

Балакин В. Ф. /д. т. н./,
Тишкевич Д. Г.
НМетАУ

Рааб Г. И. /к. т. н./
Уфимский государственный авиационный
технический университет

Влияние низкотемпературного нагрева после интенсивной пластической деформации на структуру и свойства стали 45

Исследовано влияние низкотемпературного нагрева после интенсивной пластической деформации стали 45 методом равноканального углового прессования на трансформацию структуры. Представлена зависимость прочностных свойств стали от температуры нагрева после деформации. Показано, что в диапазоне температур 250-350 °С может происходить увеличение прочности, связанное с выделением дисперсных частиц карбидов из твердого раствора. Ил. 8. Табл. 1. Библиогр.: 8 назв.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, равноканальное угловое прессование, ультрамелкозернистая структура, субзерно, прочность

The effect of low temperature heating after severe plastic deformation by equal channel angular pressing on the transformation of the structure of steel 45 was studied. Dependence the mechanical properties of steel from the heating temperature after deformation was presented. It is shown that in temperature range of 250-350 °C can increase the strength associated with the release of the dispersed particles of solid solution carbides.

Keywords: severe plastic deformation, equal channel angular pressing, ultra-fine grained structure, subgrain, strength

Одним из методов интенсивной пластической деформации (ИПД) стали, который позволяет формировать дисперсные структуры с размером структурных составляющих нано- и ультрамелкого диапазона является равноканальное угловое прессование (РКУП). Создание таких структур в процессе РКУП сопровождается значительным наклепом металла вследствие накопления большой степени деформации. Металл приобретает неравновесное состояние с повышенным уровнем свободной энергии, что обусловлено присутствием большого количества дефектов. Наклепанный металл после окончания деформации стремится самопроизвольно перейти в равновесное состояние с меньшим уровнем свободной энергии, что сопровождается уменьшением общего числа дефектов кристаллической решетки и перераспределением их в кристаллитах с образованием равновесных конфигураций. Эти процессы осуществляются путем перемещения атомов и в значительной степени зависят от температуры [1]. В этой связи многие технологические схемы включают операции нагрева продукции после окончания деформации, что может приводить к трансформации структуры и, как следствие, изменению прочностных свойств стали.

Целью данной работы является исследование структурных превращений и изменения прочностных свойств стали 45 в результате низ-

котемпературного нагрева после интенсивной пластической деформации методом РКУП.

Материал и методы исследования

Образцы стали 45 подвергали интенсивной пластической деформации при температуре 400 °С продавливанием заготовки через пресс-форму с каналами, которые пересекаются под углом 120°. Степень деформации ϵ , рассчитанная по предложенной в работе [2] формуле, составила примерно 2,7. Деформированные образцы подвергали нагреву до температур 100, 200, 300, 400, 550 °С и выдерживали при указанных температурах в течение часа.

Микроструктурные исследования проводили с помощью электронной и световой микроскопии с использованием пакета для анализа изображений структуры «Structure 2001». Исследование тонкой структуры стали осуществляли с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2000SX-II с ускоряющим напряжением 200 кВ. Для этого с помощью предварительного механического шлифования и последующего электролитического полирования были изготовлены образцы диаметром 3 мм и толщиной 0-100 нм в виде тонкой фольги. Полировку проводили при комнатной температуре в приборе TENUPOЛ-3 в растворе, содержащем 500 см³ ледяной уксусной кислоты и 100 г соли Na₂CrO₄. Рентгеноструктурный анализ осуществляли на дифрактомере ДРОН 2 с использова-

нием излучения CuK_α . Механические свойства стали определяли стандартным методом при растяжении микрообразцов на испытательной машине FP 100/1.

Результаты исследований

После равноканального углового прессования формируется дисперсная структура (рис. 1а). В избыточном феррите формируется смешанная структура, состоящая из ультрамелких зерен и ячеек (субзерен) с широкими размытыми границами (рис. 1б, в). В перлите пластины феррита и цементита становятся изогнутыми и насыщенными дефектами (рис. 1г), а многочисленные полигональные стенки состоят из равномерных сеток избыточных дислокаций, которые остаются некомпенсированными после аннигиляции дислокаций противоположных знаков. В феррите размеры зерен в среднем составляют 500-800 нм.

