спеціальній сталій оправці, в яку заглиблювався на 2 мм. Таким чином, в процесі контактного оброблення зразок весь час знаходився у зоні дії бойка в замкненому об'ємі, тобто в умовах, наближених до гідростатичного стиснення. Впродовж УЗУО в середовищі газу аргону тиск в камері вимірювався манометром (5). За умов УЗУО в рідкому азоті реалізується перевага об'єднання дії всебічного стиснення, яке перешкоджає виникненню напружень розтягу, і ефекту глибокого охолодження, що забезпечує пригнічення процесів динамічного повернення/рекристалізації. Вперше про такий підхід, названий авторами низькотемпературною квазігідроекструзією, повідомляється в [23]. Структурні дослідження проводилися за допомогою рентгенів-

ської аналізи, оптичної та електронної мікроскопії. Рентгенівську аналізи проводили з використанням дифрактометра Rigaku Ultima IV (випромінювання $\lambda_{K\alpha}$ -Cu) в інтервалів кутів $2\theta = 20^\circ$ – 120° з кроком $0,02^\circ$ та часом витримки 2 с.

Формування дифракційної картини відбувається від поверхневого шару завтовшки $h = 18$ – 34 мкм в залежності від кута падіння рентгенівських променів. Електронно-мікроскопічна аналіза структури проводилася методом тонких фолій за допомогою мікроскопу JEM-100 CX-II (напруга прискорення електронів — 200 кВ). Фольги одержували механічним поліруванням зразків із зворотного до поверхні оброблення боку до товщини близько 30 мкм. Подальше зменшення товщини одержаних дисків здійснювалося за допомогою електролітичного полірування з використанням тefлонового пінцета в електроліті 400 мл CH_3OH , 240 мл $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$ і 40 мл HClO_4 за напруги 60 В і сили струму 200 мА.

Після УЗУО проводилося вимірювання мікротвердості поверхні та поперечного перерізу оброблених зразків за допомогою приладу ПМТ-3М із навантаженням 100 г і 20 г відповідно. Магнетні властивості зразків після УЗУО вимірювалися з використанням балістичного магнетометра за кімнатної температури в магнетному полі $\cong 800$ кА/м. Вимірювання густини проводили за методом Архімеда зважуванням на повітрі та у дистильованій воді з домішками поверхнево-активної речовини.

Об'ємну частку мартенситу оцінювали за даними рентгенівської аналізи по співвідношенню величин інтегральної інтенсивності рентгенівських максимумів різних фаз [7, 24], а також за результатами вимірювань намагнетованості насичення (єдиною феромагнетною фазою вважали α' -мартенсит) [6, 7, 25].

3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

Сталь 12X18H10T — це широко використовуваний інженерний матеріал з аустенітною ГЦК-структурою та низькою енергією дефектів пакування (ЕДП) — близько 30 мДж/м². Відомо, що величина ЕДП обумовлює тип деформаційних мікроструктур, що формуються у ГЦК-металах та стопах [26]. Як правило, дислокаційні комірчасті структури утворюються в тих деформованих матеріалах з ГЦК-ґратницею, які характеризуються високими значеннями ЕДП, що перевищують $\cong 60$ мДж/м². Навпаки, за низьких значень ЕДП (< 40 мДж/м²) відбувається значне розщеплення часткових дислокацій у площинах ковзання, що стримує можливе поперечне ковзання дислокацій. В такому випадку більш ймовірним є утворення плоских дислокаційних скупчень, двійників та зсувних смуг. Мікроструктура сталі, що досліджена у цій роботі, у вихідному стані складалась з аустенітних зерен з середнім розміром 10–50

мкм (рис. 2, *а*) та із незначною густиною хаотично розташованих дислокацій (рис. 2, *б*).

Результати вимірювання мікротвердості поверхневих шарів неіржавійної сталі 12Х18Н10Т у вихідному стані та після УЗУО впродовж різного часу і у різних середовищах представлено на рис. 3. Після УЗУО в усіх застосованих середовищах спостерігається суттєве зміцнення поверхні зразків у порівнянні з вихідним станом ($HV = 1,9$ ГПа). Однак характер зміни HV з часом (ступенем деформації) відрізняється після УЗУО в різних середовищах (за різних температур).

За умов УЗУО на повітрі спостерігається циклічний характер зміни мікротвердості дослідженої сталі. Стрімке зростання мікротвердості до $HV_{100} \cong 4,5$ ГПа після оброблення впродовж $\tau = 50$ с (зміцнення в $\cong 2,5$ рази) змінюється досить суттєвим зменшенням мікротвердості після оброблення протягом $\tau = 100$ с (на $\cong 20\%$). Збільшення тривалості оброблення до $\tau = 150$ с знову супроводжується збільшенням мікротвердості до $HV_{100} \cong 6,2$ ГПа. Максимальний ефект зміцнення становить $\cong 3$ рази, в порівнянні з вихідним станом. Подальше збільшення тривалості УЗУО спричиняє повторне зменшення мікротвердості.

Після УЗУО в інертному середовищі еволюція мікротвердості поверхневих шарів неіржавійної сталі 12Х18Н10Т з часом має параболічний характер. Після доволі швидкого зростання HV впродовж 50 с оброблення, мікротвердість поступово виходить на насичення ($HV_{100} = 4,5$ ГПа) і починаючи з тривалості УЗУО 150 с практично не змінюється.

Характер залежності мікротвердості сталі 12Х18Н10Т від трива-

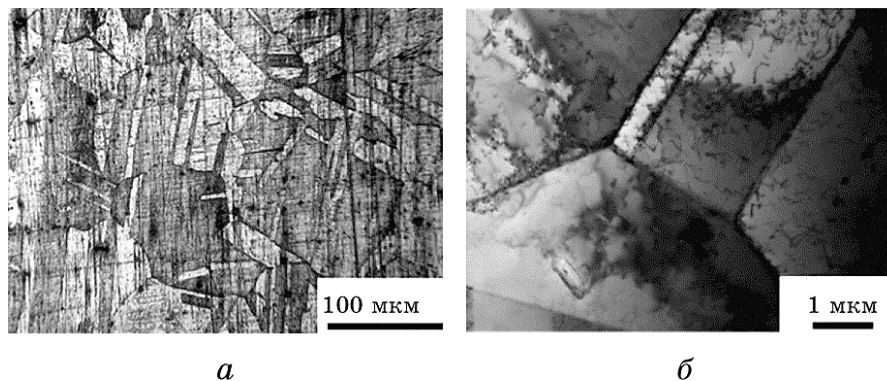


Рис. 2. Оптичне (*а*) і ТЕМ зображення (*б*) мікроструктури аустенітної сталі у вихідному стані.

Fig. 2. Optical (*a*) and TEM images (*b*) of microstructure of 12Cr18Ni10Ti austenitic steel in the initial state.

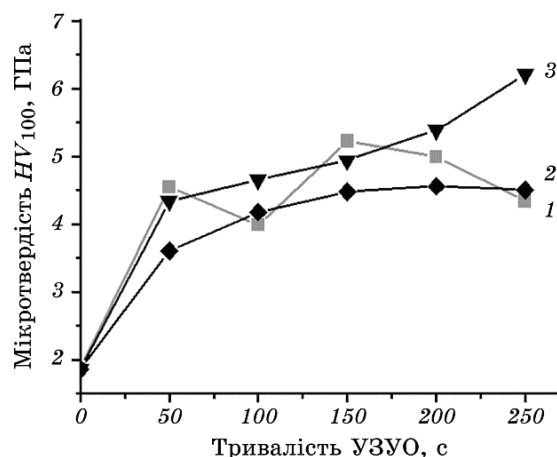


Рис. 3. Зміна мікротвердості поверхні зразків неіржавійної сталі після УЗУО в різних середовищах ($A = 25$ мкм): 1 — повітря, 2 — аргон, 3 — рідкий азот.

