

УДК 620.175.22

В.З. Куцова, А.П. Плошенко, Т.В. Котова, Г. Дыя, А.Кавалек

ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛИ 08ПС ПОСЛЕ КРУЧЕНИЯ ПОД ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Представлены результаты исследования формирования структуры в низкоуглеродистой стали 08пс при интенсивной пластической деформации (ИПД) методом кручения под гидростатическим давлением (КГД) при температуре 25 °С. Показано, что в стали при комнатной температуре имеет место локализация деформации на периферии образца с формированием неоднородной по диаметру микроструктуры. ИПД методом кручения приводит к повышению нанотвердости материала. Значения нанотвердости после деформации 2 раза выше, а модуль упругости снижается на 7% в сравнении с исходным состоянием.

Ключевые слова: низкоуглеродистая сталь, горячая прокатка, наноиндентирование, нанотвердость, Модуль Юнга, интенсивная пластическая деформация (ИПД), кручение под гидростатическим давлением (КГД).

Розглядаються результати дослідження структури низьковуглецевої сталі 08пс при інтенсивній пластичній деформації (ІПД) методом крутіння під гідростатичним тиском (КГД). В результаті КГД сталі 08пс спостерігається формування ультрадрібнозернистої структури тананоструктури з розміром кристалітів менш ніж 100 нм. Показана можливість підвищення нанотвердості та зниження модуля пружності для сталі 08пс, що гарантовано забезпечить більшу схильність сталі до штампування, у порівнянні з вихідним гарячекатаний станом.

The study results of the low-carbon steel 08nc after intensive plastic deformation (SPD) by high pressure torsion (HPT) are shown at present work. Ultragrained structure and nanostructures with crystallite size less than 100 nm were observed in steel 08nc after HPT. The possibility of raising nanohardness and lowering elastic modulus for steel 08nc is guaranteed to provide better tendency for punching, compared with the initial hot-rolled state.

Введение. Получение объемных заготовок с нано- или ультрамелкозернистой (НС, УМЗ) структурой из различных металлов и сплавов методами интенсивной пластической деформации (ИПД) – одно из наиболее активно развивающихся направлений в области наноматериалов [1-2]. Среди методов ИПД широко используются как кручение под гидростатическим давлением (КГД) [3-4], так и равноканальное угловое прессование (РКУП) [5]. Формирование УМЗ и НС при ИПД обеспечивает получение высокого комплекса механических свойств металлов и сплавов, в том числе и конструкционных сталей. Одним из наиболее применимых методов исследования механических свойств объемных наноматериалов с УМЗ и НС является наноиндентирование. Данный метод позволяет преодолеть значительные методические трудности, связанные с получением

достоверных значений механических характеристик упругости, прочности и пластичности таких материалов традиционными методами.

Цель работы: изучить влияние давления при КГД на формирование микроструктуры и механические свойства низкоуглеродистой стали 08пс.

Материал и методики. Объектом исследования в данной работе служили образцы горячекатанной низкоуглеродистой стали 08пс после КГД. Химический состав исследуемой стали приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав стали 08пс

Марка стали	Содержание химических элементов, % (по массе)								
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Al
08пс (ГОСТ9045-93)	≤0,09	0,3	≤0,04	≤0,025	≤0,03	0,1	0,1	0,15	0,02–0,06

Экспериментальные исследования температурных условий прокатки осуществляли в прокатной лаборатории Института черной металлургии им. З.И. Некрасова НАН Украины. Деформационный режим прокатки исследуемой марки стали представлен в таблице 2. Горячекатаные образцы стали 08пс подвергали КГД, режим КГД приведен в табл. 3.

Таблица 2

Режим горячей прокатки стали 08пс

Марка стали	$T_{нагр}$	$T_{1пр}$	h_0	h_1	Δh_1	ϵ_1	$T_{см}$
	°C		мм			%	°C
08пс	1000	750	2,07	1,90	0,17	8,2	охл. на возд.

