

УДК 669.1

А. А. ЗАКИРОВА, Р. Г. ЗАРИПОВА, В. И. СЕМЕНОВ

## СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ, ПОДВЕРГНУТЫХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ

Представлены результаты исследования формирования ультрамелкозернистой структуры в углеродистых сталях 20 и 45 при интенсивной пластической деформации (ИПД) методом кручения под давлением при температурах 20 и 400°С. Показано, что в обеих сталях при комнатной температуре формируется практически однородная структура с размером кристаллитов 100–200 нм, тогда как при повышенной температуре имеет место локализация деформации на периферии образца с формированием неоднородной по диаметру микроструктуры. ИПДК приводит к повышению микротвердости материала, значения микротвердости после деформации при 400°С в 2,5 раза выше, чем после деформации при 20°С. *Углеродистая сталь; интенсивная пластическая деформация кручением; микроструктура; микротвердость*

Получение объемных заготовок металлов и сплавов с ультрадисперсной и нанокристаллической структурой, характеризующихся новым уровнем технологических и эксплуатационных характеристик, становится одним из наиболее актуальных направлений современного материаловедения [1–4]. Это открывает новые перспективы использования традиционных конструкционных материалов [5, 6].

Для получения УМЗ состояний в сталях используются различные методы и схемы пластической деформации: всесторонняяковка, прокатка, равноканальное угловое прессование, кручение и др. [5–7]. Каждый из них может привести к значительному повышению прочности материала [5–9] при сохранении определенного запаса пластичности.

Известно, что интенсивная пластическая деформация кручением под высоким квазигидростатическим давлением (ИПДК) позволяет достигать наибольших степеней деформации в материалах и измельчения зерен вплоть до нанокристаллических размеров [5, 7]. В то же время остается неясным — каков предельный вклад накопленных деформаций в упрочнение материала за счет измельчения размера структурных составляющих. Кроме того, стали при комнатной температуре обычно демонстрируют вы-

сокое сопротивление пластической деформации. Повышение температуры деформации, наряду со снижением напряжений течения, благоприятно для стойкости деформирующей оснастки, однако может препятствовать измельчению зерен до НК размеров. Несмотря на большое количество опубликованных работ, посвященных ультрамелкозернистым (УМЗ) состояниям различных материалов, в литературе отсутствуют данные по влиянию температуры деформации на формировании УМЗ структуры в углеродистых сталях при ИПДК.

Целью данной работы является изучение влияния температуры на формирование СМК и НК структуры в углеродистых сталях 20 и 45 при ИПД кручением под высоким давлением.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объекта исследования были выбраны промышленные углеродистые стали 20 и 45 стандартного химического состава. Ультрамелкозернистую структуру получали по методике, подробно описанной в работе [5], интенсивной пластической деформацией при температурах 20 и 400°С по схеме кручения (количество оборотов  $n = 5$ ) под высоким давлением ( $P = 6$  ГПа) с применением бой-

ков с канавкой (рис.1)<sup>1</sup>. Образцы для кручения имели форму дисков диаметром 20 мм и толщиной 0,5 мм.



**Рис. 1.** Принципиальная схема интенсивной пластической деформации ИПДК

Известно, что исследуемые стали имеют феррито-перлитную структуру со значительной карбидной неоднородностью и разной деформационной способностью структурных составляющих (феррита и перлита). Это, как правило, приводит к локализации деформации и формированию неоднородной структуры. Поэтому для обеспечения равномерного распределения карбидов стали подвергались предварительной термической обработке — улучшению (закалка в воду с температуры 880°С и высокий отпуск при температуре 600°С для стали 20 и 700°С для стали 45).