Fig. 3. Microhardness change of the surface of samples of 12Cr18Ni10Ti stainless steel after UIT in different environments ($A = 25$ μm): 1—air, 2—argon, 3—liquid nitrogen.

лості оброблення (ступеня деформації поверхневого шару) в середовищі рідкого азоту є сигмоподібним, хоча в цьому випадку також відбувається монотонне зростання мікротвердості. Після швидкого зміцнення за перші 50 с оброблення надалі швидкість зростання HV зменшується і залишається невисокою до того моменту часу (200 с), коли ефект зміцнення досягає $\approx 3,2$ рази. Істотна відмінність від оброблення в інших середовищах спостерігається за тривалості оброблення > 200 с, коли відбувається повторне істотне зростання HV . При цьому досягається максимальний ефект зміцнення у ≈ 4 рази порівняно з вихідним станом.

Подібні зміни характеру зміцнення аустенітних сталей з параболічного за кімнатної температури до сигмоподібного за негативних (кріогенних) температур спостерігалися і за умов розтягу при зменшенні температури деформування [12, 16, 24]. Автори пов'язують ці зміни з особливостями дії різних механізмів структуроутворення (дислокаційні перебудови, двійникування, формування смуг зсуву) та деформаційно ініційованих мартенситних перетворень.

У випадку УЗУО на повітрі та у меншій мірі в аргоні спостерігається помітне деформаційне розігрівання зразків (табл. 2), що може спричиняти зворотні фазові перетворення $\alpha' \rightarrow \gamma$ у поверхневому шарі [27, 28], а також ефекти, пов'язані із динамічною рекристалізацією, яка може зініціюватись у інтенсивно деформованих матеріалах ($e > 1$) за значно нижчих температур, ніж у матеріалах, що аку-

ТАБЛИЦЯ 2. Кількість і розміри зерен мартенситу за різних режимів УЗУО сталі 12Х18Н10Т у різних середовищах.**TABLE 2.** Quantity and sizes of grains of martensite for different regimes of UIT of 12Cr18Ni10Ti steel and in different environments.

Режим оброблення					Кількість фази, %			Розмір ОКР, мікро-деформація ґратниці, густина дислокацій (РСА)		
					σ_S	РФА				
Середовище	Час, с	T, К	ΔT , К	$\langle \ln Z \rangle$	$V_{\alpha'}$	$V_{\alpha'}$	V_{ε}	$D_{\alpha'}/D_{\gamma}$, нм	$e \cdot 10^3$	$\rho \cdot 10^{-10}$, см ⁻²
Вихідний стан	0	293	0	—	0	0	0	0/1000	—	0,1
Повітря	50		120		—	54	0	15/45	0,01	1,3
	150	293	180	15	7	26	0	25/20	0,33	6,2
	250		210		9	16	0	30/50	0,21	7,5
Аргон	50		80		—	24	0	25/30	0,21	3,7
	150	293	120	17	5	16	0	35/40	0,41	5,3
	250		180		18	19	0	43/55	0,4	4,3
Рідкий азот	50		100		—	14	2,2	10/35	0,01	1,6
	150	77	150	26	53	32	3,5	15/60	0,2	5,8
	250		180		39	26	2,5	24/45	0,29	5,8

мулюють звичні ступені деформації ($e < 1$) [11].

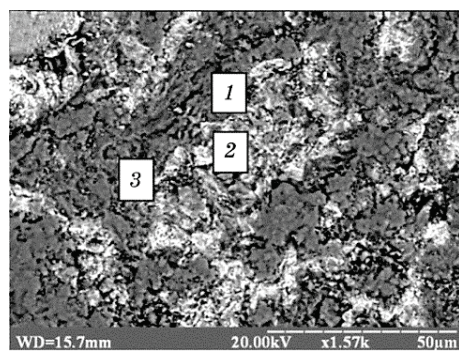
Додатковим чинником зміни мікротвердості поверхні може бути і зміна її хемічного складу. Адже відомо, що УЗУО може викликати масоперенесення елементів у модифіковані УЗУО поверхневі шари [29]. РЕМ зразків сталі 12Х18Н10Т засвідчує суттєву різницю морфології поверхонь після УЗУО впродовж 150 с у різних середовищах (рис. 4).

Після УЗУО на повітрі на поверхні у приблизно рівній кількості спостерігаються світліші і темніші області неправильної форми з різним хемічним складом. Темніші області містять дещо більшу кількість заліза ($\cong 84$ ат.%) у порівнянні зі світлими областями ($\cong 75$ ат.%). Така ж зменшена кількість заліза (75–77 ат.%) фіксується на поверхні зразка після УЗУО в атмосфері аргону (рис. 4, б). Навпаки, поверхня зразка після УЗУО у середовищі рідкого азоту містить більшу кількість заліза ($\cong 84$ ат.%). Також можна спостерігати окремі ділянки (область 2 на рис. 4, в), хемічний склад яких майже відповідає хемічному складу використаного бойка.

Порівнюючи результати локальної хемічної аналізи оброблених поверхонь із вихідним станом (і номінальним хемічним складом) зразків можна вважати, що в процесі УЗУО відбувається перенесення матеріалу бойка, виготовленого із сталі ШХ15, на поверхню

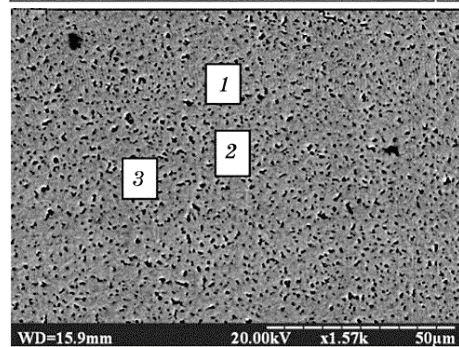
зразків. Тобто поверхня збагачується залізом, тоді як концентрація інших основних елементів досліджуваної сталі (типу 18-8), хрому та нікелю, — зменшується.

Аналізуючи зареєстровані особливості морфології поверхні, процеси масоперенесення при УЗУО на повітрі можна вважати нерів-



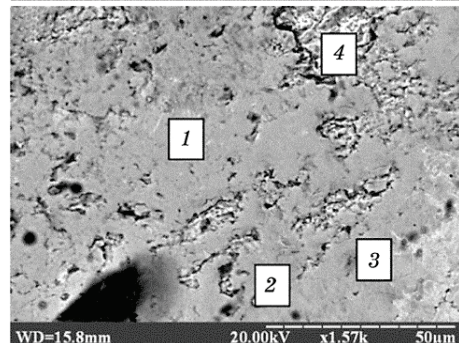
Концентрація елементів, ат. %	Область дослідження		
	1	2	3
Fe	83,69	74,58	84,39
Ni	6,79	9,58	6,11
Cr	7,76	14,21	8,15
Ti	0,25	0,28	0,31
Si	0,51	0,25	0,24
Mn	0,58	0,52	0,31

a



Концентрація елементів, ат. %	Область дослідження		
	1	2	3
Fe	76,54	76,20	74,76
Ni	8,51	10,04	9,48
Cr	13,43	12,11	13,60
Ti	0,40	0,24	0,38
Si	0,07	0,53	0,68
Mn	0,55	0,58	0,62

б



Концентрація елементів, ат. %	Область дослідження			
	1	2	3	4
Fe	83,20	98,42	83,45	81,51
Ni	7,43	—	8,04	7,83
Cr	7,78	0,34	7,14	9,17
Ti	0,31	—	0,28	0,37
Si	0,34	0,41	0,29	0,22
Mn	0,54	0,48	0,21	0,41

в

Рис. 4. Мікроструктура та хемічний склад різних областей поверхні неіржавійної сталі 12Х18Н10Т після УЗУО ($A = 25$ мкм) впродовж 150 с на повітрі (*a*) та в середовищах газу аргону (*б*) і рідкого азоту (*в*).

