

PACS: 81.30.Kf, 81.40.Vw

Л.А. Мальцева¹, Н.И. Носкова², Т.В. Мальцева¹, И.И. Косицына²,
Н.Н. Озерец¹, А.В. Мисарь¹, А.В. Левина¹

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В МЕТАСТАБИЛЬНОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

¹ГОУ ВПО «Уральский государственный технический университет – УПИ»
ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия
E-mail: mla@mf.ustu.ru

²Институт физики металлов УрО РАН
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620219, Россия
E-mail: noskova@imp.uran.ru

Изучено влияние интенсивных пластических деформаций (ИПД) сжатием под высоким давлением в наковальнях Бриджмена с одновременным сдвигом и без него, а также волочением на фазовый состав, структуру и механические свойства практически безуглеродистой новой высокопрочной коррозионно-стойкой аустенитной стали 03X14Ni1K5M2ЮТ. Показано, что ИПД приводит к формированию субмикронной нанокристаллической структуры с преимущественно большеугловыми разориентировками. Исследуемая сталь с такими структурами обладает чрезвычайно высокой пластичностью, обусловленной совместным действием равномерного скольжения, микродвойникования и мартенситных превращений с оптимальной интенсивностью.

Введение

Получение объемных наноструктурных металлов и сплавов с помощью ИПД становится важным и быстроразвивающимся направлением современного материаловедения, которое направлено на создание материалов с высокими механическими и физическими свойствами. Диспергирование микроструктуры до субмикрон- или нанокристаллического уровня вызывает значительное повышение прочности, предела выносливости и понижение температуры перехода в сверхпластическое состояние материала [1,2].

Получать субмикрокристаллическую структуру можно с помощью различных видов термопластической обработки, в том числе включающих ИПД сдвигом под высоким давлением, методом равноканального углового пресования (РКУП), прокаткой со сверхвысокими степенями пластической де-

формации, а также волочением. В данной работе поставлена задача: получение длинномерных заготовок с субмикроструктурной структурой методом ИПД, что в промышленных условиях представляет собой важную самостоятельную, но пока не полностью решенную проблему.

Для производства особо высокопрочной проволоки тонких и тончайших сечений, предназначенной для изготовления упругих элементов, широкое применение в промышленности нашли метастабильные аустенитные стали. Однако не все указанные стали отличаются оптимальной технологичностью и пластичностью. Так, метастабильная аустенитная сталь 12X18H10T, являющаяся одной из основных промышленных марок стали для производства коррозионно-стойкой холоднотянутой проволоки, имеет серьезные недостатки: низкие износостойкость и уровень прочностных механических свойств (даже в деформированном состоянии) и недостаточную пластичность.

Учитывая вышесказанное, на кафедре металловедения УГТУ – УПИ была разработана практически безуглеродистая ($C \leq 0.03\%$) высокопрочная коррозионно-стойкая аустенитная сталь на Fe–Cr–Ni-основе, дополнительно легированная Co, Mo, Ti и Al, предназначенная для изготовления высокопрочной проволоки тонких и тончайших сечений. В данной работе она явилась предметом исследования влияния ИПД на эволюцию микроструктуры и фазовых превращений.

Эксперимент

Для указанной стали марки 03X14H11K5M2ЮТ с точки зрения проведения дальнейшей пластической деформации оптимальными значениями температуры нагрева под закалку в воду являются 1000–1050°C. После данной обработки механические свойства стали составляют: $\sigma_b = 550$ МПа, $\sigma_{0.2} = 245$ МПа, $\psi = 83\%$, $\delta = 63\%$, твердость ≈ 140 НВ, микротвердость аустенита ≈ 200 НВ. Металлографические исследования показали, что после закалки такая сталь имеет типичную полигональную структуру с большим количеством двойников отжига, характерную для аустенита с низкой энергией дефектов упаковки.

