



(19) **UA** (11) **77 107** (13) **C2**
(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: а200502745, 26.09.2003

(24) Дата начала действия патента: 16.10.2006

(30) Приоритет: 27.09.2002 JP 2002-284576

(46) Дата публикации: 15.10.2006C22C 33/02
20060101CFI20051220RHUA B22F
1/00 20060101CLI20051220RHUA
B22F 3/24
20060101CLI20051220RHUA C21D
6/00 20060101CLI20051220RHUA

(86) Заявка PCT:
PCT/JP2003/012343, 20030926

(72) Изобретатель:

Миура Харумацу, JP,
Мияо Нобуаки, JP,
Огава Хиденори, JP,
Ода Казуо, JP,
Кацумура Мунехиде, JP,
Мизутани Масару, JP

(73) Патентовладелец:

НАНО ТЕКНОЛОДЖИ ИНСТИТЬЮТ, ИНК, JP

(54) НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ СО СТРУКТУРОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ, КОТОРЫЙ ИМЕЕТ ВЫСОКУЮ ТВЕРДОСТЬ, ПРОЧНОСТЬ И КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ, И СПОСОБ ЕГО ИЗГОТОВЛЕНИЯ (ВАРИАНТЫ)

(57) Реферат:

Изобретение касается прочного сверхтвердого нанокристаллического материала со структурой аустенитной стали, который имеет улучшенные антикоррозийные свойства, и способа его изготовления. Композиционный материал категории аустенитной стали, который состоит из аустенитных нанокристаллических зерен, с содержанием азота в твердом растворе 0,1-2,0 % (масс.), в котором оксиды, нитриды, карбиды или др. металлов или полуметаллов выступают в качестве ингибиторов увеличения размеров кристаллических зерен и находятся между и/или внутри этих зерен. Способ изготовления включает смешивание порошков аустенитных компонентов таких, как хром, никель, марганец, углерод или

др. с веществом, которое выступает источником азота. Потом смесь обрабатывают путем механического сплавления (МС) и получают нанокристаллический порошок аустенита с высоким содержанием азота. Этот порошок обрабатывают спеканием, например методом искрового плазменного спекания, прокатом или другое.

Официальный бюлетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2006, N 10, 15.10.2006. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.



(19) **UA** (11) **77 107** (13) **C2**
(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF
UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL
PROPERTY

(12) **DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION**

(21), (22) Application: a200502745, 26.09.2003

(24) Effective date for property rights: 16.10.2006

(30) Priority: 27.09.2002 JP 2002-284576

(46) Publication date: 15.10.2006C22C 33/02
20060101CFI20051220RHUA B22F
1/00 20060101CLI20051220RHUA
B22F 3/24
20060101CLI20051220RHUA C21D
6/00 20060101CLI20051220RHUA

(86) PCT application:
PCT/JP2003/012343, 20030926

(72) Inventor:

MIURA, Harumatsu, JP,
MIYAO Nobuaki, JP,
OGAWA Hidenori, JP,
Oda Kazuo, JP,
KATSUMURA Munehide, JP,
MIZUTANI Masaru, JP

(73) Proprietor:

NANO TECHNOLOGY INSTITUTE, INC, JP

(54) nano-crystal material WITH structure of austenite steel having high hardness, strength and corrosion resistance, and method for PRODUCING thereof (variants)

(57) Abstract:

An invention relates to strong superhard nano-crystal material with austenitic steel structure, which has improved anticorrosion properties, and a method for producing thereof. A composite material of austenitic steel category, which consists of austenitic nano-crystal grains containing 0,1 to 2,0 % by weight of nitrogen of solid solution type, wherein it further consists of oxides, nitrides, carbides or the like of metals or metalloid and is inhibitor the growth of the crystal grain, and is between and/or inside of the grains. Method of producing comprises admixing powders of austenitic

components such as chrome, nickel, manganese, carbon or others with the a nitrogen source subjecting substance. Then the mixture is carried out by mechanical alloying (MA) and prepare a nano-crystal austenit powder having a high nitrogen concentration. This powder is subjected to agglomeration, for example by spark plasma sintenng method, rolling or the like.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2006, N 10, 15.10.2006. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.



(19) **UA** (11) **77 107** (13) **C2**
(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВІНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
а200502745, 26.09.2003

(24) Дата набуття чинності: 16.10.2006

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької
конвенції : 27.09.2002 JP 2002-284576

(46) Публікація відомостей про видачу патенту
(деклараційного патенту): 15.10.2006C22C 33/02
20060101CFI20051220RHUA B22F
1/00 20060101CLI20051220RHUA
B22F 3/24
20060101CLI20051220RHUA C21D
6/00 20060101CLI20051220RHUA

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки
відповідно до договору РСТ:
PCT/JP2003/012343, 20030926

(72) Винахідник(и):

Міура Харумацу , JP,
Міяо Нобуакі , JP,
Огава Хіденорі , JP,
Ода Казуо , JP,
Кацумура Мунехіде , JP,
Мізутані Масару , JP

(73) Власник(и):

НАНО ТЕКНОЛОДЖІ ІНСТІТЮТ, ІНК, JP

(54) НАНОКРИСТАЛІЧНИЙ МАТЕРІАЛ З СТРУКТУРОЮ АУСТЕНІТНОЇ СТАЛІ, ЩО МАЄ ВИСОКУ ТВЕРДІСТЬ, МІЦНІСТЬ І КОРОЗІЙНУ СТІЙКІСТЬ, І СПОСІБ ЙОГО ВИГОТОВЛЕННЯ (ВАРІАНТИ)

(57) Реферат:

Винахід стосується міцного надтвердого нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який має покращені антикорозійні властивості, та способу його виготовлення. Композиційний матеріал категорії аустенітної сталі, який складається з аустенітних нанокристалічних зерен, з вмістом азоту у твердому розчині 0,1-2,0 %(мас.), в якому оксиди, нітриди, карбіди або ін. металів або напівметалів виступають як інгібітори збільшення розмірів

кристалічних зерен і знаходяться між та/або всередині цих зерен. Спосіб виготовлення включає змішування порошків аустенітних компонентів таких, як хром, нікель, марганець, вуглець або ін. з речовиною, яка виступає джерелом азоту. Потім суміш обробляють шляхом механічного сплавлення (МС) і одержують нанокристалічний порошок аустеніту з високим вмістом азоту. Цей порошок обробляють спіканням, наприклад методом іскрового плазменого спікання, прокатом або інше.

Опис винаходу

Даний винахід відноситься до металевих матеріалів, зокрема міцного надтвердого нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу корозійну стійкість, і способу його виготовлення.

З співвідношення Холла-Петча (Hall-Petch relationship) відомо, що міцність металевих матеріалів збільшується зі зменшенням діаметра D кристалічного зерна. Така залежність міцності від діаметру зерна зберігається при розмірах $D=50-100\text{ нм}$, тобто нано-розмірів. У випадку, якщо діаметр зерна буде надмалих розмірів, тобто в межах декількох нм, на думку фахівців, з'являється ефект надпластичності металу.

Крім того, що стосується елементів, які мають магнітні властивості, таких як залізо, кобальт, нікель та ін. металів, в області нано-структур у порівнянні з областю мікроструктур, зі зменшенням діаметру D зерна спостерігається зниження коерцитивної сили, і підвищення слабого магнетизму.

Однак, діаметр кристалічного зерна D у більшості металевих матеріалів, отриманих способом плавлення, як правило має величину від декількох мікронів до декількох десятків мікронів. При наступній обробці металу одержати нано-структуру важко. Наприклад, при прокаті, що є одним з основних процесів зменшення розмірів кристалічного зерна сталі, можна одержати частки діаметром до 4-5мкм. Тому таким звичайним способом одержати матеріал з діаметром зерна надмалих розмірів, які б відповідали рівню нано-розмірів, неможливо.

Наприклад, здійснити пластичну обробку теплостійких і надтвердих матеріалів таких, як інтерметалічні сполуки Ni_3Al , Co_3Ti , $\text{Ni}_3(\text{Si}, \text{Ti})$, TiAl , та керамічних матеріалів на основі оксидів та неоксидів таких, як Al_2O_3 , ZrO_2 , TiC , Cr_3Cr_2 , TiN , TiB_2 , через їхню крихкість при звичайній температурі, важко, тому надзвичайно важливим елементом є обробка цих матеріалів коли вони пластичні, що відбувається при досить високій температурі.

Однак, для досягнення ефекту надпластичності, необхідно значно зменшити діаметр кристалічного зерна до нано-розмірів або до близьких до них. Досі не вдавалося виготовити ультра-дрібні порошки такими способами.

Якщо до нержавіючої сталі марки SUS 304, що містить відповідну кількість хрому і нікелю, яка є типовим зразком матеріалу категорії аустенітної сталі, додати, наприклад, 0,9% (мас.) азоту (N), межа плинності такої насиченої азотом нержавіючої сталі перевищить межу плинності нержавіючої сталі марки SUS 304 приблизно в три рази. Причому, це не супроводжується зниженням в'язкості руйнування, антикорозійна стійкість металу підвищується, чутливість до корозійного руйнування помітно знижується. Крім того, оскільки азот є елементом стабілізації надтвердої аустенітної сталі, ним можна не тільки замінити дорогий нікель, не погіршивши при цьому показники міцності й антикорозійної стійкості, але також можна контролювати процес мартенситного перетворення в умовах холодної обробки.

Такий вплив азоту N спостерігається й в хромомарганцевої аустенітної сталі. Тому хромонікелеві і хромомарганцеві аустенітні сталі з високим вмістом азоту N привертають велику увагу як перспективні матеріали нового покоління.

Раніше аустенітні сталі з високим вмістом азоту N, рівня 0,1-2% (мас), вироблялись в процесах плавлення та затвердіння в атмосфері азоту, високотемпературному процесі твердодифузного спікання в атмосфері азоту і т.п. Однак для досягнення в металі високого рівня азоту необхідно було підвищувати тиск атмосферного азоту, що в поєднанні з високою температурою робить процес небезпечним.

У сталевих матеріалах, включаючи й аустенітні сталі, так само, як і в інших металах, при сильному зменшенні розмірів кристалічного зерна твердість матеріалу значно збільшується. У цьому зв'язку інтенсивно вивчаються проблеми зменшення часток кристалів аустенітних сталей з високим вмістом азоту N. Однак, при виробництві металу таким способом, зменшити кристалічне зерно до рівня нано-розмірів надзвичайно важко, і одержати аустенітну сталь з високим вмістом азоту, яка б мала структуру кристалічного зерна розміром кілька десятків мкм, неможливо.

Велика увага зараз приділяється аустенітній сталі з високим вмістом марганцю, такі матеріали могли б відігравати домінуючу роль як такі, що можна використовувати в передових технологіях (автомобілебудування, машини і прилади на основі високої електропровідності і т.ін.), однак такий матеріал, як хромонікелева, хромомарганцева нано-структурна аустенітна сталь, поки що не отримані.

Даний винахід вирішує задачі, описані вище.

В цілому даний винахід стосується одержання надтвердого та високоміцного матеріалу, особливі властивості якого досягаються зменшенням діаметра кристалічного зерна до рівня нано-розмірів з нанокристалічного порошку, отриманого за допомогою застосування механічного розмелювання (MP) чи механічного сплавлення (MC), з матеріалу, основним елементом якого є порошкоподібні метали. Крім того, шляхом зменшення до рівня нано-розмірів діаметра кристалічного зерна таких елементів, як залізо, кобальт, нікель та ін. металів, досягається ефект одержання властивості слабого магнетизму.

Також винахід стосується процесу виготовлення нанокристалічної аустенітної сталі, що має високий вміст азоту, антимагнітні властивості, є надтвердою та міцною з покращеним показником корозійної стійкості (стійкості до точкової корозії) механічним сплавленням (MC) порошків заліза та хрому, нікелю, марганцю, вуглецю або подібних до них з джерелом азоту, таким як нітрид заліза, використовуючи кульовий млин або подібний до нього та наступним формуванням спіканням для отримання порошків нанокристалічної аустенітної сталі, з яких отримують нано- кристалічну аустенітну сталь з вмістом азоту в твердому розчині від 0,1 до 2,0%(мас), краще від 0,3 до 1,1%, ще краще від 0,4 до 0,9% (мас).

Крім того, винахід стосується отримання аустенітної сталі з високим вмістом марганцю та нанокристалічною структурою шляхом механічного сплавлення та формування спіканням як описано вище.

Відповідно, об'єктами даного винаходу є композитний матеріал з структурою аустенітної сталі і спосіб його

виготовлення, що описуються нижче, а також його практичне використання.

1. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який між/або всередині кристалічних зерен або між/та всередині нанокристалічних зерен містить оксид металу або напівметалічний оксид, що служить інгібітором росту нанокристалічних зерен.

2. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який між/або всередині кристалічних зерен або між/та всередині нанокристалічних зерен містить нітрид металу або напівметалічний нітрид, що служить інгібітором росту нанокристалічних зерен.

3. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який між/або всередині кристалічних зерен або між/та всередині нанокристалічних зерен містить карбід металу або напівметалічний карбід, що служить інгібітором росту нанокристалічних зерен.

4. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який між/або всередині кристалічних зерен або між/та всередині нанокристалічних зерен містить сіліцид металу або напівметалічний сіліцид, що служить інгібітором росту нанокристалічних зерен.

5. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який між/або всередині кристалічних зерен або між/та всередині нанокристалічних зерен містить борід металу або напівметалічний борід, що служить інгібітором росту нанокристалічних зерен.

6. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який між/або всередині кристалічних зерен або між/та всередині нанокристалічних зерен містить принаймні два компоненти, вибрані з групи, в яку входять (1) оксид металу або напівметалічний оксид, (2) нітрид металу або напівметалічний нітрид, (3) карбід металу або напівметалічний карбід, (4) сіліцид металу або напівметалічний сіліцид, (5) борід металу або напівметалічний борід, що служать інгібітором росту нанокристалічних зерен.

7. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-6, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який містить до 50% нанокристалічних зерен фериту.

8. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-7, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який містить 0,1-5,0% (мас.) азоту.

Якщо пояснювати причини наявності в матеріалі з структурою аустенітної сталі 0,1-5,0% (мас.) азоту, то, потрібно підкреслити наступне: якщо вміст азоту менше ніж 0,1%, твердість композиційного матеріалу не підвищується, але зі збільшенням кількості азоту в межах 0,1-5,0% (мас.) твердість підвищується зі зростанням вмісту азоту.

Однак, при наявності азоту понад 5,0% збільшення твердості матеріалу не спостерігається, а міцність значно знижується.

Якщо говорити про перевагу наявності в аустенітних нанокристалічних зернах матеріалу з структурою нанокристалічної аустенітної сталі 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, то при концентрації твердого розчину азоту в межах 0,1-2,0% (мас.) велика частина азоту утворює твердий розчин з матрицею аустенітних кристалів, зі збільшенням кількості азоту зростає твердість вищезазначеного матеріалу. Зокрема при наявності азоту у межах 0,1-0,9% (мас.) можна отримати надзвичайно міцний матеріал з структурою нанокристалічної аустенітної сталі.

9. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1, 6 і 7, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який містить 0,01-1,0%(мас.) кисню у вигляді оксидів або напівоксидів.

10. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.2, 6, 8 і 9, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який містить 1-30%(мас.) сполук азоту.

11. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-10, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який містить метал, що має більшу спорідненість з азотом, ніж залізо, такий як ніобій, тантал, марганець або хром, що запобігає денітрифікації в процесі формування спіканням.

12. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і

корозійну стійкість, за одним з пп.1-11, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який включає суміш 12-30%(мас.) хрому, 0-20%(мас.) нікелю, 0-30%(мас.) марганцю, 0,1-5%(мас.) азоту та 0,02-1,0%(мас.) вуглецю, решта - залізо.

13. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-9, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який включає суміш 12-30%(мас.) хрому, 0-20%(мас.) нікелю, 0-30%(мас.) марганцю, не більше 30%(мас.) азоту (у вигляді сполук) та 0,01-1,0%(мас.) вуглецю, решта - залізо.

14. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-11, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який включає суміш 4-40%(мас.) марганцю, 0,1-5%(мас.) азоту, 0,1-2,0%(мас.) вуглецю та 3-10%(мас.) хрому, решта - залізо.

15. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-11, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який включає суміш 4-40%(мас.) марганцю, не більше 30%(мас.) азоту (у вигляді сполук), 0,1-2,0%(мас.) вуглецю та 3-10%(мас.) хрому, решта - залізо.

16. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту, і який виготовлений механічним сплавленням (МС) з використанням кульового млина або подібного до нього устаткування.

17. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-16, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,3-1,0%(мас.) твердого розчину азоту та має діаметр кристалічного зерна 50-1000нм.

18. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, за одним з пп.1-16, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,4-0,9%(мас.) твердого розчину азоту та має діаметр кристалічного зерна 75-500нм.

19. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість міцність і корозійну стійкість, за одним з пп. 1-16, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,4-0,9%(мас.) твердого розчину азоту, та має діаметр кристалічного зерна 100-300нм.

Розглядаючи переваги отриманих сплавленням аустенітних нанокристалічних зерен, які є частиною нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, яка містить 0,3-1,0%(мас.), краще 0,4-0,9% (мас.) твердого розчину азоту, слід відмітити, що якщо вміст твердого розчину азоту менший ніж 0,3%, досягти значного зростання твердості зазначеного матеріалу неможливо, в той же час як вміст твердого розчину азоту більший ніж 1,0% не призводить до збільшення твердості матеріалу. Що стосується проміжку 0,3-1,0% (мас), а особливо 0,4-0,9% (мас), більш висока твердість досягається одночасно з високою міцністю.

Якщо пояснювати чому є важливим розмір діаметра зерен аустенітних нано-кристалів, з яких складається матеріал з структурою нанокристалічної аустенітної сталі, у межах 50-1000нм, а краще 75-500нм, а ще краще 100-300нм, то проблема полягає в тому, що, якщо розміри зерен будуть менше 50нм не можна отримати матеріал для практичного використання, оскільки різке зменшення щільності дислокацій, які є джерелом для пластичної деформації, матеріал стає мало придатним для пластичної обробки. З іншого боку, у випадку перевищення параметрів розміру зерен понад 1000нм, щільність дислокацій часток збільшується, матеріал втрачає умовну межу плинності, хоча пластична обробка матеріалу полегшується. У випадку, якщо розмір діаметра зерен аустенітних нано-кристалів буде у межах 50-1000нм, а краще 75-500нм, а ще краще параметри 100-300нм, можна одержати ідеальний матеріал з структурою нанокристалічної аустенітної сталі, який має велику міцність, і який добре піддається пластичній обробці.

Крім того, у випадку, якщо необхідності у виготовленні надтвердого матеріалу немає, температури випалу матеріалу після спікання бажано довести до 1200°C - 1250°C і цим можна в короткий термін виготовити матеріал з структурою аустенітної сталі з діаметром кристалічних зерен 5000нм (5мкм) або більшим, який важко отримати плавлінням.

20. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає: змішування дрібнозернистих порошків, що є компонентами для отримання певного різновиду аустенітної сталі, таких як залізо та хром, нікель, марганець, вуглець або подібних, з речовиною, яка є джерелом азоту, механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або йому подібного, з отриманням дрібнозернистих порошків нанокристалічної аустенітної сталі з високим вмістом азоту, та

обробку порошків нанокристалічної аустенітної сталі одним чи більше методами, вибраними з групи, яка складається з: (1) прокату (2) іскрового плазменного спікання, (3) екструзії, (4) гарячого спікання під ізостатичним тиском (ГІТ), (5)) холодного спікання під ізостатичним тиском(ХІТ), (6) холодного пресування, (7) гарячого пресування, (8) кування, (9) штампування або штампування вибухом, з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту.

21. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає: змішування дрібнозернистих порошків, що є компонентами для отримання певного різновиду аустенітної сталі, таких як залізо та хром, нікель, марганець, вуглець або подібних з речовиною, яка є джерелом азоту, механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або йому подібного, з отриманням дрібнозернистих порошків нанокристалічної аустенітної сталі з високим вмістом азоту, та

обробку порошків нанокристалічної аустенітної сталі у звичайній атмосфері, в атмосфері, що запобігає окисненню, або в вакуумі одним чи більше методами, вибраними з групи, яка складається з: (1) прокату, (2) іскрово-плазменне спікання, (3) екструзії, (4) спікання під гарячим ізостатичним тиском (ПТ), (5) гарячого пресування, (6) кування, (7) штампування або штампування вибухом, і після цього загартування, з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0% (мас.) твердого розчину азоту.

22. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає:

змішування дрібнозернистих порошків, що є компонентами для отримання певного різновиду аустенітної сталі, таких як залізо та хром, нікель, марганець, вуглець або подібних з речовиною, яка є джерелом азоту, механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або йому подібного, з отриманням дрібнозернистих порошків нанокристалічної аустенітної сталі з високим вмістом азоту, та

іскрове плазменне спікання порошків нанокристалічної аустенітної сталі в вакуумі або в атмосфері, що запобігає окисненню, з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,3-1,0% (мас.) твердого розчину азоту, краще 0,4-0,9% (мас.) твердого розчину азоту, і має зерна діаметром 50-1000нм, краще 75-500нм, ще краще 100-300нм.

23. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає:

змішування дрібнозернистих порошків, що є компонентами для отримання певного різновиду аустенітної сталі, таких як залізо та хром, нікель, марганець, вуглець або подібних з речовиною, яка є джерелом азоту, механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або йому подібного, з отриманням дрібнозернистих порошків нанокристалічної аустенітної сталі з високим вмістом азоту, та

іскрове плазменне спікання порошків нанокристалічної аустенітної сталі в вакуумі або в атмосфері, що запобігає окисненню, і потім прокат та загартування з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,3-1,0% (мас.) твердого розчину азоту, краще 0,4-0,9(мас), і має зерна діаметром 50-1000нм, краще 75-500, ще краще 100-300нм.

24. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за п.20 або п.22, при якому загартований продукт відпалюють при температурі 800-1200 °С 60хв. або менше і потім швидко охолоджують.

25. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за п.21 або п. 23, при якому загартований продукт відпалюють при температурі 800-1200 °С 60хв. або менше і потім швидко охолоджують.

26. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-25, в якому як джерело азоту використовують одну або більше речовини, вибрану з групи, яка складається з газоподібного азоту, газоподібного амоніаку, нітриду заліза, нітриду хрому і нітриду марганцю.

27. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-26, в якому як середовище для механічного формування спіканням використовують один газ або їх суміш, вибрані з групи, яка складається з (1) інертного газу, наприклад, аргону, (2) газоподібного азоту, (3) амоніаку.

28. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-27, а якому як середовище для механічного формування спіканням використовують середовище газу з додаванням речовини-відновника, наприклад, газоподібного водню.

29. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-26, в якому як середовище для механічного формування спіканням використовують вакуум або відновлювальне середовище з речовиною-відновником, наприклад, газоподібним воднем, що додається до вакууму або у відновлювального середовища.

30. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-29, в якому порошки таких компонентів, як залізо, хром, нікель, марганець, а також вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10%(об.) таких нітридів металів, як AlN , NbN , Cr_2N , або з 0,5-10% (мас.) металів, які мають хімічне споріднення з азотом більше, ніж залізо, наприклад, ніобій, тантал, марганець, хром, вольфрам чи молібден або кобальт, і речовинами, які є джерелом азоту, та вказані нітриди розсіюють, або вказані метали або нітриди, карбонітриди чи подібні до них речовини осаджують та розсіюють в поцесі механічного сплавлення (МС) та в процесі формування спіканням механічно сплавлених (МС) порошків, з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість.

31. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-30, в якому порошки таких компонентів, як залізо, хром, нікель, марганець, а також вуглець інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10%(об.) зерен диспергуючої речовини, яка складається з таких нітридів металів або напівметалічних нітридів, як AlN , NbN , TaN , Si_3N_4 , TiN та ін., та з речовиною, що є джерелом азоту, та кристалічні зерна подрібнюють до нано-розмірів в процесі механічного сплавлення (МС) та формують спіканням для запобігання збільшення розміру зерен з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість.

32. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-29 або п.31, в якому дрібнозернисті порошки компонентів аустенітної сталі типу сталі з великим вмістом марганцю-вуглецю, які містять залізо, марганець та вуглець змішують з дрібнозернистими порошками нітридів металів, наприклад, нітридом заліза, який є джерелом азоту, проводять механічне сплавлення (МС) цієї суміші в

середовищі інертного газу, наприклад, аргону або в вакуумі, вакуумі з додаванням відновника, наприклад, водню, або в середовищі з відновником і отримують нанокристалічну аустенітну сталь, яка містить 4-40%(мас.) марганцю, 0,1-5,0%(мас.) азоту, 0,1-2,0%(мас.) вуглецю та 3,0-10,0%(мас.) хрому, решта - залізо, та формують гарячим спіканням, таким, як прокат в оболонках, спіканням іскровою плазмою, пресуванням або вибуховим штампуванням з отриманням в результаті цього матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість.

33. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-32, в якому композиція для виготовлення аустенітної сталі містить 12-30%(мас.) хрому, 0-20% (мас.) нікелю, 0-30% (мас.) марганцю, 0,1-5,0% (мас.) азоту та 0,02-1,0% (мас.) вуглецю, решта - залізо, та процес формування спіканням проводять при температурі 600-1250°C.

34. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.20-31, в якому кількість кисню, який втягується з вмістища, в якому відбувається процес механічного сплавлення (МС) та з сталених куль до порошків нанокристалічної аустенітної сталі в процесі механічного сплавлення (МС), складає 0,01-1,0%(мас), а при механічному сплавленні (МС) порошків використовують оксиди металів або оксиди напівметалів, які є джерелом кисню, для кращого подрібнення кристалічних зерен до нано-розміру і для запобігання збільшення їх розмірів в процесі формування спіканням.

35. Високміцні болти, гайки або інші засоби механічної фіксації, виготовлені з нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за будь яким з пп.1-19.

35. Вироби для механічної фіксації, наприклад, болти та гайки з високою міцністю на розрив; куленепробивні вироби типу куленепробивних листів і куленепробивних жилетів; механічні інструменти та деталі такі, як матриці, свердла, пружини, зубчасті колеса; штучні медичні матеріали типу штучних кісток, штучних суглобів, штучних опор для зубів; медичні механічні інструментів типу голки для ін'єкцій, хірургічних ножів і катетерів; матриці для пресів, наприклад, для глибокого витягнення, пресування порошків, штампування, пресформінгу, прокату дроту; резервуари для збереження водню (які набагато краще відомих витримують водневий опір); інструменти з гострими краями, наприклад, кухонні ножі, бритви і ножиці; деталі турбін, наприклад, лопаті; оборонна зброя, наприклад, укріплення, куленепробивні стіни, вогнепальна зброя, танки; спортивний інвентар такий, як ковзани, сані; вироби, що використовуються на хімічних підприємствах, наприклад, труби, резервуари, клапани, устаткування для опріснення води; посудини для хімічних реакцій; деталі генераторів ядерної енергії; вироби, що можуть використовуватися в літакобудуванні та ракетобудуванні, устаткування космічних станцій; легкі частини для персональних комп'ютерів і кейсів; частини для транспортних засобів, як автомобілів, суден, рейкового транспорту та глибоководних апаратів; холодостійкі матеріали; деталі для механізмів для підйому суден; частини для віконних рам; конструкційні матеріали; і т.п. , виготовлені з нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за одним з пп.1-19.

Згідно з винаходом, у випадку застосування обробки механічним розмелюванням (МР) чи механічним сплавленням (МС) отримують порошковий матеріал окремого металу, що має ультра-дрібну кристалічну структуру зерна. Формуванням спіканням таких порошків при температурі біля 900-1000 °С можна легко виготовити композиційний матеріал, про який йшлося вище.

Якщо механічне сплавлення (МС) застосовувати для суміші порошків окремих металів таких, як залізо, кобальт, нікель, алюміній з додаванням вуглецю, ніобію, танталу або ін., отримують більш тонку ультра-дрібну кристалічну структуру зерна. Формуванням спіканням таких порошків отримують матеріал з нанокристалічною структурою зерен, який має більшу міцність і твердість, ніж отриманий в процесі сплавлення.

Крім того, при обробці механічним розмелюванням (МР) металів, що мають магнітні властивості, наприклад, заліза та кобальту, діаметр кристалічних зерен зменшується до рівня нано-розмірів, причому чим менший діаметр зерна, тим більший прояв м'якого магнетизму.

Згідно з винаходом, в процесі механічного сплавлення (МС) елементарної порошкової суміші, наприклад, хромо-нікелевої чи хромомарганцевої сумішей, до складу яких входять залізо та хром, нікель, марганець, вуглець та ін., в той час, як порошки сплаву Fe-N, чи подібного, використовуються як джерело азоту, механічно сплавляють (аустенизують) без будь-яких процесів сплавлення і отримують порошки аустенітної сталі, які мають нанокристалічну структуру зерна, і які неможливо було отримати відомими способами, які ще більше зміцнюються при з додаванні твердого розчину азоту в фазі аустенізації. Навіть у подальшому процесі формування спіканням нанокристалічна структура істотно не ушкоджується при утворенні зв'язків між кристалічними зернами аустеніту з оксидами металів чи напівметалів, які присутні в процесі механічного сплавлення (МС) порошків, хоча деяке збільшення розмірів кристалічного зерна спостерігається. Таким чином, синергічні ефекти збільшення міцності матеріалу завдяки присутності азоту і зменшення величини зерна у стадії аустенізації полегшують виготовлення міцного надтвердого нано-кристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі з високим вмістом азоту, який має покращені антикорозійні властивості (стійкість до точкової корозії).

Крім того, аустенітна сталь з високим вмістом марганцю, що має нанокристалічну структуру зерна, також, може бути легко виготовлена методом МС та в процесі формування спіканням, про які згадувалося вище.

Коротке пояснення графічних матеріалів.

На Фіг.1 показані діаметри зерна кожного елементу після 50-годинної обробки методом механічного сплавлення (МС) порошку, до складу якого входить залізо, кобальт і нікель, інші елементи (А), що додаються у кількості 15%, за одним з прикладів винаходу.

На Фіг.2 показані зміна коерцитивної сили H_c (кОе) у залежності від зміни діаметра D кристалічних зерен заліза і кобальту, отриманих після обробки механічним розмелюванням (МР), за одним з прикладів винаходу.

На Фіг.3 показано процес витиснення зразка порошку, за одним з прикладів винаходу.

Фіг.4 - рентгенівська діаграма (X-ray diffraction-XRD) механічно сплавлених (MC) порошків, за одним з прикладів винаходу.

Фіг.5 - діаграма XRD механічно сплавлених (MC) порошків, за одним з прикладів винаходу.

На Фіг.6 показано процес аустенізації (розмагнічування) механічно сплавлених (MC) порошків, за одним з прикладів винаходу, а саме - зміна величини намагнічування $M_{\text{тах}}$ (ел.магн.одиниць/г) у залежності від часу (t) процесу механічного сплавлення (MC).

На Фіг.7 показано процес формування спіканням матеріалу методом електроплазменного спікання (ЕПС) за одним з прикладів винаходу.

На Фіг.8 показано процес формування спіканням матеріалу методом прокату в оболонках, за одним з прикладів винаходу.

Фіг.9 - діаграма XRD зразку, отриманого шляхом обробки MC до і після процесу електроплазменного спікання (ЕПС) при температурі 900°C, за одним з прикладів винаходу.

Фіг.10 - фотографія SEM (Scanning Electron Microscope), на якій зображений зразок матеріалу, отриманого MC (товщиною приблизно 5мм), що був отриманий методом електроплазменного спікання (ЕПС) при температурі 900°C, за одним з прикладів винаходу.