Fig. 4. Microstructure and the chemical composition of the different surface areas of stainless steel 12Cr18Ni10Ti after UIT ($A = 25 \mu\text{m}$) during 150 s in the air (*a*) and in environments of argon (*b*) and liquid nitrogen (*c*).

номірними, що може бути пов'язано з окисненням. Навпаки, цей процес відбувається більш рівномірно у середовищах аргону (рис. 4, б) і рідкого азоту (рис. 4, в). З більшою інтенсивністю в останньому випадку. Можливо, перебуваючи при криогенній температурі, поверхневий шар бойка під час інтенсивної пластичної деформації зазнає пришвидшеного руйнування та легше переноситься на поверхню зразка.

Збагачення поверхні залізом за рахунок масоперенесення матеріалу бойка впливає на мікротвердість, але дуже тонкого поверхневого шару. Однак основний внесок у поверхнєве зміцнення зразків, незалежно від середовища оброблення, вносять структурні та фазові перетворення у деформованих шарах, які будуть описані у наступних розділах.

3.1. УЗУО на повітрі за кімнатної температури

За розподілом мікротвердості HV у поперечному перерізі обробленого зразка можна визначити товщину модифікованого шару (рис. 5, а). Аналіза залежностей HV за глибиною модифікованого шару, побудованих для зразків після УЗУО на повітрі впродовж 150 с (крива 1) та 250 с (крива 2), свідчить про зростання зі збільшенням тривалості оброблення товщини зміцненого шару з 100 мкм до 280 мкм відповідно.

Звертає на себе увагу наявність тонкого шару (25–50 мкм) з вищою мікротвердістю ніж HV перехідної зони модифікованого шару,

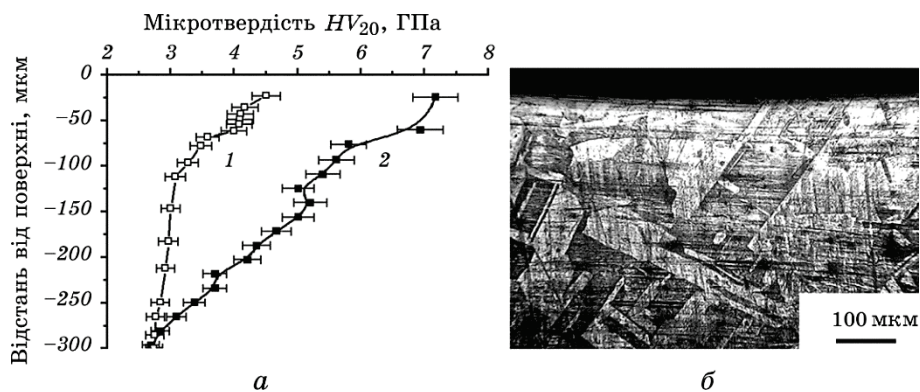


Рис. 5. Розподіл мікротвердості (а) та оптичне зображення мікроструктури (б) у поперечному перерізі зразка сталі 12Х18Н10Т після УЗУО на повітрі впродовж 150 с (крива 1) та 250 с (крива 2).

Fig. 5. Microhardness distribution (a) and optical image of microstructure (b) in cross-section of 12Cr18Ni10Ti steel sample after UIT in air during 150 s (curve 1) and 250 s (curve 2).

що свідчить про найбільш істотні структурно-фазові перетворення саме в цьому шарі (рис. 5, б).

Слід також зазначити, що величини мікротвердості HV_{20} , виміряні біля обробленої поверхні на поперечному перерізі, більші за значення мікротвердості поверхні HV_{100} , що може бути пов'язано зі значною часткою пружної деформації під час вимірювань (проникнення індентора у зміцнену поверхню).

На рентгенограмах зразків сталі 12X18H10T після УЗУО на повітрі окрім дифракційних максимумів від γ -аустеніту з'являються рефлекси від α' -мартенситу (рис. 6, а). Досить незвичним є те, що максимальна об'ємна частка α' -мартенситу (інтенсивність максимумів α' -фази) фіксується після УЗУО впродовж 50 с (54%), а потім вона знижується з ростом тривалості УЗУО (до 16% після 250 с). Крім того, спостерігається розширення дифракційних максимумів від обох фаз, зумовлене зростанням їх дефектності, що підтверджується зростанням густини дислокацій (табл. 2), а також зменшенням розмірів областей когерентного розсіяння та зростанням мікрордеформації кристалічної ґратниці (особливо у випадку α' -фази). Зменшення кількості α' -мартенситу при зростанні тривалості УЗУО напевно слід пов'язувати з суттєвим деформаційним розігріванням, що створює умови для оберненого $\alpha' \rightarrow \gamma$ -перетворення. Таке обернене (зворотне) перетворення спостерігалось в аустенітній сталі AISI

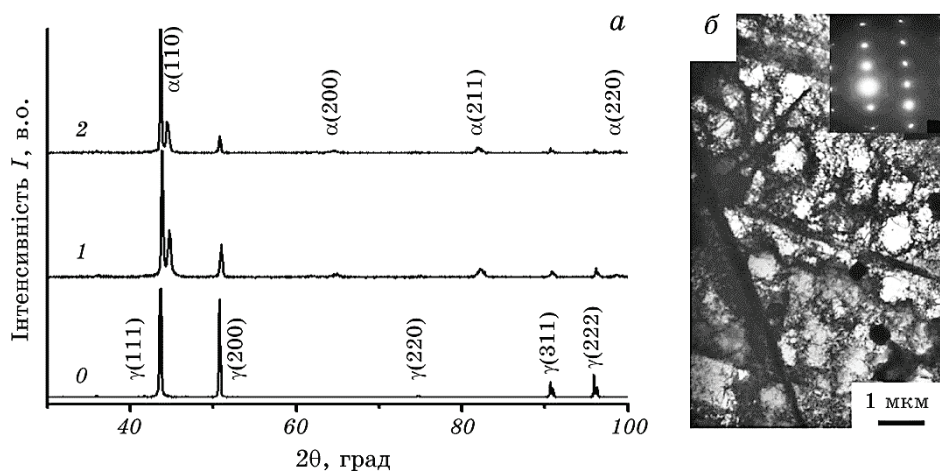


Рис. 6. Фрагменти рентгівівських дифрактограм (а) та ТЕМ-зображення мікроструктури з відповідною картиною електронної дифракції (б) сталі 12X18H10T у вихідному стані (0) та після УЗУО на повітрі впродовж 150 с (1) і 250 с (2).