Получение высокопрочного состояния в исследуемой метастабильной стали 03X14H11K5M2ЮТ становится возможным после применения высоких суммарных степеней деформации. Безуглеродистый Fe–Cr–Ni-аустенит обладает повышенным запасом пластичности вследствие высокой плотности подвижных дислокаций и практически полного отсутствия атомов внедрения, в большинстве своем являющихся стопорами для движения дислокаций. Это позволяет осуществлять интенсивную холодную пластическую деформацию любым из вышеперечисленных методов.

Вначале на лабораторных образцах были оценены потенциальные возможности исследуемой стали к деформированию. Образцы призматической формы после закалки подвергли деформации осадкой с целью определения сопротивления деформации. Анализ графиков сопротивления деформации показал, что исследуемая метастабильная аустенитная сталь обладает высо-

ким сопротивлением деформации. Причем зависимость сопротивления деформации σ_s от относительного обжатия ε практически линейная, вплоть до относительного обжатия 70%. На кривой упрочнения отсутствует участок насыщения, что позволяет спрогнозировать поведение исследуемой стали при больших обжатиях. Проведенные испытания указывают на то, что эта сталь имеет повышенные возможности упрочнения при пластической деформации.

Интенсивную пластическую деформацию исследуемой стали проводили на наковальнях Бриджмена сжатием при давлениях 3, 5, 8 и 10 GPa как с одновременным сдвигом на 1/4, 3, 5 и 8 оборотов, так и без сдвига. На полученных образцах изучали влияние ИПД на фазовый состав, твердость и микроструктуру.

Поскольку аустенит изучаемой стали при высоких суммарных степенях деформации является метастабильным, следует ожидать протекания $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения при ИПД сжатием под высоким давлением, а также сжатием под высоким давлением со сдвигом.

Результаты и их обсуждение

Деформация при давлении 3 GPa вызвала незначительное $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение, но с ростом давления от 3 до 10 GPa количество мартенсита деформации увеличилось от 7 до 42% соответственно. Оказалось, что чем больше величина приложенного давления, тем выше твердость аустенитной стали 03X14N11K5M2ЮТ. Однако наибольшее увеличение твердости этой стали достигается при ИПД сжатием под давлением со сдвигом, причем с ростом величины сдвига или числа скручиваний (рис. 1).

Как показали электронно-микроструктурные исследования (рис. 2), давление $P = 5$ GPa создает в структуре высокое упругое поле напряжений, которое обусловлено возникновением высокой плотности дислокаций. Наблюдаются изгибы решетки, на которые указывают экстинкционные полосы (рис. 2, а, б). Кроме этого, происходит $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение с образованием пластинчатого мартенсита деформации (на снимках микродифракции возникают дифракционные рефлексы α -фазы и очень слабые – ε -мартенсита).

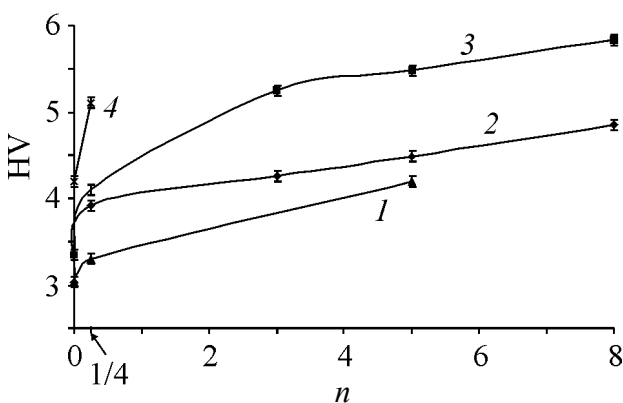


Рис. 1. Зависимость микротвердости стали 03X14N11K5M2ЮТ от числа оборотов n и приложенного давления, GPa: 1 – 3, 2 – 5, 3 – 8, 4 – 10