Фіг. 11 - графік, що показує значення залишкової кількості азоту Re в зразку MC після електроплазменного спікання (ЕПС) при температурі 900°C, за одним з прикладів винаходу.

Фіг.12 - діаграма XRD зразку, отриманого MC, після електроплазменного спікання (ЕПС) при температурі 900°C, за одним з прикладів винаходу.

На Фіг.13 показано випробувальний зразок у вигляді стовпчика, що має кільцеподібний виріз у центрі, який випробовували при перевірці руйнування з затримкою. Пояснення до нумерації

1: екструзійна матриця,

2: зразок,

3: прес-шайба,

4: обойма,

5: пуансон,

T: температура обробки,

t: час обробки.

Кращі варіанти виконання винаходу.

За одним з варіантів здійснення винаходу процес механічного сплавлення (MC) застосовують для дрібнозернистих порошків - компонентів аустенітної сталі до складу яких входить: залізо, хром, нікель, марганець, а також вуглець та подібні елементи, які подрібнені за допомогою кульового млина чи подібного механізму, при кімнатній температурі в середовищі аргону чи іншого газу.

Діаметр зерен механічно сплавлених порошків зменшують за допомогою механічної енергії кульового млина до рівня 15-25нм.

Потім, механічно сплавлені порошки поміщають під вакуумом в трубу з нержавіючої сталі (оболонку) з внутрішнім діаметром біля 7мм, формують спіканням методом прокату в оболонці з використанням прокатного механізму при температурі 800-1000°C. Потім з отриманого у процесі (MC) порошку може бути легко виготовлений сталевий лист товщиною 1,5мм шляхом прокату при температурі 800-1000°C.

Крім того, при застосуванні механічного розмелювання (MP) до окремих елементів таких, як залізо, кобальт, нікель, можна виготовити порошок з нано-розмірами зерна діаметром близько 20нм, що дає можливість виготовляти матеріал з властивістю м'якого магнетизму, оскільки зменшення діаметра зерна веде до зменшення намагнічування.

В іншому прикладі використання винаходу, механічне сплавлення (MC) застосовується до порошкової суміші, наприклад, хромонікелевого чи хромомарганцевого матеріалу, де окремі порошки, наприклад, заліза, хрому, нікелю і марганцю змішуються з джерелом азоту (N), наприклад, нітридом заліза, піддаються механічній обробці кульовим млином при кімнатній температурі в середовищі аргону або ін. газу, з метою одержання однорідної маси.

Внаслідок цього отримані в процесі (MC) порошки механічно сплавлені не методом плавлення, а за допомогою механічної енергії у результаті подрібнювання кульовим млином або ін. механізмом, в процесі якого порошок подрібнюється до рівня від декількох нм до декількох десятків нм, що призводить до одержання якісного нанокристалічного аустенітного хромонікелевого чи хромомарганцевого порошку з високим вмістом азоту.

Потім порошки, виготовлені шляхом механічного спіалвлення (MC), поміщають вакуум в трубу з нержавіючої сталі (оболонку) з внутрішнім діаметром біля 7мм, формують спіканням методом прокату в оболонці з використанням прокатного механізму при температурі 900°C. Після чого, можна легко виготовити лист товщиною біля 1,5мм з аустенітної сталі з високим вмістом азоту з якісною нанокристалічною структурою зерна розміром 30-80нм.

Якщо кількість оксидів металів чи напівметалів, які використовуються як джерело кисню, буде регулюватися на рівні приблизно 0,5% (мас), це дасть можливість запобігти збільшенню розмірів кристалічного зерна в процесі формування спіканням. Щоб збільшити ці ефекти бажано додати 1-10% (об.) а краще 3-5% (об.) дисперсанту кристалічних зерен, таких як AlN, NbN до суміші механічно сплавлених (MC) порошків.

Якщо процес механічного одержання сплаву (MC) застосовують для суміші порошків заліза, хрому, нікелю, марганцю, вуглецю або ін., з джерелом азоту, наприклад, нітридом заліза та додаванням компоненту, який має

більшу спорідненість з азотом, ніж залізо, наприклад, ніобій, тантал, хром або марганець, в кількості до 10% (мас), зменшення розміру кристалічного зерна в процесі МС буде більш ефективним.

Крім того, в процесі формування спіканням, вищезгадані додаткові компоненти сприяють збільшенню розчинності N у структурі (аустеніту) зі значним зменшенням коефіцієнту дифузії азоту, так, що, якщо температура, час, та ін. у процесі формування спіканням регулюється, завдяки цьому можна майже повністю запобігти денітрифікації структурної фази. Зрозуміло, що додавання таких елементів, що добре плавляться, як ніобій чи тантал, також сприяє запобіганню збільшення розмірів зерна кристалів у процесі формування спіканням.

Однак, використання вищезгаданих додаткових металів, крім марганцю, як елементів феритової стабілізації, буде неефективним, якщо не це буде здійснюватися у діапазоні, що не наносить шкоди стабільності структурі фази аустеніту.

Ще в одному прикладі використання винаходу механічне одержання сплаву (МС) застосовано до суміші порошків, що має склад аустенітної сталі з високим вмістом марганцю, приблизно 20-30% (мас), до складу якої входить залізо, марганець і вуглець. Процес проводять за допомогою кульового млина при кімнатній температурі в середовищі аргону або іншого газу.

Після цього, у процесі МС можна отримати порошок аустенітної сталі з високим вмістом марганцю та з нанокристалічним розміром зерна, рівня від декількох нм до декількох десятків нм. Як у першому, так і другому прикладі використання винаходу можна виготовити лист аустенітної сталі з високим вмістом марганцю товщиною 1,5мм, що має нанокристалічну структуру зерна величиною від 50 до 70нм.

Зміцнювання твердим розчином азоту сплаву цієї сталі з високим вмістом марганцю може бути більш ефективною при додаванні 0,1-5,0% (мас.) азоту. Таким чином, у винаході, метод механічного одержання сплаву (МС), застосований до порошкової суміші такої, як, наприклад, хромонікелева чи хромомарганцева, до складу яких входять такі елементи, як залізо з нікелем, хромом чи марганцем, а також вуглець і нітрид заліза, що додається як джерело азоту (N). У такий спосіб виготовляється порошок аустенітної сталі з високою концентрацією азоту, який має нано-розмір кристалічної структури зерен, у якому зміцнення забезпечується введенням твердого розчину в аустенітну фазу. Оскільки порошки аустенітної сталі ущільнюються при спіканні, наприклад при прокаті в оболонках чи при екструзії, кількість кисню у вигляді оксидів металів чи напівметалів, що неминуче утворюється на протязі процесу (МС), регулюється на рівні близько 0,5% (мас), у результаті чого збільшення розмірів кристалічного зерна стримується ефектом закріплення оксиду на границях зерен. Таким чином можна ефективно виготовляти нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі з високим вмістом азоту.

Також можливо ще більш ефективного виготовляти аустенітну сталь, що має нанокристалічну структуру зерна, з високим вмістом марганцю, застосовуючи процеси МС та формування спіканням, про які йшлося вище.

Приклади.

Нижче наводяться приклади винаходу з використанням графічних матеріалів.

Приклад 1.

На Фіг.1 показані зміни діаметрів зерен елементів суміші після 50-годинної обробки методом механічного сплавлення (МС) порошку, до складу якого входить залізо, кобальт і нікель у пропорції M85A15 (%) (де M - залізо, кобальт чи нікель), з додаванням 15% вуглецю (C), ніобію (Nb), танталу (Ta), титану (Ti), фосфору (P), бора (B), та інших елементів (позначених "A").

На Фіг.1 DFe, DCo, DNi - середній діаметр зерна (нм) механічно сплавлених елементів -заліза, кобальту і нікелю, відповідно. На Фіг.1, показано, що зменшення діаметру зерна таких елементів, як залізо, кобальт і нікель у процесі (МС) може бути більш ефективним при додаванні вуглецю, ніобію, танталу, титан та ін. елементів, при цьому можна досягти зменшення діаметру зерна на кілька нано-порядків.

Також з графічних матеріалів видно, що удосконаленню кристалічного зерна міді, алюмінію, титану, також сприяє застосування деяких елементів, особливо таких, як вуглець, фосфор і бор.

Приклад 2.

На Фіг.2 показана зміна коерцитивної сили He (кОе) у залежності від зміни діаметра D кристалічних зерен заліза і кобальту, отриманих після обробки механічним розмелюванням (MP).

На Фіг.2 видно, коерцитивна сила заліза і кобальту зменшується зі зменшенням діаметра зерна D до 20нм, що приводить до посилення ефекту м'якого магнетизму.

Приклад 3.

На Фіг.3 показаний результат витиснення матеріалу при 1000°C (тиск - 98 МПа) порошкового зразка TiC (a) і (b).

При порівнянні зразка (a), який проходив 100-годинну обробку (MP) із зразком (b), який таку обробку не проходив, видно, що частина зразка (a) витиснутого з апертури має довжину приблизно 12мм, тоді як зразок (b) має довжину приблизно 1-2мм. Така різниця між зразками відбуваються ймовірно через надпластичність зразка (a), кристалічне зерно якого зменшене до ультра малого рівня в процесі механічного розмелювання (MP).

Приклад 4.

На Фіг.4 показані результати дослідження за допомогою рентгенівської дифракції фази формування двох порошкових зразків (XRD: випромінення кобальту $K\alpha$, що має довжину хвилі $\lambda=0,179021$ нм) після процесу механічного одержання сплаву (МС). Механічне одержання сплаву (МС) було застосовано до хромонікелевого базового зразка (a) $Fe_{81-y}Cr_{19}Ni_y$ (% мас), де $y=8-17$, і (b) $Fe_{80.1-y}Cr_{19}Ni_yN_{0.9}$ (% мас), де $y=4-11$, в якому порошки Fe, Cr і Ni були змішані разом у сплав Fe-N (з вмістом азоту 5,85% мас). Зразки (a) і (b) були поміщені в сталевий циліндр із внутрішнім діаметром 75мм і висотою 90мм для обробки методом механічного одержання

сплаву протягом 720кс (200 годин) при кімнатній температурі, використовуючи звичайний кульовий млин. А саме, циліндр обертася зі швидкістю 385 обертів за хвилину, маса зразків складала 100 грамів (25 грамів у кожному циліндрі), і відношення маси куль хромистої сталі до маси порошкового зразку було 11,27:1.

На Фіг.4, значком "О" показується формування стадії аустеніту (γ) і значком • показується, рівень мартенситу (α'), що викликаний процесом МС.

На Фіг.4, видно, що при обробці зразків, які не містять азот (а), для одержання аустеніту вміст нікелю (у) повинен бути більше 14% (мас), (див. Фіг.4 (а)); однак, додавання азоту (N) 0,9% (мас.) дозволяє сформувати стадію аустеніту, коли вміст нікелю трохи більше 6% (мас). Це показує, що в цьому випадку процес аустенації значно прискорюється (див. Фіг.4 (b)), це дозволяє значно зменшити кількість нікелю, який має високу вартість і як правило використовується в процесі механічного одержання сплаву (МС) при виготовленні аустеніту.

На Фіг.5 показаний ефект застосування азоту при виготовленні аустеніту методом механічного сплавлення (МС). В цьому прикладі, метод механічного одержання сплаву (МС) був застосований до хромомарганцевого зразку $Fe_{63.1}Cr_{18}Mn_{15}Mo_3N_{0.9}$ (% маси) і при таких самих умовах до хромонокеелевого зразку (Фіг.4) (МС: протягом 200 годин, XRD: випромінювання кобальту Ка, що має довжину хвилі $\lambda=0,179021$ нм).

На Фіг. 6 подаються результати рентгенівської дифракції (XRD) зразка аустеніту (у), виготовленого в процесі МС, значок "О" показує рівень магнітних властивостей (відсутність магнітних властивостей в фазі аустенізації).

На Фіг.6, показані результати вимірювання рівня намагнічування M_{max} (емо/г) зразків матеріалів $Fe_{69.1}Cr_{19}Ni_{11}N_{0.9}$ та $Fe_{63.1}Cr_{18}Mn_{15}Mo_3N_{0.9}$ (% маси), отриманих при застосуванні (МС) при кімнатній температурі, для дослідження використовувався вібраційний аналізатор магнітних властивостей (VSM), результати подаються як графік функції МС часу t (кс) (у магнітному полі 15кОе).

На Фіг.6 видно, що обидва механічно сплавлені зразки набувають властивість аустеніту (антимагнітну властивість) - значне зниження значення M_{max} коли значення t дорівнює або близьке до 450кс (150 годин).

Приклад 4 та Фіг.4 і 5 показують, що для одержання порошку сталі аустеніту з високим вмістом азоту, приблизно 0,9% маси, згідно з винаходом, процес механічного сплавлення

(МС) має здійснюватися протягом 50-200 годин, при цьому матеріал виготовляється шляхом змішування таких елементів, як залізо з хромом, нікелем, марганцем або ін. елементами разом з порошками сплаву Fe-N в якості джерела азоту.

При збільшенні кількості сплаву Fe-N, можна легко виготовити порошки сталі аустеніту з високим вмістом азоту, що мають концентрацію азоту приблизно 5% маси.

Як зазначається, зразки, з якими проводилися XRD і VSM дослідження, є аустенітом, отриманим при використанні процесу (МС) для формування спіканням, як зазначається у Прикладах 5-16, наведених нижче.

Приклад 5.

На Фіг.7 показаний процес формування матеріалу із зразків, виготовлених із застосуванням (МС), методом іскрового плазменного спікання (ШС), використовуючи універсальну машину з джерелом живлення ($DC3 \pm 1$ V, 600 ± 100 А).

Приблизно 3-5 грамів механічно сплавленого (МС) порошку поміщали в графітовий пуансон, внутрішній діаметр якого 10мм, зовнішній діаметр 40мм і висотою 40мм, так, щоб отримати дискову форму виробу діаметром 10мм і товщиною приблизно 5мм. Потім на матеріал знизу і зверху здійснювався тиск (σ) 49МПа, процес формування спіканням відбувався у вакуумі. Температура (Т) формування спіканням була в межах $650^{\circ}C-1000^{\circ}C$ ($923-1273^{\circ}K$), а час витримки в кожній температурній фазі формування був 300 секунд (5 хвилин).

Приклад 6.

На Фіг.8 показаний приклад процесу формування спіканням механічно сплавлених (МС) порошків методом ПО (прокату в оболонках).

Приблизно 10гр. механічно сплавленого (МС) порошку поміщали у трубу (SUS 316) з нержавіючої сталі (оболонку) із внутрішнім діаметром приблизно 7 мм для формування спіканням при температурі (Т) від 650 до $1000^{\circ}C$ у вакуумі, і обробляли прокатною машиною.

Слід зазначити, що що:

температура при прокаті в оболонці була в межах від 650 до $1000^{\circ}C$;

час витримки перед першим прокатом був 900 секунд (15 хвилин),

а час витримки перед другим прокатом був 300 секунд (5 хвилин).

Приклад 7

Фіг.9 - діаграма XRD (XRD: випромінювання кобальту $K\alpha$, що має довжину хвилі $\lambda=0,179021$ нм) механічно сплавленого матеріалу $Fe_{60.55}Cr_{18}Mn_{18}Mo_3N_{0.45}$ (% маси) до і після іскрового плазменного спікання (ІПС) при температурі $900^{\circ}C$, показує, що навіть після ІПС зразок знаходиться в стадії аустеніту (γ). На Фіг.9 "МС" і "ІПС" показники матеріалу до і після іскрового плазменного спікання (ІПС).

Фіг.10 - фотографія зразка матеріалу, отриманого у процесі іскрового плазменного спікання (ІПС), зроблена за допомогою електронного мікроскопа (SEM).

У Таблиці 1 наведені середні діаметри кристалічного зерна (D) механічно сплавленого (МС) матеріалу $Fe_{60.55}Cr_{18}Mn_{18}Mo_3N_{0.45}$ (% маси) до і після іскрового плазменного спікання (ІПС) при температурі $900^{\circ}C$.