Примечание: $T_{нагр}$ - температура нагрева листовой стали; $T_{1пр}$ - температура прокатки листовой стали в первом проходе; h_0 - исходная толщина образца; h_1 - толщина образца после первого прохода; Δh_1 - абсолютное обжатие металла в первом проходе; ϵ_1 - относительная степень деформации металла в первом проходе; $T_{см}$ - температура смотки.

Таблица 3

Режим КГД для стали 08пс

Марка стали	$T_{и}$, °C	D, мм	S_0 , мм	N	P, кгс/см ²	S_1 , мм	ϵ_1	γ_1	ϵ_4	γ_4
08пс	25	9,0	0,7	5	310	0,3	3,8	44,85	6,0	403,0

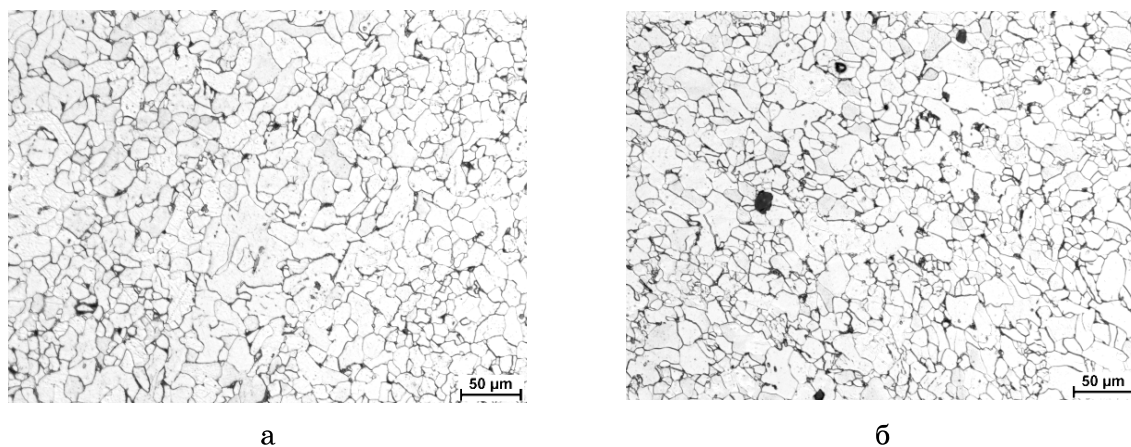
Примечание: $T_{и}$ - температура испытания; S_0 - толщина до испытания; S_1 - толщина после испытания; N - количество оборотов; D - диаметр образца; P - давление; ϵ - истинная деформация при кручении (ϵ_1 - центр, ϵ_4 - периферия образца); γ - сдвиговая деформация (γ_1 - центр, γ_4 - периферия образца).

В работе истинную и сдвиговую деформации при кручении оценивали расчетным путем [13]. Измерения нанотвёрдости проводили с помощью наноиндентера «NanoindenterG200» производства США, с использованием алмазной трехгранной пирамидки Берковича. Отпечатки

наносили на расстоянии 100 мкм друг от друга. На каждом образце проводили по 10 измерений, затем результаты усредняли. Значения твердости и модуля упругости рассчитаны на глубине от 500 нм до 900 нм. Испытания выполняли при постоянной скорости деформации, которая составляла $0,05 \text{ с}^{-1}$. Наиболее распространенным методом анализа данных при наноиндентировании является метод Оливера-Фарра, позволяющий находить твердость и модуль упругости образца без измерения его размеров прямыми методами. Однако существенным недостатком классического метода Оливера-Фарра является то, что по результатам испытаний находят твердость H и модуль упругости E образца только при максимальной нагрузке на индентор, что не всегда удобно и часто требует длительных и продолжительных испытаний. В настоящей работе проводили испытания, используя модуль непрерывного контроля жесткости CSM (ContinuousStiffnessMeasurement), с непрерывной записью кривой нагружения и разгрузки [14].

Микроструктурный анализ стали 08пс после прокатки проводился с помощью оптических микроскопов: «NikonEclipse MA-200» и «Neophot-21». При определении величины исходного зерна использовали программное обеспечение для обработки и анализа данных NIS-Elements. Рентгеноструктурный анализ осуществляли на дифрактометре ДРОН-3М в $\text{CuK}\alpha$ - излучении.