Fig. 6. Fragments of XRD patterns (a) and TEM image of microstructure with the corresponding pattern of electron diffraction (b) for 12Cr18Ni10Ti steel in the initial state (0) and after UIT in air during 150 s (1) and 250 s (2).

304 за умов інтенсивної деформації поверхневого шару внаслідок SMAT [27] та дробоструменевого оброблення за підвищених температур (180°C) [28].

Трансмісійна електронно-мікроскопічна аналіза тонких фолій, виготовлених зі зразків після УЗУО на повітрі, показала поступове зростання густини дислокацій, які утворюють пласкі скупчення, появу зсувних смуг і двійників. На рисунку 6, б показано ділянку мікроструктури зразка, обробленого на повітрі впродовж 150 с. Видно, що вона містить крім звичних для цієї сталі двійників і їх перетинів також нетипові області з комірчастою структурою. Розмір утворених комірок — 300–500 нм. Спостерігаються також дисперсні карбідні частинки розміром 150–250 нм. Густина дислокацій залишається високою. Коли активуються дві і більше систем механічного двійникування, неминуче утворення перетинів двійників різних систем, які сприяють формуванню α' -мартенситу, а також подрібненню зеренної структури.

Комірчаста структура в аустенітній сталі раніше спостерігалася після УЗУО [7], оброблення наносекундним лазером, яке не приводить до отоплення поверхні [7, 30], та після SMAT [4].

Формування комірчастої дислокаційної структури у матеріалі з низькою ЕДП може бути пов'язане з двома чинниками, які створюють умови для поперечного ковзання гвинтових компонент дислокацій за деформації шляхом УЗУО, а саме: з утворенням дисперсних карбідів і перекриттів дефектів пакування, а також напружень стиснення, які перешкоджатимуть розщепленню часткових дислокацій (*a*); і з високою кількістю вакансій, утворених при багатократному імпульсному прикладенні напружень до закріплених дислокаційних сегментів (*б*).

3.2. УЗУО в інертному газовому середовищі за кімнатної температури

Аналіза змін мікротвердості HV уздовж поперечного перерізу зразка після УЗУО в середовищі аргону впродовж 150 і 250 с (рис. 7, *a*) показала, що зміцнення відбувається переважно протягом перших 150 с оброблення, а далі максимальна величина HV_{20} зміцненого шару зростає лише на величину 0,5 ГПа (до 6 ГПа). Така залежність корелює з еволюцією мікротвердості зовнішньої поверхні з часом оброблення (з ступенем деформації), що має параболический характер (крива 2 на рис. 3) і виходить на насичення після 100–150 с УЗУО.

Товщина зміцненого шару $\cong 290$ мкм досягається після оброблення впродовж 150 с і майже не змінюється при подальшому обробленні, що корелює з даними оптичної мікроскопії (рис. 7, *б*).

Дані РСА для зразків після УЗУО в середовищі аргону (рис. 8, *a*) подібні до результатів, одержаних для зразків, оброблених на пові-

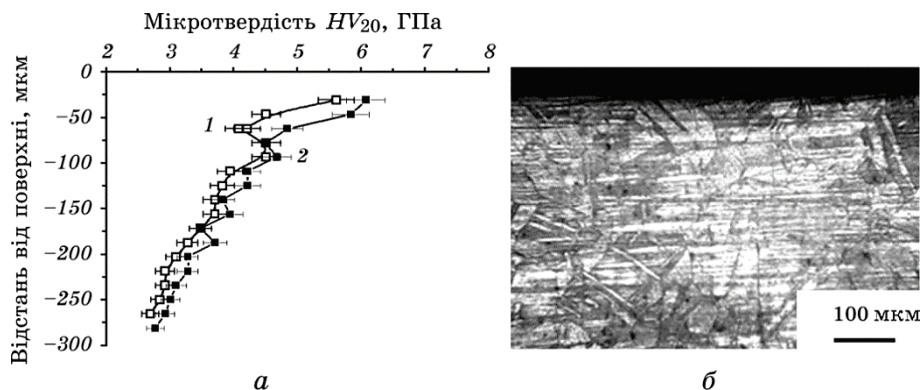


Рис. 7. Розподіл мікротвердості (а) та оптичне зображення мікроструктури (б) у поперечному перерізі зразка сталі 12Х18Н10Т після УЗУО в атмосфері аргону впродовж 150 с (б, крива 1) та 250 с (крива 2).

Fig. 7. Microhardness distribution (a) and optical image of microstructure (б) in cross section of 12Cr18Ni10Ti steel sample after UIT in argon atmosphere during 150 s (б, curve 1) and 250 s (curve 2).

трі. При зростанні тривалості УЗУО дифракційні максимуми від γ - і α' -фаз також розширюються. Однак, на відміну від тенденції зменшення кількості мартенситу, спостережуваної при УЗУО на повітрі, у цьому випадку спостерігається поступове зростання інтенсивності максимумів α' -мартенситу. Це може бути пов'язано з менш значним розігріванням зразка під час УЗУО за рахунок постійної подачі газу кімнатної температури у зону оброблення, що підтримує меншу температуру поверхневого шару, ніж у випадку УЗУО на повітрі. А отже, відсутні умови для зворотнього $\alpha' \rightarrow \gamma$ -перетворення.

За даними ТЕМ (рис. 8, б, в) після УЗУО сталі 12Х18Н10Т в середовищі аргону при $\tau = 50$ с характерним є утворення систем деформаційних двійників, паралельних між собою. В областях між двійниками спостерігаються масиви дислокацій, які починають формувати дислокаційні скупчення і стінки. Як зазначено вище, в досліджуваній сталі відбувається полегшене деформаційне двійникування через низьку енергію дефектів пакування.

При збільшенні ступеню деформації (при $\tau = 150$ с) поряд із ділянками двійникування спостерігаються області з високою густиною дислокацій та сформованою комірковою структурою. Середній лінійний розмір комірок становить $\approx 500\text{--}700$ нм (див. рис. 11, а).

3.3. УЗУО у рідкому азоті

Дані щодо змін мікротвердості зі збільшенням відстані від поверхні зразків, оброблених УЗУО в середовищі рідкого азоту (рис. 7, а),

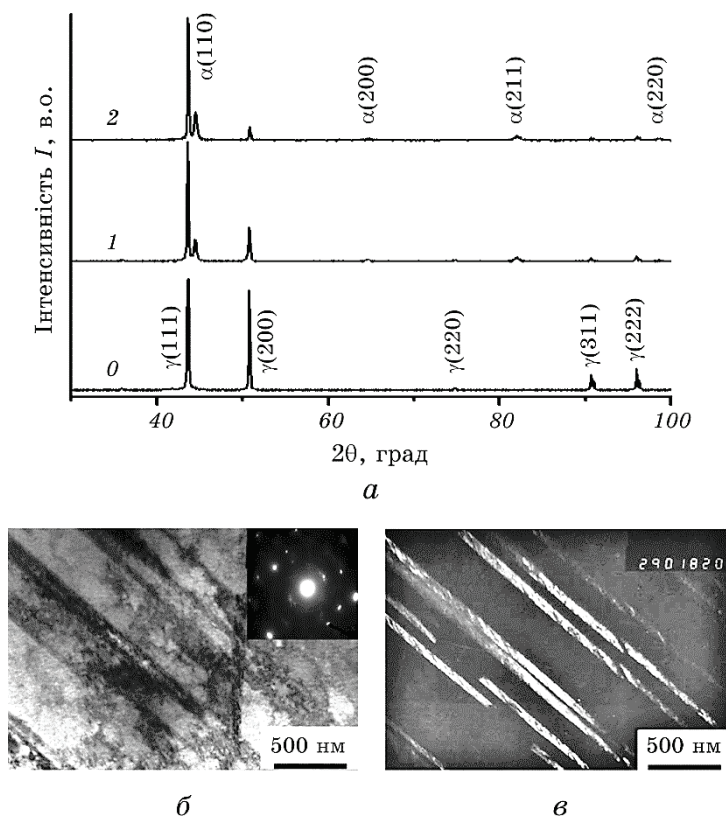


Рис. 8. Фрагменти рентгенівських дифрактограм (а) та світлопільне (б) і темнопільне (в) ТЕМ-зображення мікроструктури з відповідною картиною електронної дифракції для сталі 12Х18Н10Т у вихідному стані (0) та після УЗУО в атмосфері аргону впродовж 150 с (б, в, 1) і 250 с (2).

