

## METALLIC SURFACES AND FILMS

PACS numbers: 43.35.+d, 61.72.Ff, 62.20.Qp, 81.40.Lm, 81.65.-b, 83.10.Tv, 83.50.Uv

### Особливості структурно-фазового стану поверхневих шарів латуні ЛС59-1 після високочастотного ударного оброблення в різних середовищах

М. О. Васильєв<sup>\*,\*\*</sup>, Б. М. Мордюк<sup>\*,\*\*</sup>, С. М. Волошко<sup>\*\*</sup>,  
А. П. Бурмак<sup>\*\*</sup>, Н. В. Франчік<sup>\*\*</sup>, Д. В. Пефті<sup>\*\*</sup>

<sup>\*</sup>*Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,  
бульв. Академіка Вернадського, 36,  
03142 Київ, Україна*

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

Досліджено зміни мікротвердості та структурно-фазового стану двофазної латуні ЛС59-1 після високочастотного ударного деформування поверхні ультразвуковим ударним обробленням (УЗУО) на повітрі та в інертному середовищі газу аргону. Рентгеноструктурний фазовий аналіз і трансмісійна електронна мікроскопія показали деформаційне диспергування структурних складових до 40–350 нм, переорієнтацією зерен  $\alpha$ -фази з площинами {111} паралельно до поверхні, зміну фазового складу у поверхневих шарах із зростанням частки  $\alpha$ -фази. Ефект зміцнення вищий ( $HV_{100} = 2,75$  ГПа) за умов УЗУО на повітрі ніж у випадку УЗУО в середовищі газу аргону ( $HV_{100} = 2,25$  ГПа). Встановлено, що зміцнення у обох досліджених середовищах обумовлено синергетичним виливом процесів

Corresponding author: Mykhailo Oleksiyovych Vasylyev  
E-mail: vasil@imp.kiev.ua

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

<sup>\*\*</sup>*National Technical University of Ukraine 'Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute',  
37 Peremohy Ave., UA-03056 Kyiv, Ukraine*

Citation: M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, N. V. Franchik, and D. V. Pefti, Peculiarities of Structural-Phase State of Surface Layers of Cu39Zn1Pb Brass after High-Frequency Impact Treatment in Different Environments, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **42**, No. 6: 781–796 (2020) (in Ukrainian), DOI: [10.15407/mfint.42.06.0781](https://doi.org/10.15407/mfint.42.06.0781).

накопичення дефектів, подрібнення та переорієнтації зеренної структури, змінами фазового складу та формуванням залишкових напружень стиснення (350–470 МПа).

**Ключові слова:** латунь, мікроструктура, мікротвердість, ультразвукове ударне оброблення, залишкові напруження, інертне середовище.

The changes in microhardness and structural-phase state of two-phase Cu–39Zn–1Pb brass after high-frequency impact deformation of the surface by ultrasonic impact treatment on the air (air-UIT) and in the inert environment of argon gas (argon-UIT) are investigated. As shown by X-ray structural-phase analysis and transmission electron microscopy, the strain induce refinement of structural components down to 40–350 nm, reorientation of  $\alpha$ -phase grains with planes {111} parallel to the surface, and the change in the phase composition in surface layers with increasing volume fraction of  $\alpha$ -phase. The hardening effect is higher after the air-UIT process ( $HV_{100} = 2.75$  GPa) than that after the argon-UIT one ( $HV_{100} = 2.25$  GPa). As found, the hardening in both investigated media is due to the synergistic influences of the processes of defect accumulation, refinement and reorientation of the grain structure, changes in the phase composition, and formation of residual compressive stresses (350–470 MPa).

**Key words:** brass, microstructure, microhardness, ultrasonic impact treatment, residual stresses, inert environment.

Исследованы изменения микротвёрдости и структурно-фазового состояния двухфазной латуни ЛС59-1 после высокочастотного ударного деформирования поверхности ультразвуковой ударной обработкой (УЗУО) на воздухе и в инертной среде газа аргона. Рентгеноструктурный фазовый анализ и трансмиссионная электронная микроскопия показали деформационное диспергирование структурных составляющих до 40–350 нм, переориентацию зёрен  $\alpha$ -фазы с плоскостями {111} параллельно поверхности, изменение фазового состава в поверхностных слоях с ростом доли  $\alpha$ -фазы. Эффект упрочнения выше в условиях УЗУО на воздухе ( $HV_{100} = 2,75$  ГПа), чем в случае УЗУО в среде газа аргона ( $HV_{100} = 2,25$  ГПа). Установлено, что упрочнение в обоих исследованных средах обусловлено синергетическим влиянием процессов накопления дефектов, измельчения и переориентации зеренной структуры, изменениями фазового состава и формированием остаточных напряжений сжатия (350–470 МПа).

**Ключевые слова:** латунь, мікроструктура, мікротвёрдость, ультразвуковая ударная обработка, остаточные напряжения, инертная среда.

*(Отримано 27 листопада 2019 р.; остаточн. варіант — 8 січня 2020 р.)*

## 1. ВСТУП

Мідні стопи, в тому числі латуні системи Cu–Zn, широко використовуються в промисловості через їх високі механічні властивості та корозійну стійкість. Дослідженню зміни структурно-фазового ста-

ну латуней різного складу під дією деформації за різних швидкостей та температур присвячено значну кількість робіт [1–6].

В останні роки у напрямі отримання металів і стопів з ультрадисперсними або наномасштабними розмірами елементів структури, у тому числі мідних стопів, досягнуто значного прогресу. Важливим наслідком подрібнення зеренної структури є підвищена міцність у порівнянні з полікристалічними аналогами з мікронним і навіть субмікронним (0,1–1,0 мкм) розміром зерна [7–9]. Розвиток методів модифікації поверхневих шарів для досягнення вказаних станів представляє значний науковий і практичний інтерес і є актуальною задачею.