Середні діаметри кристалічного зерна (D) механічно сплавленого (MC) матеріалу Fe _{60.55} Cr ₁₈ Mn ₁₈ Mo ₃ N _{0.45} (% маси) до і після іскрового плазменного спікання (ІПС) при температурі 900°C.		
Кристалічне зерно Діаметр, нм	До обробки ІПС (MC)	Після обробки ІПС (ІПС)
D	12	45

У Таблиці 1, діаметр зерна (D) був розрахований за допомогою рівняння Scherrer, на основі результатів випробування матеріалу у відповідності до діаграми XRD, яка показана на Фіг.9. Результати, отримані при цьому, відповідають діаметру зерна, що отриманні при дослідженні SEM, які показані на Фіг.10.

Приклад 7, Фіг.9 і Таблиця 1 свідчить, що згідно з винаходом, нано-структура матеріалу зберігається навіть після формування матеріалу в процесі іскрового плазменного спікання (ІПС), хоча спостерігається незначне зростання розміру зерна.

Приклад 8.

На Фіг.11 у вигляді графіка показана залишкова норма азоту Re (%) після формування матеріалу при температурі 900°C із різних механічно сплавлених (MC) порошків (a) - (g).

(a) Fe_{60.55}Cr₁₈Mn₁₈Mo₃N_{0.45} (%мас),

(b) Fe_{60.6}Cr₁₈Mn_{17.5}Mo₃N_{0.9} (% мас),

(c) Fe_{63.1}Cr₁₈Mn₁₅Mo₃N_{0.9} (% мас),

(d) Fe_{72.1}Cr₁₉Ni₈N_{0.9} (% мас),

(e) Fe_{67.1}Cr₁₉Ni₈Mn₅N_{0.9} (%мас),

(f) Fe_{68.1}Cr₂₃Ni₈N_{0.9} (% мас), і

(g) Fe_{64.1}Cr₂₀Ni₈Mn₅Nb₂N_{0.9} (% мас.) .

Re (%): (Ns/Nm)x100, де Nm - вміст азоту в механічно сплавлених зразках матеріалу (% маси), і Ns - вміст азоту в зразках після (ІПС).

З Фіг.11 видно, що хромомарганцеві зразки (a), (b) і (c) мають значення Re, яке дорівнює 100%, тоді як хромонікелевий зразок (d) (нержавіюча сталь з високим вмістом азоту, що має еквівалент складу сталі SUS 304) має значення Re приблизно 85; близько 15% азоту, який входив до складу механічно сплавленого (MC) зразку, був втрачений у процесі (ІПС). Однак, залишкова норма азоту Re у зразку (e), де додається марганець, у зразках (d), і (f), де збільшено вміст хрому, збільшується. При комплексному застосуванні таких елементів, як марганець, хром і ніобій, які використовуються для збільшення рівня Re, як це спостерігається у зразку (g), можна забезпечити підвищення Re до 100%, а денітрифікацію в процесі можна успішно стримувати.

На Фіг.12 показані результати дифракції за допомогою рентгенівських променів зразків, отриманих методом електроплазменного спікання (ІПС) матеріалів (d) і (g), що наводяться на Фіг.11 (XRD: випромінювання радіоактивної міді K α , що має довжину хвилі $\lambda=0.154051$ нм). З прикладу видно, що зразок (d) має структуру з фазами фериту(α) та Cr₂N, які утворились в процесі ІПС обробки аустеніту (γ), в той час, як зразок (g) зберігає однофазну структуру аустеніту, неущожену навіть при обробці ІПС.

Приклад 9.

У Таблиці 2 наводяться: середній розмір діаметра зерна - D, величина твердості за Віккерсом - Hv, межа плинності при розтяганні - $\sigma_{0.2}$, межа міцності при розтяганні - σ_B , величина подовження - δ , вміст кисню й азоту в механічно сплавленому (MC) зразку Fe_{64.1}Cr₂₀Ni₈Mn₅Nb₂N_{0.9} (% маси), обробленому методом ІПС чи ПО при температурі 900°C, і тестового зразка, отриманого в процесі ПО з наступним відпалом (при температурі 1500°C протягом 15 хвилин).

Таблиця 2.

Середній розмір діаметра зерна - D, величина твердості за Віккерсом - Hv, межа плинності при розтяганні - $\sigma_{0.2}$, межа міцності при розтяганні- σ_B , величина подовження - δ , вміст кисню й азоту в механічно сплавленому (MC) зразку Fe_{64.1}Cr₂₀Ni₈Mn₅Nb₂N_{0.9} (% маси), обробленому методом ІПС чи ПО при температурі 900°C, і тестового зразка, отриманого в процесі ПО з наступним відпалом (при температурі 1500°C протягом 15 хвилин).

Таблиця 2							
Зразок	Dnm	HN	$\sigma_{0.2}$ МПа	σ_B МПа	δ %	Рівень кисню	Рівень азоту
ІПС зразок*	27	690	—	—	—	0,582	0,892
ПО зразок **	29	750	1450	2810	4	0,591	0,887
ПО зразок ***	35	745	1400	2640	3	0,477	0,902
ПО+відпал	98	670	1600	2850	зо	0,594	0,898
Сталь SUS 304	75000	160	280	590	Понад 40		

Вміст кисню та азоту визначався в % (мас), лист сталі SUS 304 був виготовлений за допомогою технології твердих розчинів.
Значення D були розраховані з використанням рівняння Scherrer.
* - діаметр: 10мм, товщина: 5мм;
** - зразок, що піддавався розтягнню, мав ширину - 4,5мм, довжину - 12мм і товщину - 1,3мм.
*** - оброблені методом ПО порошки аустенітної сталі, що були виготовлені методом механічного сплавлення (MC) протягом 250 годин в середовищі азоту.

Приклад 10.

У Таблиці 3 відображені: середній розмір діаметру зерна - D, величина твердості за Віккерсом - Hv, межа

плинності при розтяганні - σ 0.2, межа міцності при розтяганні - σ_B , величина подовження - δ , вміст кисню й азоту в механічно сплавлених (МА) зразків (а) $Fe_{63.1}Cr_{18}Mn_{15}Mo_3N_{0.9}$ (% маси) і (b) $Fe_{65.55}Cr_{25}Ni_5Mo_4N_{0.45}$ (% маси), оброблених методом ІПС чи ПО при температурі 900°C, а також тестового зразка, отриманого в процесі ПО з наступним відпал (при температурі 1150°C протягом 15 хвилин).

Таблиця 3.

Середній розмір діаметру зерна - D, величина твердості за Вікерсом- Hv, межа плинності при розтяганні - σ 0.2, межа міцності при розтяганні - σ_B , величина подовження - δ , вміст кисню й азоту в механічно сплавлених (МС) зразках (а) $Fe_{63.1}Cr_{18}Mn_{15}Mo_3N_{0.9}$ (% маси) і (b) $Fe_{65.55}Cr_{25}Ni_5Mo_4N_{0.45}$ (% маси), оброблених методом ІПС чи ПО при температурі 900°C, і тестового зразка, отриманого в процесі ПО з наступним випалом (при температурі 1150°C протягом 15 хвилин).

Таблиця 3								
Зразок	Процес	D	HN	σ 0.2	σ_B	δ %	Кисень	Азот
		нм		МПа	МПа	%	%	%
a	ПО	110	830	1510	2680	3	0.598	0.902
a	ПО+Відпал	153	760	1560	2790	24	0.604	0.846
b	ПО	82	850	1450	2820	2	0.443	0.453
b	ПО+Відпал	90	810	1600	2940	20	0.448	0.449
a: зразок аустенітної сталі								
b: зразок аустенітно-феритної сталі								

Приклад 11.

У Таблиці 4 подаються: середній розмір діаметру зерна - D, величина твердості за Вікерсом- Hv, межа плинності при розтяганні- σ 0.2, межа міцності при розтяганні - σ_B , величина подовження - δ , вміст кисню й азоту механічно сплавленого (МС) зразків матеріалу (а) $Fe_{69.2}Mn_{30}C_{0.8}$ (% маси), (b) $Fe_{64.1}Mn_{30}Cr_5C_{0.8}N_{0.1}$ (% маси), (c) $Fe_{64.2}Mn_{30}Al_5C_{0.8}$ (% маси), оброблених методом ІПС чи ПО при температурі 900°C, а також тестового зразка, отриманого в процесі ПО з наступним відпалом (при температурі 1150°C протягом 15 хвилин).

Таблиця 4

Середній розмір діаметру зерна - D, величина твердості за Вікерсом - Hv, межа плинності при розтяганні- σ 0.2, межа міцності при розтяганні - σ_B , величина подовження - δ , вміст кисню й азоту зразків механічно сплавленого (МС) матеріалу (а) $Fe_{69.2}Mn_{30}C_{0.8}$ (% маси), (b) $Fe_{64.1}Mn_{30}Cr_5C_{0.8}N_{0.1}$ (% маси), (c) $Fe_{64.2}Mn_{30}Al_5C_{0.8}$ (% маси), оброблених методом ІПС чи ПО при температурі 900°C, а також тестового зразка, отриманого в процесі ПО з наступним відпалом (при температурі 1150°C протягом 15 хвилин).

Таблиця 4								
Зразок*	Процес	D	HN	σ 0.2	σ_B	δ	Кисень	Азот
		нм		МПа	МПа	%	%	%
a	ПО	14	690	1530	2520	4	0.603	—
b	ПО	10	810	1640	2960	3	0.594	0.101
b	ПО+Відпал	105	705	1800	2870	26	0.589	0.103
c	ПО	13	740	1600	2630	5	0.598	—
* товщина листа сталі 1,3мм								

З Прикладу 9 і Таблиці 2, видно, що згідно з винаходом, коли нанокристалічна аустенітна сталь з високим вмістом азоту (концентрація азоту: 0,9% маси), що відповідає складу сталі SUS 304, формують спіканням, а саме, методом прокату в оболонках (ПО), твердість матеріалу підвищується в чотири рази (що вище твердості структури мартенситної сталі з високим вмістом вуглецю), а межа плинності при розтяганні збільшується приблизно в шість разів (що відповідає межі плинності при розтяганні спеціальної сталі) як у нержавіючої сталі SUS 304, що виробляється методом плавлення, а додатковий відпал дозволяє виготовляти матеріал, який краще розтягується.

З Таблиці 2 видно, що, у процесі МС навіть коли N₂ використовується як газ, можна отримати матеріал, що має властивості розтягання аналогічні сталі з високим вмістом азоту.

З Прикладу 10 і Таблиці 3 (результати випробувань зразка (а)), стає зрозумілим, що навіть з матеріалу з високим вмістом азоту типу Cr-Mn зі складом таким, як $Fe_{63.1}Cr_{18}Mn_{15}Mo_3N_{0.9}$ (% маси), у результаті процесу ПО та додаткового відпалу можна одержати матеріал високої міцності і пластичності, типу Cr-Ni, як це показано в Таблиці 2.

З Таблиці 3 (результати випробувань зразку (b)), видно, що аустенітно-феритовий матеріал (з феритовою фазою приблизно 40%), через значне гальмування збільшення розмірів зерна у процесі ПО, може мати механічні властивості такі як твердість і міцність (σ 0.2 і σ_B) майже аналогічні аустенітним матеріалам.

З Прикладу 11 і Таблиці 4, видно, що навіть при процесі формування спіканням матеріали, отримані із зразків $Fe_{69.2}Mn_{30}C_{0.8}$ (%маси), $Fe_{64.1}Mn_{30}Cr_5C_{0.8}N_{0.1}$ (% маси) і $Fe_{64.2}Mn_{30}Al_5C_{0.8}$ (% маси) з високим вмістом вуглецю і марганцю, може мати твердість приблизно в чотири рази більше, ніж аустенітна сталь з високим вмістом марганцю, яка виготовлена плавленням (наприклад, сталь SCMnH₃, до складу якої входить 11-14% мас. Mn та 0,9-1,2% мас. C (з температурою загартування від 1000 °C), і високими показниками

твердості і пластичності.

Приклад 12

Іскрове плазменне спікання, екструзія, гаряче спікання під ізостатичним тиском (ГІТ) при температурі 900 °С чи холодне пресування при звичайній температурі було застосовано до зразків порошків $\text{Fe}_{64.1}\text{Cr}_{20}\text{Ni}_8\text{Mn}_5\text{Nb}_2\text{N}_{0.9}$ (% маси) після процесу механічного одержання сплаву (МС), після цього слідував процес гарячого прокату при температурі 900°С, після цього відпал при температурі 1150°С протягом 15 хвилин, і нарешті загартування у воді. У Таблиці 5 наведені: Середній розмір діаметру зерна - D, величина твердості за Вікерсом - Hv, межа плинності при розтяганні - $\sigma_{0.2}$, межа міцності при розтяганні- σ_B , величина подовження - δ , і ударна в'язкість за Шарпі Е зразків (а)-(g), отриманих способом формування спіканням.

Відзначається, що процес формування спіканням зразку (b) проводився шляхом прокату у вакуумі і що був застосований JIS (японський промисловий стандарт) №6 при випробуванні зразків (розміри: ширина - 5мм і товщина - 2мм) на розтягання, у той час як при перевірці V-зазубрені зразки (розміри: ширина 5мм, висота - 5мм і довжина - 55мм) використовувалися для випробування впливу ударної в'язкості за Шарпі.

Таблиця 5

Середній розмір діаметру зерна - D, величина твердості за Вікерсом- Hv, межа плинності при розтяганні- $\sigma_{0.2}$, межа міцності при розтяганні - σ_B , величина подовження - δ , і ударна боязкість за Шарпі Е зразків (а)-(g), отриманих способом формування спіканням з порошку $\text{Fe}_{64.1}\text{Cr}_{20}\text{Ni}_8\text{Mn}_5\text{Nb}_2\text{N}_{0.9}$ (% маси), виготовленого методом механічного сплавлення (МС).

Таблиця 5							
Зразки, виготовлені способом механічного сплавлення (МС)							
Зразок	Метод формування спіканням	D нм	HN	$\sigma_{2,0}$ МПа	σ_B МПа	δ %	ЕМДж/м ²
a	ІПС+Прокат+Відпал	105	690	1650	2890	32	2,0
b	ІПС+Прокат*+Відпал	93	670	1050	1360	18	1,0
c	ЕК+Прокат+Відпал	152	620	1870	3040	35	2,8
d	КВ+Прокат+Відпал	168	610	1790	2830	29	2,5
e	ГІТ+Прокат+Відпал	210	540	1520	2050	34	1,4
f	ГП+Прокат+Відпал	96	580	1440	1980	20	1,7
g	ХП+Прокат+Відпал	70	600	1020	1200	17	0,8
ЕК-екструзія КВ-кування ГП-гаряче пресування ХП - холодне пресування * Середовище прокату: повітря ІПС: тиск 49МПа ГП: тиск 50МПа Екструзія: коефіцієнт екструзії 3 Гаряче пресування: тиск 60МПа Кування: коефіцієнт кування 2 Холодне пресування: тиск 650МПа.							

Якщо порівнювати Приклад 12 і результати випробувань зразку (а), що зазначені в Таблиці 5 із Прикладом 9 і результатами випробувань зразку, отриманого в процесі "ПО плюс випал", зазначеними у Таблиці 2, зрозуміло, що додаткова обробка прокатом, застосована до матеріалу, отриманого за допомогою ІПС, сприяє значному підвищенню показників механічних властивостей, збільшенню міцності, тобто наявний вплив обробки прокатом.

Ефект прокату стає більш очевидним, коли процеси формування, що призводять до деформації зсуву, наприклад, екструзія і кування, застосовуються перед прокатом до зразків, наприклад, (с) і (d), зазначених у Таблиці 5.

З Прикладу 12 і Таблиці 5 видно, що навіть при застосуванні формування спіканням, як зазначено в Таблиці 5, кристалічна структура виробленого матеріалу залишається обмеженою нано-розмірами на рівні 90-200нм, і що при застосуванні формування спіканням до зразків (с) і (d) можна легко одержати міцний надтвердий нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу концентрацію азоту, високу міцність і твердість.