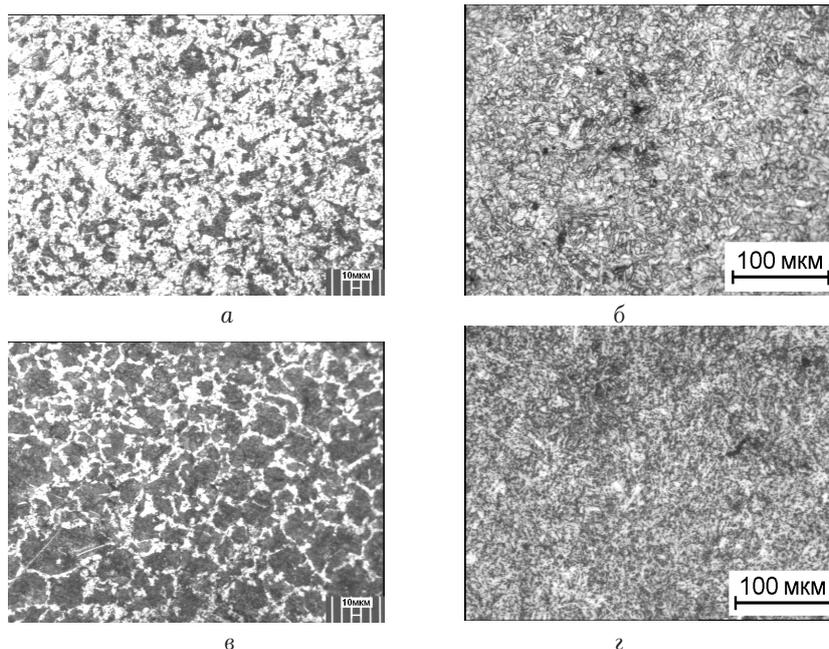
Механические свойства оценивали путем измерения твердости и микротвердости. Вви-

ду того, что образцы достаточно тонкие, измерение твердости производили по шкале НРА, затем переводили значения в HRC. Микротвердость определяли на микротвердометре «Micromet-5101» при нагрузке 0,1 кг, время выдержки составляло 10 с. Объектами для исследования микроструктуры служили макрошлифы и микрошлифы после механической и электрохимической полировки (в 10% растворе хлорной кислоты (HClO<sub>4</sub>) в бутаноле) с последующим химическим травлением в 3% растворе азотной кислоты (HNO<sub>3</sub>) в этиловом спирте (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH). Тонкие фольги получали путем механического утонения заготовок на шлифовальной бумаге с последующей их электролитической полировкой в 10% растворе HClO<sub>4</sub> в бутаноле. Микроструктурные исследования проводили на оптическом микроскопе Axiovert-100A и просвечивающем электронном микроскопе JEM 2000EX.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 2 приведена исходная микроструктура исследуемых сталей в состоянии поставки, которая представлена зернами избыточного феррита размером 20–30 мкм (светлые участки) и колониями перлита (темные участки), объемная доля которого составляет около 25% в стали 20 и около 60% в стали 45 (рис. 2, а, в). После термообработки (закалка + отпуск) микроструктура однородная

<sup>1</sup>Образцы ИПДК подготовлены А. В. Шарфутдиновым



**Рис. 2.** Микроструктура сталей до ИПДК: а, б — сталь 20 в горячекатаном состоянии и после предварительной термической обработки; в, г — сталь 45 в горячекатаном состоянии и после предварительной термической обработки

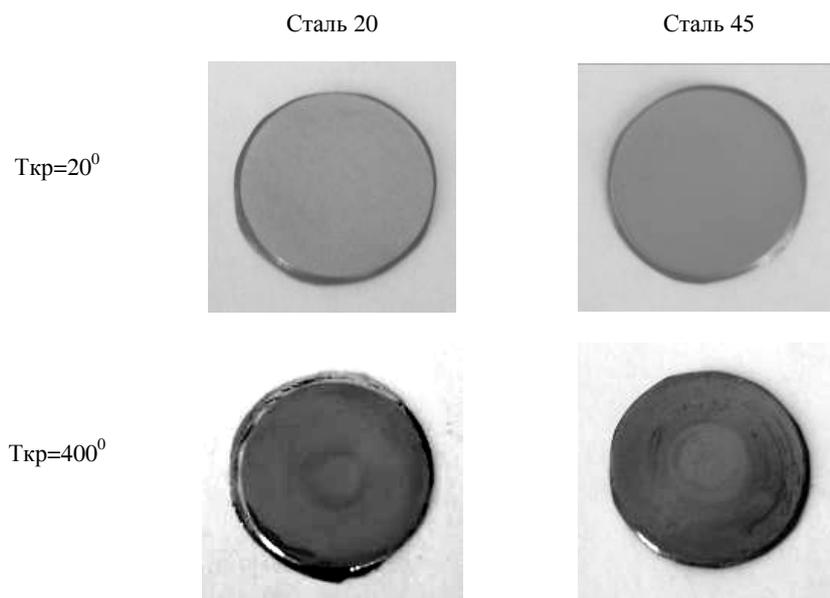


Рис. 3. Макроструктура сталей после ИПДК при температуре 20°С и 400°С

и представляет собой сорбит отпуска (рис. 2, б, г). Микротвердость сталей 20 и 45 в термообработанном состоянии составила 2200 и 2450 МПа соответственно (указаны на ординатах соответствующих графиков).