Результаты исследований. *Исследование формирования микроструктуры в результате КГД.* Микроструктура листового проката определяет уровень его механических свойств, а также качество штампованных деталей. Структурными составляющими горячекатаной низкоуглеродистой стали является мягкий пластичный феррит и твердый хрупкий цементит (рис.2). Уровень механических свойств и способность горячекатаного металла к вытягиванию зависит главным образом от величины и однородности ферритных зерен, вида и расположения выделившегося цементита [15].



а – поверхность, б – центр

Рисунок 2 – Микроструктура стали 08пс после горячей прокатки

Минимальная степень деформации 8,2% по режиму с нагревом до 750°C и прокаткой в один проход в области феррито-перлитной структуры металла обеспечила получение равномерной структуры по всему сечению листа, размер ферритного зерна составляет 8-20 мкм (рис. 2,а, б). Зерна в основном равноосные. На рис. 3 представлена микроструктура стали 08пс после ИПД методом КГД. Исследование микроструктуры в поперечном сечении образцов подтвердило наличие сильной локализации деформации на периферии образцов.



а – общий вид, $\times 50$, б – периферия образца, $\times 400$
Рисунок 3 – Микроструктура поперечного сечения
образца стали 08пс после КГД, N=5

На рис. 3, а хорошо видны линии течения металла в процессе деформации, приводящие к формированию выраженной металлографической текстуры, совпадающей с направлением кручения. В некоторых зонах образца наблюдали области активного течения металла – это участки с элементами турбулентного (вихревого) локализованного и ламинарного течения. Эти и подобные им элементы неоднородного течения выявляются при относительно небольших оптических увеличениях (рис.3,б). Образование такого рода участков свидетельствует о том, что различные системы скольжения последовательно вступают в процесс пластического течения, что можно зафиксировать при феноменологическом изучении процесса деформации металлов. Согласно закону Шмида [16] скольжение начинается по одной или нескольким плоскостям, на которых касательное напряжение достигло критической величины, а остальные плоскости бездействуют. Затем в результате сдвига оси кристалла поворачиваются, и может произойти двойной сдвиг, т.е. одновременное скольжение по двум системам плоскостей. По мере увеличения напряжения деформация начинается по менее благоприятно ориентированным плоскостям. Подобный поворот приводит к возникновению

преимущественной кристаллографической ориентации зерен, что является одной из причин анизотропии механических свойств. Таким образом, для совместности пластической деформации, кроме аккомодационного скольжения необходимы еще и аккомодационные повороты решетки. Критический момент зарождения внутризеренной частичной дисклинации и следует считать моментом возникновения в кристалле ротационных мод пластичности и началом его фрагментации [17].

На рис. 4 показана микроструктура поверхности образца стали 08пс после КГД, которая характеризуется наличием ротационных мод. Это говорит о том, что на стадии развитой пластической деформации коллективные эффекты эволюции ансамблей сильно взаимодействующих дислокаций вызывают ротационные моды пластичности, носителями которых являются частичные дисклинации.



а



б



в



г

а, б –х100, в, г – х500

Рисунок 4 – Микроструктура поверхности образца стали 08пс после КГД, N=5

Рентгеноструктурный анализ. Данные рентгеноструктурного анализа для стали 08пс после КГД приведены в табл. 4.