Основними зовнішніми чинниками, які суттєво впливають на результат модифікації поверхневих шарів, є швидкість деформації  $\dot{\epsilon}$  та температура  $T$  оброблення [10–12]. Їх дію прийнято враховувати через параметр Зінера–Холомона ( $\ln Z = \ln \dot{\epsilon} + Q/(RT)$ ) [10, 13–15], який також містить енергію активації деформації  $Q$  та газову сталу  $R$ . Встановлено, що більші значення  $\ln Z$  (вищі швидкості деформації або менші температури) спричиняють зменшення розміру сформованих деформацією зерен.

Цілий ряд досліджень мідних стопів системи Cu–Zn проведено за умов інтенсивної пластичної деформації (ІПД) та криогенних температур [4, 6, 10]. Показано, такі умови деформації сприяють пригніченню процесів динамічної рекристалізації, що веде до подрібнення зеренної структури та збільшення кількості деформаційних двійників. Однак, може формуватись неоднорідна мікроструктура, яка містить суміш зерен вихідного міліметрового масштабу та ультрадрібних розмірів [6, 16].

Підвищення температури оброблення навпаки може обмежувати мінімальні розміри отриманих зеренних структур, сприяючи динамічній рекристалізації [17]. Однак у метастабільних матеріалах за рахунок перебігу фазових перетворень може формуватись дисперсна гетерофазна структура поверхневого шару [18]. Наприклад, за умов розігрівання поверхневого шару  $\alpha + \beta$ -латуні до температур  $\sim 400^\circ\text{C}$ , спричиненого інтенсивним тертям, спостерігалася надпластичність, обумовлена внутрішньозеренним ковзанням у зернах  $\alpha$ -фази [19–21]. Подрібнення зеренної структури поверхневого шару  $\alpha + \beta$ -латуні, пов'язане із формуванням деформаційних двійників і смуг зсуву, також спостерігалось під дією динамічної пластичної деформації (ДПД) [4] та за умов піскоструминного оброблення поверхні [22].

Важливим фактором є також середовище деформаційного оброблення, оскільки модифікація структурно-фазового стану поверхневих шарів відбуватиметься за умов перебігу механо-хімічних реакцій з можливим формуванням оксидів і карбонітридів [23] чи інтерметалідів [24]. Вплив різних середовищ оброблення на наслідки

УЗУО показаний для алюмінійового стопу Д16 [25] та аустенітної сталі [18].

Метою даної роботи є дослідження впливу ультразвукової ударної обробки на повітрі та в середовищі газу аргону на структурно-фазовий стан і мікротвердість поверхневих шарів латуні ЛС59-1.

## 2. МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Використовувались зразки латуні ЛС59-1 після стандартного рекристалізаційного відпалу за температури 500°C у вигляді циліндрів діаметром 15 мм і висотою 8 мм ( $\pm 0,5$  мм). Хімічний склад латуні наведений в табл. 1. Стоп має двофазну структуру  $\alpha$  (ГЦК) +  $\beta$  (ОЦК) з вмістом  $\beta$ -фази 45%.

Зразки деформувались високочастотним ударним обробленням за допомогою ультразвукового інструменту зі ступінчастим концентратором, який живився ультразвуковим генератором УЗГ-300 з робочою частотою 21 кГц та потужністю 0,6 кВт [11, 12, 14]. Амплітуда торця концентратора складала  $A = 25$  мкм. Багатократна ударна дія на поверхню зразка здійснювалася циліндричним бойком діаметром 5 мм та довжиною 18 мм (із загартованої сталі ШХ15), розташованим в ударній голівці, що кріпилася за допомогою пружин на торці концентратора. За рахунок періодичного контакту бойка з торцем концентратора бойок отримував імпульс сили та кінетичну енергію, яка витрачалася на деформування поверхневих шарів зразка ударними імпульсами частотою  $\sim 1-1,5$  кГц. Тривалість обробки варіювалася від 5 до 50 с. В процесі навантаження зразок отримував  $\sim 10^4$  ударів [12, 14, 25].

Зразок заглиблювався в спеціальну стальну оправку на 2 мм і в процесі контактної обробки увесь час знаходився у зоні дії бойка в замкненому об'ємі. Тобто в момент ударного деформування створювалися умови, наближені до гідростатичного стиснення. У випадку оброблення в інертному середовищі у герметичну камеру по каналу подавався газ аргон, тиск якого контролювався манометром [12, 14, 25].

Рентгенівський аналіз проведено з використанням дифрактометра Rigaku Ultima IV у мідному випроміненні  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\lambda = 0,15418$  нм).

ТАБЛИЦЯ 1. Хімічний склад латуні ЛС59-1.

TABLE 1. Chemical composition of Cu39–Zn1–Pb brass.

Масова частка елементу, %								
Cu	Zn	Pb	Mn	Sn	Ni	Fe	Si	Sb
58,9	39,6	1,04	0,03	0,01	0,03	0,05	0,43	0,01

Для дослідження зразків застосовано дві геометрії фокусування — за Бреґгом–Брентано та «ковзаючого променя» (кут падіння рентгенівського випромінення становив  $3^\circ$ ). Умови проведення досліджень: інтервал кутів  $2\Theta = 20^\circ\text{--}120^\circ$ , крок зйомки —  $0,04^\circ$ , час реєстрації в точці — 2 с. Аналіз отриманих рентгенівських спектрів та проведення кількісного та якісного фазового аналізу здійснено з використанням програмного забезпечення PDXL, міжнародної бази даних дифракції ICDD (PDF-2) та відкритої бази кристалографічних даних COD. Розрахунок розміру областей когерентного розсіяння (ОКР) та ступеня деформації кристалічної ґратниці проведено за методом Холдера–Вагнера. Кількісний фазовий аналіз проведено методом RIR (Reference Intensity Ratio).

Дослідження мікроструктури і хімічного складу поверхні та поперечного перерізу зразків проведені за допомогою скануючого електронного мікроскопу TESCAN Mira 3 LMU, що був обладнаний енергодисперсійним мікроаналізатором OXFORD X-MAX 80 мм<sup>2</sup>.

Електронно-мікроскопічний аналіз структури проводився методом тонких фольг за допомогою мікроскопу JEM-100 CX-II (напруга прискорення електронів — 200 кВ). Фольги отримували механічним поліруванням зразків із зворотного до поверхні оброблення боку.