На рис. 3 представлены макрошлифы поверхности образцов после ИПД кручением. После кручения при температуре 20°С макроструктура образцов практически однородная, мелкозернистая. После кручения при 400°С макроструктура обеих сталей характеризуется сильной неоднородностью: отчетливо видны концентрические линии локализации деформации по периферии образца, тогда как в центре образца наблюдается более равномерная макроструктура, причем степень локализации пластической деформации выше в стали 45.

На рис. 4, а, б представлена микроструктура с разных участков образцов стали 20, подвергнутых ИПДК при температурах 20 и 400°С, и значения микротвердости вдоль диаметра образца.

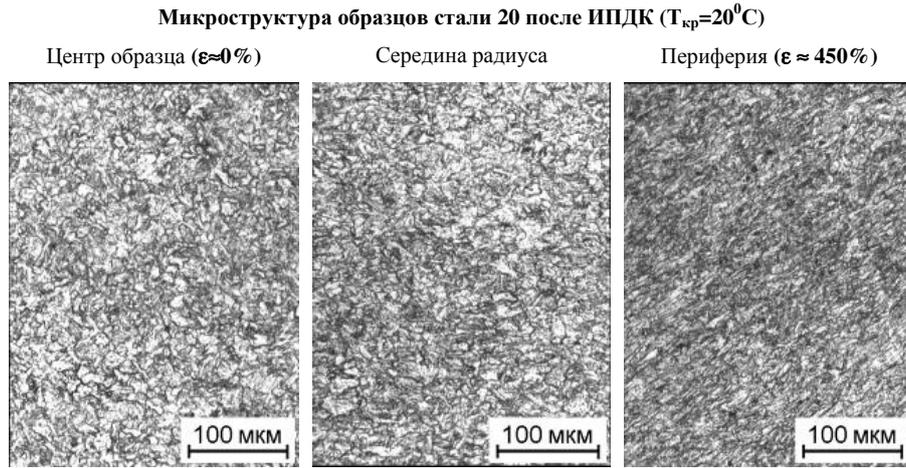
Анализ микроструктуры показывает, что после ИПДК стали 20 при комнатной температуре в центре образца и на середине радиуса наблюдается незначительное измельчение зерен, тогда как на периферии наблюдается заметное уменьшение размеров зерен с ярко выраженной металлографической текстурой. Микротвердость на обеих поверхностях образца практически одинакова и повышается после ИПДК примерно на 20%. Несмотря на значительное различие микроструктуры в центре образца и на периферии, микротвер-

дость по диаметру достаточно однородна и составляет около 2700 МПа.

С повышением температуры ИПДК также не происходит заметного измельчения зерен в центре образца, тогда как с удалением от центра формируется металлографическая текстура, усиливающаяся к периферии образца. Микроструктура становится ультрамелкозернистой и оптически перестает разрешаться. Микротвердость в центральной части образца существенно ниже, чем на периферии (в 2 раза), хотя выше средних значений микротвердости образцов, деформированных при 20°С — около 3000 МПа. С удалением от центра значения микротвердости резко повышаются и достигают 6500–7000 МПа. Это также подтверждает факт локализации деформации на периферии образца с повышением температуры.

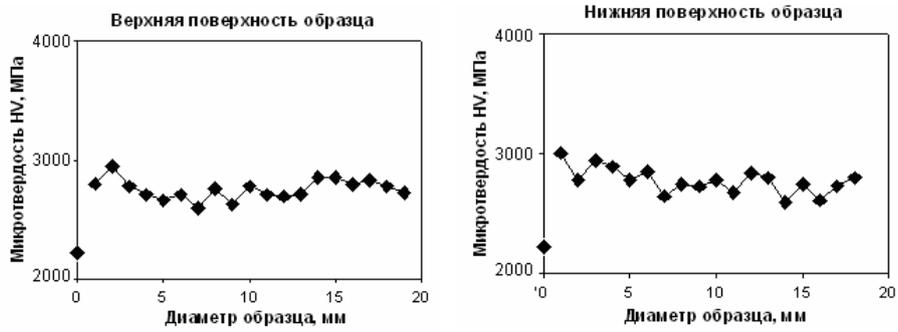
На рис. 5, а, б представлена микроструктура и распределение микротвердости образцов из стали 45, подвергнутых ИПДК при температурах 20 и 400°С.