Таблица 4

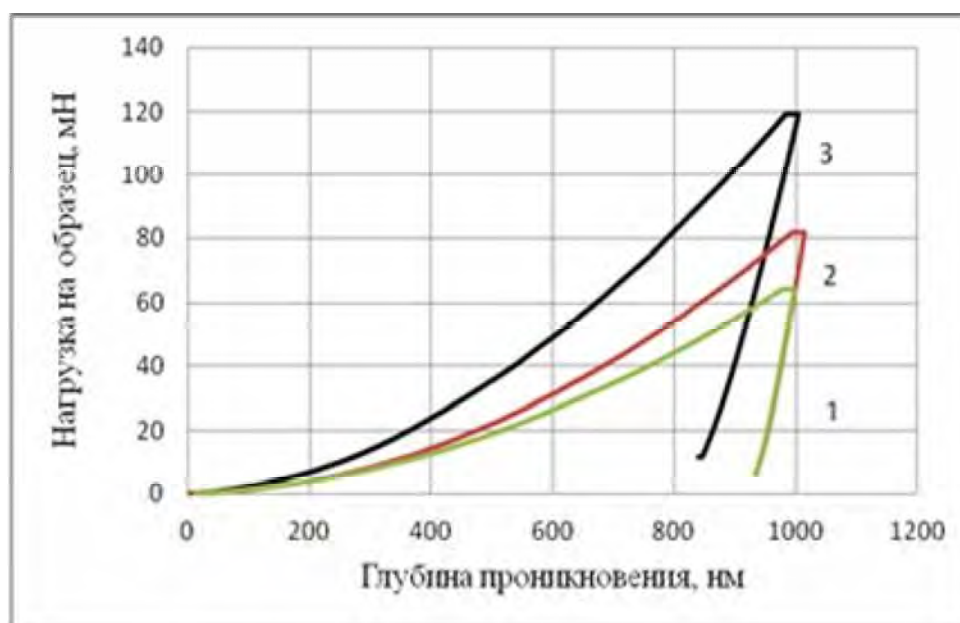
Данные рентгеноструктурного анализа для стали 08пс после КГД

D, мм	S ₀ ,	N	P, кг/см ²	a, А	L ₁ , нм	L ₂ , нм	L, нм	M, 10 ⁻⁸ Н/м ²	D ₁₁₀ , 10 ¹⁰ см ⁻²	D ₂₂₀ , 10 ¹⁰ см ⁻²
9,0	0,7	5	310	2,8663	75,5	51,8	99,4	1,37	9,4	41,1
15	0,9		100	2,8672	97,7	59,4	127,1	1,31	5,79	31,0
			55	2,8663	107,6	70,1	139,9	1,05	4,77	22,4

Примечание: a – параметр решетки, L - размер кристаллитов, M – напряжение, D - плотность дислокаций.

Анализ рентгеноструктурных данных показал, что с увеличением значений давления при КГД изменяется размер кристаллитов до наноразмеров при P=310 кг/см² L<100 нм, увеличиваются значения микронапряжений до 1,37 Н/м², возрастает плотность дислокаций практически в 2 раза, как в плоскости (110) так и (220).

Определение механических свойств методом индентирования. По результатам индентирования были построены P-h-диаграммы (диаграмма нагружения индентора), являющиеся, в некотором смысле, аналогами классических Б-ξ-диаграмм, получаемых при макроскопических испытаниях, например, при одноосном растяжении/сжатии. Анализ P-h-диаграмм позволяет исследовать влияние масштабного фактора на механическое поведение материалов, а также при помощи специальных методик определять количественно ряд величин, характеризующих механические свойства субмикрообъемов материала. Диаграммы внедрения индентора для стали 08пс после КГД представлены на рис. 5.