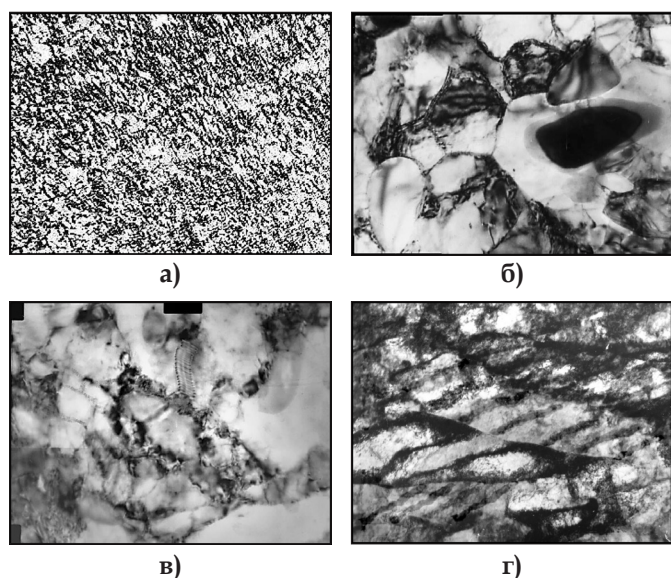


Рис. 1. Структура стали 45 после равноканального углового прессования при 400 °С:

а – дисперсная структура, $\times 4000$;
б, в – тонкая структура феррита, $\times 50000$;
г – феррито-цементитная смесь, $\times 74000$

Изрезанность пластин цементита является следствием их разрушения в процессе деформации за счет движения дислокаций через пластины и выноса атомов углерода в ферритную матрицу. Атомам углерода энергетически выгоднее находиться на ядрах дислокаций и на суб-

границах, чем в решетке цементита. Это связано с тем, что энергия связи «атом углерода и дислокация» составляет 0,6 эВ, «атом углерода и субграница» – 0,8 эВ, в то время как в цементите его удерживает 0,5 эВ [3]. В связи с этим появляется значительная вероятность сосредоточения атомов углерода на дефектах кристаллической решетки феррита [4].

Анализ рентгеновской дифрактограммы, представленной на рис. 2, позволил определить параметры структурных составляющих стали – феррита и цементита (таблица).

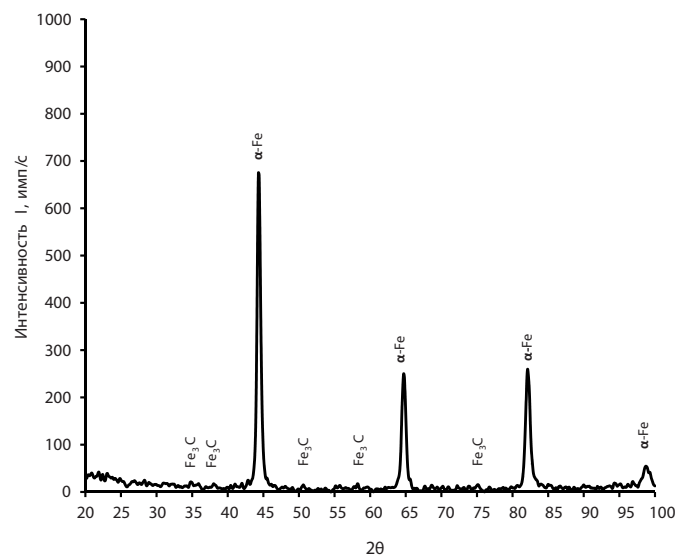


Рис. 2. Рентгеновская дифрактограмма образцов стали 45 после равноканального углового прессования при 400 °С

Из анализа рентгеновской дифрактограммы и данных, представленных в таблице, можно заключить, что после равноканального углового прессования сформировалась структура с малым размером структурно совершенных кристаллитов и высокой плотностью дислокаций, большая часть которых сосредоточена в субграницах, образованных при динамической полигонизации.