ИПДК при  $T = 20^\circ\text{C}$  приводит к формированию однородной микроструктуры как в центре, так и по периферии образца. Металлографическая текстура и измельчение структуры практически не наблюдаются при оптической микроскопии (рис. 5, а), хотя значения микротвердости повышаются на ~22%. С повышением температуры ИПДК, по аналогии со сталью 20, имеет место сохранение исходной микроструктуры в центре образца и значительное измельчение зерен по периферии, однако сильная локализация деформации сопровождается формированием сла-



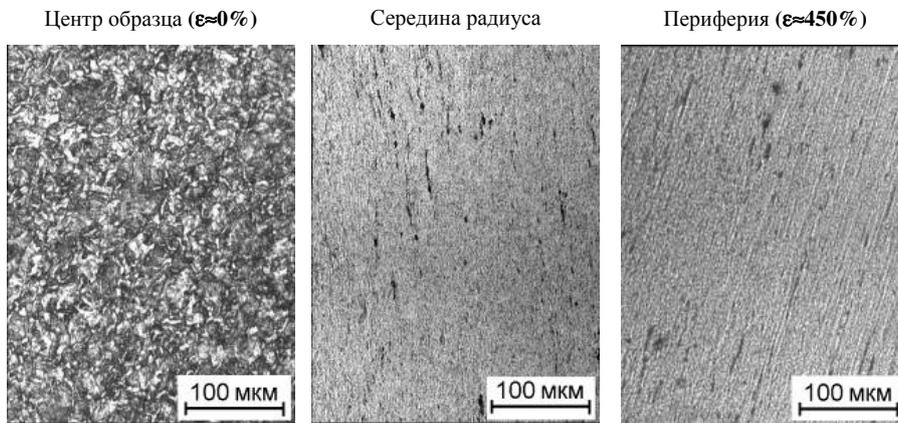
**Распределение микротвердости по диаметру образца,  $T_{кр}=20^{\circ}\text{C}$**

(микротвердость до деформации указана на ординате)