Вимірювання мікротвердості на поверхні зразків проводилося на приладі ПМТ-3 за методом Вікерса при навантаженні 100 г, визначення змін мікротвердості матричного стопу по товщині модифікованого шару — при навантаженні 20 г. Величина навантаження обиралася таким чином, щоб внесок у мікротвердість обумовлювався саме зміцненим шаром без впливу матеріалу основи.

Еквівалентна пластична деформація  $\varepsilon$  на заданій глибині приповерхневих шарів була розрахована за кутом зсуву (нахилу) меж розділу зерен  $\Theta$  [26, 27]:

$$e = \frac{\sqrt{3}}{3} \operatorname{tg} \Theta. \quad (1)$$

Оцінки підвищення температури проведені з урахуванням припущень, що за умов швидкісної деформації відбувається адіабатичне розігрівання поверхневого шару, на яке витрачається приблизно 80–90% ( $\beta \approx 0,8\text{--}0,9$ ) роботи деформації  $A$ . Також враховувалась залежність від ступеню пластичної деформації поверхневого шару  $e$  та фізичних властивостей матеріалу зразка [28]:

$$\Delta T = \beta A / \rho C_V \approx \beta \sigma_{0,2} e / \rho C_V. \quad (2)$$

У розрахунках використано оцінки межі плинності матеріалу поверхневого шару зразка, проведені за величиною його мікротвердості згідно виразу  $\sigma_{0,2} \approx 0,3 HV$ , а також густина ( $\rho = 8252 \text{ кг}\cdot\text{м}^{-3}$ ) та

теплоємність ( $C_V = 0,394 \text{ кДж} \cdot \text{кг}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$ ) зразка латуні.

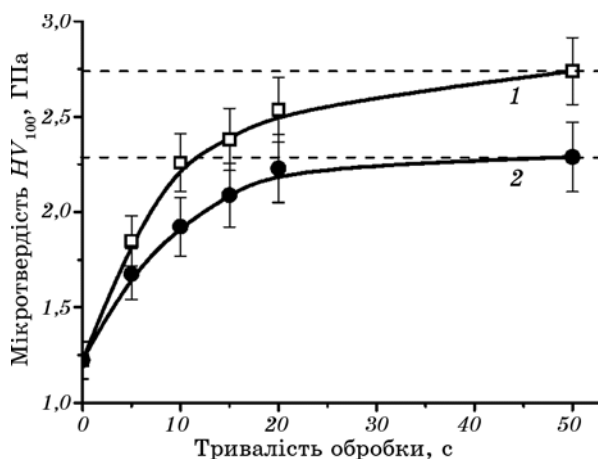
Враховуючи швидкість деформації (близько  $10^3\text{--}10^4 \text{ с}^{-1}$ ) та температурні умови поверхневих шарів за умов УЗУО в аргоні та на повітрі, можна оцінити величини параметра Зінера–Холомона  $\ln Z$  [10, 13–15]. Враховано також, що фактична температура поверхневого шару за умов УЗУО в середовищі газу аргону була дещо меншою (360 К), ніж при УЗУО на повітрі ( $T \approx 400 \text{ К}$ ) за рахунок відведення тепла, обумовленого циркулюючим газом нижчої температури. Якщо проводити оцінки  $\ln Z$  для латуні ЛС59-1 з врахуванням енергії активації самодифузії мідної матриці ( $Q \approx 72,5 \text{ кДж} \cdot \text{моль}^{-1}$ ) [10], яка описує рух границь зерен на стадії формування комірчастоті структури, то величини  $\ln Z$  для УЗУО в аргоні та на повітрі складають 31 та 28 відповідно. За умови врахування енергії активації деформації  $\alpha$ -фази ( $Q \approx 180,3 \text{ кДж} \cdot \text{моль}^{-1}$ ) [29] параметр  $\ln Z$  матиме більші значення (67 та 61). Однак, тенденція до збільшення величини  $\ln Z$  за умов УЗУО в аргоні зберігається.

### 3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Латунь у вихідному стані є двофазною і складається з твердого розчину цинку в міді з кристалічною ґратницею міді (ГЦК  $\alpha$ -фаза) та твердого розчину на базі хімічної сполуки  $\text{CuZn}$  (ОЦК  $\beta$ -фаза) у співвідношенні 55:45, а також включень свинцю, які розташовуються рівномірно як усередині зерен  $\alpha$ - і  $\beta$ -фаз, так і на міжзеренних/міжфазних границях [12].

На рисунку 1 представлені результати вимірювання мікротвердості поверхні зразків після УЗУО на повітрі та в інертному середовищі газу аргону впродовж 5–50 с. Вже після 20 с УЗУО досягається ефект зміцнення до 180% і 200% за умов поверхневого деформування в аргоні ( $HV_{100} = 2,25 \text{ ГПа}$ ) та на повітрі ( $HV_{100} = 2,5 \text{ ГПа}$ ) відповідно. В обох середовищах спостерігається насичення ефекту зміцнення з подальшим зростанням тривалості УЗУО — мікротвердість поверхні змінюється несуттєво. Після УЗУО впродовж 50 с в аргоні та на повітрі мікротвердість  $HV_{100}$  склала 2,25 і 2,75 ГПа відповідно. Тому, подальші структурні дослідження проведено з використанням зразків, деформованих УЗУО впродовж 20 с.