Приклад 13

На Фіг.13 показаний циліндричний зразок діаметром 5мм, що має кільцеподібний виріз у центрі, який випробовували при перевірці уповільненого руйнування. Випробування проводилося шляхом застосування сили розтягання з двох кінців зразка.

А саме, вищезгаданий зразок був одержаний з використанням процесу екструзії з матеріалу $\text{Fe}_{64.1}\text{Cr}_{20}\text{Ni}_8\text{Mn}_5\text{Nb}_2\text{N}_{0.9}$ (% маси), виготовленого методом механічного сплавлення (МС) при температурі 900°С з наступним відпалом при температурі 1150°С протягом 15 хвилин, і загартуванням у воді. При випробуванні було визначено, що матеріал має межу плинності при розтяганні $\sigma_{0.2}$ -1690МПа, межа міцності при розтяганні σ_B -2880 МПа, величину подовження δ - 34%.

Дане випробування зразку проводилося у воді (23 °С), навантаження розтягання величиною 1600МПа застосовувалося безупинно протягом 100 годин. При цьому руйнування не відбувалося взагалі.

Приклад 14

Співвідношення між величиною вмісту азоту x і величиною твердості за Вікерсом Hv матеріалу, отриманого методом ПО з аустенітної сталі з високим вмістом азоту ($\text{Fe}_{65-x}\text{Cr}_{20}\text{Ni}_8\text{Mn}_5\text{Nb}_2\text{N}_x$ (% мас, x=0,45, 0,7 і 0,9),

виготовленої методом механічного сплавлення (МС) наведені нижче у Таблиці 6.

Таблиця 6

Співвідношення між концентрацією (вмістом) азоту і величиною твердості за Вікерсом Нv матеріалу, отриманого методом ПО з аустенітної сталі з високим вмістом азоту ((% мас, і $x=0,45, 0,7$ і $0,9$), виготовленої методом механічного сплавлення (МС), (температура: 900°C)

Таблиця 6			
Концентрація азоту (% мас.)	0,45	0,7	0,9
HN	500	600	750

Приклад 15. Співвідношення між величиною вмісту азоту і величиною твердості за Вікерсом Нv аустенітної сталі (ефект азоту в твердому розчині) показані в Таблиці 7.

Таблиця 7

Співвідношення між величиною вмісту азоту і величиною твердості за Вікерсом Нv аустенітної сталі (ефект азоту в твердому розчині)

Таблиця 7			
Зразок	Вміст азоту %(мас.)	HN	Діаметр кристалічного зерна D(нм)
a	0,035	400	35
b	0,9	750	30

a: лист сталі, отриманий методом (МС), зформований методом ПО з порошку нержавіючої сталі SUS 304, оброблений МР (механічним розмелюванням) протягом 10 годин і відпалений (1150°C X 15 хвилин/охолодження водою).

b: лист стали, виготовлений при температурі 900°C з порошку, отриманого в процесі 200 годинної обробки суміші $\text{Fe}_{64,1}\text{Cr}_{20}\text{Ni}_8\text{Mn}_5\text{Nb}_2\text{N}_{0,9}$ (% мас.) способом (МС)

Приклад 16

Співвідношення між середнім діаметром частки D величиною твердості за Вікерсом Нv аустенітної сталі (ефект МС по зменшенню розмірів кристалічних зерен) наводиться в Таблиці 8.

Таблиця 8

Співвідношення між середнім діаметром частки D та величиною твердості за Вікерсом Нv аустенітної сталі (ефект МС по зменшенню кристалічних зерен)

Таблиця 8		
Зразок	D(hm)	HN
A	75 000	≤ 200
B	35	400

A: лист нержавіючої сталі SUS 304, виготовлений плавленням (N - приблизно 0,035% мас), і

B: лист сталі, отриманий методом (МС), зформований методом ПО з порошку нержавіючої сталі SUS 304, оброблений МР (механічним розмелюванням) протягом 10 годин і відпалений (1150°C X 15 хвилин/охолодження водою).

З Прикладу 15 (Таблиця 7) і Прикладу 16 (Таблиця 8) видно, що при збільшенні концентрації азоту механічно сплавленого (МС) аустенітного матеріалу до 0,9% маси, твердість матеріалу стає приблизно в 8 разів вище, ніж нержавіючої сталі SUS 304, виготовленого плавленням, чому сприяє не тільки ефект азоту в твердому розчині, але також і ефект зменшення розмірів кристалічних зерен у процесі МС.

Промислова придатність винаходу.

Нижче наводяться приклади використання матеріалу з структурою аустенітної сталі, отриманого при використанні даного винаходу.

Аустенітна сталь з високим вмістом азоту.

Як зазначається нижче, матеріали з структурою аустенітної сталі з високим вмістом азоту мають загальні властивості. Вони мають високу твердість, а також антикорозійну стійкість і антимагнітні властивості. Крім того, вони не стають істотно м'якше при підвищенні температури до $200-300^{\circ}\text{C}$, що спостерігається у сталевих матеріалів мартенситного чи феритного типу, і вони менш крихкі при кімнатній температурі або при температурі нижчій за кімнатну.

Іншою важливою особливістю є те, що зразки нанокристалічної аустенітної сталі з високим вмістом азоту згідно з винаходом, що мають концентрацію азоту приблизно 0,9% мас, яка є еквівалентною кількості азоту у складі нержавіючої сталі SUS 304, мають твердість приблизно в чотири рази вище твердості структури мартенситної сталі з високим вмістом вуглецю і в шість разів вище силу міцності (що є еквівалентом межі міцності надтвердої сталі). Крім того, у матеріалі не спостерігається ефекту уповільненого руйнування від впливу сили на відміну від сталевих матеріалів, таких, як мартенсити чи ферити.

Таким чином, нанокристалічні аустенітні сталі з високим вмістом азоту згідно з винаходом, через наявність таких особливостей, про які згадано вище, можуть знайти широкий спектр застосування, включаючи болти з високим ступенем міцності при розтяганні або куленепробивні матеріали, або механічні частини деталей та інструментів та надтверді деталі для високотемпературних процесів.

(1) Болти та гайки високої міцності при розтяганні та (інструменти механічної фіксації)

Як правило, мартенситні чи феритні сталеві матеріали часто використовуються для виготовлення болтів високої міцності та інструментів механічної фіксації, але якщо на такі матеріали впливати силою понад 70-80кг/мм², вони стають сприйнятливими до ефекту уповільненого руйнування навіть при впливі статичної сили розтягання нижче межі плинності. З цієї причини, такі матеріали не використовуються для виробництва болтів високої міцності і матеріалів механічної фіксації, які повинні мати межу плинності при розтяганні вище 70-80кг/мм². Однак, в аустенітній сталі з високим вмістом азоту, згідно з винаходом, через наявність високої твердості, у зв'язку з тим, що її структура складається з аустеніту, ефект уповільненого руйнування, як описано вище, не спостерігається. Отже, через наявність властивостей, описаних вище, нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, згідно з винаходом, може бути використаний як для виробництва болтів високої міцності і матеріалів механічної фіксації, так і деталей літаків і автомобілів, при цьому їх вага може бути значно зменшена.

(2) Куленепробивні сталеві листи і куленепробивні жилети.

Як відомо, вага куленепробивного жилету, що використовується для військових, досягає 40-50кг. Крім того, цей жилет повинен мати надзвичайно високі експлуатаційні характеристики; у цифрах межа міцності повинна бути 250кг/мм², і подовження 5-10%. Однак, жоден з матеріалів, що зараз застосовуються, не має таких властивостей.

(3) Підшипники.

Більшість сталевих матеріалів, що використовуються для виготовлення підшипників, мають відносно вузький температурний діапазон через нестійкість структури мартенситу, що формує структуру фрикційних і несучих частин. Однак, аустенітна сталь згідно з винаходом може використовуватися в більш широкому температурному діапазоні, наприклад, до температури близько 600°C, ніж матеріали, які використовувалися раніше, через відсутність різкого падіння міцності та твердості в високотемпературному режимі.

Необхідно відзначити що, коли аустенітна сталь з високою місткістю азоту даного винаходу, використовується для частин підшипників, що рухаються, кількість використовуваного матеріалу може бути значно зменшена через його властивості міцності, при цьому може заощаджуватися не тільки сам використовуваний матеріал, але й електроенергія у наслідок значного зниження відцентрової сили частин підшипників, що рухаються.

(4) зубчаті передачі

Сталеві матеріали, що використовуються для виготовлення більшості зубчатих передач повинні мати суперечливі властивості: зносостійкість поверхні (поверхні голівки зубця) і міцність всередині. Тому необхідна обробка поверхні для надання додаткової твердості і доводиться покладатися на складні технології, які включають, наприклад, цементацію поверхні голівки зубця та зміцнювання і відпуск. Тому такі матеріали піддаються спеціальній обробці, шляхом обробки вуглецем поверхні інструменту, що посилює міцність і твердість. У той же час, міцний надтвердий нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі за даним винаходом, виготовлений методом екструзії, може бути використаний для цих цілей без додаткової спеціальної обробки.

Зубчаті передачі, виготовлені з нано-кристалічної аустенітної сталі, можуть використовуватися в більш широкому температурному діапазоні в порівнянні зі звичайними, поверхні яких виготовлені з мартенситу.

(5) Інструменти для гарячої обробки і екструзії.

Зміцнені та загартовані матеріали часто використовуються для виготовлення високотемпературних ріжучих інструментів. Наприклад, високошвидкісні ріжучі сталеві інструменти на молібденовій основі мають властивості ставати м'якшими при температурі вищій 400°C, внаслідок того, що структура такого матеріалу складається з загартованої фази мартенситу, яка стає нестабільною при підвищенні температури. Однак, нано-кристалічна аустенітна сталь з високим вмістом азоту згідно з винаходом може з успіхом використовуватися для виробництва інструментів для гарячої обробки, тому що її структура має стійку фазу.

Нано-кристалічна аустенітна сталь з високим вмістом азоту згідно з винаходом може також більш ефективно використовуватися для інструментів екструзії, які в процесі використання зазнають значних теплових навантажень.

(6) Медичні інструменти та ін.

У Європі й Америці використання аустенітної сталі такої, як хромонікелева сталь SUS 304 у сфері, пов'язаною з людиною, заборонено, внаслідок можливих проблем через утворення невеликої кількості іонів нікелю в процесі використання, що може спричинити запалення шкіри. Тому з аустенітних сталей, які не містять нікелю, привертає увагу нержавіюча хромомарганцева аустенітна сталь з високим вмістом азоту.

Нанокристалічна хромомарганцева аустенітна сталь згідно з винаходом, яка має антимагнітні властивості, має також високу твердість, міцність і покращені антикорозійні якості, а також вона не крихка навіть при низьких температурах завдяки тому, що її основою є аустенітна фаза.

Через такі властивості хромомарганцева аустенітна сталь згідно з винаходом, про яку зазначається вище, що має антимагнітні властивості, може стати перспективним матеріалом для виготовлення хірургічних ножів, медичних низькотемпературних інструментів, інструментів з гострими краями таких, як універсальні ножі і ножиці, інструментів типу свердл тощо.

Формула винаходу

1. Нанокристалічний матеріал з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, який виконаний у вигляді агрегату з аустенітних нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту.

2. Нанокристалічний матеріал за п. 1, який містить до 50 % нанокристалічних зерен фериту.

3. Нанокристалічний матеріал за п. 1 або 2, який містить 0,1-5,0 мас. % азоту.

4. Нанокристалічний матеріал за п. 1 або 2, або 3, який містить 0,01-1,0 мас. % кисню у вигляді оксидів металів або напівметалів.

5. Нанокристалічний матеріал за п. 1 або 2, або 3, який містить 1-30 мас. % сполук азоту.

6. Нанокристалічний матеріал за будь-яким з пп. 1-5, який містить метал, що має більшу спорідненість з азотом, ніж залізо, такий як ніобій, тантал, марганець або хром, і який запобігає денітрифікації в процесі формування спіканням.

7. Нанокристалічний матеріал за будь-яким з пп. 1-6, який містить суміш, мас. %: 12-30 хрому, 0-20 нікелю, 0-30 марганцю, 0,1-5 азоту та 0,02-1,0 вуглецю, решта - залізо.

8. Нанокристалічний матеріал, за будь-яким з пп. 1-6, який містить суміш, мас. %: 12-30 хрому, 0-20 нікелю, 0-30 марганцю, не більше 30 азоту (у вигляді сполук) та 0,01-1,0 вуглецю, решта - залізо.

9. Нанокристалічний матеріал за одним з пп. 1-6, який містить суміш, мас. %: 4-40 марганцю, 0,1-5 азоту, 0,1-2,0 вуглецю та 3-10 хрому, решта - залізо.

10. Нанокристалічний матеріал за будь-яким з пп. 1-6, який містить суміш, мас. %: 4-40 марганцю, не більше 30 азоту (у вигляді сполук), 0,1-2,0 вуглецю та 3-10 хрому, решта - залізо.

11. Нанокристалічний матеріал, за будь-яким з пп. 1-10, який виготовлений механічним сплавленням (МС) з використанням кульового млина або подібного пристрою.

12. Нанокристалічний матеріал за будь-яким з пп. 1-11, який містить 0,3-1,0 мас. % твердого розчину азоту та має діаметр кристалічного зерна 50-1000 нм.

13. Нанокристалічний матеріал за будь-яким з пп. 1-11, який містить 0,4-0,9 мас. % твердого розчину азоту та має діаметр кристалічного зерна 75-500 нм.

14. Нанокристалічний матеріал за будь-яким з пп. 1-11, який містить 0,4-0,9 мас. % твердого розчину азоту, та має діаметр кристалічного зерна 100-300 нм.

15. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає:

змішування дрібнозернистих порошків, що є компонентами для отримання певного різновиду аустенітної сталі, таких як залізо та хром, нікель, марганець, вуглець або подібних, з речовиною, яка є джерелом азоту, взятою в кількості, достатній для отримання матеріалу з вмістом 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту,

механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або подібного пристрою, з отриманням дрібнозернистих порошків нанокристалічної аустенітної сталі з високим вмістом азоту,

ущільнювальну обробку порошків нанокристалічної аустенітної сталі одним чи більше методами, вибраними з групи, яка складається з: (1) гарячого пресування, (2) холодного пресування, (3) холодного пресування під ізостатичним тиском, (4) гарячого спікання під ізостатичним тиском (ГІТ), (5) іскрового плазмового спікання і (6) штампування, при температурі нижче 800 °C для запобігання денітрифікації матеріалу при наступному формуванні спіканням,

формування спіканням отриманих ущільнених порошків нанокристалічної аустенітної сталі шляхом (7) кування і/або екструзією для створення зсувного зусилля в сталевому матеріалі для утворення атомарних зв'язків між частинками порошку завдяки видаленню окисних плівок або шарів на частинках порошку.

16. Спосіб за п. 15, який включає обробку сформованого спіканням сталевго матеріалу прокатуванням для надання йому потрібної форми.

17. Спосіб за п. 15, в якому ущільнювальну обробку виконують методом штампування вибухом.

18. Спосіб за п. 15, в якому ущільнювальну обробку і формування спіканням здійснюють у звичайній атмосфері, в атмосфері, що запобігає окисненню, або вакуумі з наступним швидким охолодженням.

19. Спосіб за п. 15, в якому ущільнювальну обробку і формування спіканням здійснюють у вакуумі або атмосфері, що запобігає окисненню, з отриманням в результаті матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту і має зерна діаметром 50-1000 нм.

20. Спосіб за п. 15 або 17, в якому після ущільнювальної обробки і формування спіканням здійснюють прокатування і швидке охолодження.

21. Спосіб за п. 15 або 19, при якому оброблений одним з вказаних методів продукт відпалюють при температурі 800-1250°C протягом 60 хв. або менше і потім швидко охолоджують.