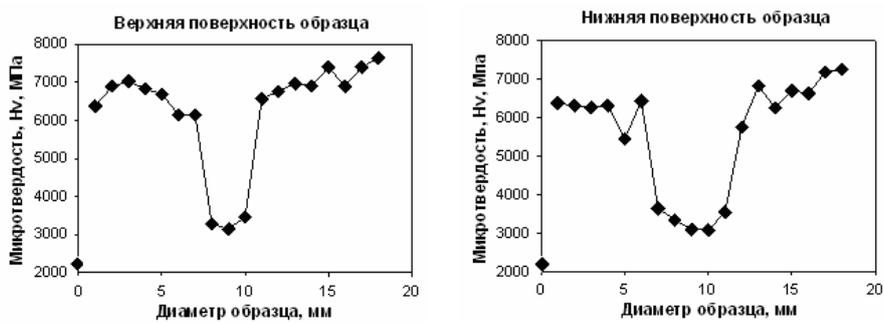


a

**Микроструктура образцов стали 20 после ИПДК ( $T_{кр}=400^{\circ}\text{C}$ )**

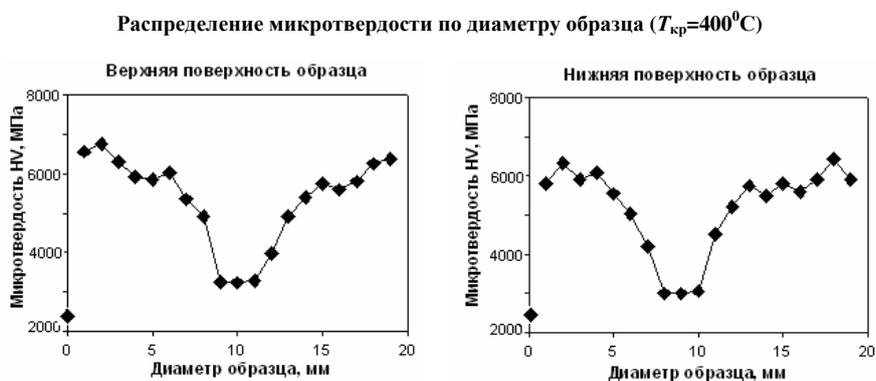
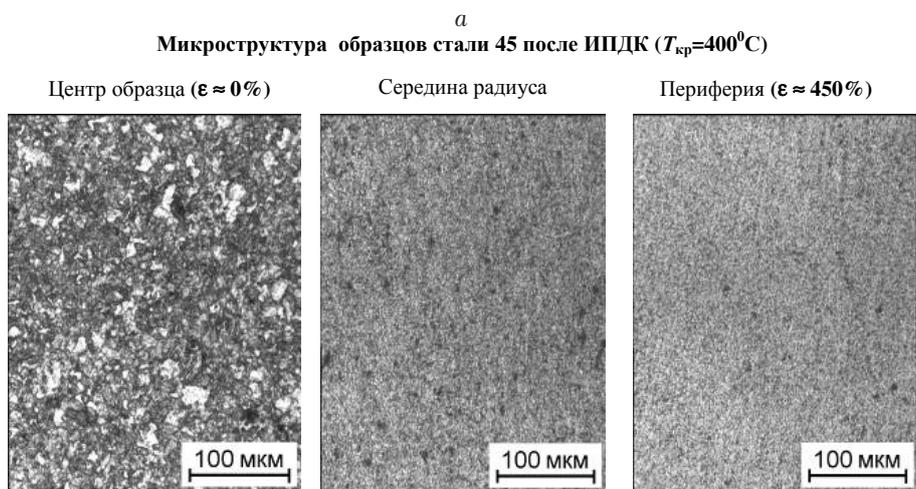
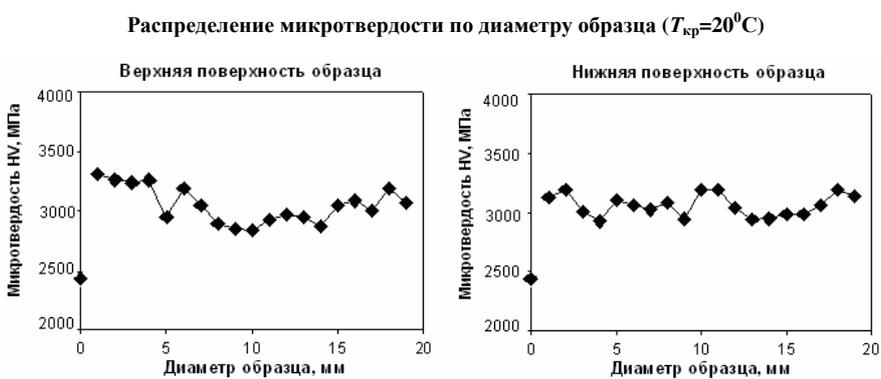
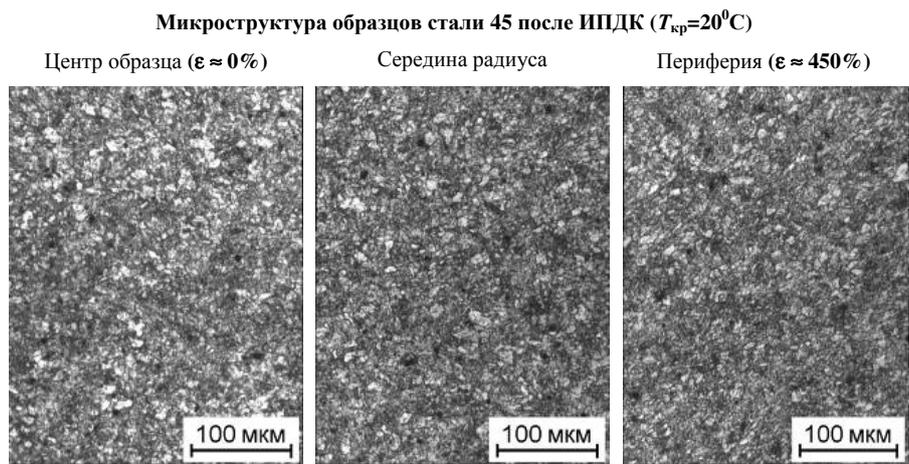


**Распределение микротвердости по диаметру образца,  $T_{кр}=400^{\circ}\text{C}$**



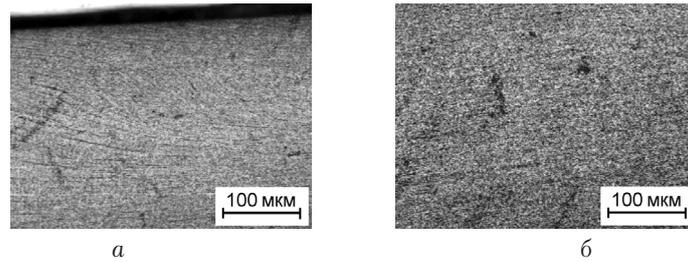
б

**Рис. 4.** Микроструктура и микротвердость стали 20 после ИПДК: а – при  $20^{\circ}\text{C}$ , б – при  $400^{\circ}\text{C}$