При повышении приложенного давления до 8 GPa происходит увеличение упругих напряжений, наиболее часто встречаются полосы деформации, в структуре превалирует γ -фаза с включениями пластинчатого мартенсита (рис. 2, в, з). На картинах микродифракции рефлексy оказываются ориентационно зависимы, а следовательно, это позволяет сделать заключение, что возможно присутствие α -фазы и ε -мартенсита. ИПД при давлении $P = 5$ GPa со сдвигом ($\varphi = 90^\circ$, при $n = 3, 5$ и 8 оборотов) приводит к усилению мартенситного превращения и, как следствие, к увеличению доли мартенсита (рис. 2, д, е), что, в свою очередь, способствует росту микротвердости. Полностью ОЦК-фаза в исследуемой стали обнаруживается при давлении $P = 8$ GPa и $n = 5$ оборотов (рис. 2, ж, з). В результате такой деформации возникают области, разориентированные друг относительно друга, создается неоднородная структура. Пластины мартенсита разбиваются, размеры мартенситных кристаллов колеблются от 50 до 250 nm. Полное кольцо на дифракционных картинах свидетельствует о возникновении наноструктурного состояния. Такая ИПД приводит к существенному повышению микротвердости (более чем в 2.5 раза по сравнению с исходным закаленным состоянием).

Таким образом, использование метода ИПД для практически безуглеродистой коррозионно-стойкой аустенитной стали 03X14H11K5M2ЮТ оказалось вполне целесообразным и еще раз показало высокую технологичность исследуемой стали и ее потенциальные возможности получения субмикрoкристаллической структуры.

Поскольку основным назначением исследуемой стали является получение методом ИПД в промышленных условиях длинномерных заготовок (проволоки) с субмикрoкристаллической структурой, представляло интерес рассмотреть влияние интенсивных суммарных степеней обжатия, используемых при производстве холоднотянутой проволоки, на эволюцию субструктуры и свойства этой стали.

Известно [3], что мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение протекает заметно интенсивнее при растяжении, чем при сжатии. Это объясняется двумя причинами. Во-первых, образование мартенсита сопровождается увеличением объема, а приложение сжимающих напряжений препятствует $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращению. Во-вторых, на процесс $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения влияет также то, что металлы с ГЦК-решеткой при растяжении и сжатии образуют разные текстуры деформации. При растяжении сдвиговые напряжения по плоскостям $\{111\}$, в которых происходит движение дислокаций, при пластической деформации выше, чем при сжатии, что обуславливает образование большего количества мартенсита.

Целью следующей части работы являлось изучение структуры стали 03X14H11K5M2ЮТ при ИПД волочением и механизмов ее деформационного наноструктурирования.

