



УДК 669.295:620.172

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ В СТАЛИ 10, ПОДВЕРГНУТОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ⁶⁾

*А.В. Ганеев, **Е.А. Корнеева, *Р.З. Валиев

*Уфимский государственный авиационный технический университет,
ул. Карла Маркса, 12, Уфа, 450000, Россия, e-mail: artur_ganeev@mail.ru

**НОиИЦ «Наноструктурные материалы и нанотехнологии» НИУ «БелГУ»,
ул. Королева, 2а, Белгород, 308034, Россия

Аннотация: Методами сканирующей, просвечивающей электронной микроскопии и анализом дифракции обратно-рассеянных электронов (ДОРЭ) исследована структура стали 10 после интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) в интервале температур 20–450°С. Средний размер элементов структуры в стали 10 после ИПДК уменьшается с увеличением температуры деформации. Максимальное измельчение структуры (200 нм) достигается при 350°С. Проведен анализ наноструктурных карбидных выделений сформированных ИПДК при повышенных температурах: карбиды размером 15 нм различимы после ИПДК при 350°С, дальнейшее увеличение температуры приводит к их росту до 60 нм при 450°С. Установлено, что ИПДК приводит к существенному росту (более чем в 2,5 раза) микротвердости стали 10 по сравнению с исходным состоянием.

Ключевые слова: низкоуглеродистая сталь, ИПДК, микроструктура, дифракция обратно рассеянных электронов, границы зерен.

1. Введение. В последние годы проводятся широкие исследования по получению объёмных заготовок наноструктурных металлов и сплавов с размером зерен в субмикронном и нанометрическом диапазонах, установлению микроструктурных особенностей, связанных со структурой границ зерен, формированием дисперсных частиц вторых фаз, а также влиянию этих параметров структуры на механические свойства [1–4]. Один из наиболее перспективных способов получения таких наноструктурных материалов основан на использовании интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) в условиях высокого гидростатического сжатия. Этот метод позволяет достигать максимальных степеней деформации в экспериментальных образцах, при сохранении их целостности [4, 5].

Большой интерес представляет использование ИПДК для обработки сплавов, поскольку обеспечивает не только измельчение микроструктуры, но и приводит к формированию наноразмерных фаз, обуславливающих существенное повышение прочностных свойств [6]. В настоящей статье представлены результаты наноструктурных особенностей малоуглеродистой стали 10, подвергнутой ИПДК при различных температурах до 450°С.

⁶⁾Работа выполнена при финансовой поддержке фонда РФФИ (11-08-91330-ННИО_а) и Министерства образования и науки Российской Федерации, грант 14.А18.21.0243



2. Материал и методики эксперимента. В качестве объекта исследования была выбрана промышленная низкоуглеродистая сталь 10 стандартного химического состава (C-0,1 вес.%, Mn-0,35 вес.%, Si-0,17 вес.%, Ni-0,2 вес.%, Cr-0,15 вес.%). Ультрамелкозернистую структуру получали по методике, подробно описанной в работе [1], используя интенсивную пластическую деформацию кручением при температурах 20-450°C (количество оборотов 6) под высоким давлением (6 ГПа) с применением нижнего бойка с канавкой, глубиной 0,8 мм (рис.1).



Рис. 1. Принципиальная схема интенсивной пластической деформации ИПДК.

Исходные образцы для ИПДК имели форму дисков диаметром 10 мм и толщиной 1,2 мм. Перед ИПДК сталь подвергалась предварительной термической обработке – закалке в воду с температуры 880°C. Закаленные образцы подвергали деформации кручением под высоким давлением при комнатной температуре и в диапазоне температур 300-450°C с шагом 50°C. Микротвердость определяли на микротвердомере «Micromet-5101» при нагрузке 1 Н, время выдержки составляло 10 с. Объектами для исследования микроструктуры служили микрошлифы после механической и электрохимической полировки в 10% растворе хлорной кислоты в бутаноле с последующим химическим травлением в 3% растворе азотной кислоты в этиловом спирте. Тонкие фольги получали путем механического утонения до толщины 150 мкм с последующей струйной электролитической полировкой в 10% растворе хлорной кислоты в бутаноле на аппарате Tecpol 5. Подробные исследования микроструктуры стали 10 проводили методом дифракции обратно-рассеянных электронов (ДОРЭ) с использованием приставки фирмы EDAX к растровому электронному микроскопу Quanta 600 FEG и программного обеспечения TexSem Lab (TSL), при ускоряющем напряжении 20 кВ, токе 13 нА и шаге сканирования 30 нм. Исследования тонкой структуры проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEM 2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Средний размер зерен определяли методом секущих согласно ГОСТ 5639-82.