У роботі [12] було показано, що середнє значення інструментальної твердості  $H_{IT}$  після УЗУО в аргоні збільшується в 1,5 рази, а після УЗУО на повітрі — приблизно вдвічі порівняно із вихідним станом (1,625 ГПа). При цьому середнє значення модуля Юнга після оброблення на повітрі зменшувалося до 94,15 ГПа, тобто не так суттєво, як після оброблення в аргоні (91 ГПа), порівняно із значенням у вихідному стані, яке для латуні складало 107,2 ГПа. Отримані результати були пояснені в рамках «моделі композиту» Муграбі, тобто збільшенням об'ємної частки границь зерен та потрійних стиків



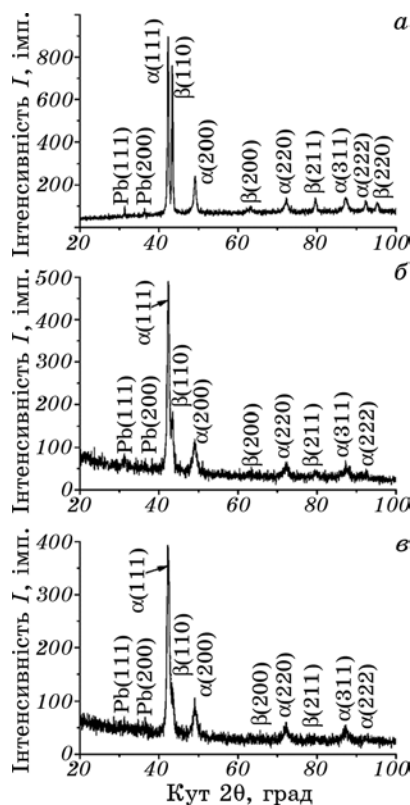
**Рис. 1.** Залежності мікротвердості поверхні зразків латуні ЛС59-1 від тривалості УЗУО на повітрі (1) та в інертному середовищі (2).

**Fig. 1.** Dependences of the surface microhardness of Cu-39Zn-1Pb brass specimens on the duration of UIT in the air (1) and gas argon (2).

границь зерен, для яких механічні властивості відрізняються від тіла зерна. Серед інших можливих причин зазначалась деформаційно ініційована зміна фазового складу поверхні — перерозподіл зерен  $\alpha$ - і  $\beta$ -фаз із виходом більш пластичної  $\alpha$ -фази на поверхню, що викликає зміну співвідношення  $\alpha$ - і  $\beta$ -фаз [12, 20]. Експериментальне підтвердження цих припущень методами рентгеноструктурного фазового та ТЕМ аналізу отримано в даній роботі.

Результати рентгенівської дифрактометрії для зразків у вихідному стані та після УЗУО представлені на рис. 2. Вони підтверджують, що латунь ЛС59-1 у вихідному стані є двофазною і складається з твердого розчину цинку в міді з кристалічною ґратницею міді ( $\alpha$ -фаза) та упорядкованого твердого розчину на базі хімічної сполуки CuZn ( $\beta$ -фаза). Також фіксуються рефлекси від Pb.

Дослідження поверхневого шару з використанням геометрії «ковзаючого променя» показали, що після обробки на повітрі та в інертному середовищі відбувається перерозподіл інтенсивностей рефлексів від  $\alpha$ - та  $\beta$ -фаз та зміни кількісного фазового складу латуні (рис. 3). У вихідному стані зразків латуні ЛС59-1 кількість  $\beta$ -фази складає 45,3% і близька до кількості  $\alpha$ -фази — 54,1%. Після УЗУО на повітрі відбувається підвищення кількості  $\alpha$ -фази до 92,5%, ймовірно завдяки деформаційному витісненню більш твердої  $\beta$ -фази вглиб деформованого шару та відповідного виходу на поверхню  $\alpha$ -фази. За умов оброблення в інертному середовищі цей процес уповільнюється через меншу ступінь деформації [12] і кількість  $\alpha$ -фази складає 84,3%. Відповідно, залишки  $\beta$ -фази після УЗУО в ар-



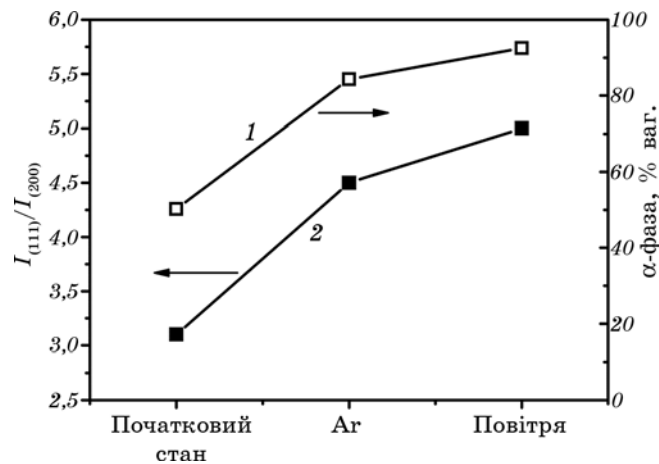
**Рис. 2.** Рентгенограми зразків латуні LC59-1: вихідний стан (а), УЗУО в інертному середовищі газу аргону,  $\tau = 20$  с (б), УЗУО на повітрі,  $\tau = 20$  с (в).

**Fig. 2.** X-ray diffraction spectra of Cu-39Zn-1Pb brass specimens in the initial state (a) and after argon-UIT (б) and air-UIT (в) for 20 s.

гоні є вдвічі більшими (7,3% та 15,1% відповідно). Це підтверджують і результати РЕМ — у деформованому на повітрі шарі переважає  $\alpha$ -фаза, тоді як після обробки в інертному середовищі спостерігаються досить великі області  $\beta$ -фази, що витягнуті у напрямку зсуву [12].

Така ж тенденція до зростання притаманна співвідношенню інтенсивностей  $I_{(111)}/I_{(200)}$  рентгенівських максимумів (111) і (200) у приповерхневих шарах, зміцнених УЗУО в різних середовищах впродовж 20 с (рис. 3, крива 1). Про перерозподіл зерен  $\alpha$ -фази за кристалографічними орієнтаціями з підвищенням частки зерен з орієнтацією {111} свідчить зростання відношення інтенсивностей  $I_{(111)}/I_{(200)}$  з 3,18 у вихідному стані до 4,45 після УЗУО в середовищі газу аргону та до 5,0 після УЗУО на повітрі. Формування текстурованих поверхневих шарів впродовж УЗУО було раніше зафіксоване





**Рис. 3.** Зміна співвідношення інтенсивності рентгенівських максимумів ( $I_{111}/I_{200}$ )  $\alpha$ -фази (1) та кількості  $\alpha$ -фази (2) зразків латуні ЛС59-1 після УЗУО впродовж 20 с у різних середовищах.

**Fig. 3.** Changes in ratio of intensities of X-ray maxima ( $I_{111}/I_{200}$ ) of  $\alpha$ -phase (1) and in quantity of  $\alpha$ -phase (2) of Cu-39Zn-1Pb brass specimens after UIT for 20 s in different environments.

