

DOI 10.15589/jnn20160106

УДК 620.22

Д79

THE INFLUENCE OF TRIAXIAL DEFORMATION  
ON THE SUBSTRUCTURE AND THE HARDNESS OF TECHNICALLY  
PURE IRON AFTER PRE-RECRYSTALLIZATION HEAT TREATMENT

ВПЛИВ ТРИВІСНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ  
НА СУБСТРУКТУРУ І ТВЕРДІСТЬ ТЕХНІЧНО ЧИСТОГО ЗАЛІЗА  
ПІСЛЯ ПЕРЕДРЕКРИСТАЛІЗАЦІЙНОЇ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ

**Oleksandr N. Dubovoy**

oleksandr.dubovyj@nuos.edu.ua

ORCID: 0000-0002-2843-1879

**Serhii I. Shkurat**

sshkurat@gmail.com

ORCID: 0000-0003-3003-3885

**Tetiana O. Makrukha**

tmakruha@bk.ru

ORCID: 0000-0001-8841-1688

**О. М. Дубовий**

д-р техн. наук, проф.

**С. І. Шкурят**

канд. хім. наук, доц.

**Т. О. Макруха**

асп.

*Admiral Makarov National University of Shipbuilding, Mykolaiv**Національний університет кораблебудування імені адмірала Макарова, м. Миколаїв*

**Abstract.** The influence of the triaxial deformation by the «abc» method on the substructure and hardness of technically pure iron after pre-recrystallization heat treatment has been studied in the article. It provides the minimum sizes of the areas of coherent scattering and maximum values of hardness. It was determined that the size of the areas of coherent scattering of technically pure iron after triaxial deformation by the «abc» method (to degree of the true strain  $\epsilon = 3.4$ ) and pre-recrystallization heat treatment is more than after uniaxial static deformation and pre-recrystallization heat treatment. The hardness of technically pure iron is much more after the static deformation and pre-recrystallization heat treatment than after the triaxial deformation by the «abc» method and pre-recrystallization heat treatment. It can be explained by the higher growth rate of fca subgranes and annihilation of dislocations during the triaxial deformation by the «abc» method.

**Keywords:** technically pure iron; triaxial deformation; pre-recrystallization heat treatment; substructure elements; hardness.

**Анотація.** У роботі досліджено вплив тривісної деформації на субструктури й твердість технічно чистого заліза після передрекристиалізаційної термічної обробки. Встановлено, що розмір областей когерентного розсіювання технічно чистого заліза після тривісної деформації «abc» методом і термічної обробки більший, ніж після одновісного статичного деформування й термічної обробки, а значення технічно чистого заліза значно вищі після статичного деформування й передрекристиалізаційної термічної обробки, ніж після деформації «abc» методом і передрекристиалізаційної термічної обробки.

**Ключові слова:** технічно чисте залізо; тривісна деформація; передрекристиалізаційна термічна обробка; субструктурні елементи; твердість.

**Аннотация.** В работе исследовано влияние трехосной деформации на субструктуру и твердость технически чистого железа после передрекристиализационной термической обработки. Определено, что размер областей когерентного рассеивания технически чистого железа после трехосной деформации «abc» методом и термической обработки больше, чем после одноосного статического деформирования и термической обработки, а значения технически чистого железа значительно выше после статического деформирования и передрекристиализационной термической обработки, чем после деформации «abc» методом и передрекристиализационной термической обработки.

**Ключевые слова:** технически чистое железо; трехосная деформация; передрекристиализационная термическая обработка; субструктурные элементы; твердость.