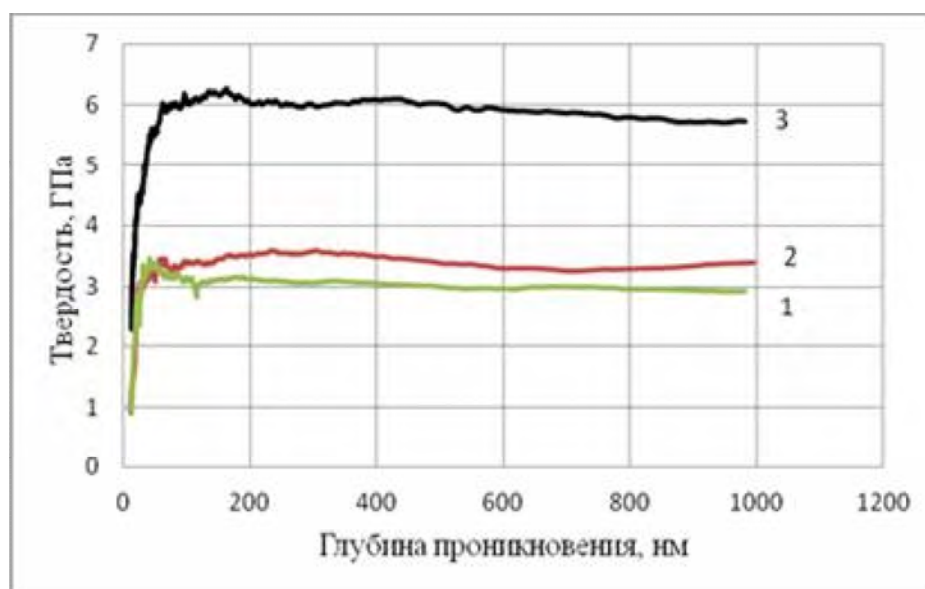


1 – исходное состояние , 2 – после КГД (центр), 3 – после КГД (периферия)
Рисунок 5 – Диаграммы внедрения индентора Берковича

С ростом нагружения меняется соотношение между упругой и пластической деформацией, а также механизмы последней. На начальных стадиях погружения индентора вся деформация является чисто упругой и может быть рассчитана по теориям контактной упругости (например, по Г.Герцу) [18]. На этой стадии применима теория зародышеобразования и подвижности изолированных структурных дефектов в поле заданных упругих напряжений. Дальнейший рост давления вызывает значительную деформацию, существенно искажающую поле упругих напряжений под индентором. В этом случае необходимо учитывать и упругую, и пластическую деформации [19].

Наличие неровностей на поверхности, естественных окисных пленок, модифицированных приповерхностных слоев может внести свои коррективы в механизмы пластичности.

На рис. 6 показана зависимость нанотвёрдости от глубины внедрения индентора для образцов стали 08пс в исходном состоянии (кривая 1) и после КГД (кривые 2,3).



1 – исходное состояние , 2 –после КГД (центр),
3 - после КГД (периферия)

Рисунок 6 – Нанотвёрдость стали 08пс в зависимости от глубины внедрения индентора

Пластическое течение во всех образцах начинается только с глубины ~150-200 нм (рис. 6), с этой глубины становится возможным контроль твердости. Таким образом, перегиб на кривой зависимости твердости от перемещения соответствует переходу от упругой к упруго-пластической деформации в зоне отпечатка.

Результаты определения нанотвердости и модуля упругости стали 08пс приведены в табл. 5.

Результаты наноиндентирования стали 08пс
в исходном состоянии и после КГД

h, нм	Исходные данные		Данные после КГД							
	H ₀ , ГПа	E ₀ , ГПа	H ₁ , ГПа	E ₁ , ГПа	H ₂ , ГПа	E ₂ , ГПа	H ₃ , ГПа	E ₃ , ГПа	H ₄ , ГПа	E ₄ , ГПа
500	2,998	211,359	3,40	222,19	3,63	198,52	5,25	197,03	6,01	196,70
900	2,938	218,434	3,45	224,96	3,59	188,87	5,14	175,08	6,01	177,46

Примечание: h - глубина внедрения индентора, H_0 - твердость после прокатки, E_0 - модуль упругости после прокатки, изменение твердости $H_1 - H_2$ и модуля упругости $E_1 - E_2$ по радиусу образца.

Полученные результаты позволяют утверждать, что твердость стали 08пс после КГД изменяется по радиусу образца: от центра к периферии твердость возрастает от $H_1 = 3,4$ ГПа до $H_4 = 6,0$ ГПа, соответственно. Повышение твердости в 1,8 раза от центра к периферии образца подтверждает факт локализации деформации на периферии образца. Значения твердости на периферии H_4 практически в 2 раза выше, чем твердость стали в исходном состоянии H_0 (после прокатки).

Что касается, модуля упругости для стали 08пс после КГД то, значения данной величины на глубине внедрения индентора 900нм уменьшаются от центра к периферии: от $E_1 = 224,96$ ГПа до $E_4 = 177,46$ ГПа, т.е на 7%. Значения модуля упругости сильно снижаются от центра к периферии с глубиной проникновения индентора в материал образца. Снижение модуля упругости после КГД гарантирует улучшение штампуемости стали 08пс.