Как известно [5], при низких температурах нагрева деформированного металла происходит структурный возврат, который характеризуется уменьшением наклепа в результате перегруппировки дислокаций и взаимной аннигиляции дислокаций разного знака. При темпера-

Таблица

Параметры феррита и цементита после ИПД

Структурная составляющая	Параметры решетки, Å			Микро-напряжения	Размер ОКР*, нм	Плотность дислокаций, см^{-2}
	a	b	c			
Феррит	2,868	-	-	$1,29 \times 10^{-3}$	52-74	$(1,1-4,2) \times 10^{11}$
Цементит	5,04	6,13	4,77	$2,1 \times 10^{-3}$	15-29	-

Примечание. * – область когерентного рассеяния.

туре нагрева после ИПД 200 °С наблюдали самую низкотемпературную разновидность среди всех явлений самопроизвольного перехода наклепанного металла в более равновесное состояние – процесс отдыха. На этой стадии все перемещения дислокаций носят локальный характер, поэтому их плотность вследствие аннигиляции уменьшается незначительно. По данным рентгеноструктурного анализа она составила $(5,1-10,8) \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$.

Существенное снижение микронапряжений в кристаллической решетке феррита до $0,8 \times 10^{-3}$ может быть объяснено также перераспределением точечных дефектов и уменьшением их концентрации. Межузельные атомы аннигилируют на краевых дислокациях и при встрече с вакансиями. Вакансии, мигрируя к дислокациям и границам зерен, также аннигилируют [5]. При этом видимых изменений в микроструктуре деформированных образцов не отмечали (рис. 3а). Сохраняется дисперсное состояние с размерами фрагментов ультрамелкого диапазона. Анализ рентгеновской дифрактограммы (рис. 4а) показал сужение и увеличение интенсивности интерференционных максимумов ферритной составляющей стали, которое, вероятно, произошло вследствие уменьшения микронапряжений и роста кристаллитов до 100-139 нм. Появление новых максимумов на рентгенограмме свидетельствует о возможном выделении дисперсных частиц ϵ -карбида из насыщенного твердого раствора, который, как отмечалось ранее, может образовываться при интенсивной пластической деформации за счет растворения цементита. Подъем интенсивности в области малых углов свидетельствует о наличии аморфной пленки (оксиды и др.). Это с точки зрения структурного анализа объясняется тем, что возникает диффузное рассеяние от этих пленок. Если существует аморфная структура, то должно быть два или три диффузных максимума. На этот аморфный фон накладываются линии кристаллических фаз.

Искривление кристаллической решетки феррита и хаотичное расположение атомов железа вокруг частиц карбидов также может служить причиной возникновения «галло» на рентгенограмме. Увеличение интенсивности излучения при малых углах отражения может быть объяснено присутствием в сильно деформированном металле микрополостей с размером порядка нескольких ангстрем. Речь может идти не об однородно распределенных искажениях в массе металла, а о значительных и относительно редких неоднородностях [6].

Повышение температуры нагрева до 300 °С обеспечивает более интенсивное протекание

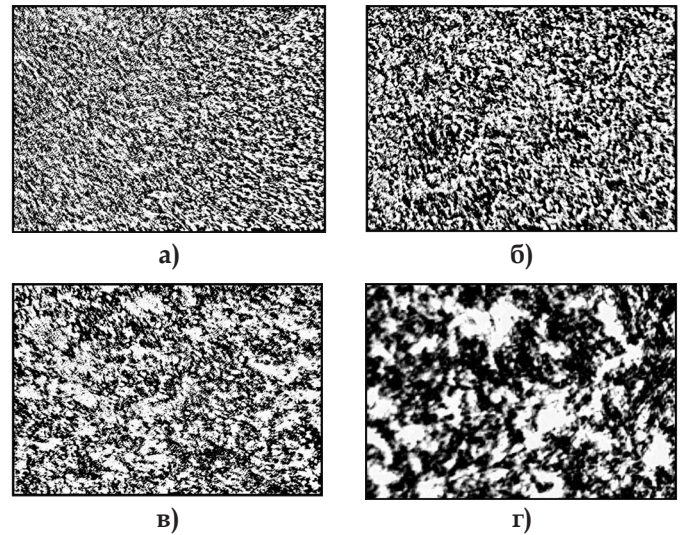


Рис. 3. Структура стали 45 после равноканального углового прессования при температуре ~ 400 °С и последующего нагрева с выдержкой в течение одного часа при температурах:
а – 200 °С; б – 300 °С; в – 400 °С; г – 550 °С; $\times 4000$