для цирконієвих [28] та титанових [30] стопів, а також латуні ЛС 59-1 за умов криогенної УЗУО [11, 31]. Утворення кристалографічної текстури у ГЦК-металах за умов деформації стисненням (в тому числі за багатократного ударного стиснення при УЗУО) обумовлене полегшеною переорієнтацією площин ковзання  $\{111\}$  перпендикулярно до прикладеної сили. Про текстуроутворення в латуні Л70 (мідний стоп з 30% мас. Цинку) за умов криопрокатування було повідомлено в [20].

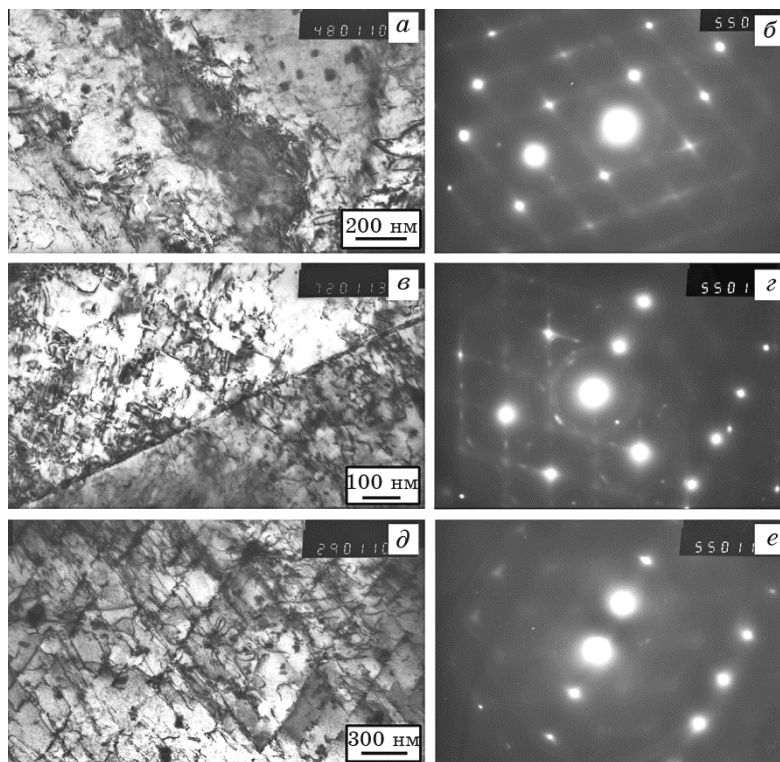
Локальний аналіз вихідної мікроструктури, проведений за допомогою трансмісійної електронної мікроскопії (рис. 4, а), свідчить про наявність у вихідних зразках незначної густини дислокацій (на рівні  $10^8 \text{ см}^{-2}$ ) і невеликої кількості обірваних субграниць, а також дисперсних виділень, які проявляються у вигляді тяжів між матричними рефlekсами на картині електронної дифракції (рис. 4, б).

За допомогою ТЕМ аналізу тонких фольг, виготовлених із зразків після УЗУО впродовж 20 с в інертній атмосфері газу аргону (рис. 4, в, г), у приповерхневому шарі товщиною 15 мкм зафіксовано наявність суміші зерен  $\alpha$ - і  $\beta$ -фаз. Мікроструктура всередині зерен різних фаз суттєво відрізняється через відмінність типу та кількості систем ковзання ГЦК- і ОЦК-гратниць. У зернах  $\alpha$ -фази з ГЦК-гратницею переважають планарні скупчення дислокацій, зсувні мікросмуги та мікродвійники (зерно ліворуч угорі на рис. 4, в).

У  $\beta$ -фазі на фоні суттєвого зростання густини дислокацій спосте-

рігаються характерні для ОЦК-матеріалів дислокаційні клубки та скупчення, що починають утворювати дислокаційні субграниці з широкими границями (праворуч унизу на рис. 4, *а*). Саме ці субграниці формують при подальшому деформуванні границі комірчастої структури за рахунок поглинання додаткових дислокацій і збільшення кутів розорієнтації між сусідніми субграницями.

Загалом, можна констатувати суттєве подрібнення елементів структури — розмір утворених ромбоподібних блоків у  $\alpha$ -фазі та субзерен у  $\beta$ -фазі знаходиться в межах 50–200 нм (рис. 4, *а*). У зернах  $\alpha$ -фази часто зустрічаються нанорозмірні двійники/смуги шириною  $\sim 5$ –10 нм. Саме наявністю таких елементів структури можна пояснити появу на картинах електронної дифракції майже суцільних кілець замість окремих рефлексів (рис. 4, *з*). На цій же картині



**Рис. 4.** ТЕМ зображення (*а, в, д*) та картини електронної дифракції (*б, з, е*) для мікроструктури латуні ЛС59-1 у вихідному стані (*а, б*), після УЗУО в аргоні (*в, з*) та УЗУО на повітрі (*д, е*) впродовж 20 с.

**Fig. 4.** TEM images (*a, b, d*) and selective area electron diffraction patterns (*б, з, e*) for microstructure of Cu-39Zn-1Pb brass specimens in the initial state (*a, б*), after argon-UIT (*в, з*), and air-UIT (*д, e*) for 20 s.

спостерігається наявність двох систем рефлексів від ГЦК- і ОЦК-фаз.

Отримані ТЕМ зображення мікроструктури зразків латуні після УЗУО на повітрі впродовж того ж часу (20 с) відрізняються переважною кількістю у приповерхневих шарах  $\alpha$ -фази (рис. 4, *д*), що узгоджується з даними рентгеноструктурного фазового аналізу в плані суттєвої зміни співвідношення  $\alpha/\beta$ -фаз. Також спостерігається доволі високі густини дислокацій, двійників і смуг зсуву, а також сітки дислокаційних стінок, які формують ромбовидні комірки розміром 100–350 нм. В окремих субзернах помітні нанорозмірні структурні елементи двійникового характеру (~50 нм). На картині електронної дифракції, отриманої з поля, наведеного на рис. 4, *д*, спостерігається система рефлексів лише ГЦК-фази (рис. 4, *е*).