Fig. 8. Fragments of XRD patterns (a) and light-field (б) and dark-field (в) TEM-images of microstructure with the corresponding pattern of electron diffraction for 12Cr18Ni10Ti steel in the initial state (0) and after UIT in environment of argon during 150 s (б, в, 1) and 250 s (2).

свідчать, що з ростом тривалості УЗУО зростають як максимальна величина HV_{20} біля поверхні, так і товщина зміцненого шару. Максимальні величини HV_{20} сягають $\approx 5,5$ ГПа та ≈ 8 ГПа після 150 і 250 с оброблення відповідно. Однак слід враховувати можливість деякого завищення даних HV_{20} , одержаних при невеликому навантаженні на індентор.

Важливо, що після УЗУО у рідкому азоті товщина зміцненого шару сягає максимального значення (≈ 380 мкм). За даними оптичної мікроскопії спостерігаються мартенситні зерна видовженої форми у більш глибоких шарах (рис. 9, б) у порівнянні з поперечними

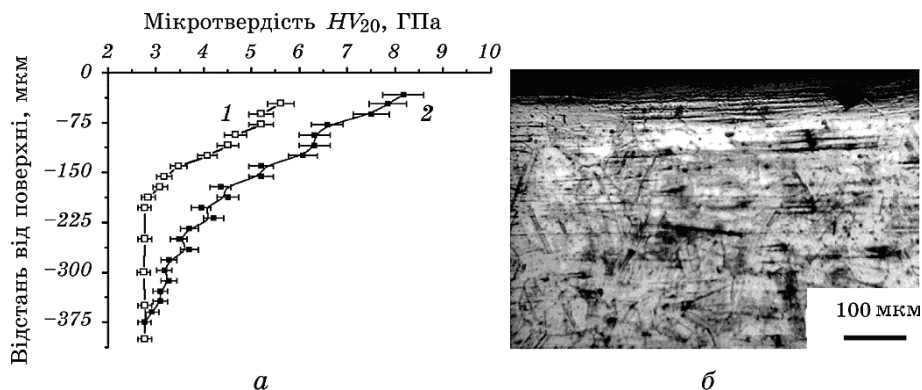


Рис. 9. Розподіл мікротвердості (а) та оптичне зображення мікроструктури (б) у поперечному перерізі зразка сталі 12Х18Н10Т після УЗУО в середовищі рідкого азоту впродовж 150 с (б, 1) та 250 с (2).

Fig. 9. Microhardness distribution (a) and optical image of microstructure (b) in cross section of 12Cr18Ni10Ti steel sample after UIT in the liquid nitrogen environment during 150 s (b, 1) and 250 s (2).

перерізами зразків, оброблених на повітрі (рис. 5, б) та в аргоні (рис. 7, б).

Згідно з даними РСА (рис. 10, а) УЗУО в середовищі рідкого азоту сприяє більш інтенсивному $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перетворенню. Аналогічно до оброблення у інших середовищах, відбувається розширення максимумів наявних фаз у поверхневому шарі.

Основною відмінністю від оброблення на повітрі та в інертному середовищі є те, що на дифрактограмах з'являються також рефлекси від ε -мартенситу, які не зникають навіть після УЗУО впродовж тривалого часу (дифрактограма 2 на рис. 10, а).

Це свідчить про створення при деформації за криогенних температур сприятливих умов для формування в аустеніті дефектів пакування, їх пакетів і пластин ГЦП ε -фази. За досягнутих ступенів деформації у поверхневих шарах зразків співіснують γ -, ε - і α' -фази. Це підтверджується даними трансмісійної електронної мікроскопії. Після УЗУО впродовж $\tau = 200$ с в середовищі рідкого азоту в поверхневих шарах сталі 12Х18Н10Т утворюється доволі дрібнодисперсна мікроструктура, у якій можна виділити наявність рівновісних зерен, двійників і мартенситних смуг (рис. 10, б, в). Паралельні протяжні ділянки шириною 150–200 нм, розділені чіткими двійниковими межами.

3.4. Механізм структуроутворення

Механізми структуроутворення в аустенітних сталях вивчені дово-

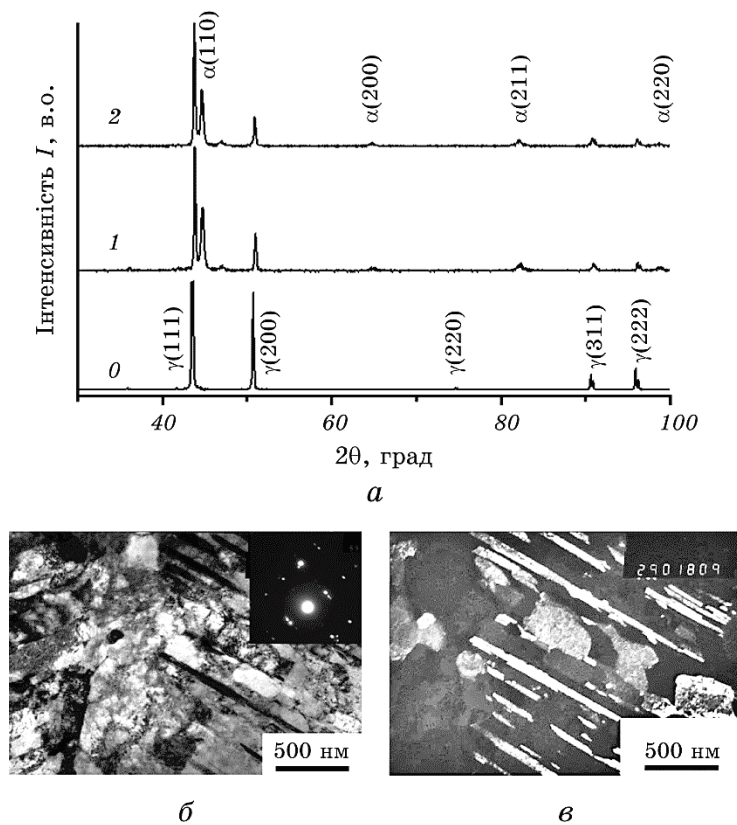


Рис. 10. Фрагменти рентгенівських дифрактограм (а) та світлопільне (б) і темнопільне (в) ТЕМ-зображення мікроструктури з відповідною картиною електронної дифракції сталі 12Х18Н10Т у вихідному стані (0) і після УЗУО в середовищі рідкого азоту впродовж 150 с (б, в, 1) та 250 с (2).