процессов структурного возврата и выделения фаз из твердого раствора. Это выражается в увеличении интенсивности интерференционных максимумов на дифрактограмме (рис. 4б).

Плотность дислокаций после выдержки образцов при температуре 300 °С составляет $(5,0-10,0) \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Размер кристаллитов остается в диапазоне 100-130 нм. Микронапряжение в ферритной составляющей стали равно $1,13 \times 10^{-3}$. Это связано с локальными микроискажениями решетки феррита из-за присутствия некогерентных частиц карбидов.

Нагрев образцов стали до температуры 400 °С сопровождается уменьшением интенсивности интерференционных максимумов ферритной составляющей стали на рентгеновской дифрактограмме (рис. 4в). В дислокационной структуре ферритной составляющей обычным явлением становятся дислокационные сетки с регулярным распределением дислокаций в них, что характерно для полигонизованных, т. е. для деформированных и отожженных структур (рис. 5). Разориентация на таких субзеренных границах составляет ~ 1°. Очищение феррита от хаотично расположенных внутризеренных дислокаций во время статической полигонизации способствует уменьшению искажений кристаллической решетки. При температурах выше 300 °С ϵ -карбид неустойчив, поэтому возможно образование χ -карбида (карбида Хэгта).

Количественная оценка параметров структуры показала, что размеры кристаллитов равны 100-130 нм. Плотность дислокаций уменьшается до значений $(3-7) \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Микронапряжения решетки феррита составляют при этом $1,1 \times 10^{-3}$.