22. Спосіб за п. 18 або 20, при якому підданий швидкому охолодженню продукт відпалюють при температурі 800-1250°C протягом 60 хв. або менше і потім швидко охолоджують.

23. Спосіб за будь-яким з пп. 15-22, в якому як джерело азоту використовують одну або більше речовини, вибрану з групи, яка складається з газоподібного азоту, газоподібного аміаку, нітриду заліза, нітриду хрому і нітриду марганцю.

24. Спосіб за будь-яким з пп. 15-23, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі яким є інертний газ, наприклад аргон, газоподібний азот, аміак або суміш, що містить два чи більше з цих газів.

25. Спосіб за будь-яким з пп. 15-24, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі яким є газ з додаванням речовини-відновника, наприклад газоподібного водню.

26. Спосіб за будь-яким з пп. 15-23, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі яким є вакуум або середовище з речовиною-відновником, наприклад газоподібним воднем, що додається до вакууму або до

відновлювального середовища.

27. Спосіб за будь-яким з пп. 15-26, в якому порошки, що утворюють компоненти певного різновиду аустенітної сталі, такі як залізо, хром, нікель, марганець, а також вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10 об. % таких нітридів металів, як AlN, NbN, Cr₂N, або з 0,5-10 мас. % металів, які мають хімічне споріднення з азотом більше, ніж залізо, наприклад ніобій, тантал, марганець, хром, вольфрам чи молібден або кобальт, і речовинами, які є джерелом азоту, та вказані нітриди диспергують, або вказані метали або нітриди, карбонітриди чи подібні до них речовини осаджують та диспергують в процесі механічного сплавлення та в охарактеризованих в пп. 15-17 процесах ущільнювальної обробки і формування спіканням механічно сплавлених порошків.

28. Спосіб за будь-яким з пп. 15-26, в якому порошки, що утворюють аустенітну сталь, такі як залізо, хром, нікель, марганець, вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10 об. % частинок диспергуючої речовини, яка складається з таких нітридів металів або напівметалів, як AlN, NbN, TaN, Si₃N, TiN, та з речовиною, що є джерелом азоту, кристалічні зерна подрібнюють до нанорозмірів в процесі механічного сплавлення (МС) та ущільнюють і формують спіканням для запобігання збільшення розміру зерен.

29. Спосіб за будь-яким з пп. 15-26 або 28, в якому порошки, що утворюють компоненти аустенітної сталі, такі як дрібнозернисті порошки, що утворюють компоненти аустенітної сталі типу сталі з великим вмістом марганцю-вуглецю, яка містить залізо, марганець та вуглець, змішують з дрібнозернистими порошками нітридів металів, наприклад нітридом заліза, який є джерелом азоту, проводять механічне сплавлення (МС) цієї суміші в середовищі інертного газу, наприклад аргону або в вакуумі, вакуумі з додаванням відновника, наприклад водню, або в відновлювальному середовищі і отримують порошки нанокристалічної аустенітної сталі, яка містить, мас. %: 4-40 марганцю, 0,1-5,0 азоту, 0,1-2,0 вуглецю та 3,0-10,0 хрому, решта - залізо, які ущільнюють і формують гарячим спіканням.

30. Спосіб за будь-яким з пп. 15-29, в якому композиція для виготовлення аустенітної сталі містить, мас. %: 12-30 хрому, 0-20 нікелю, 0-30 марганцю, 0,1-5,0 азоту та 0,02-1,0 вуглецю, решта - залізо, а після ущільнювальної обробки процес формування спіканням проводять при температурі 600-1250°C.

31. Спосіб за будь-яким з пп. 15-28, в якому кількість кисню, який втягується з вмістища, в якому відбувається процес механічного сплавлення та з сталей куль до порошків нанокристалічної аустенітної сталі в процесі механічного сплавлення, складає 0,01-1,0 мас. %, а при механічному сплавленні порошків використовують оксиди металів або оксиди напівметалів, які є джерелом кисню, для кращого подрібнення кристалічних зерен до нанорозміру і для запобігання збільшення їх розмірів в процесі ущільнювальної обробки і формування спіканням.

32. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає:

змішування дрібнозернистих порошків, що утворюють компоненти для певного різновиду аустенітної сталі, з речовиною, яка є джерелом азоту, взятою в кількості, достатній для отримання матеріалу з вмістом 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту, механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або подібного пристрою, додавання до суміші на кінцевій стадії механічного сплавлення (МС) принаймні одного компонента, вибраного з групи, в яку входять (1) оксид металу або напівметалу, (2) карбід металу або напівметалу, (3) силіцид металу або напівметалу, (4) борид металу або напівметалу, для запобігання реакції азоту, розчиненого в продукті механічного сплавлення, з доданим компонентом, чим одержують дрібнозернисті порошки нанокристалічної аустенітної сталі з доданим компонентом, які мають високу концентрацію азоту, і

і ущільнювальну обробку і формування спіканням одержаних порошків нанокристалічної аустенітної сталі методами, охарактеризованими в п. 15.

33. Спосіб за п. 32, в якому ущільнювальну обробку виконують методом штампування вибухом.

34. Спосіб за п. 32, в якому ущільнювальну обробку і формування спіканням здійснюють у звичайній атмосфері, в атмосфері, що запобігає окисненню, або вакуумі з наступним швидким охолодженням.

35. Спосіб за п. 32, в якому ущільнювальну обробку і формування спіканням здійснюють у вакуумі або атмосфері, що запобігає окисненню, з отриманням в результаті матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту і має зерна діаметром 50-1000 нм.

36. Спосіб за будь-яким з пп. 32-33, в якому після ущільнювальної обробки і формування спіканням здійснюють прокатування і швидке охолодження.

37. Спосіб за п. 32 або 35, при якому сплавлений одним з вказаних методів продукт відпалюють при температурі 800-1250°C протягом 60 хв. або менше і потім швидко охолоджують.

38. Спосіб за п. 34 або 36, при якому підданий швидкому охолодженню продукт відпалюють при температурі 800-1250°C протягом 60 хв. або менше і потім швидко охолоджують.

39. Спосіб за будь-яким з пп. 32-38, в якому як джерело азоту використовують одну або більше речовин, вибраних з групи, яка складається з газоподібного азоту, газоподібного аміаку, нітриду заліза, нітриду хрому і нітриду марганцю.

40. Спосіб за будь-яким з пп. 32-39, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі, яким є інертний газ, наприклад аргон, газоподібний азот, аміак або суміш, що містить два чи більше з цих газів.

41. Спосіб за будь-яким з пп. 32-40, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі, яким є газ з додаванням речовини-відновника, наприклад газоподібного водню.

42. Спосіб за будь-яким з пп. 32-39, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі, яким є вакуум, або середовище з речовиною-відновником, наприклад газоподібним воднем, що додається до вакууму або до відновлювального середовища.

43. Спосіб за будь-яким з пп. 32-42, в якому порошки, що утворюють компоненти певного різновиду аустенітної сталі, такі як залізо, хром, нікель, марганець, а також вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10 об. % таких нітридів металів, як AlN, NbN, Cr₂N, або з 0,5-10 мас. % металів, які мають хімічне споріднення з азотом більше, ніж залізо, наприклад ніобій, тантал, марганець, хром, вольфрам чи молібден або кобальт, і речовинами, які є джерелом азоту, та вказані нітриди диспергують, або вказані метали або нітриди, карбонітриди чи подібні до них речовини осаджують та диспергують в процесі механічного сплавлення та в охарактеризованих в пп. 15 і 32 процесах ущільнювальної обробки і формування спіканням механічно сплавлених порошків.

44. Спосіб за будь-яким з пп. 32-42, в якому порошки, що утворюють аустенітну сталь, такі як залізо, хром, нікель, марганець, вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10 об.% частинок диспергуючої речовини, яка складається з таких нітридів металів або напівметалів, як AlN, NbN, TaN, Si₃N, TiN, та з речовиною, що є джерелом азоту, кристалічні зерна подрібнюють до нанорозмірів в процесі механічного сплавлення (МС) та ущільнюють і формують спіканням для запобігання збільшення розміру зерен.

45. Спосіб за будь-яким з пп. 32-42 або 44, в якому порошки, що утворюють компоненти аустенітної сталі, такі як дрібнозернисті порошки, що утворюють компоненти аустенітної сталі типу сталі з великим вмістом марганцю-вуглецю, яка містить залізо, марганець та вуглець, змішують з дрібнозернистими порошками нітридів металів, наприклад нітридом заліза, який є джерелом азоту, проводять механічне сплавлення (МС) цієї суміші в середовищі інертного газу, наприклад аргону або в вакуумі, вакуумі з додаванням відновника, наприклад водню, або в відновлювальному середовищі і отримують порошки нанокристалічної аустенітної сталі, яка містить, мас. %: 4-40 марганцю, 0,1-5,0 азоту, 0,1-2,0 вуглецю та 3,0-10,0 хрому, решта - залізо, які ущільнюють і формують гарячим спіканням.

46. Спосіб за будь-яким з пп. 32-45, в якому композиція для виготовлення аустенітної сталі містить, мас. %: 12-30 хрому, 0-20 нікелю, 0-30 марганцю, 0,1-5,0 азоту та 0,02-1,0 вуглецю, решта - залізо, а після ущільнювальної обробки процес формування спіканням проводять при температурі 600-1250°C.

47. Спосіб за будь-яким з пп. 32-44, в якому кількість кисню, який втягується з вмістища, в якому відбувається процес механічного сплавлення та з сталних куль до порошків нанокристалічної аустенітної сталі в процесі механічного сплавлення, складає 0,01-1,0 мас. %, а при механічному сплавленні порошків використовують оксиди металів або оксиди напівметалів, які є джерелом кисню, для кращого подрібнення кристалічних зерен до нанорозміру і для запобігання збільшення їх розмірів в процесі ущільнювальної обробки і формування спіканням.

48. Спосіб виготовлення нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі, який включає: змішування дрібнозернистих порошків, що утворюють компоненти певного різновиду аустенітної сталі, з речовиною, яка є джерелом азоту, взятою в кількості, достатній для отримання матеріалу з вмістом 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту,

механічне сплавлення (МС) суміші з використанням кульового млина або подібного пристрою, додавання до порошку, отриманого при механічному сплавленні (МС), принаймні одного компонента, вибраного з групи, в яку входять (1) оксид металу або напівметалу, (2) карбід металу або напівметалу, (3) силіцид металу або напівметалу, (4) борид металу або напівметалу, і рівномірне змішування доданого компонента з продуктом механічного сплавлення з використанням кульового млина або подібного пристрою протягом короткого проміжку часу для запобігання реакції азоту, розчиненого в продукті механічного сплавлення, з цим компонентом, отримуючи порошки нанокристалічної аустенітної сталі з доданим компонентом, які мають високу концентрацією азоту, і

ущільнювальну обробку і формування спіканням одержаних порошків нанокристалічної сталі методами, охарактеризованими в пп. 15-16.

49. Спосіб за п. 48, в якому ущільнювальну обробку виконують методом штампування вибухом.

50. Спосіб за п. 48, в якому ущільнювальну обробку і формування спіканням здійснюють у звичайній атмосфері, в атмосфері, що запобігає окисненню, або вакуумі з наступним швидким охолодженням.

51. Спосіб за п. 48, в якому ущільнювальну обробку і формування спіканням здійснюють у вакуумі або атмосфері, що запобігає окисненню, з отриманням в результаті матеріалу з структурою аустенітної сталі, що має високу твердість, міцність і корозійну стійкість, у вигляді агрегату з нанокристалічних зерен, що містить 0,1-2,0 мас. % твердого розчину азоту і має зерна діаметром 50-1000 нм.

52. Спосіб за будь-яким з пп. 48-49, в якому після ущільнювальної обробки і формування спіканням здійснюють прокатування і швидке охолодження.

53. Спосіб за п. 48 або 51, при якому оброблений одним з вказаних методів продукт відпалюють при температурі 800-1250°C протягом 60 хв. або менше і потім швидко охолоджують.

54. Спосіб за п. 50 або 52, при якому підданий швидкому охолодженню продукт відпалюють при температурі 800-1250°C протягом 60 хв. або менше і потім швидко охолоджують.

55. Спосіб за будь-яким з пп. 48-54, в якому як джерело азоту використовують одну або більше речовини, вибрану з групи, яка складається з газоподібного азоту, газоподібного аміаку, нітриду заліза, нітриду хрому і нітриду марганцю.

56. Спосіб за будь-яким з пп. 48-54, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі, яким є інертний газ, наприклад аргон, газоподібний азот, аміак або суміш, що містить два чи більше з цих газів.

57. Спосіб за будь-яким з пп. 48-56, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі, яким є газ з додаванням речовини-відновника, наприклад газоподібного водню.

58. Спосіб за будь-яким з пп. 48-55, в якому механічне сплавлення виконують у середовищі яким є вакуум,

або середовище з речовиною-відновником, наприклад газоподібним воднем, що додається до вакууму або до відновлювального середовища.

59. Спосіб за будь-яким з пп. 48-58, в якому порошки, що утворюють компоненти певного різновиду аустенітної сталі, такі як залізо, хром, нікель, марганець, а також вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10 об. % таких нітридів металів, як AlN, NbN, Cr₂N, або з 0,5-10 мас. % металів, які мають хімічне споріднення з азотом більше, ніж залізо, наприклад ніобій, тантал, марганець, хром, вольфрам чи молібден або кобальт, і речовинами, які є джерелом азоту, та вказані нітриди диспергують, або вказані метали або нітриди, карбонітриди чи подібні до них речовини осаджують та диспергують в процесі механічного сплавлення та в охарактеризованих в пп. 15, 32, 48 процесах ущільнювальної обробки і формування спіканням механічно сплавлених порошків.

60. Спосіб за будь-яким з пп. 48-58, в якому порошки, що утворюють аустенітну сталь, такі як залізо, хром, нікель, марганець, вуглець і інші компоненти, що входять до складу аустенітних сталей, змішують з 1-10 об. % частинок диспергуючої речовини, яка складається з таких нітридів металів або напівметалів, як AlN, NbN, TaN, Si₃N, TiN, та з речовиною, що є джерелом азоту, кристалічні зерна подрібнюють до нанорозмірів в процесі механічного сплавлення (МС) та ущільнюють і формують спіканням для запобігання збільшення розміру зерен.

61. Спосіб за будь-яким з пп. 48-58 або 60, в якому порошки, що утворюють компоненти аустенітної сталі, такі як дрібнозернисті порошки, що утворюють компоненти аустенітної сталі типу сталі з великим вмістом марганцю-вуглецю, яка містить залізо, марганець та вуглець, змішують з дрібнозернистими порошками нітридів металів, наприклад нітридом заліза, який є джерелом азоту, проводять механічне сплавлення (МС) цієї суміші в середовищі інертного газу, наприклад аргону або в вакуумі, вакуумі з додаванням відновника, наприклад водню, або в відновлювальному середовищі і отримують порошки нанокристалічної аустенітної сталі, яка містить, мас. %: 4-40 марганцю, 0,1-5,0 азоту, 0,1-2,0 мас. вуглецю та 3,0-10,0 хрому, решта - залізо, які ущільнюють і формують гарячим спіканням.

62. Спосіб за будь-яким з пп. 48-61, в якому композиція для виготовлення аустенітної сталі містить, мас. %: 12-30 хрому, 0-20 нікелю, 0-30 марганцю, 0,1-5,0 азоту та 0,02-1,0 вуглецю, решта - залізо, а після ущільнювальної обробки процес формування спіканням проводять при температурі 600-1250°C.

63. Спосіб за будь-яким з пп. 48-60, в якому кількість кисню, який втягується з вмістища, в якому відбувається процес механічного сплавлення та з сталей куль до порошків нанокристалічної аустенітної сталі в процесі механічного сплавлення, складає 0,01-1,0 мас. %, а при механічному сплавленні порошків використовують оксиди металів або оксиди напівметалів, які є джерелом кисню, для кращого подрібнення кристалічних зерен до нанорозміру і для запобігання збільшення їх розмірів в процесі ущільнювальної обробки і формування спіканням.