3. Результаты экспериментов. Перед интенсивной пластической деформацией образцы стали 10 подвергали закалке в воду с температуры 880°C. Получившаяся струк-



тура представляет собой пересыщенный твердый раствор углерода в феррите с пластинчатыми выделениями цементита. Средний размер зерен составляет 16 мкм (рис. 2).

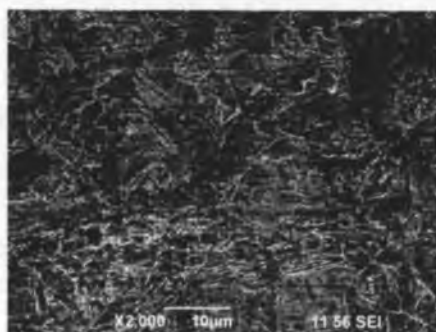


Рис. 2. Структура стали 10 после нагрева на 880 °С и закалки в воду, РЭМ.

ИПДК при комнатной температуре (20°С) приводит к измельчению микроструктурных элементов. Субзерна размером 480 нм имеют вытянутую в направлении деформации форму (рис. 3а). Дифракционный контраст на границах размыт, что указывает на их неравновесную внутреннюю структуру. По границам зерен наблюдаются пластинчатые выделения цементита, сохранившиеся после закалки и деформации.

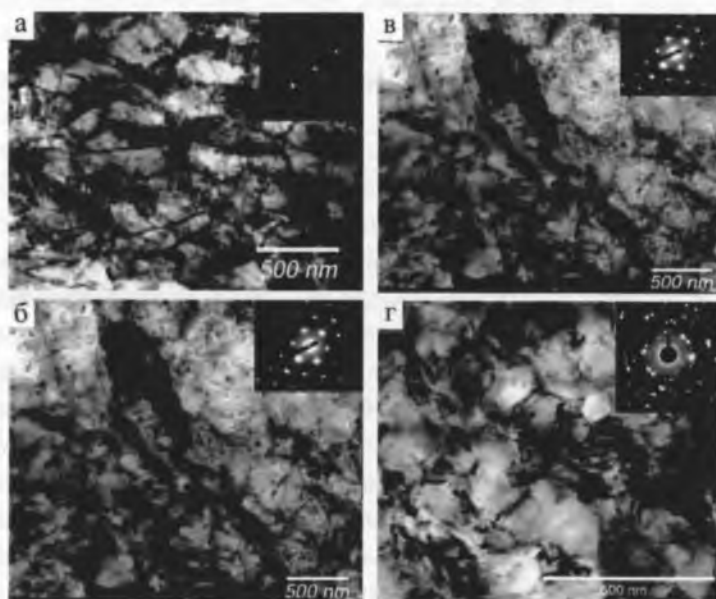


Рис. 3. Светлопольное изображение структуры стали 10 после ИПДК:
а) 20°С, б) 300°С, в) 350°С, г) 450°С.

Повышение температуры деформации приводит к более глубокому измельчению микроструктуры. Так, средний размер структурных элементов для образцов после тепловой деформации при 300°С, определенный по темнопольным электронно-микроскопическим снимкам, составляет (350 ± 8) нм. Пластинчатый цементит при этой температуре



ИПДК практически полностью растворяется (рис. 3б). ИПДК при 350°C приводит к ещё более сильному измельчению структуры. Средний размер зерен достигает значений (200 ± 10) нм (рис. 3в). Также, после ИПДК при 350°C и выше по электроннограммам идентифицируются карбиды Fe_3C . Анализ темнопольного изображения показывает, что наноструктурные карбиды имеют сферическую форму. Их средний размер составляет около 15 нм и располагаются они преимущественно на дефектах структуры: границах зерен и тройных стыках (рис. 4).

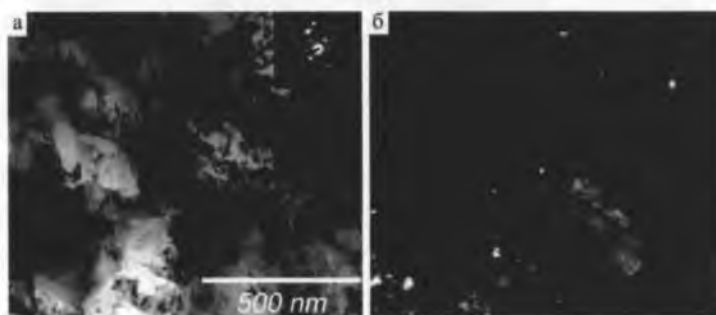


Рис. 4. Структура стали 10 после ИПДК 350°C:

а) светлопольное изображение, б) темнопольное изображение карбидов по границам зерен.