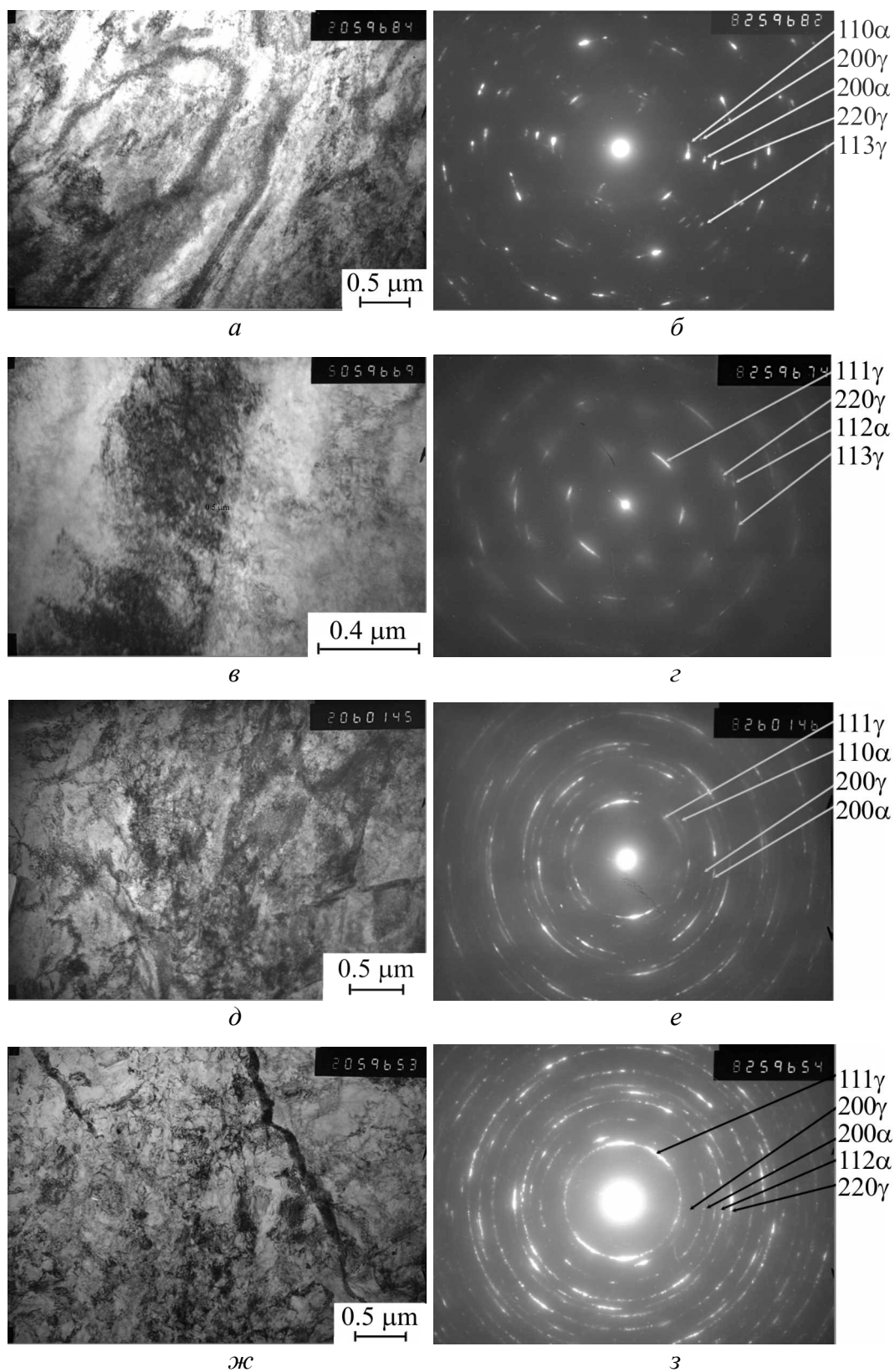


Рис. 2. Микрокристаллическая структура и дифракция стали 03X14H11K5M2ЮТ после ИПД: *а, б* – $P = 5$ GPa; *в, г* – $P = 8$ GPa; *д, е* – $P = 5$ GPa, $n = 5$ оборотов; *ж, з* – $P = 8$ GPa, $n = 5$ оборотов

При производстве высокопрочной проволоки из исследуемой стали была обнаружена высокая технологичность, что позволило применить к этой стали высокие суммарные степени деформации ($e = 3.27$) без потери пластичности. Прирост прочности при этом составил $\Delta\sigma_b = 960$ МПа.

Металлографические исследования показали, что микроструктура деформированной проволоки имеет вид, типичный для большинства аустенитных коррозионно-стойких сталей, подвергнутых деформации волочением. При значительной деформации происходит изменение формы зерен – из равноосных они становятся все более вытянутыми вдоль оси волочения. В процессе холодного волочения исследуемой стали формируется аксиальная текстура. В аустенитной матрице возникает основная ориентировка по направлению $\langle 111 \rangle$, которая дополняется второй компонентой типа $\langle 100 \rangle$, параллельной оси проволоки. Подобная ориентировка является типичной для металлов и сплавов с ГЦК-решеткой, имеющей пониженную энергию дефектов упаковки [4,5]. При значительной деформации (когда объемная доля мартенсита в структуре становится заметной) удается, кроме того, зафиксировать преимущественную ориентировку кристаллов α -твердого раствора по направлению $\langle 110 \rangle$.