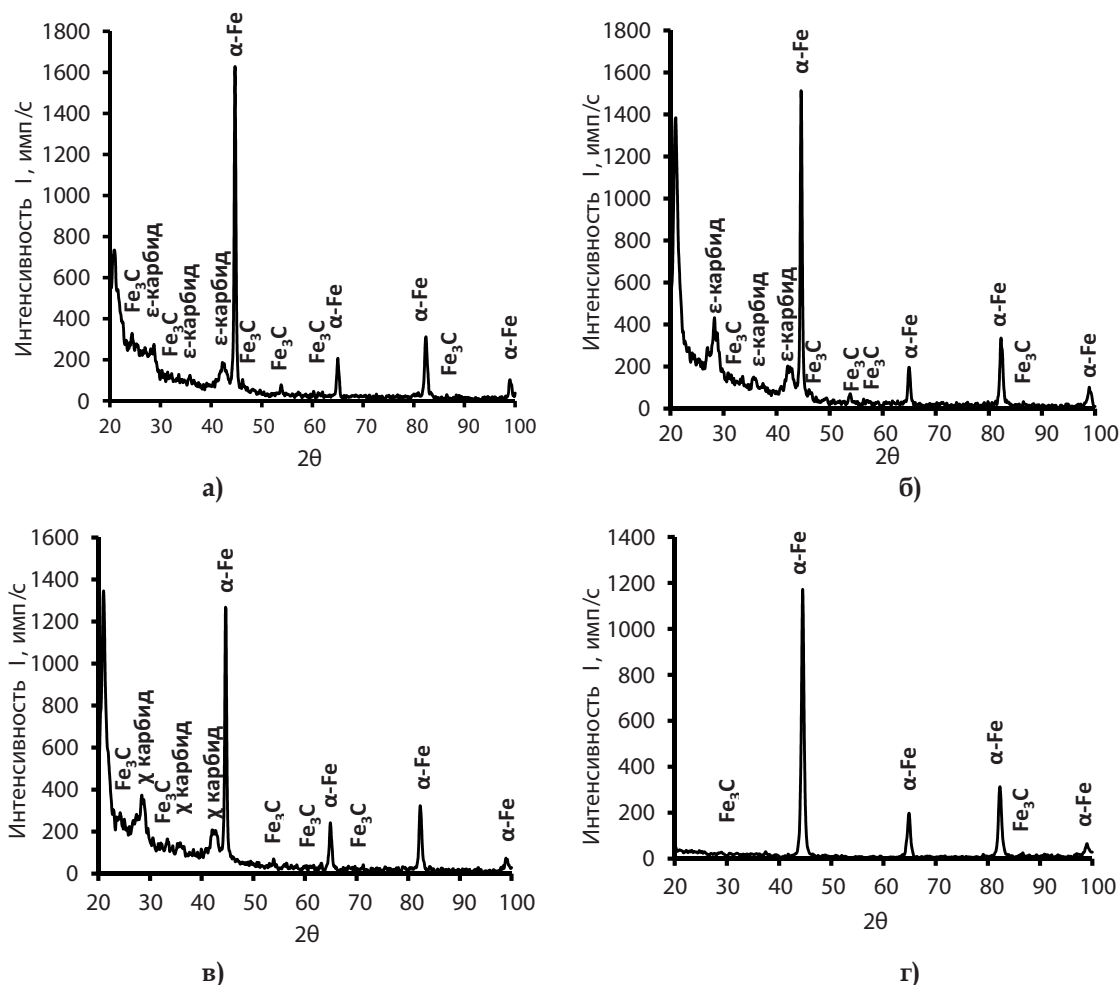


Рис. 4. Рентгеновские диффрактограммы образцов стали 45 после РКУП и последующего нагрева до температур:

а – 200 °С; б – 300 °С; в – 400 °С; г – 550 °С

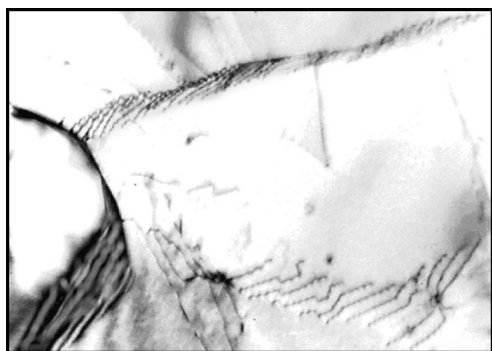


Рис. 5. Дислокационные малоугловые границы в избыточном феррите после равноканального углового прессования и последующего нагрева до 400 °С, $\times 124\,000$

При увеличении температуры нагрева до 550 °С протекает карбидное преобразование, при котором χ -карбид перестраивается в цементит Fe_3C . Отдельные частицы цементита получают сфероидальную или эллипсоидальные конфигурации (рис. 6а, б), а в некоторых случаях отдельные кристаллиты получают огранку, которая отчетливо проявляется при больших увеличениях. В процессе сфероидизации дви-

жущей силой выступает снижение поверхностной энергии межфазных границ и фазовых составляющих (цементита и феррита).

Можно отметить, что после нагрева до температуры 550 °С закономерные связи между кристаллами фаз α и θ восстанавливаются, о чем свидетельствуют дифракционные картины, подтверждающие реализацию ориентационных соотношений (ОС Исайчева на рис. 6в, г). По этой же причине частицы цементита получают достаточно четкую огранку по плоскостям, обеспечивающим низкоэнергетические совпадения на межфазных границах.