## REFERENCES

- [1] Valiev R. Z., Aleksandrov I. V. *Obemnye nanostrukturnye metallicheskie materialy: poluchenie, struktura i svoystva* [Volumetric nanostructured metallic materials: preparation, structure and properties]. Moscow, Akademkniga Publ., 2007. 372 p.
- [2] Gorelik S. S., Dobatkin S. V., Kaputkina L. M., *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of metals and alloys]. Moscow, MISIS Publ., 2005. 432 p.
- [3] Dubovyi O. M., Kulik S. H., Zhdanov O. O., Bobrov M. M., Myrko O. I. *Vplyv deformacii ta leghuiuchykh elementiv na tverdist stalei i napylenykh pokryttiv pislia peredrekrystalizacii termichnoi obrobky* [Influence of deformation and alloying elements on the hardness of steels and sprayed coatings after pre-recrystallization heat treatment] *Zb. nauk. prac. NUK* [Collection of scientific publications of NUS], Mykolaiv, NUS Publ., 2011, issue 2, pp. 36–44.
- [4] Dubovyi O. M., Bondarenko O. V., Zhdanov O. O., Zhyzhko O. V., Bobrov M. M., Ghalkina T. S. *Vplyv peredrekrystalizacii termichnoi obrobky na substukturu i tverdist deformovanykh kolorovykh metaliv i splaviv ta napylenykh pokryttiv* [Influence of pre-recrystallization heat treatment on substructure and hardness of deformed nonferrous metals, alloys and sprayed coatings] *Obrobka materialiv u mashynobuduvanni* [Treatment of materials in engineering]. Mykolaiv, NUOS Publ., 2012. 7 p.
- [5] Zhdanov O. O. *Zakonomirnosti vplyvu peredrekrystalizacii termichnoi obrobky na fizyko-mekhanichni vlastyivosti deformovanykh stalei. Avtoreferat Diss.* [Patterns of influence of pre-recrystallization heat treatment on physical and mechanical properties of deformed steels]. Kherson, 2015. 24 p.
- [6] Krokha, V. A. *Krivye uprochneniya metallov pri kholodnoy deformatsii* [Hardening curves of metals at cold deformation]. Moskva: «Mashinostroenie», 1968. 131 p.
- [7] Dubovyi O. M., Yankovec T. A., Lebedieva N. Yu., Kazymyrenko Yu. O., Zhdanov O. O., Bobrov M. M. *Sposib deformaciino-termichnoi obrobky metaliv ta splaviv* [Method of deformation and heat treatment of metals and alloys] Patent UA 95378 no. a 2011 20102248, 2011.
- [8] Salishchev G. A., Galeev R. M., Zhrebtsov S. V. *Mekhanicheskie svoystva titanovogo splava VT6 s mikrokrystallicheskoj i submikrokrystallicheskoj strukturami* [Mechanical properties of titanium alloy VT6 with microcrystalline and submicrocrystalline structures]. Metally Publ., 1999, no 6. pp. 84–87.
- [9] Salishchev G. A., Valiakmetov O. R., Galeev R. M. *Formirovanie submikrokrystallicheskoj struktury v titane pri plasticheskoy deformatsii i ee vliyanie na mekhanicheskie svoystva* [Formation of submicrocrystalline structure in titanium during plastic deformation and its influence on the mechanical properties]. Metally Publ., 1996, no. 4, pp. 81–91.
- [10] Tikhonova M. S. *Rekristallizatsionnye protsessy v austenitnoy korrozionnostoykoy stali posle bolshikh plasticheskikh deformatsiy: Avtoreferat Diss.* [Recrystallization processes in austenitic stainless steel after severe plastic deformation]. Belgorod, 2015. 18 p.
- [11] Yurkova A. I., Belotskiy A. V., Byakova A. V., Milman Yu. V. *Mekhanicheskie svoystva nanostrukturnogo zheleza, poluchennogo intensivnoy plasticheskoy deformatsiyei treniem* [Mechanical properties of nanostructured iron produced by severe plastic deformation with friction]. *Nanosistemi, nanomateriali, nanotekhnologii* [Nanosystems, nanomaterials, nanotechnologies]. 2009, vol. 7, no. 2, pp. 619–632.
- [12] Yurkova O. I., Karpov R. V., Kliaghin Ye. O. *Osoblyvosti formuvannia nanokrystalichnoi struktury v  $\alpha$ -zalizi pry deformacii tertiam* [Specific features of formation of nanocrystalline structure in  $\alpha$ -iron at deformation with friction] *Metaloznavstvo ta obrobka metaliv* [Metal science and treatment of metals], 2010, no.1, pp. 12–16.
- [13] Yurkova O. I., Kosianchuk A. V., Hrycenko M. H. *Strukturnyi stan i mekhanichni vlastyivosti plastychno deformovanogho zaliza* [Structural state and mechanical properties of plastically deformed iron] *Metaloznavstvo ta obrobka metaliv* [Metal science and treatment of metals], 2011, no.1, pp. 3–9.
- [14] Valiev R. Z., Enikeev N. A., Murashkin M. Yu., Kazykhanov V. U., Sauvage X. On the origin of extremely high strength of ultrafine-grained all alloys produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 2010, vol. 63, pp. 949–952.