Эволюцию субструктуры метастабильной аустенитной стали в процессе холодной пластической деформации изучали с помощью электронной микроскопии, что позволило установить следующее. При малых степенях обжатия $\approx 30\%$ ($e = 0.39$) на фоне однородно распределенных дислокаций появляются многочисленные дефекты упаковки и двойники. Они сначала располагаются по одной системе сдвига (рис. 3,а,б), а с увеличением степени деформации – по двум и более (рис. 3,в).

Деформационные микродвойники становятся достаточно протяженными, приобретая искривленную форму вследствие пластической деформации окружающей матрицы. Возможно, кроме микродвойников в структуре деформированной стали наравне с γ -фазой присутствует и ε -мартенсит. Такое присутствие в исследуемой стали наблюдается даже при деформации $\approx 30\%$. На существование ε -фазы указывают данные картины микродифракции и темнопольные изображения в рефлексе ε -фазы $(1\bar{2}.4)_\varepsilon$ (рис. 3,б). Это становится возможным, по-видимому, в связи со спецификой легирования исследуемой стали кобальтом [6].

С увеличением степени суммарного обжатия до 69% ($e = 1.15$) и выше в структуре появляется α -мартенсит, количество которого растет с повышением степени холодной пластической деформации. Мартенсит деформации обнаруживается только в местах с большой плотностью дефектов упаковки. При степени суммарной деформации 88% ($e = 2.17$) на картинах микродифракции наблюдается появление мелких рефлексов в виде дифракционных колец. Это происходит вследствие образования субмикроструктурной структуры с рефлексами как ОЦК-, так и ГЦК-фаз (рис. 3,з). При деформации $\approx 94\%$ ($e = 2.32$) имеем нанокристаллический размер фаз мартенсита 20–100 nm (рис. 3,д,е).