Fig. 10. Fragments of XRD (a) and light-field (б) and dark-field (в) TEM images of microstructure with the corresponding pattern of electron diffraction of steel 12Cr18Ni10Ti in the initial state (0) and after UIT in liquid nitrogen environment during 150 s (б, в, 1) and 250 s (2).

лі повно, в тому числі і за умов багатократного ударного навантаження, ініційованого різними методами, такими як дробоструменеве оброблення [2, 31, 32], оброблення наносекундними лазерами (laser shot peening) [7, 19], поверхнєве механічне оброблення тертям (SMAT) [3, 4]. Однією з основних особливостей є ініційовані деформацією мартенситні перетворення, інтенсивність яких залежить як від швидкості деформації, так і від температури оброблюваного матеріалу (номінальної чи набутої в процесі деформації).

Збільшення об'ємної частки мартенситу в поверхневих шарах аустенітної сталі може значно покращувати характеристики міцно-

сті. Так, високоенергетичне оброблення дробом (біля 5 хв.) приводить до утворення (15%) α' -мартенситу в зразках неіржавійної сталі 1Cr18Ni10Ti [2]. Максимальний вміст α' -мартенситу в зразках неіржавійної сталі AISI 304 після інтенсивного обкочування роликми складає близько 5% [32]. В той же час, оброблення тертям уможливило досягти 100% вмісту α' -мартенситу в поверхневому шарі зразків сталі AISI 304 [3], або 100% аустенітної структури з нанозернами в зразках неіржавійної сталі 316L [34].

При цьому зростання швидкості деформації та підвищення температури можуть гальмувати $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перетворення [7, 34] або спричиняти зворотне $\alpha' \rightarrow \gamma$ -перетворення [27, 28]. Утворення додаткової γ -фази у мартенситно-аустенітному шарі сталі AIS 304 зафіксовано за допомогою Мессбауерової спектроскопії при деформаційному розігріванні [27] та рентгенофазової аналізи під час дробоструменевого оброблення за підвищених температур прокатаних зразків [28]. Формування гетерофазної мікроструктури сприяє подрібненню її елементів, що доповнює діючі дислокаційні механізми, пов'язані з накопиченням, перебудовою та самоорганізацією дислокацій.

З'ясовано, що формування нанорозмірних мікроструктур внаслідок УЗУО обумовлене трьома важливими чинниками: (а) високим ступенем деформації, (б) високою швидкістю деформації (близько 10^3 – 10^4 с⁻¹) та зміною температурних умов поверхневого шару [5]. За даними роботи [6] участь у подрібненні зеренної структури досліджуваної аустенітної сталі за умов УЗУО у вакуумі приймають як процеси дислокаційних перебудов, так і звичні для цієї сталі двійникування і формування зсувних смуг/дефектів пакування.

В даній роботі показано, що формування мікроструктури в аустенітній сталі 12X18H10T впродовж УЗУО в середовищі рідкого азоту відбувається за іншим механізмом, ніж після оброблення на повітрі та в інертному середовищі. Особливістю структури після криогенної УЗУО є підвищена об'ємна частка α' -мартенситу, наявність ε -мартенситу та сильно розорієнтованих зерен аустеніту (рис. 11, б). У інших середовищах утворюються нетипові коміркові структури. Тобто дислокаційні механізми стають доволі ефективними за рахунок утворення вакансій, нанодисперсних карбідів і напружень стиснення.

Основні характеристики структур, одержаних після УЗУО в різних середовищах, можна проаналізувати за даними табл. 2. У ній наведено вміст α' - та ε -мартенситу, визначений за результатами рентгеноструктурної аналізи, а також кількість α' -мартенситу, оцінену за результатами вимірювань магнетних властивостей досліджуваних зразків. Розраховано розмір областей когерентного розсіювання аустенітної та α' -мартенситної складових сталі, а також величини мікродеформації кристалічної ґратниці (ε) за методом Холдера–Вагнера та густини дислокацій (ρ) у α' -мартенситі. Суттєвого

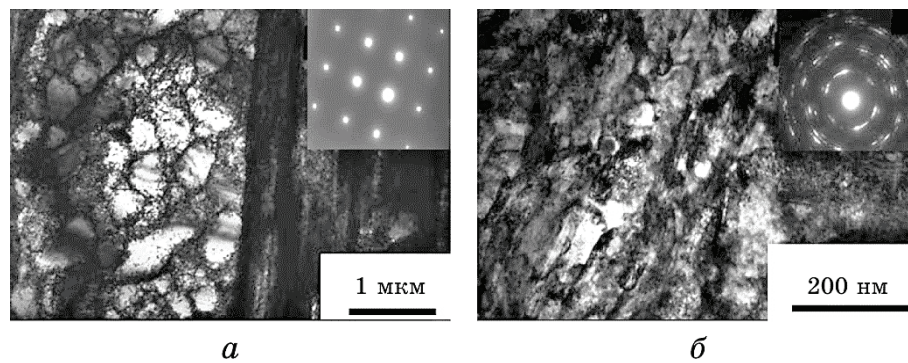


Рис. 11. ТЕМ-зображення мікроструктури та відповідні картини електронної дифракції неіржавійної сталі 12Х18Н10Т після УЗУО в середовищі газу аргону (а) та рідкого азоту (б) впродовж 250 с.

Fig. 11. TEM images of microstructure and corresponding patterns of electron diffraction for 12Cr18Ni10Ti stainless steel after UIT in environments of gas argon (a) and liquid nitrogen (b) during 250 seconds.

зростання ступеня деформації кристалічної ґратниці аустеніту не виявлено незалежно від застосованих середовищ оброблення.

Таким чином, спостережуваний за умов УЗУО на повітрі циклічний характер змін мікротвердості (рис. 3) може бути пояснений змінами фазового складу та розмірних параметрів мікроструктури. Зростання мікротвердості при $\tau = 50$ с відбувається за рахунок стрімкого зростання кількості мартенситу до $\cong 53\%$, зменшення розміру ОКР від $\cong 85$ нм до $\cong 45$ нм. Збільшення тривалості оброблення до 100 с веде до незначного зменшення мікротвердості за рахунок зменшення об'ємної частки α' -мартенситу і можливої динамічної рекристалізації, обумовленої збільшенням температури. За тривалості УЗУО $\tau = 150$ с спостерігається другий максимум мікротвердості.

Незважаючи на зменшення кількості мартенситу з $\cong 53\%$ до $\cong 27\%$, зміцнення досягається за рахунок подальшого подрібнення ОКР до $\cong 20$ нм, також досягається максимальний ступінь деформації кристалічної ґратниці для даного середовища оброблення ($\cong 0,33\%$) та істотне зростання густини дислокацій.

Подальше збільшення тривалості оброблення приводить до зростання розміру ОКР майже до 50 нм, а за тривалості оброблення $\tau = 250$ с зменшується ступінь деформації і кількість мартенситу, що проявляється відповідним зменшенням величини мікротвердості.