## ПОСТАНОВКА ПРОБЛЕМИ

Експлуатаційні характеристики деталей машин загалом, їх ресурс роботи визначаються переважно фізико-механічними властивостями металів і сплавів, з яких вони виготовляються. Високі фізико-механічні

властивості сталей досягаються здібненням структури, здебільшого до наномасштабного розміру (нано-структурування), що відкриває шлях для досягнення нових та незвичайних властивостей у металах і сплавах [1, 12].

Найпоширенішим методом диспергування структури є інтенсивна пластична деформація (ІПД) [1, 12]. До неї належать інтенсивна пластична деформація крученням під високим тиском і рівноканальне кутове пресування (РККП) [1, 14], яке найбільш широко застосовується й має декілька різновидів, деформування тертям [11–13] і метод всебічного кування (пресування) [8, 9].

Об'ємне наноструктурування застосовується в техніці, наприклад, виготовляють авіаційне кріплення, окремі деталі авіаційних двигунів, а також медичні імплантати, прилади та інші вироби невеликого розміру [1]. Наноструктурування деталей великого розміру методами ІПД викликають значні технічні й технологічні труднощі, тому ці методи застосовують для деталей невеликого розміру. Крім того, в окремих публікаціях, як наприклад [11], методи ІПД не дозволяють отримати структурні елементи з розміром, меншим від 150...200 нм. Це означає, що потенційні можливості наноструктурування використовуються не достатньо.

#### АНАЛІЗ ОСТАННІХ ДОСЛІДЖЕНЬ І ПУБЛІКАЦІЙ

В останні роки досягнуто значних успіхів у дослідженні процесів наноструктурування матеріалів, отриманих методами ІПД: РККП, всестороннім куванням [8, 9, 14] і тертям [11–13]. Однак названі вище методи характеризуються високою вартістю, трудомісткістю та складністю обладнання. Одним із напрямків вирішення цієї проблеми є застосування деформаційної й термічної обробки, що включає попередню деформацію металу або сплаву з наступною передрекристалізаційною термічною обробкою. Метали або сплави деформують зі ступенем обтискування більше 20% при температурі навколишнього середовища, нагрівають до температури початку первинної рекристалізації, витримують протягом 0,5...10 хвилин з наступним охолодженням до температури навколишнього середовища зі швидкістю, яка не викликає росту рекристалізаційних зерен [3, 4, 7]. У [3, 7] встановлено, що дана термічна обробка дозволяє підвищити твердість на 20...90% й границю міцності. Наприклад, у технічно чистого заліза твердість підвищується на 32% порівняно з деформованим станом (деформація на 60%) за рахунок здрібнення субзерен [5].

**МЕТА РОБОТИ** — встановити впливу тривісної деформації й передрекристалізаційної термічної обробки на розмір субзерен і твердість технічно чистого заліза.

#### ВИКЛАД ОСНОВНОГО МАТЕРІАЛУ

Оскільки залізо є основою сталей, які на сьогодні разом з чавунами складають близько 90% з усіх конструкційних матеріалів, що застосовують у техніці

й побуті, то в подальших дослідженнях використовували технічно чисте залізо марки Э12 (ГОСТ 3836-83).

Для зразків технічно чистого заліза проводили відпал при температурі 800 °С протягом 1 години. Твердість після відпалу складала 1,11 ГПа. Термічну обробку зразків здійснювали в лабораторній електричній пічці СНОЛ-1.6.2.0.08/9-М1. Твердість  $HV_5$  визначалася на приладі типу «Віккерс» при навантаженні на індентор 5 кг (ДСТУ ISO 6507-4:2008), для кожної експериментальної точки виконували 10 замірів. Деформаційну обробку реалізували за допомогою гідравлічного пресу LosenHousenWLRK (Dusseldorf, 35 т). Области когерентного розсіювання (ОКР) знаходили за формулою Шеррера за відображенням [110]. Зйомку дифрактограм виконували на приладі ДРОН-3.0 [5].

Для зразків технічно чистого заліза проводили пластичну одновісну статичну деформацію стискуванням та методом «abc» деформації, як різновиду РККП [10]. Метод «abc» деформації полягає в триразовій осадці з обертанням зразка на 90° відносно осі навантаження. При цьому розмір зразків обирався таким чином, щоб відношення сторін складало 1,5 : 1,25 : 1,0, що дозволяє здійснити тривісну деформацію осадкою з поворотом на 90°.