64. Промисловий виріб, виготовлений з нанокристалічного матеріалу з структурою аустенітної сталі за будь-яким з пп. 1-14.

65. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою високоміцний болт, гайку або інший засіб механічної фіксації.

66. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою куленепробивний лист, куленепробивний жилет або інший куленепробивний виріб.

67. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою матрицю, свердло, пружину, зубчасте колесо, підшипник або іншу механічну деталь або інструмент.

68. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою штучну кістку, суглоб, опору зуба або інший медичний або стоматологічний штучний матеріал.

69. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою голку для ін'єкцій, хірургічний ніж, катетер або інший медичний механічний інструмент.

70. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою матрицю для обробки з допомогою пресів (включаючи вирубку, протягування дроту, ковку, формування).

71. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою вмістище для зберігання водню.

72. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою кухонний ніж, лезо бритви, ножиці або інший інструмент з гострим краєм.

73. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою лопать турбіни або іншу частину турбіни.

74. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою зброю для оборони.

75. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою ковзани, сани або інше спортивне знаряддя.

76. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою трубу, резервуар, клапан або інший виріб для хімічних заводів.

77. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою частину атомних генераторів енергії.

78. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою ракету, літак або інший літальний апарат.

79. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою легкий корпусний матеріал для персональних комп'ютерів, кейсів та ін.

80. Промисловий виріб за п. 64, який являє собою деталь для транспортних засобів, таких як автомобілі, кораблі, рейковий транспорт.

Fig. 1

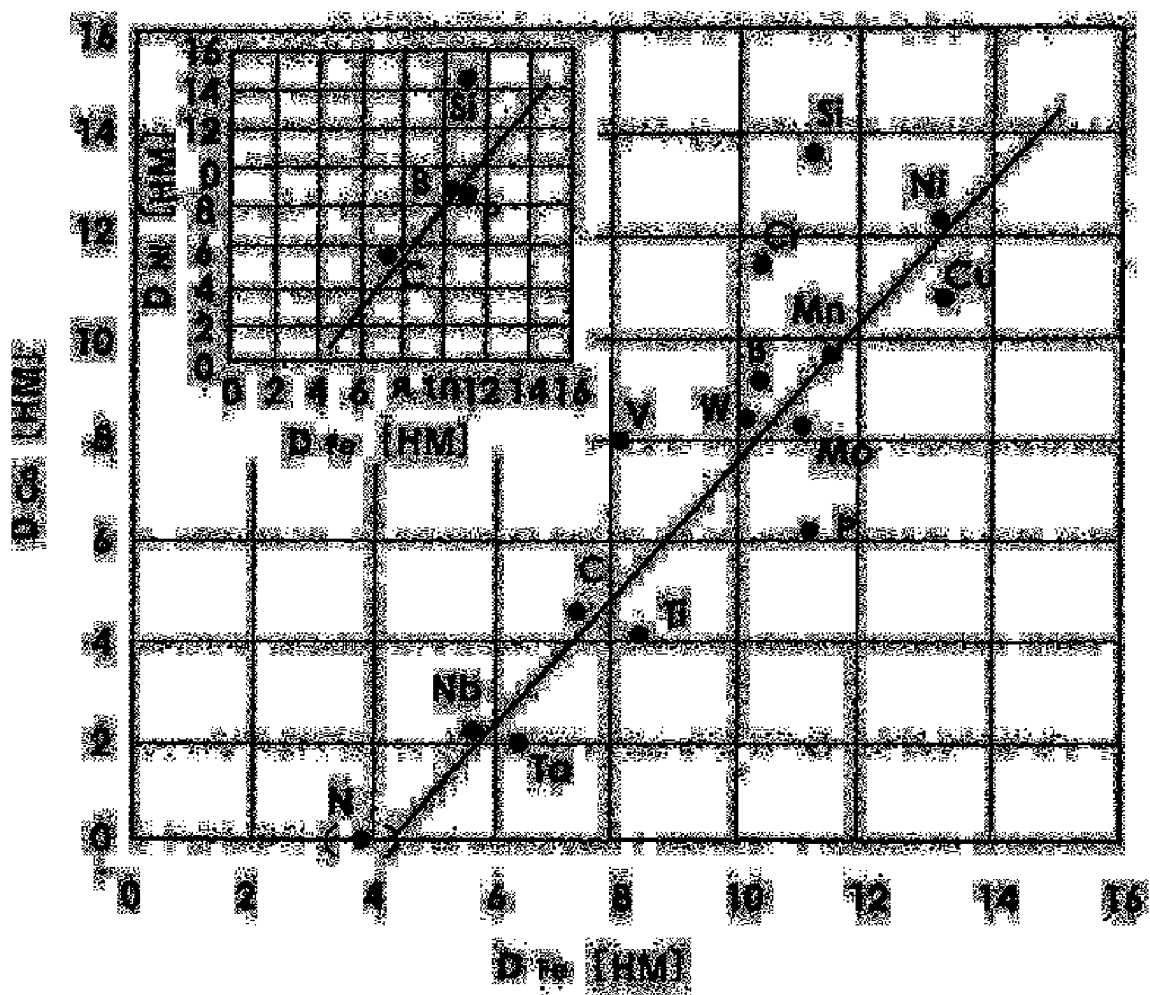
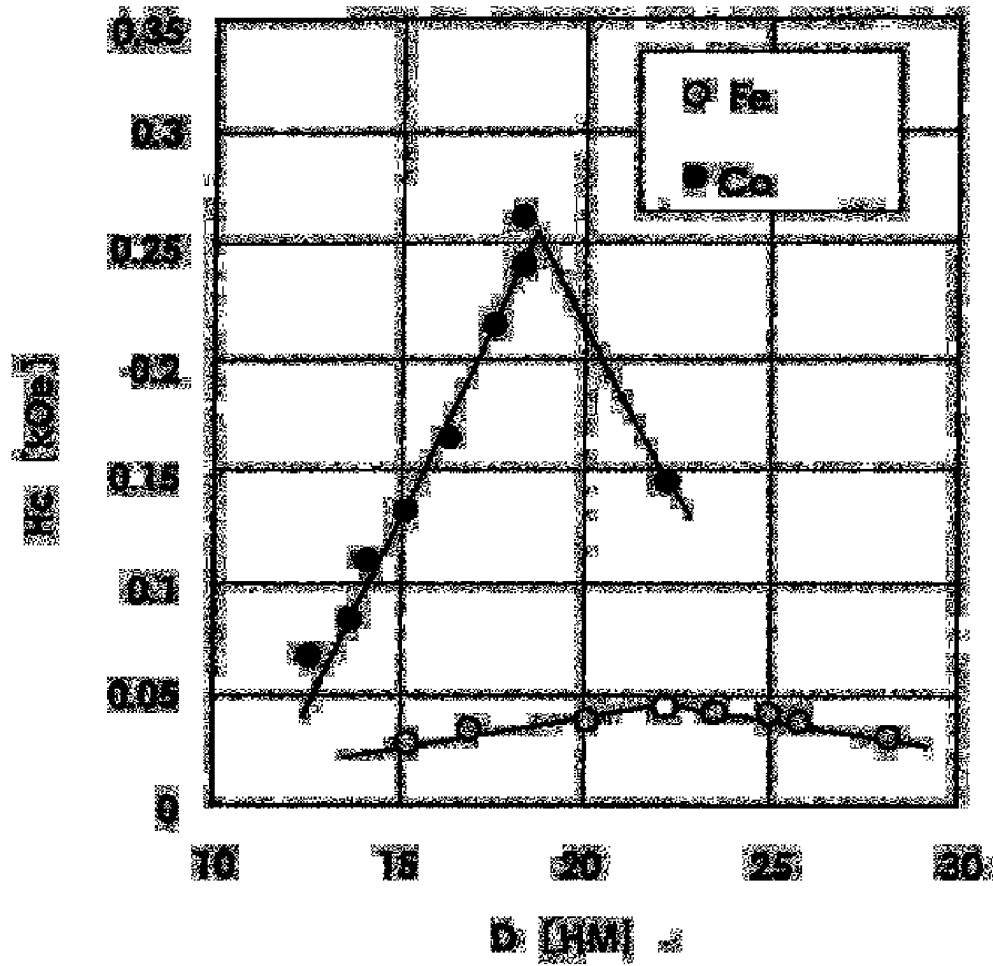
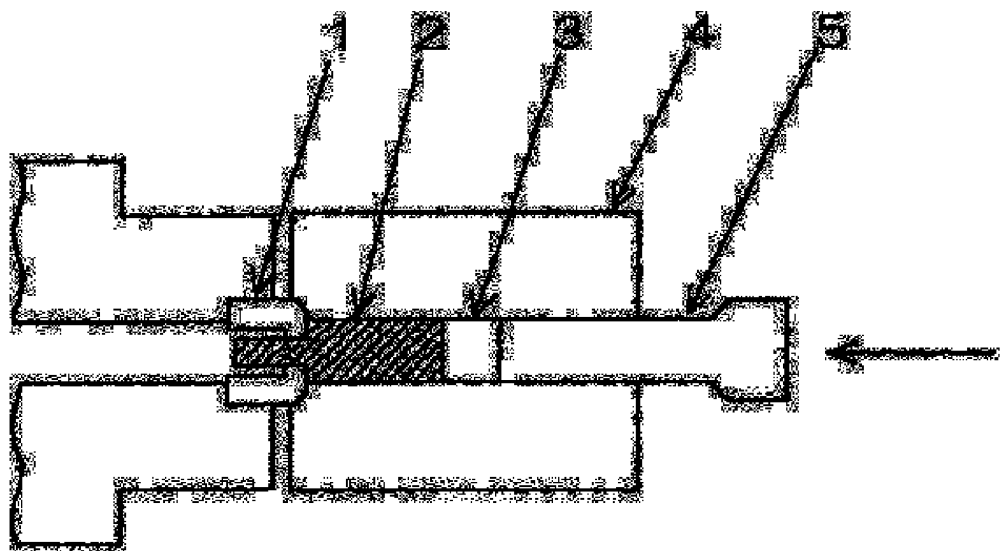


Fig. 2



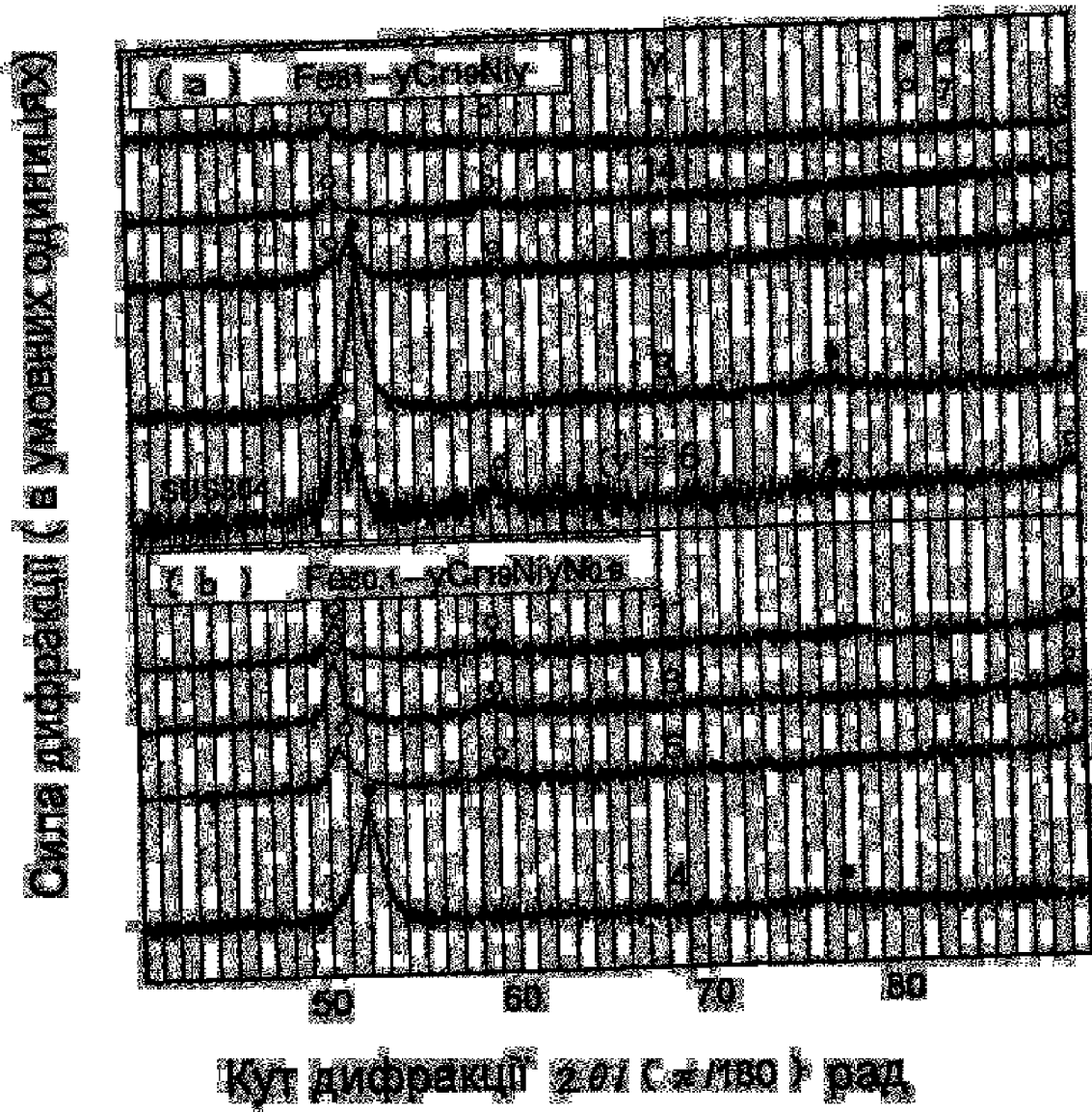
Φ1E3



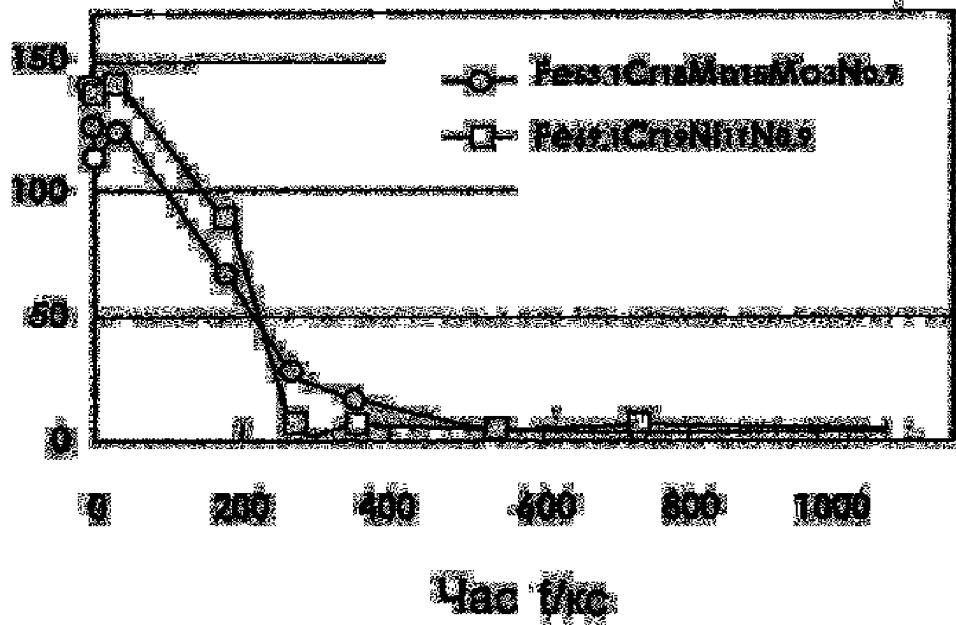
UA 77107 C2

UA 77107 C2

Фіг. 4



Намагниченность ядра (см/с)