При обробленні в інертному середовищі за тривалості оброблення $\tau = 50$ с відбувається зменшення розміру ОКР в $\cong 2,5$ рази, порівняно з вихідним станом. Кількість мартенситу становить 24%, що приблизно вдвічі менше порівняно з обробленням на повітрі. Зростання тривалості УЗУО в інертному середовищі до $\tau = 150$ с веде до деякого

зменшення частки мартенситу (з 24% до 16%), яке однак є менш суттєвим, ніж для випадку УЗУО на повітрі. Величина мікротвердості за даної тривалості оброблення зростає в $\approx 1,2$ рази порівняно з тривалістю УЗУО $\tau = 50$ с, що можна пояснити збільшенням ступеня деформації кристалічної ґратниці у ≈ 2 рази та густини дислокацій в $\approx 1,5$ рази. Хоча за тривалості УЗУО $\tau = 250$ с відбувається збільшення кількості мартенситу з 16% до 19%, порівняно з тривалістю УЗУО $\tau = 150$ с, величина мікротвердості майже не змінюється. Даний ефект пояснюється збільшенням розміру ОКР у $\approx 1,3$ рази та зменшенням щільності дислокацій у $\approx 1,2$ рази.

Після УЗУО в середовищі рідкого азоту впродовж $\tau = 50$ с розмір ОКР зменшується майже вдвічі порівняно з вихідним станом. При збільшенні тривалості оброблення до 150 с розмір ОКР становить ≈ 60 нм, із подальшим збільшенням тривалості оброблення розмір ОКР зменшується. Як можна бачити, домінуючим фактором зміцнення при обробленні в середовищі рідкого азоту є збільшення кількості α' - та ε -мартенситу. За тривалості УЗУО $\tau = 150$ с утворюється найбільша кількість мартенситу $\approx 32\%$ порівняно із обробленням в інших середовищах. Додатковий внесок в ефект зміцнення вносить також збільшення ступеню деформації кристалічної ґратниці та густини дислокацій.

Найвищі значення мікротвердості ($HV_{100} \approx 6,2$ ГПа) зафіксовано після УЗУО у рідкому азоті впродовж $\tau = 250$ с, що можна пояснити найвищими значеннями об'ємної частки α' -мартенситу, а також нанорозмірною гетерофазною зеренною структурою (розмір ОКР $\alpha'/\gamma \approx \approx 25\text{--}45$ нм), збільшеним ступенем мікродеформації кристалічної ґратниці α' -фази, зумовленим підвищеною густиною дислокацій (рис. 11, б).

Крім низької величини ЕДП даної сталі, на процеси структуроутворення впливають і умови оброблення. Два основних параметри, що характеризують ці умови (швидкість деформації та температура середовища обробки), прийнято описувати параметром Зенера–Холомона $\ln Z = \ln \dot{\varepsilon} + \ln (Q/(RT))$. В даній роботі оцінки $\ln Z$ проведені з урахуванням літературних значень енергії активації деформації сталей досліджуваного класу ($Q \approx 33,4$ кДж/моль [35]). Одержані дані з урахуванням відхилення фактичної температури поверхневого шару від номінальної за рахунок деформаційного розігрівання наведено у табл. 2.

Можна зробити висновок, що зростання $\ln Z$ веде до збільшення густини дислокацій, об'ємної частки α' -мартенситу і величини мікродеформації його ґратниці, до зменшення розмірів кристалітів аустеніту і α' -мартенситу. Усі перелічені фактори спричиняють зростання мікротвердості поверхні HV_{100} , значення якої є найвищим серед трьох проведених оброблень саме для випадку УЗУО в середовищі рідкого азоту (рис. 3).

4. ВИСНОВКИ

1. Встановлено кореляцію між механічними властивостями (мікротвердістю) та структурно-фазовим станом аустенітної сталі 12Х18Н10Т після інтенсивної пластичної деформації за допомогою ультразвукового ударного оброблення впродовж різного часу і у різних середовищах (температурах), а саме, на повітрі, у газі аргоні та у рідкому азоті.
2. Показано, що еволюція мікротвердості поверхні з часом (ступенем деформації поверхневого шару) має циклічний характер (зміцнення/знеміцнення) за умов УЗУО на повітрі, параболічний — при обробленні в газі аргоні та сигмоподібний — за умов кріогенної УЗУО (в рідкому азоті). Ці відмінності пов'язані з інтенсивністю та послідовністю перебігу структурних і мартенситних перетворень.
3. Зафіксоване після УЗУО на повітрі та в аргоні додаткове формування нетипових комірчастих структур з розміром комірок 200–700 нм, крім звичних для аустенітних сталей двійників, зсувних смуг і плоских дислокаційних скупчень, забезпечує величину мікротвердості на рівні $\cong 4$ ГПа.
4. Максимальні значення мікротвердості поверхні сталі 12Х18Н10Т (5–5,66 ГПа) одержано після кріогенної УЗУО завдяки формуванню максимальної з досліджених випадків об'ємної частки α' -мартенситу ($\cong 53\%$), нанорозмірам зерен α' -мартенситу (24 нм) та аустеніту (45 нм), а також утворених двійників (60–120 нм). Це зумовлено не лише низькою величиною енергії дефектів пакування ($\cong 30$ мДж/м²), а й застосованими умовами УЗУО (висока швидкість деформації ($\cong 10^3$) та кріогенні температури (77 К)), що визначають параметр Зенера–Холомона $\ln Z = 26$, який значно перевищує його значення для випадків УЗУО на повітрі й у аргоні — 15 і 17 відповідно.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. А. М. Сулима, М. И. Евстигнеев, *Качество поверхностного слоя и усталостная прочность деталей из жаропрочных и титановых сплавов* (Москва: Машиностроение: 1974).
2. T. Wang, J. Yu, and B. Dong, *Surf. Coat. Technol.*, **200**: 4777 (2006).
3. H. W. Zhang, Z.K. Hei, G. Liu, J. Lu, and K. Lu, *Acta Mater.*, **51**: 1871 (2003).
4. A. Y. Chen, H. H. Ruan, J. Wang, H. L. Chan, Q. Wang, Q. Li, and J. Lu, *Acta Mater.*, **59**: 3697 (2011).
5. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (Ed. M. Aliofkhazraei) (Wiley-VCH: 2015), p.417.
6. B. N. Mordyuk, G. I. Prokopenko, M. A. Vasylyev, and M. O. Iefimov, *Mater. Sci. Eng. A*, **458**: 253 (2007).
7. B. N. Mordyuk, Yu. V. Milman, M. O. Iefimov, G. I. Prokopenko, V. V. Silbershmidt, M. I. Danylenko, and A. V. Kotko, *Surf. Coat. Technol.*, **202**: 4875 (2008).

8. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **37**, № 9: 1269 (2015).
9. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, and I. V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.*, **45**: 103 (2000).
10. М. А. Васильєв, С. М. Волошко, Л. Ф. Яценко, *Успехи физики металлов*, **13**, № 3: 303 (2012).
11. А. М. Глезер, Л. С. Метлов, *Физика твёрдого тела*, **52**, № 6: 1090 (2010).
12. A. K. De, J. G. Speer, D. K. Matlock, D. C. Murdock, M. C. Mataya, and R. J. Comstock, *Metal. Mater. Trans. A*, **37**: 1875 (2006).
13. K. Huang and R. E. Logé, *Mater. Design*, **111**: 548 (2016).
14. Z. Pu, S. Yang, G.-L. Song, O. W. Dillon, and I. S. Jawahir, *Scr. Mater.*, **65**: 520 (2011).
15. I. Nikitin and I. Altenberger, *Mater. Sci. Eng. A*, **465**: 176 (2007).
16. V. Seetharaman and R. Krishnan, *J. Mater. Sci.*, **16**: 523 (1981).
17. W. S. Park, S. W. Yoo, M. H. Kim, and J. M. Lee, *Mater. Design*, **31**: 3630 (2010).
18. T. S. Wang, J. G. Peng, Y. W. Gao, F. C. Zhang, and T. F. Jing, *Mater. Sci. Eng. A*, **407**: 84 (2005).
19. C. Ye, S. Suslov, D. Lin, and G. J. Cheng, *Philos. Mag.*, **92**: 1369 (2012).
20. B. N. Mordyuk, O. P. Karasevskaya, and G. I. Prokopenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **559**: 453 (2013).
21. M. A. Vasylyev, S. P. Chenakin, and L. F. Yatsenko, *Acta Mater.*, **60**: 6223 (2012).
22. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **39**, № 1: 49 (2017).
23. Я. Д. Стародубов, П. А. Хаймович, *Проблемы прочности*, № 10: 116 (1975).
24. A. K. De, D. C. Murdock, M. C. Mataya, J. G. Speer, and D. K. Matlock, *Scr. Mater.*, **50**: 1445 (2004).
25. H. Huang, J. Ding, and P. G. McCormick, *Mater. Sci. Eng. A*, **216**: 178 (1996).
26. J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations* (New York: McGraw-Hill: 1968).
27. A. Y. Chen, J. B. Zhang, H. W. Song, and J. Lu, *Surf. Coat. Technol.*, **201**: 7462 (2007).
28. H. Sato, A. Namba, M. Okada, and Y. Watanabe, *Materials Today: Proceedings*, **2**: S707 (2015).
29. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Eng.* (2017) (to be published).
30. Ю. В. Мильман, Д. В. Лоцко, Н. А. Ефимов, К. Э. Гринкевич, *ДАН Украины*, № 11: 112 (1998).
31. I. Altenberger, *Mater. Sci. Eng. B*, **264**: 1 (1999).
32. Y. Lin, J. Lu, L. Wang, T. Xuand, and Q. Xue, *Acta Mater.*, **54**: 5599 (2006).
33. I. Nikitin, I. Altenberger, H. J. Maier, and B. Scholtes, *Mater. Sci. Eng. A*, **403**: 318 (2005).
34. X. H. Chen, J. Lu, L. Lu, and K. Lu, *Scr. Mater.*, **52**: 1039 (2005).
35. W.-S. Lee, T.-H. Chen, C.-F. Lin, and Z.-Y. Li, *Mater. Trans.*, **53**, No. 3: 469 (2012).

REFERENCES

1. A. M. Sulima and M. I. Yevstigneev, *Kachestvo Poverkhnostnogo Sloya i*

- Ustalostnaya Prochnost Detaley iz Zharoprochnykh i Titanovykh Splavov* [Quality of a Surface Layer and Fatigue Durability of Details Fabricated from Heat-Resistant and Titanium Alloys] (Moscow: Mashinostroenie: 1974) (in Russian).
2. T. Wang, J. Yu, and B. Dong, *Surf. Coat. Technol.*, **200**: 4777 (2006).
3. H. W. Zhang, Z.K. Hei, G. Liu, J. Lu, and K. Lu, *Acta Mater.*, **51**: 1871 (2003).
4. A. Y. Chen, H. H. Ruan, J. Wang, H. L. Chan, Q. Wang, Q. Li, and J. Lu, *Acta Mater.*, **59**: 3697 (2011).
5. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (Ed. M. Aliofkhazraei) (Wiley-VCH: 2015), p.417.
6. B. N. Mordyuk, G. I. Prokopenko, M. A. Vasylyev, and M. O. Iefimov, *Mater. Sci. Eng. A*, **458**: 253 (2007).
7. B. N. Mordyuk, Yu. V. Milman, M. O. Iefimov, G. I. Prokopenko, V. V. Silbershmidt, M. I. Danylenko, and A. V. Kotko, *Surf. Coat. Technol.*, **202**: 4875 (2008).
8. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 9: 1269 (2015) (in Ukrainian).
9. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, and I. V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.*, **45**: 103 (2000).
10. M. A. Vasylyev, S. M. Voloshko, and L. F. Yatsenko, *Uspehi Fiziki Metallov*, **13**, No. 3: 303 (2012) (in Russian).
11. A. M. Glezer and L. S. Metlov, *Fizika Tverdogo Tela*, **52**, No. 6: 1162 (2010) (in Russian).
12. A. K. De, J. G. Speer, D. K. Matlock, D. C. Murdock, M. C. Mataya, and R. J. Comstock, *Metal. Mater. Trans. A*, **37**: 1875 (2006).
13. K. Huang and R. E. Logé, *Mater. Design*, **111**: 548 (2016).
14. Z. Pu, S. Yang, G.-L. Song, O. W. Dillon, and I. S. Jawahir, *Scr. Mater.*, **65**: 520 (2011).
15. I. Nikitin and I. Altenberger, *Mater. Sci. Eng. A*, **465**: 176 (2007).
16. V. Seetharaman and R. Krishnan, *J. Mater. Sci.*, **16**: 523 (1981).
17. W. S. Park, S. W. Yoo, M. H. Kim, and J. M. Lee, *Mater. Design*, **31**: 3630 (2010).
18. T. S. Wang, J. G. Peng, Y. W. Gao, F. C. Zhang, and T. F. Jing, *Mater. Sci. Eng. A*, **407**: 84 (2005).
19. C. Ye, S. Suslov, D. Lin, and G. J. Cheng, *Philos. Mag.*, **92**: 1369 (2012).
20. B. N. Mordyuk, O. P. Karasevskaya, and G. I. Prokopenko, *Mater. Sci. Eng. A*, **559**: 453 (2013).
21. M. A. Vasylyev, S. P. Chenakin, and L. F. Yatsenko, *Acta Mater.*, **60**: 6223 (2012).
22. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 1: 49 (2017) (in Ukrainian).
23. Y. D. Starodubov and P. A. Khaimovich, *Problemy Prochnosti*, No. 10: 116 (1975) (in Russian).
24. A. K. De, D. C. Murdock, M. C. Mataya, J. G. Speer, and D. K. Matlock, *Scr. Mater.*, **50**: 1445 (2004).
25. H. Huang, J. Ding, and P. G. McCormick, *Mater. Sci. Eng. A*, **216**: 178 (1996).
26. J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations* (New York: McGraw-Hill:

- 1968).
27. A. Y. Chen, J. B. Zhang, H. W. Song, and J. Lu, *Surf. Coat. Technol.*, **201**: 7462 (2007).
 28. H. Sato, A. Namba, M. Okada, and Y. Watanabe, *Materials Today: Proceedings*, **2**: S707 (2015).
 29. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Eng.* (2017) (to be published).
 30. Yu. V. Mil'man, D. V. Lotsko, N. A. Efimov, N. I. Danilenko, and K. E. Grinkevych, *Dokl. Nats. Akad. Nauk Ukr.*, No. 11: 112 (1998) (in Russian).
 31. I. Altenberger, *Mater. Sci. Eng. B*, **264**: 1 (1999).
 32. Y. Lin, J. Lu, L. Wang, T. Xuand, and Q. Xue, *Acta Mater.*, **54**: 5599 (2006).
 33. I. Nikitin, I. Altenberger, H. J. Maier, and B. Scholtes, *Mater. Sci. Eng. A*, **403**: 318 (2005).
 34. X. H. Chen, J. Lu, L. Lu, and K. Lu, *Scr. Mater.*, **52**: 1039 (2005).
 35. W.-S. Lee, T.-H. Chen, C.-F. Lin, and Z.-Y. Li, *Mater. Trans.*, **53**, No. 3: 469 (2012).