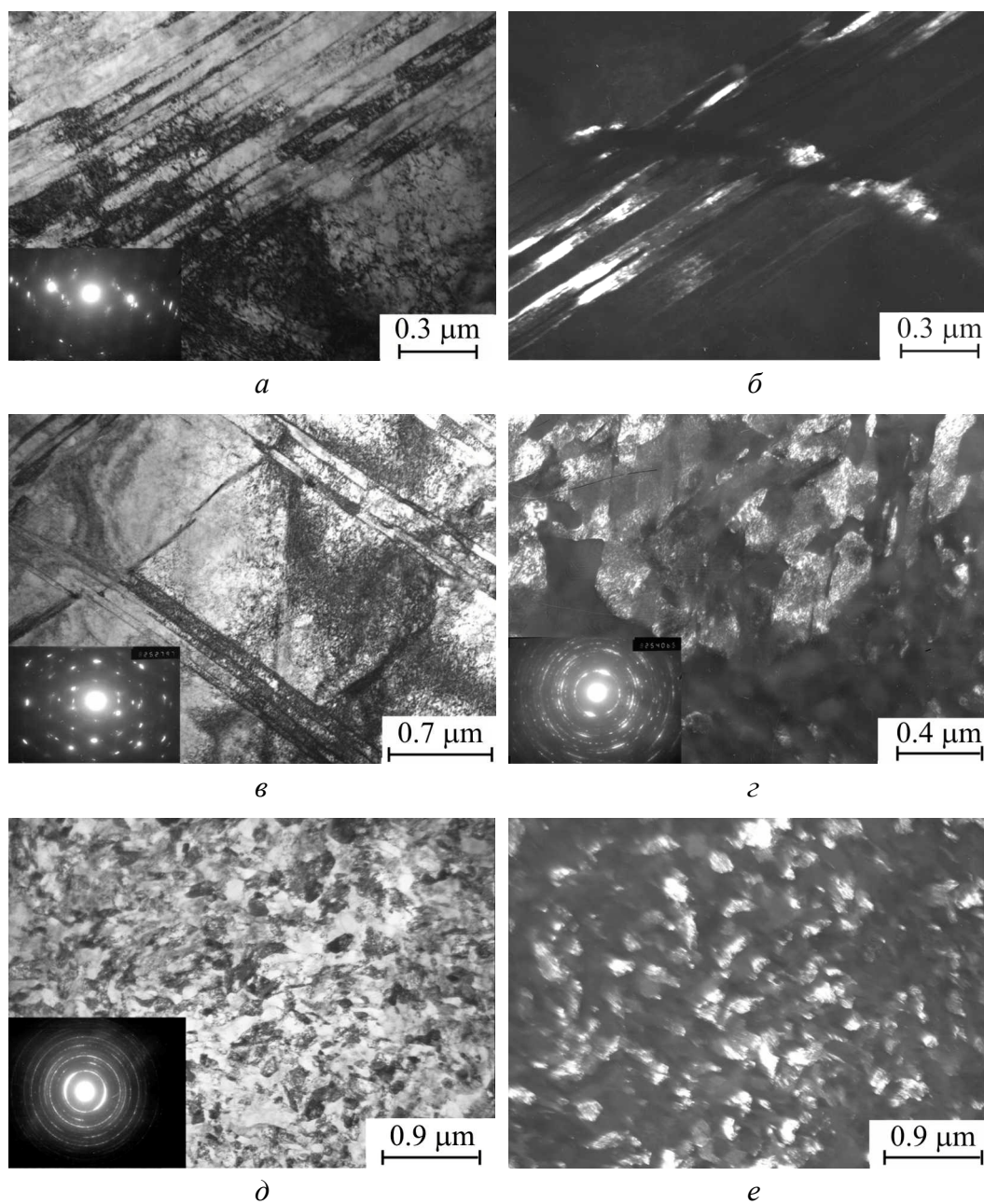


Рис. 3. Структура стали 03X14N11K5M2ЮТ: *a, в, д* – после деформации соответственно $e = 0.39$ (30%), 0.52 (41%), 2.32 ($\approx 94\%$); *б, г, е* – темнопольное изображение в рефлексе соответственно ε -фазы $(12.4)_\varepsilon$ после деформации $e = 0.39$ (30%); γ -фазы $(111)_\gamma$, $e = 2.17$ (88%); α -фазы $(011)_\alpha$, $e = 2.32$ ($\approx 94\%$)

Таким образом, обнаруживаемая в стали 03X14N11K5M2ЮТ чрезвычайно высокая пластичность обусловлена совместным действием равномерного скольжения, микродвойникования и мартенситных превращений с оптимальной интенсивностью (трип-эффект). Способность деформироваться с высокими суммарными степенями обжатия без накопления повреждаемости следует связать в первую очередь с особенностями химического состава стали –

низким (менее 0.03%) содержанием углерода и повышенным содержанием никеля и кобальта, увеличивающих степень подвижности дислокаций.

Упрочнение исследуемой стали вызвано одновременным и сложным влиянием ряда факторов. Повышение прочности нестабильных аустенитных сталей обусловлено как наклепом, так и усилением дефектности структуры γ -твердого раствора вследствие развития процессов пластического деформирования путем скольжения и механического двойникования.

Несомненно, что благоприятное влияние на эффективность упрочнения при волочении оказывает и протекающее мартенситное превращение. Причем его роль может заключаться не только в облегчении протекания пластической деформации и, как следствие, устранения локальных пиковых напряжений, но и в непосредственном участии в структурном упрочнении благодаря образованию дисперсных кристаллов мартенсита. На это дополнительно указывает выявленная количественная зависимость между уровнем упрочнения деформированной стали и объемной доли мартенситной фазы.

Заключение

Таким образом, проведенное исследование позволяет сделать следующие выводы.

1. Аустенит практически безуглеродистой алюминийсодержащей коррозионно-стойкой стали является деформационно нестабильным и испытывает $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ - и $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения в процессе ИПД, полнота которых зависит от величины приложенного давления и сдвига под давлением (или суммарной степени деформации при волочении).

2. Воздействие ИПД приводит к формированию субмикро- и нанокристаллической структур преимущественно с большеугловыми разориентировками на границах зерен.