После ИПДК при 400°C и 450°C средний размер зерен составляет (230 ± 7) нм и (260 ± 7) нм соответственно. Размер сферических карбидов при этом увеличивается и достигает в среднем 60 нм после ИПДК при 450°C (рис. 3г).

Образец стали 10 после ИПДК при 350°C был исследован методом ДОРЭ в сканирующем электронном микроскопе [7, 8]. Исследования показали (рис. 5а), что средний размер зерна, как области окруженной высокоугловыми границами, составил 300 нм, что немногим больше, чем (200 нм) по данным ПЭМ. При этом в структуре наблюдаются зерна, достигающие 1 мкм, но с развитой субзеренной структурой. Такое бимодальное распределение зерен по размерам позволяет получить одновременно прочное и пластичное состояние [9]. Анализ границ зерен, показал, что при ИПДК 350°C в стали 10 формируются преимущественно (60%) высокоугловые ($> 15^\circ$) разориентировки зерен (рис. 5б).

На рис. 6 представлен график зависимости усредненных значений микротвердости от температуры ИПДК стали 10 по диаметру полученных дисков. Среднее значение микротвердости в состоянии поставки составляет (2200 ± 80) МПа, которое под воздействием ИПДК значительно увеличивается за счет формирования УМЗ структуры и выделения дисперсных частиц Fe_3C . С дальнейшим повышением температуры деформации микротвердость уменьшается из-за увеличения размера зерен и роста карбидных частиц.

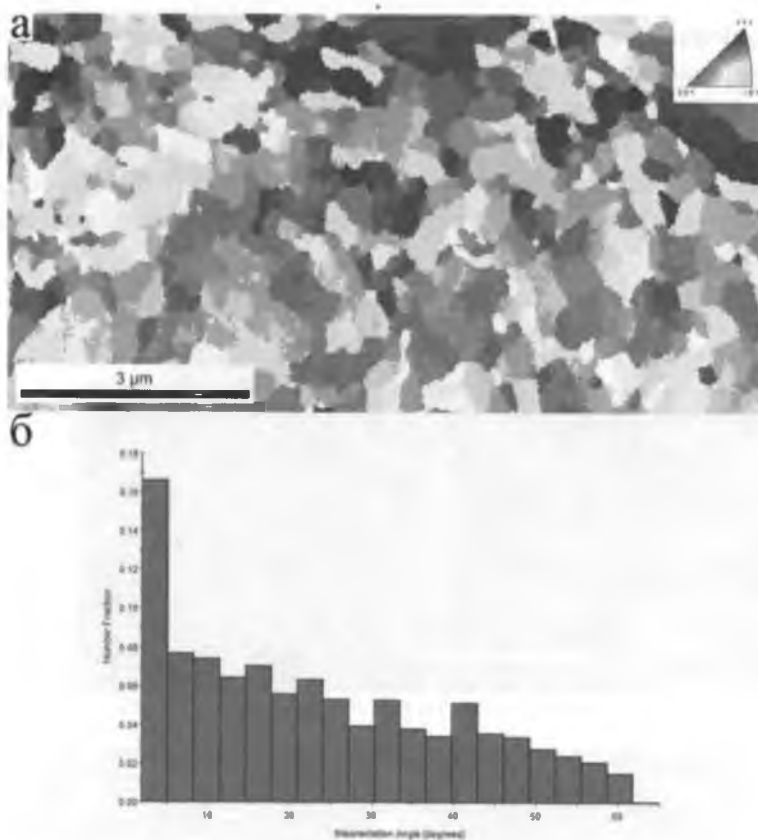


Рис. 5. Результаты анализа ДОРЭ стали 10 после ИПДК при 350°C:
а) карта распределения кристаллографических ориентировок,
б) гистограмма распределения границ по разориентировкам.