Рентгеновський дифракційний аналіз (рис. 2) також підтвердив зменшення розмірів областей когерентного розсіяння (з 0,3 мкм до ~30–40 нм) та зростання мікроспотворень (до 12%) кристалічних ґратниць обох фаз у поверхневому шарі зразків латуні вже на початкових стадіях УЗУО на повітрі та в середовищі газу аргону.

Отримані результати узгоджуються з даними щодо мікроструктур, сформованих за умов динамічної пластичної деформації [4] та після піскоструминного оброблення [22], а також за умов криогенної УЗУО латуні ЛС 59-1 [31].

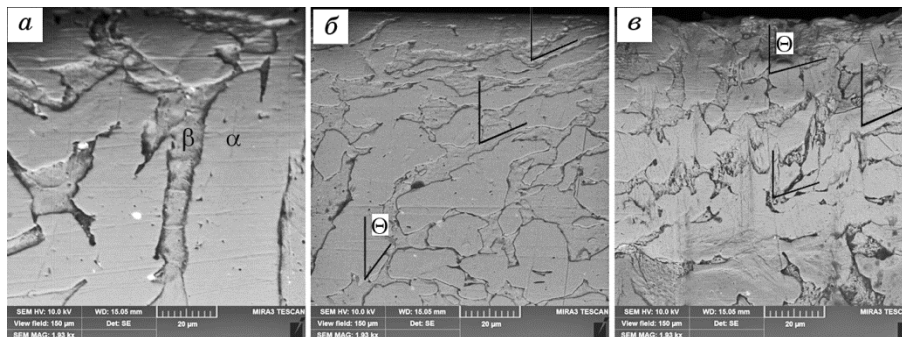
Поява тяжів витягнутої форми поблизу рефлексів матричної фази на картинах електронної дифракції (рис. 4, *б*, *з*, *е*) свідчить про наявність у структурі нанорозмірних дисперсних частинок другої фази. Такі частинки формувалися в результаті перебігу впорядкування/втрати порядку та фазових перетворень у  $\beta$ -фазі за умов нагрівання/охолодження [32] та під час криогенної УЗУО [11, 31]. За рахунок гальмування рухомих дислокацій, дислокаційних скупчень та субґраниць може зростати стійкість утвореної структури до впливу температури та навантаження, що може бути додатковою причиною зафіксованого зміцнення.

Морфологію поперечного перерізу латуні ЛС59-1 після УЗУО наведено на рис. 5. Видно, що після УЗУО вона суттєво відрізняється не лише від вихідного стану із зернами обох фаз доволі великих розмірів (рис. 5, *а*), але й для різних середовищ оброблення. В обох випадках пластична деформація сприяє суттєвому зсуву зерен поверхневого шару, що проявляється у нахилі границь зерен по відношенню до перпендикуляра до поверхні. Спостерігається суттєвий градієнт пластичної деформації. Проте, аналіз кутів нахилу границь зерен  $\Theta$ , а також оцінок зсувної ( $\gamma = \text{tg}\Theta$ ) та еквівалентної ( $e = 3^{1/2}\gamma$ ) деформацій [20, 26] свідчить, що процес пластичної деформації більш інтенсивний у випадку УЗУО на повітрі (рис. 5, *е*). У роботі [12] було показано, що ширина трьох областей з різним ступенем деформації дещо відрізнялася для поверхневих шарів, дефо-

рмованих у різних середовищах. Загалом, ширина областей з різними ступенями деформації та зміцнення була дещо більшою для випадку УЗУО на повітрі (рис. 5, в). Хоча максимально деформовані ( $e \sim 2-4,5$ ) області мають ширину  $\sim 100$  мкм. Наші оцінки, одержані з врахуванням кутів нахилу границь зерен, добре корелюють з даними роботи [12]. Значення максимальної еквівалентної деформації поблизу обробленої поверхні після УЗУО в інертному середовищі та на повітрі відповідно дорівнюють 6,72 і 10,35 (рис. 6, а). Якщо порівнювати із розподілом деформацій після тертя [20], то в нашому випадку значення  $e$  менше і не досягає  $e \sim 12$  [20], але глибина впливу ІПД, спричиненої УЗУО, значно більша. Градієнтний характер зміни ступеню еквівалентної деформації корелює із залежністю мікротвердості від відстані до обробленої поверхні. На рисунку 6, а наведено криву у координатах «мікротвердість  $HV$ –деформація  $e$ », реконструйовану за вимірними значеннями мікротвердості та нахилу границь зерен у поперечному перерізі досліджених зразків.

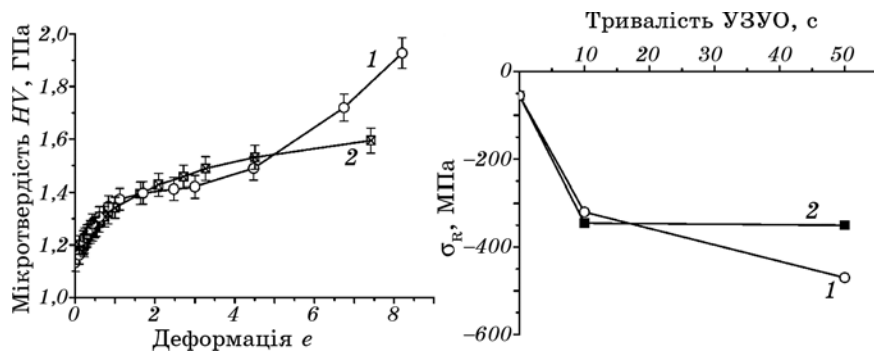
Експериментальні результати (рис. 6, а, рис. 1) показують, що значення мікротвердості поверхні латуні ЛС59-1 після УЗУО на повітрі та в інертному середовищі за методом Вікерса цілком задовільно узгоджуються із значеннями твердості, отриманими інструментальним індентуванням [12].