3. Механические свойства после ИПД зависят от особенностей формирующейся дислокационной субструктуры, интенсивности мартенситных превращений и размеров образовавшихся кристаллов мартенсита.

4. Чрезвычайно высокая пластичность, обнаруживаемая в стали при ИПД, обусловлена совместным действием равномерного скольжения, микродвойникования и мартенситных превращений с оптимальной интенсивностью.

1. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. *Н.И. Носкова, Р.Р. Мулюков*, Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы, УрО РАН, Екатеринбург (2003).
3. *N.I. Noskova, A.V. Korznikov*, The Physics of Metals and Metallography **94**, 24 (2002).
4. *Г. Вассерман, И. Гревен*, Текстура металлических материалов, Металлургия, Москва (1969).
5. *Р. Хоникомб*, Пластическая деформация металлов, Мир, Москва (1972).
6. *А.Г. Рахштадт*, Пружинные стали и сплавы, Металлургия, Москва (1982).

Л.А. Мальцева, Н.І. Носкова, Т.В. Мальцева, І.І. Косицина, Н.Н. Озерець, А.В. Місар, А.В. Левіна

ЕВОЛЮЦІЯ СТРУКТУРИ І ФАЗОВИХ ПЕРЕТВОРЕНЬ В МЕТАСТАБІЛЬНІЙ АУСТЕНІТНІЙ СТАЛІ ПРИ ІНТЕНСИВНІЙ ПЛАСТИЧНІЙ ДЕФОРМАЦІЇ

Вивчено вплив інтенсивних пластичних деформацій (ПД) стисненням під високим тиском в ковадлах Бріджмена з одночасним зсувом і без нього, а також волочінням на фазовий склад, структуру і механічні властивості нової практично безвуглецевої високоміцної корозійностійкої аустенітної сталі 03X14H11K5M2IOT. Показано, що ПД призводить до формування субмікро- і нанокристалічних структур з переважно великокутовими розорієнтовками. Досліджувана сталь з такими структурами має надзвичайно високу пластичність, зумовлену сумісною дією рівномірного ковзання, мікродвійникування і мартенситних перетворень з оптимальною інтенсивністю.

L.A. Maltseva, N.I. Noskova, T.V. Maltseva, I.I. Kositsyna, N.N. Ozerets, A.V. Misar, A.V. Levina

THE EVOLUTION OF STRUCTURE AND PHASE TRANSFORMATIONS IN METASTABLE AUSTENITIC STEEL AT SEVERE PLASTIC DEFORMATION

The influence of severe plastic deformation (SPD) by high-pressure compression in Bridgman anvil apparatus, with a simultaneous shear and without it, and drawing on phase composition, structure and mechanical properties of practically carbon-free new high-strength corrosion-resistant austenitic steel 03X14H11K5M2IOT has been studied. It is shown that SPD leads to formation of submicro- and nanostructure with mainly high-angle misorientation. The investigated steel with such structures possesses extremely high ductility caused by joint action of uniform sliding, fine-scale twinning and martensite transformations of optimum intensity.

Fig. 1. Dependence of steel 03X14H11K5M2IOT microhardness on the number of turns n and the applied pressure, GPa: 1 – 3, 2 – 5, 3 – 8, 4 – 10

Fig. 2. Microcrystalline structure and diffraction of the 03X14H11K5M2IOT steel after SPD: a, b – $P = 5$ GPa; c, d – $P = 8$ GPa; e, f – $P = 5$ GPa, $n = 5$ turns; g, h – $P = 8$ GPa, $n = 5$ turns

Fig. 3. Structure of steel 03X14H11K5M2IOT: a, b, d – after deformation $e = 0.39$ (30%), 0.52 (41%), 2.32 ($\approx 94\%$); c, e – dark-field image in ϵ -phase reflex $(\bar{1}\bar{2}.4)_\epsilon$ after deformation $e = 0.39$ (30%); γ -phase reflex $(111)_\gamma$, $e = 2.17$ (88%); α -phase reflex $(011)_\alpha$, $e = 2.32$ ($\approx 94\%$)