Выводы. В результате КГД низкоуглеродистой стали 08пс формируется неоднородная структура, которая характеризуется течением металла в направлении кручения. Такого рода неоднородность обусловлена изменением степени деформации при КГД от периферии к центру образца.

Анализ рентгеноструктурных данных стали 08пс после КГД подтверждает формирование ультрамелкозернистой структуры и наноструктуры с размером кристаллитов менее 100 нм.

Установлено, что твердость и модуль упругости стали 08пс после КГД изменяются по радиусу образца: от центра к периферии твердость возрастает, а модуль упругости уменьшается. Таким образом, для стали 08пс снижение модуля упругости после КГД гарантированно обеспечивает большую склонность к штампуемости, по сравнению с исходным горячекатаным состоянием.

ЛИТЕРАТУРА

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: ИКЦ Академкнига, 2007. – 398 с.
2. Носкова Н.И., Мулюков Р.Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 279с.

3. Zhilyaev, A.P. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications / Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // Progress in Materials Science. - Vol. 53(6). -2008.- P. 893-979
4. Кошовкина В.С., Майер Г.Г. Влияние кручения под квазигидростатическим давлением на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали 06МБФ.- Томск: XIX Международная научно-практическая конференция «Современные техника и технологии» Секция 6: Материаловедение.- 2013. – 76-77.
5. Сегал В.М. Процессы пластического структурообразования металлов / Сегал В.М., Резников В.И., Копылов В.И., Павлик Д.А., Малышев В.Ф.-Минск: Наука и техника, 1994. -231 с.
6. Valiev, R.Z. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement /Valiev R.Z., Langdon T.G. // Prog. Mater.Sci. 51 -2006. - P. 881-981
7. Булычев С.И., Алехин В.П., Шоршоров М.Х., Терновский А.П.Исследование механических свойств материалов с помощью кинетической диаграммы нагрузка — глубина отпечатка при микровдавливании //Проблемы прочности. — 1976. — № 9. — С. 79—83.
8. Булычев С.М. Достижения и перспективы испытания материалов непрерывным вдавливанием индентора // Заводская лаборатория. — 1992. — Т. 38, № 3. — С. 29—36.
9. Tabor D.Indentation hardness: fifty years on. A personal view // Phil. Mag. A. — 1996. — Vol. 74, No. 5.— P. 1207 -1212.
10. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия:Пер. с англ. — М.: Мир, 1989. — 510 с.
11. Мильман Ю.В.Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локальногонагружения жестким индентором // Сучаснематеріалознавство XXI сторіччя. — К.: Наук.думка, 1998. —С. 637—656.
12. Фирстов С.А., Роголь Т.Г., Свечников, В.Л. и др. Структура, механическое поведение и нанотвердость поликристаллических хромовых и молибденовых покрытий, полученных методом магнетронного распыления // Металлофизика и новейшие технологии. —2003. — Т. 25, № 9. — С. 1153—1164.
13. Кузнецов, Р.И. Пластическая деформация твердых тел под давлением/ Р.И.Кузнецов, В.И.Быков, В.П.Чернышев, В.П. Пилюгин, Н. А. Ефремов, А.В. Пашеев // Препринт 4/85, ИФМ УРО АН СССР. Свердловск. СССР. -1985.
14. Oliver W., Pharr G. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology//J. Mater. Res. – 2004. – Vol. 19, № 1. – P. 3-20.
15. Дедек Вл. Полосовая сталь для глубокой вытяжки / Владимир Дедек // – М.: Металлургия, 1970. – 208 с.
16. Пашинская Е.Г., Варюхин В.Н., Тищенко И.И. Возможность управления прочностью и пластичностью металлических материалов путем комбинированной деформации со сдвигом // Тез.докл. 9-й Междунар. конф. «Высокие давления-2006». - Судак: Норд-пресс. - 2006. - С. 117.
17. Рыбин В.В., Большие пластические деформации и разрушение металлов/ В.В. Рыбин// - М. – Металлургия, 1986. – 214 с.
18. Hertz H., Miscellaneous Papers, MacMillan and Co. Ltd., New York, 1896.
19. Головин Ю.И. / Физика твердого тела, 2008, т.50, вып.12.