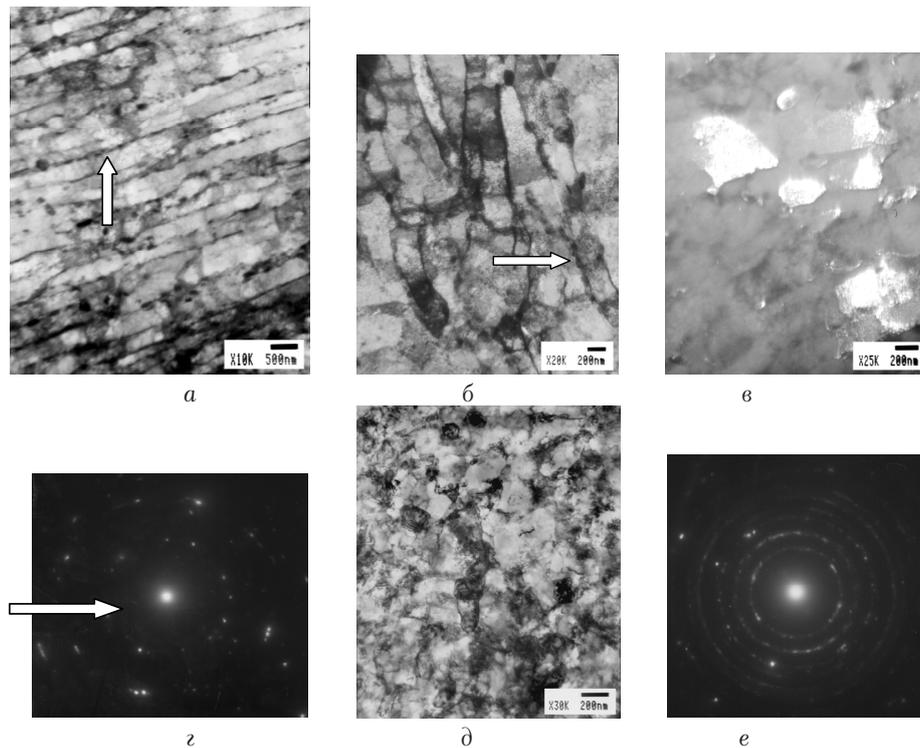


6

Рис. 5. Микроструктура и микротвердость стали 45 после ИПДК: а – при  $20^{\circ}\text{C}$ , б – при  $400^{\circ}\text{C}$



**Рис. 6.** Микроструктура стали 45 в поперечном сечении образцов: а – в периферийной зоне образца; б – в центральной зоне образца



**Рис. 7.** Тонкая структура стали 20 после ИПДК: а–г – при температуре 20°С , д–е – при температуре 400°С

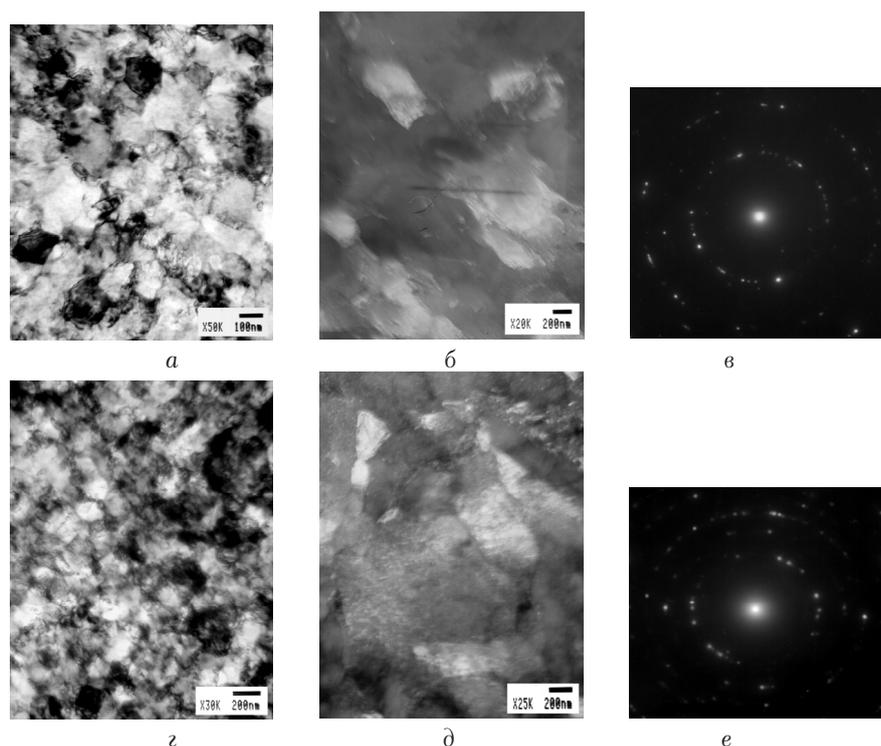
бо выраженной металлографической текстуры (рис. 5, б).