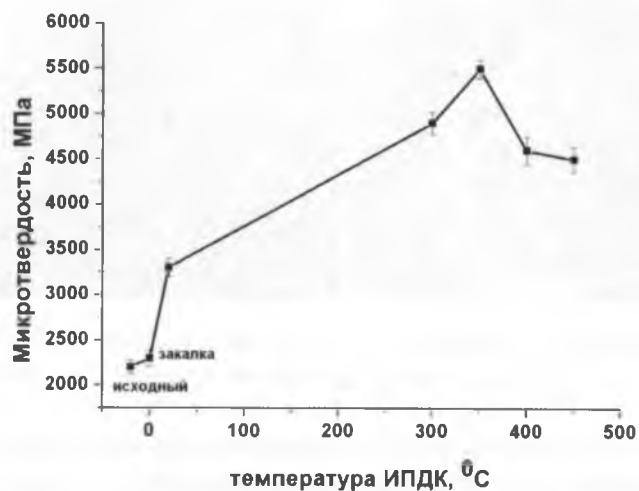


Рис. 6. График зависимости микротвердости от температуры интенсивной пластической деформации кручением стали 10.



4. Заключение. ИПДК стали 10 при комнатной температуре привело к формированию структуры с относительно крупным размером зеренно-субзеренных структурных элементов – 450 нм. Это очевидно связано с высоким сопротивлением материала пластической деформации при ИПДК после закалки в воду. Повышение температуры ИПДК приводит к более значительному измельчению зеренной структуры вплоть до наноразмеров. В процессе ИПДК при 350°C, происходит так же выделение наноразмерных сферических карбидов по границам зерен. Однако дальнейшее увеличение температуры ИПДК приводит к формированию более крупнозернистой структуры, вследствие динамического возврата и увеличению размера наноструктурных карбидов до 60 нм при 450°C. Максимальное измельчение структуры достигается при температуре ИПДК 350°C. Средний размер зерен при этой температуре деформации, по данным анализа ДОРЭ, достигает 300 нм. Сочетание такой ультрамелкозернистой структуры и наноразмерной карбидной фазы приводит к увеличению микротвердости стали 10 более чем в 2,5 раза – 5500 МПа.

Литература

1. Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation / Eds.: T.C. Lowe and R.Z. Valiev / Dordrecht: Kluwer Academic Publishing, 2000.
2. Nanomaterials by Severe Plastic Deformation / Eds.: M.J. Zehetbauer, R.Z. Valiev / Vienna: Wiley-VCH, 2003.
3. Nanomaterials by Severe Plastic Deformation / Ed.: Z. Horita / Trans Tech Publications Ltd, 2005.
4. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы / М: ИКЦ Академкнига, 2007.
5. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // Prog. Mater. Sci. – 2008. – 53. – С.893.
6. Закирова А.А, Зарипова Р.Г. Семенов В.И. Структура и механические свойства углеродистых сталей, подвергнутых интенсивной пластической деформации кручением // Вестник УГАТУ. – 2008. – 11;2(29). – С.123-130.
7. Humphreys F.J. Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD) // Scripta Materialia. – 2004. – №51P. – С.771-776.
8. Миронов С.Ю., Даниленко В.Н., Мышляев М.М. Анализ пространственного распределения ориентировок элементов структуры поликристаллов, получаемого методами просвечивающей электронной микроскопии и обратно рассеянного пучка электронов в сканирующем электронном микроскопе // ФТТ. – 2005. – 47;7. – С.1217-1225.
9. Малыгин Г.А. Прочность и пластичность нанометаллов с бимодальной зеренной структурой // ФТТ. – 2008. – 50;6. – С.990-997.



INVESTIGATION OF THE STEEL 10 IN NANOSTRUCTURED STATE AFTER HIGH PRESSURE TORSION PROCESSING

*A.V. Ganeev, **K.O. Kornieieva, *R.Z. Valiev

*IPAM USATU,

K.Marx St., 12, Ufa, 450000, Russia, e-mail: artur_ganeev@mail.ru

**Centre of Nanostructural Materials and Nanotechnologies,

Koroleva St., 2a, Belgorod, 308034, Russia, e-mail: ek-ko@yandex.ru

Abstract. Steel 10 structure after high pressure torsion processing in the temperature range 20-450°C was studied by scanning, transmission electron microscopies and electron-back scattered diffraction (EBSD) analysis. The average size of structure elements in steel 10 after HPT decreases with the deformation temperature growing. The maximum structure refinement (200 nm) is achieved at 350°C. Nanostructured carbide precipitates formed during HPT at elevated temperatures were analyzed. Carbides with a size of 15 nm were observed after HPT at 350°C, further increase of temperature leads to their growth up to 60 nm at 450°C. It has been stated that HPT leads to significant increase of steel 10 microhardness (more than 2.5 times) as compared to the initial state.

Key words: low carbon steel, HPT, microstructure, electron back scattering diffraction, grain boundaries.