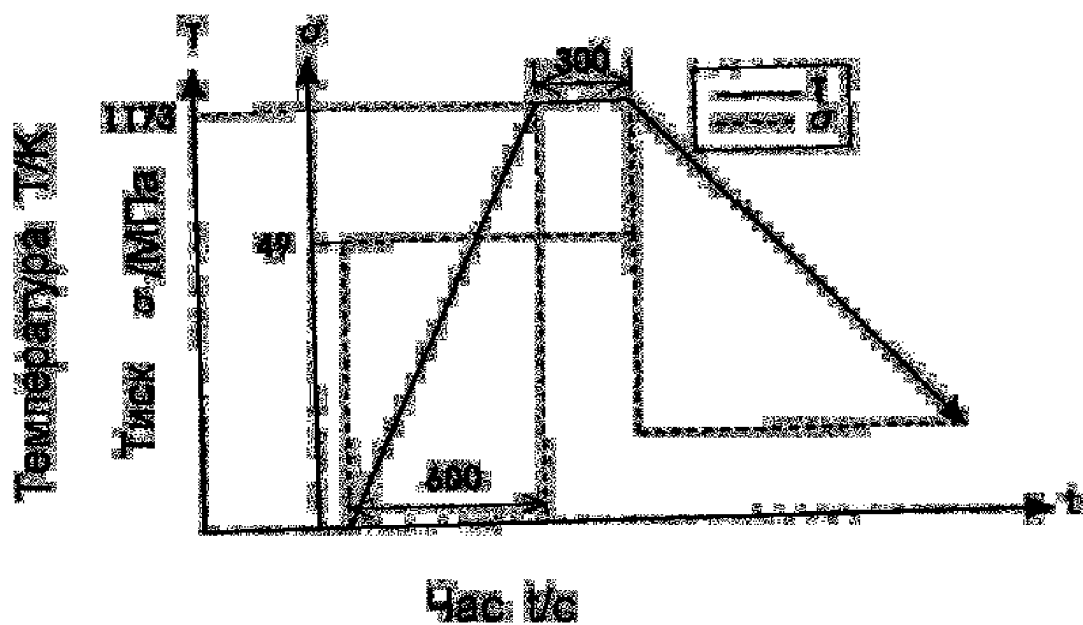
Фиг. 6

Сила сигнала в ядре (см/с)



Фиг. 6

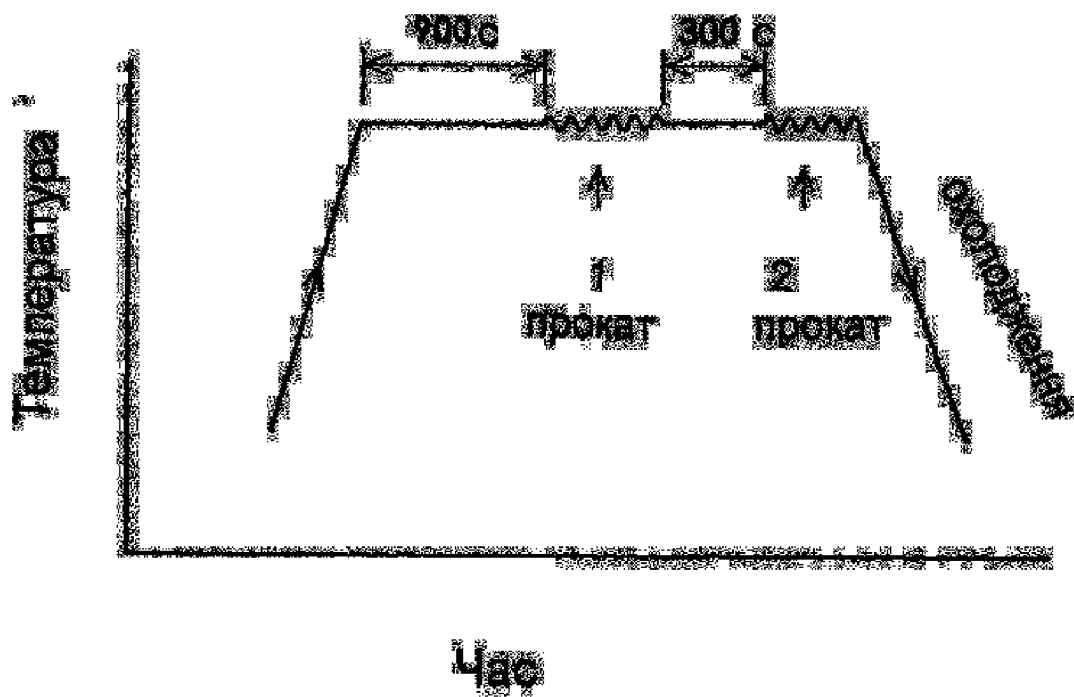
Фиг. 7



U A 7 7 1 0 7 C 2

U A 7 7 1 0 7 C 2

Фиг. 8

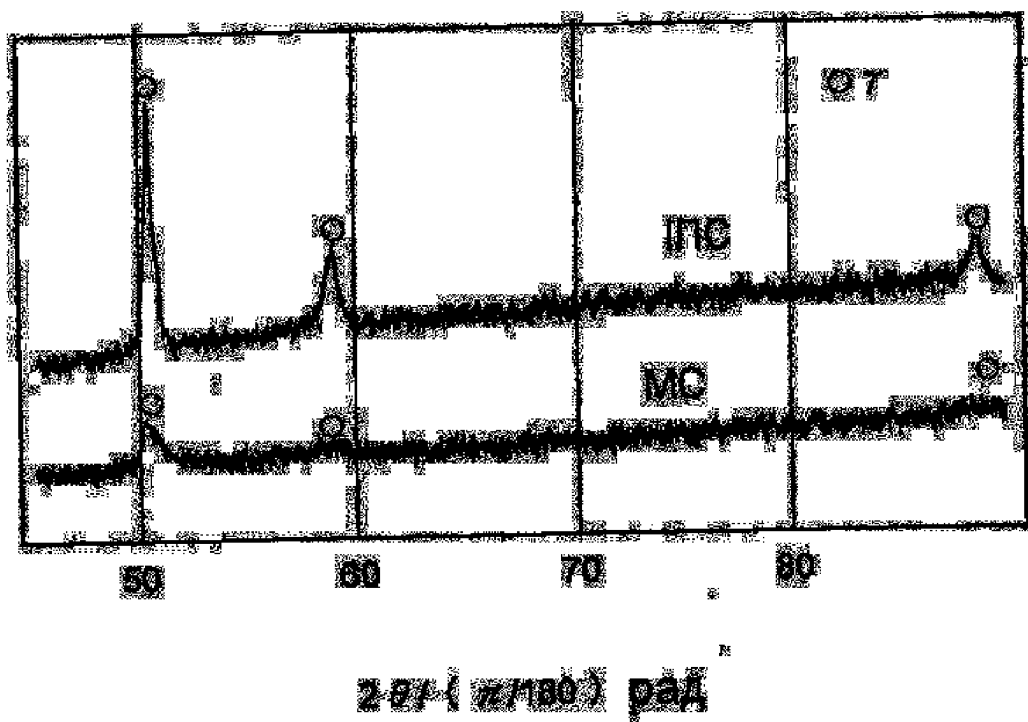


UA 77107 C2

UA 77107 C2

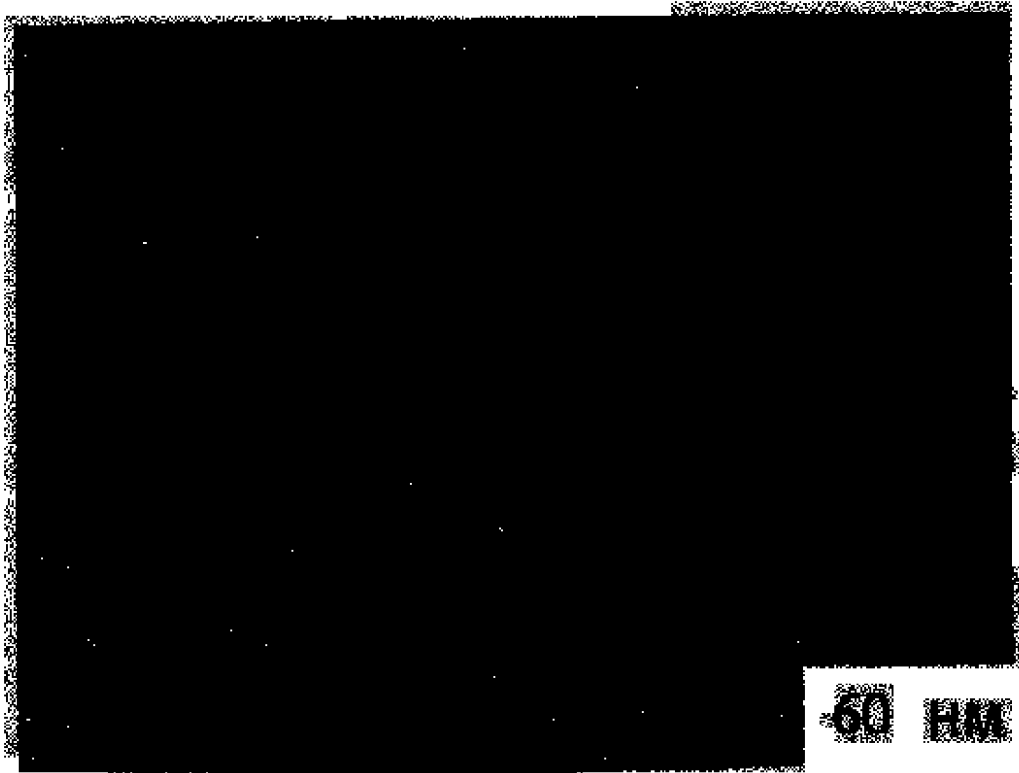
Фіг. 9

Сила дифракції (в умовних одиницях)



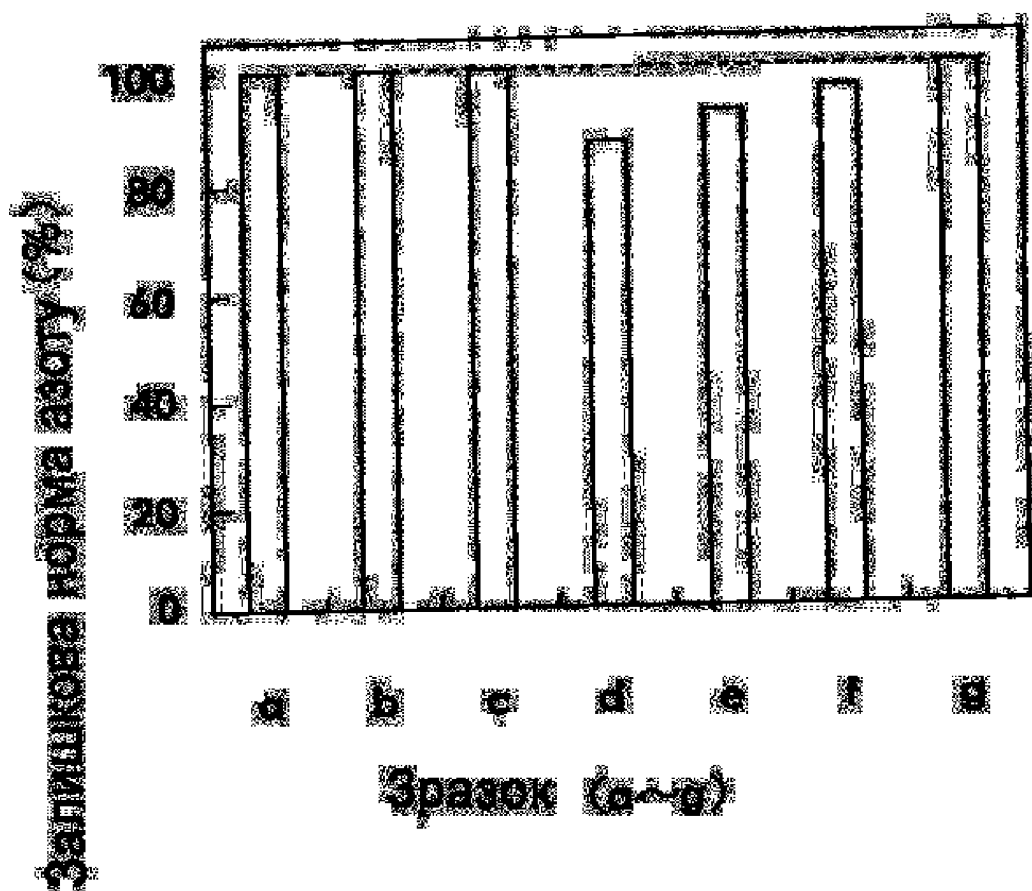
Φ 17.10

25

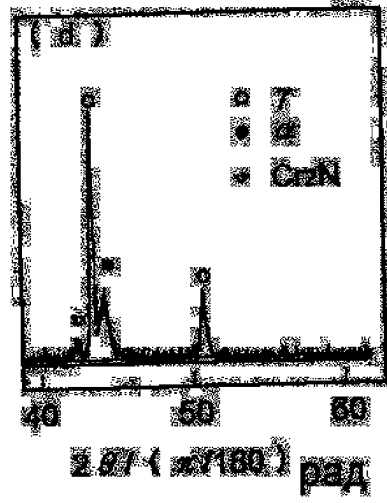


U A 77107 C2

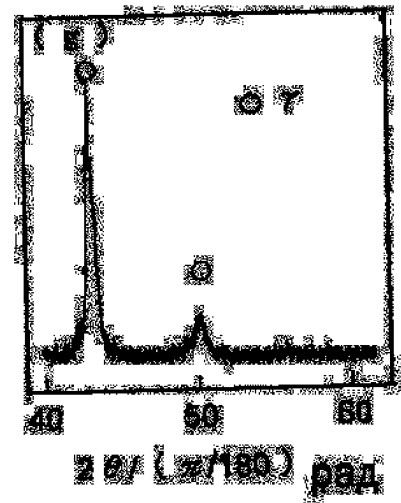
U A 77107 C2



Сила дифракції (в умовних одиницях)



Сила дифракції (в умовних одиницях)

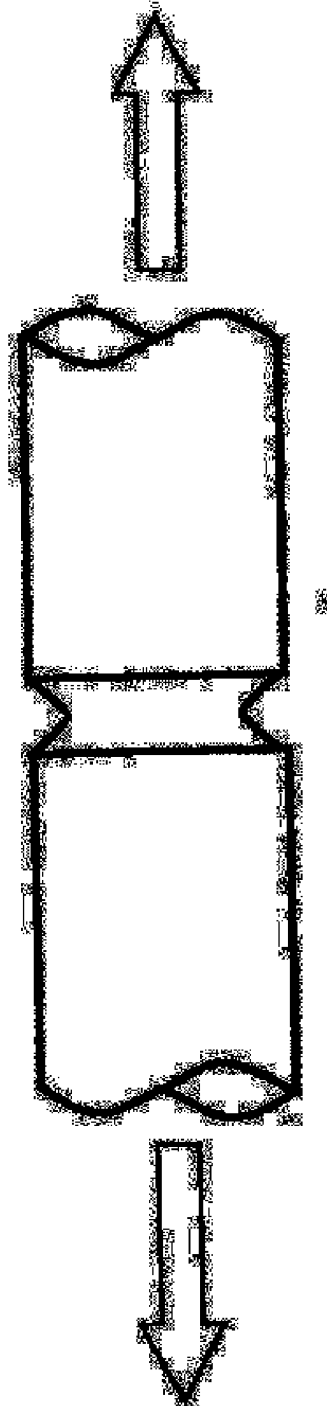


UA 77107 C2

UA 77107 C2

Фіг. 13

Сила розтягання



Сила розтягання

UA 77107 C2

UA 77107 C2

мікросхем", 2006, N 10, 15.10.2006. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.

UA 77107 C2

UA 77107 C2