Несмотря на явные структурные различия, характер распределения микротвердости по диаметру образцов для сталей 20 и 45 идентичны соответственно как при комнатной, так и при повышенной температуре ИПДК. Значения микротвердости в центральной части образца после ИПДК при 400°С на том же уровне, что и у образцов после ИПДК при 20°С (рис. 5, а), однако на периферии имеет место значительное упрочнение (более 2 раз) (рис. 5, б).

Исследование микроструктуры в поперечном сечении образцов подтвердил наличие сильной локализации деформации на периферии образцов обеих сталей, деформированных при 400°С. На рис. 6, а хорошо видны линии течения металла в процессе деформации, приводящие к строчечному распределе-

нию включений, которые наблюдали и на макроскопических снимках поверхности образцов (рис. 3).

Электронно-микроскопическое исследование тонких фольг показало, что ИПДК при температуре 20°С приводит к образованию неоднородной, преимущественно субзеренной структуры с размером фрагментов 200–300 нм в обеих сталях (рис. 7, а–г, рис. 8, а–в). Тонкая структура формируется путем поперечного деления сильно вытянутых субзерен феррита дислокационными стенками. Хорошо видно строчечное распределение частиц цементита по границам полос и фрагментов (рис. 7, а, б), хотя карбидные рефлексы на электронограммах очень слабо выражены (рис. 7, г). Такая картина наиболее характерна для стали 20, в которой объемная доля феррита выше. На темнопольном изображении (рис. 7, в, 8, б, д) выявляются зерна фер-



**Рис. 8.** Тонкая структура стали 45 после ИПДК: а–в — при температуре 20°С, г–е — при температуре 400°С (б, д — темное поле)

рита размером от 200 до 400 нм. Плотность дислокаций в теле и в границах фрагментов высокая. ИПДК при 400°С приводит к эффективному измельчению структуры по всему объему образцов (рис. 7, д–е, рис. 8, г–е), несмотря на очень неоднородную по диаметру микроструктуру образцов при оптической микроскопии (см. рис. 3, а; 4, а). Так же, как и при 20°С, формируется смешанная, преимущественно зеренная структура с размером зерен и фрагментов 200–300 нм, а карбидные рефлексы практически отсутствуют. Это говорит о частичном растворении карбидов во время ИПДК [10, 11].

#### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ И ВЫВОДЫ

Таким образом, ИПДК углеродистых сталей 20 и 45 приводит к формированию нанокристаллической структуры с размером зерен или фрагментов 100–200 нм. В ходе ИПД кручением имеет место неоднородная деформация, степень неоднородности которой увеличивается к периферийной зоне образцов. Степень локализации деформации усиливается и с повышением температуры деформации. Однако, несмотря на неоднородность микроструктуры, выявляющуюся при оптической металлографии, электронно-микроскопические исследования показывают измельчение зерен по всему диаметру образцов: как

на периферии, так и в центральной зоне образца.

Необходимо отметить, что повышение температуры деформации не приводит к увеличению размера формирующихся фрагментов, хотя они имеют неравновесные границы, способные на сдвиг (миграцию) [12]. По-видимому, при такой жесткой схеме деформации с преобладанием сдвиговой компоненты отсутствуют условия для миграции границ зерен и фрагментов, приводящей к увеличению их размеров. Препятствовать росту зерен также могут и дисперсные частицы карбидов, оказывающие Зинеровское торможение [13].