З даними рисунку 6, а також корелюють результати розрахунків величини залишкових напружень 1-го роду, які визначалися методом  $\sin^2\psi$  для лінії (311)  $\alpha$ -фази CuZn. У вихідному стані наявні залишкові стискаючі напруження, які формуються в процесі екстру-



**Рис. 5.** РЕМ зображення мікроструктури поперечного перерізу зразків латуні ЛС59-1 у вихідному стані (а), після УЗУО в аргоні (б) та УЗУО на повітрі (в) впродовж 20 с.

**Fig. 5.** SEM images of microstructure of cross-sections of Cu-39Zn-1Pb brass specimens in the initial state (a), after argon-UIT (b) and air-UIT (c) during 20 s.



**Рис. 6.** Залежності мікротвердості зразків латуні ЛС59-1 від ступеню деформації поверхневого шару (а) та залежності залишкових напружень від тривалості УЗУО (б) на повітрі (1) та в інертному середовищі газу аргону (2).

**Fig. 6.** Dependences of the microhardness on the strain rate of the surface layer (a) and residual stress on the treatment duration (b) for Cu39–Zn–1Pb brass specimens after UIT in the air (1) and gas argon (2).

зії під час отримання прутків. Величина напружень у вихідному стані становить  $\sim 55$  МПа. Після 10 та 50 с оброблення в інертному середовищі величина залишкових напружень стиснення зростає у сім разів і знаходиться в межах  $-345$ – $-350$  МПа. Збільшення часу УЗУО на повітрі веде до більш істотного зростання величини залишкових напружень. Так, для часу оброблення  $\tau = 10$  с величина напружень становить 320 МПа, а для  $\tau = 50$  с досягає значення 470,0 МПа. Отримані результати щодо величини залишкових напружень стиснення добре корелюють із розрахованими величинами пластичної деформації у поверхневих шарах латуні ЛС59-1 після УЗУО в обох досліджених середовищах.

#### 4. ВИСНОВКИ

Доведено можливість підвищення мікротвердості поверхневих шарів латуні ЛС59-1 за рахунок високочастотної ударної деформації поверхні ультразвуковим ударним обробленням (УЗУО) в середовищі газу аргону та на повітрі. Встановлено залежність між мікротвердістю, ступенем еквівалентної деформації поверхневих шарів і їх структурно-фазовим станом після інтенсивної пластичної деформації за допомогою УЗУО впродовж різного часу та у різних середовищах.

Зміцнення поверхні латуні ЛС59-1 в процесі УЗУО в інертному середовищі відбувається за рахунок деформаційного наклепу, подрібнення зеренної структури (50–200 нм) та зміни фазового складу.

Максимальний ефект зміцнення становить 1,8 разів ( $HV_{100} = 2,25$  ГПа). Підвищення мікротвердості поверхні латуні ЛС59-1 до  $HV_{100} = 2,75$  ГПа (ефект зміцнення в  $\sim 2,2$  рази) після УЗУО на повітрі відбувається за рахунок синергетичного вливу процесів диспергування зеренної структури (50–300 нм), зміни фазового складу та утворення залишкових напружень стиснення  $\sigma = -470$  МПа.

Деяко менше зростання  $HV$  після УЗУО в інертному середовищі, порівняно з обробкою на повітрі за однакових тривалості та інтенсивності, спричинене меншими ступенями еквівалентної деформації, меншою кількістю в деформованих поверхневих шарах більш міцної  $\beta$ -фази, менш інтенсивною переорієнтацією зерен  $\alpha$ -фази з площинами  $\{111\}$  паралельно до поверхні, меншими у  $\sim 1,5$  рази залишковими напруженнями стиснення порівняно зі станом поверхневих шарів після УЗУО на повітрі.

Робота виконана в рамках д/б тем МОН України № 2102 п (номер державної реєстрації 0118U000220) і НАН України (номер державної реєстрації 0119U001167).

## ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. K. Lu, *Science*, **345**: 1455 (2014).
2. K. Lu, L. Lu, and S. Suresh, *Science*, **324**: 349 (2009).
3. Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Horita, T. G. Langdon, and Y. T. Zhu, *Mater. Sci. Eng. A*, **493**: 123 (2008).
4. G. H. Xiao, N. R. Tao, and K. Lu, *Mater. Sci. Eng. A*, **513–514**: 13 (2009).
5. A. M. Hodge, Y. M. Wang, and T. W. Barbee Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, **429**: 272 (2008).
6. T. Konkova, S. Mironov, A. V. Korznikov, G. Korznikova, M. M. Myshlyayev, and S. L. Semiatin, *J. Alloys Compounds*, **629**: 140 (2015).
7. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, and T. Sakai, *Acta Mater.*, **47**: 579 (1999).
8. S. Qu, X. H. An, H. J. Yang, C. X. Huang, G. Yang, Q. S. Zang, Z. G. Wang, S. D. Wu, and Z. F. Zhang, *Acta Mater.*, **57**: 1586 (2009).
9. R. Z. Valiev and T. G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **51**: 881 (2006).
10. Y. S. Li, Y. Zhang, N. R. Tao, and K. Lu, *Acta Mater.*, **57**: 761 (2009).
11. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, В. І. Закієв, А. П. Бурмак, Д. В. Пефті, *Металофіз. новітні технол.*, **41**, № 11: 1499 (2019).
12. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, В. І. Закаєв, А. П. Бурмак, Д. В. Пефті, *Металофіз. новітні технол.*, **42**, № 3: 381 (2020).
13. C. Zener and J. H. Hollomon, *J. Appl. Phys.*, **15**: 22 (1944).
14. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Coat. Technol.*, **343**: 57 (2018).
15. G. H. Xiao, N. R. Tao, and K. Lu, *Scr. Mater.*, **59**: 975 (2008).
16. T. Konkova, S. Mironov, A. V. Korznikov, G. Korznikova, M. M. Myshlyayev, and S. L. Semiatin, *Mater. Character.*, **101**: 173 (2015).
17. А. М. Глезер, Л. С. Метлов, *Фізика твёрдого тела*, **52**, № 6: 1090 (2010).
18. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко,