Нагрев стали до температуры 550 °С сопровождается расширением интерференционных максимумов на рентгеновской диффрактограмме (рис. 4г). Максимумы, соответствующие карбидной фазе, становятся размытыми и малоинтенсивными. Размер зерен увеличивается до 3–5 мкм. Часть субграниц рассыпается и дислокации из них движутся через кристалл. При этом частицы цементита сферической формы становятся препятствиями на пути движения дислокаций, о чем свидетельствуют их скопле-

Нагрев до температуры 400 °С сопровождается, как отмечалось ранее, перераспределением и уменьшением количества дислокаций в структуре стали вместе с уменьшением дальности действующих полей напряжений и упругих микроскажений кристаллической решетки в результате структурного возврата. Очистка феррита от углерода и частичное восстановление цементита приводит к увеличению пластичности [8]. Коагуляция частиц χ -карбида делает их менее эффективными препятствиями на пути дислокаций, которые теперь могут перерезать эти частицы. Временное сопротивление снижается до 840 МПа, а относительное удлинение увеличивается до 11 %. Перестройка дислокационной субструктуры и сфероидизация частиц цементита при повышении температуры нагрева до 550 °С обеспечивают временное сопротивление на уровне 865 МПа при относительном удлинении 10 %.

Таким образом, нагрев до температуры 300 °С нежелателен из-за значительного упрочнения стали, при котором вероятность хрупкого разрушения увеличивается из-за низкой пластичности. В то же время, наиболее желательным является нагрев после деформации до температуры 400 °С, при котором обеспечиваются высокие характеристики прочности и пластичности стали с размером структурных элементов ультрамелкого диапазона.

Выводы

1. В результате интенсивной пластической деформации стали 45 методом равноканального углового прессования при 400 °С формируется смешанная структура, состоящая из ультрамелких зерен размером 500-800 нм и ячеек (субзерен) размером 200-300 нм.

2. Равноканальное угловое прессование при 400 °С сопровождается процессами полигонизации, что способствует в значительной степени освобождению от дислокаций внутренних объемов полигонов (субзерен). В перлите пластины феррита и цементита становятся изогнутыми и насыщенными дефектами, а многочисленные полигональные стенки состоят из равномерных сеток избыточных дислокаций, которые остаются некомпенсированными после аннигиляции дислокаций противоположных знаков.

3. Нагрев деформированной стали до температур 200-300 °С способствует выделению дисперсных частиц гексагонального ϵ -карбида из пересыщенного твердого раствора. Увеличение температуры нагрева до 350-550 °С сопровож-

дается восстановлением цементита по схеме: гексагональный ϵ -карбид \rightarrow χ -карбид (карбид Хэгга) \rightarrow θ -карбид (цементит).

4. Интенсивное выделение дисперсных частиц ϵ -карбида при температурах нагрева 200-300 °С сопровождается упрочнением стали. При температурах нагрева 400-550 °С в структуре стали происходят процессы сфероидизации и коагуляции карбидных частиц, а также процессы рекристаллизации, в результате чего происходит снижение прочностных свойств и восстановление ее пластичности.

Библиографический список

- Новиков И. И. Теория термической обработки металлов / И. И. Новиков. – М.: Металлургия, 1978. – 392 с.
- Валиев Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М.: Логос, 2000. – 272 с.
- Гаврилюк В. Г. Распределение углерода в стали / В. Г. Гаврилюк. – Киев: Наукова думка, 1987. – 208 с.
- Целлермаер В. Я. Субструктурно-фазовые превращения при интенсивной пластической деформации металлов / В. Я. Целлермаер // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. – 1999. – № 12. – С. 44-49.
- Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов / С. С. Горелик. – М.: Металлургия, 1967. – 403 с.
- Гинье А. Рентгенография кристаллов: теория и практика / А. Гинье // Пер. с фр. под ред. Н. В. Белова – М.: Изд-во физико-математической литературы, 1961. – 604 с.
- Копцева Н. В. Эволюция микроструктуры и свойств при нагреве феррито-перлитных углеродистых конструкционных сталей с ультрамелкозернистой структурой, сформированной интенсивной пластической деформацией / Н. В. Копцева, Д. А. Михоленко, Ю. Ю. Ефимова // Вестник Воронежского государственного технического университета. – 2011. – Т. 7. – № 9. – С. 85-91.
- Рааб Г. И. Влияние термомеханической обработки на структуру и коррозионные свойства углеродистых сталей / Г. И. Рааб, В. И. Семенов, Н. В. Савельева, Э. Ф. Мустафина // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка металлов давлением – 2008. – № 12. – С. 34-37.

Поступила 24.10.2014