Формирование НК структуры в исследованных сталях сопровождается увеличением микротвердости в 1,2–4 раза. Довольно неожиданным является результат, что с повышением температуры деформации значения микротвердости обеих сталей имеют тенденцию к увеличению. Повышение температуры деформации не только не приводит к разупрочнению, а напротив, микротвердость на периферии образцов, деформированных при 400°С, более чем в 2 раза выше, чем после деформации при комнатной температуре. Такая тенденция усиливается с увеличением содержания углерода в стали (см. рис. 4 и 5). По-видимому, резкий рост микротвердости является не только следствием формирования НК зерен. Интенсивная деформация приво-

дит либо к деформационному растворению углерода [10, 11], либо к формированию более дисперсных частиц цементита [8, 9], приводящему к эффективному упрочнению. Это предположение требует дальнейших исследований.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Андривский, Р. А.** Наноматериалы: концепция и современные проблемы / Р. А. Андривский // Журнал Российского химического общества им. Д. И. Менделеева. 2002. Т. XLVI, № 5. С. 50–56.
2. **Алферов, Ж. И.** Наноматериалы и нанотехнологии / Ж. И. Алферов, П. С. Копьев, Р. А. Сурис [и др.] // Нано- и микросистемная техника. 2003. № 8. С. 3–13.
3. **Gleiter, H.** Nanostructured Materials: state of art and perspectives / H. Gleiter // Nanostructured Materials. 1995. Vol. 6. P. 3–14.
4. **Колмаков, А. Г.** Особенности свойств наноматериалов и основные направления их использования / А. Г. Колмаков, М. И. Алымов // Перспективные материалы. 2006. № 5. С. 5–13.
5. **Валиев, Р. З.** Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров. М.: Логос, 2000. 272 с.
6. **Зарипова, Р. Г.** Способ обработки сталей / Р. Г. Зарипова, О. А. Кайбышев, Г. А. Салищев. Патент RU 2181776 (27.04.02, Бюлл. № 12).
7. **Valiev, R. Z.** Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation / R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, Y. T. Zhu // JOM. April, 2006. P. 33–39.
8. **Валиев, Р. З.** Структура и свойства металлических материалов с субмикроструктурной структурой / Р. З. Валиев, А. В. Корзников, Р. Р. Мулюков // ФММ. 1992. № 6. С. 70–86.
9. **Салищев, Г. А.** Характеристика углеродистой стали с СМК структурой / Г. А. Салищев, О. Н. Сеньков, Р. Г. Зарипова [и др.] // Структура и свойства нанокристаллических материалов: сб. науч. тр. Екатеринбург, 1999. С. 123–130.
10. **Зарипова, Р. Г.** Структура и магнитные свойства аустенитной стали 12X18H10T в результате превращений / Р. Г. Зарипова, К. Г. Фархутдинов, Е. Е. Синицына [и др.] // Металлофизика. 1991. Т. 13, № 1. С. 51–58.
11. **Чукин, М. В.** Дифракционный электронно-микроскопический анализ субмикроструктурной

лической и нанокристаллической структуры конструкционных углеродистых сталей после равноосного углового прессования и последующего деформирования / М. В. Чукин, Н. В. Копцева, Р. З. Валиев [и др.] // Вестник МГТУ им. Г. Носова. 2008. № 1. С. 31–37.

12. **Валиев, Р. З.** Наноструктурирование материалов интенсивной пластической деформацией для достижения перспективных свойств / Р. З. Валиев // Фазовые и структурные превращения в сталях: сб. науч. тр. Т. 1, Вып. 4. Магнитогорск: Дом Печати, 2006. С. 215–229.
13. **Humphreys, F. J.** Recrystallization and related annealing phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly. Pergamon, 1995. 495 p.

#### ОБ АВТОРАХ

**Закирова Альбина Азалитовна**, мл. науч. сотр. Ин-та пробл. сверхпластичн. металлов РАН. Дипл. инж.-мех. по машинам и технол. обработки металлов давлением (УАИ, 1994). Канд. техн. наук по материаловед. в машиностр. (Ин-т пробл. сверхпластичн. металлов РАН, 2007). Иссл. в обл. пласт. и сверхпласт. деформации.



**Зарипова Рида Гарифьяновна**, ст. науч. сотр., доц. каф. материаловед. и физ. металлов. Дипл. инж.-мех. по машинам и технол. обр. металлов давлением (УАИ, 1978). Канд. техн. наук по материаловед. в машиностр. (Ин-т проблем сверхпласт. металлов РАН, 1992). Иссл. в обл. пластич. и сверхпластич. деформации.



**Семенов Владимир Иванович**, вед. науч. сотр. ин-та физики перспект. матер. НИЧ УГАТУ. Дипл. инж.-мех. по машинам и технол. обр. металлов давлением (УАИ, 1981). Канд. техн. наук по технол. и машинам обр. металлов давлением (Ин-т проблем сверхпласт. металлов РАН, 1995). Иссл. в обл. пластич. и интенсивн. пластич. деформации.