- А. П. Бурмак, Н. В. Франчік, *Металлофиз. новейшие технол.*, **39**, № 7: 905 (2017).
19. K. Neishi, Z. Horita, and T. G. Langdon, *Scr. Mater.*, **45**: 965 (2001).
  20. A. Moshkovich, V. Perfileyev, I. Lapsker, and L. Rapoport, *Wear*, **320**: 34 (2014).
  21. J. Belzunce and M. Suéry, *Scr. Metall.*, **15**: 895 (1981).
  22. Y. N. Petrov, M. A. Vasylyev, L. N. Trofimova, I. N. Makeeva, and V. S. Filatova, *Appl. Surf. Sci.*, **327**: 1 (2015).
  23. S. P. Chenakin, B. N. Mordyuk, and N. I. Khripta, *Appl. Surf. Sci.*, **470**: 44 (2019).
  24. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Eng.*, **34**: 324 (2018).
  25. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, *Металлофиз. новейшие технол.*, **39**, № 1: 49 (2017).
  26. Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, I. V. Goncharova, and A. A. Golubenko, *Progress Phys. Met.*, **19**, No. 3: 271 (2018).
  27. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, М. В. Кіндрачук, *Металлофиз. новейшие технол.*, **38**, № 4: 545 (2016).
  28. N. I. Khripta, O. P. Karasevskaya, and B. N. Mordyuk, *J. Mater. Eng. Perform.*, **26**: 5446 (2017).
  29. R. Pernis, J. Kasala, and J. Bořuta, *Kovove Mater.*, **48**: 41 (2010).
  30. A. I. Dekhtyar, B. N. Mordyuk, D. G. Savvakina, V. I. Bondarchuk, I. V. Moiseeva, and N. I. Khripta, *Mater. Sci. Eng. A*, **641**: 348 (2015).
  31. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, Д. В. Пефті, *Металлофиз. новітні технол.*, **41**, № 12: 1611 (2019).
  32. M. Ahlers, *Progress Mater. Sci.*, **30**: 135 (1986).

## REFERENCES

1. K. Lu, *Science*, **345**: 1455 (2014).
2. K. Lu, L. Lu, and S. Suresh, *Science*, **324**: 349 (2009).
3. Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Horita, T. G. Langdon, and Y. T. Zhu, *Mater. Sci. Eng. A*, **493**: 123 (2008).
4. G. H. Xiao, N. R. Tao, and K. Lu, *Mater. Sci. Eng. A*, **513–514**: 13 (2009).
5. A. M. Hodge, Y. M. Wang, and T. W. Barbee Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, **429**: 272 (2008).
6. T. Konkova, S. Mironov, A. V. Korznikov, G. Korznikova, M. M. Myshlyaev, and S. L. Semiatin, *J. Alloys Compounds*, **629**: 140 (2015).
7. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, and T. Sakai, *Acta Mater.*, **47**: 579 (1999).
8. S. Qu, X. H. An, H. J. Yang, C. X. Huang, G. Yang, Q. S. Zang, Z. G. Wang, S. D. Wu, and Z. F. Zhang, *Acta Mater.*, **57**: 1586 (2009).
9. R. Z. Valiev and T. G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **51**: 881 (2006).
10. Y. S. Li, Y. Zhang, N. R. Tao, and K. Lu, *Acta Mater.*, **57**: 761 (2009).
11. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, В. І. Закієв, А. П. Бурмак, and Д. В. Пефті, *Металлофиз. Новейшие Tekhnol.*, **41**, No. 11: 1499 (2019) (in Ukrainian).
12. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. M. Voloshko, V. I. Zakiyev, A. P. Burmak,

- and D. V. Pefti, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **42**, No. 3: 381 (2020) (in Ukrainian).
13. C. Zener and J. H. Hollomon, *J. Appl. Phys.*, **15**: 22 (1944).
  14. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Coat. Technol.*, **343**: 57 (2018).
  15. G. H. Xiao, N. R. Tao, and K. Lu, *Scr. Mater.*, **59**: 975 (2008).
  16. T. Konkova, S. Mironov, A. V. Korznikov, G. Korznikova, M. M. Myshlyayev, and S. L. Semiatin, *Mater. Character.*, **101**: 173 (2015).
  17. A. M. Glezer and L. S. Metlov, *Fizika Tverdogo Tela*, **52**, No. 6: 1090 (2010) (in Russian).
  18. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sydorenko, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, and N. V. Franchik, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 7: 905 (2017) (in Ukrainian).
  19. K. Neishi, Z. Horita, and T. G. Langdon, *Scr. Mater.*, **45**: 965 (2001).
  20. A. Moshkovich, V. Perfilyev, I. Lapsker, and L. Rapoport, *Wear*, **320**: 34 (2014).
  21. J. Belzunce and M. Suéry, *Scr. Metall.*, **15**: 895 (1981).
  22. Y. N. Petrov, M. A. Vasylyev, L. N. Trofimova, I. N. Makeeva, and V. S. Filatova, *Appl. Surf. Sci.*, **327**: 1 (2015).
  23. S. P. Chenakin, B. N. Mordyuk, and N. I. Khripta, *Appl. Surf. Sci.*, **470**: 44 (2019).
  24. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Eng.*, **34**: 324 (2018).
  25. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sydorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 1: 49 (2017) (in Ukrainian).
  26. Yu. V. Milman, S. I. Chugunova, I. V. Goncharova, and A. A. Golubenko, *Progress Phys. Met.*, **19**, No. 3: 271 (2018).
  27. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, and M. V. Kindrachuk, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **38**, No. 4: 545 (2016) (in Ukrainian).
  28. N. I. Khripta, O. P. Karasevska, and B. N. Mordyuk, *J. Mater. Eng. Perform.*, **26**: 5446 (2017).
  29. R. Pernis, J. Kasala, and J. Bořuta, *Kovove Mater.*, **48**: 41 (2010).
  30. A. I. Dekhtyar, B. N. Mordyuk, D. G. Savvakina, V. I. Bondarchuk, I. V. Moiseeva, and N. I. Khripta, *Mater. Sci. Eng. A*, **641**: 348 (2015).
  31. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, and D. V. Pefti, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **41**, No. 12: 1611 (2019) (in Ukrainian).
  32. M. Ahlers, *Progress Mater. Sci.*, **30**: 135 (1986).