В роботі оцінювалась дійсна величина деформації стискуванням за формулою [6]:

$$e = \ln \frac{h_0}{h},$$

де  $h_0$  та  $h$  — вихідна і кінцева висота зразка.

Величина деформації, яка характеризує ступінь формозміни металу, визначається у відносних (наближених) або дійсних (еквівалентних) одиницях.

Таким чином, дійсна величина «abc» деформації стискуванням зразка при навантаженні 20 т складала (дослід 1):

$$e_a = \ln \frac{12,25}{5} = \ln 2,45 \approx 0,90;$$

$$e_b = \ln \frac{15}{4,9} = \ln 3,06 \approx 1,12;$$

$$e_c = \ln \frac{15}{6} = \ln 2,5 \approx 0,92.$$

Максимальна дійсна величина деформації дорівнює  $e_b = 1,12$  і відповідає одновісній відносній деформації стискуванням на 60%.

Сумарна дійсна величина деформації стискуванням зразка становила [6]:

$$e = e_a + e_b + e_c = 0,90 + 1,12 + 0,92 = 2,94.$$

Твердість зразка  $HV_5$  з технічно чистого заліза після «abc» деформації при величині дійсної деформації  $e = 2,94$  складала 2,17 ГПа.

Деформований зразок піддавали передрекристалізаційній термічній обробці за режимом, який забезпечує мінімальний розмір субзерен і максимальну твердість. Його обрано експериментально в попередніх дослідженнях [7]: температура — 500 °С, витримка — 1,5 хвилини. Твердість зразка після передрекристалізаційної термічної обробки дорівнювала 2,51 ГПа, яка на 16% більша відносно деформованого стану.

Значення твердості й розмір ОКР зразків технічно чистого заліза, деформованого «abc» методом й одновісним пресуванням на 60% після передрекристалізаційної термічної обробки, наведено в таблиці 1.

Оскільки відомо [3], що зі зростанням величини пластичної деформації збільшується ефект підвищення твердості при застосуванні передрекристалізаційної термічної обробки, то проведено аналогічний дослід 2 з навантаженням при деформації 33 т, яке надає можливість отримати максимальну ступінь сумарної дійсної деформації для цього методу:

$$e = e_a + e_b + e_c = 1,1 + 0,7 + 1,6 = 3,4.$$

Максимальна дійсна величина деформації  $e_c = 1,6$  приблизно відповідає одновісній деформації стиснення на 82%.

Режим передрекристалізаційної термічної обробки для дослід 2 обрано з огляду на отримання мінімального розміру субзерен і максимальної твердості: температура 400 °С; тривалість витримки — 0,5 хв. для зразку деформованого методом «abc» деформації і 1 хв. для статично деформованого зразка.

Значення твердості й розмір ОКР зразків технічно чистого заліза, деформованого «abc» методом й одновісним пресуванням на 82% після передрекристалізаційної термічної обробки, наведено в таблиці 2.

Як видно із даних таблиць 1, 2, після «abc» деформування твердість вища порівняно з одновісною

деформацією, але після передрекристалізаційної термічної обробки більша твердість спостерігається в одновісно деформованих зразках. Розмір ОКР, який можна ототожнювати з розміром субзерна, має суттєво нижчі значення як після одновісної деформації, так і після деформації «abc» методом і передрекристалізаційної термічної обробки. Відомо, наприклад [2], що при деформації рух дислокацій здійснюється шляхом ковзання й дифузійного переповзання, при цьому формуються об'ємні дислокаційні сплетіння — комірчаста структура. Під дією пружних напружень при нагріванні дислокаційні сплетіння перетворюються на пласкі малокутові субграниці, а комірочки — в субзерна, але субзерна різко відрізняються за розмірами, кривизною границь і кутами в потрібних стиках субграниць. Комірчаста структура, яка утворилася після «abc» деформації, перетворюється в субзерену. Субзерна розорієнтовані одне відносно одного хаотично на відміну від закономірно розорієнтованих зерен при одновісній деформації. У результаті алгебраїчна сума розорієнтації субзерен практично дорівнює нулю, що призводить до росту крупних субзерен за рахунок дрібних і викликає зниження твердості [2]. Крім того, «abc» деформація тривісна і цим зумовлює появу більшої кількості дислокацій різних знаків, що стає причиною до їх анігіляції. Це сприяє збільшенню швидкості росту субзерен. Тому розмір ОКР після статичної деформації й термічної обробки менший, ніж після деформації «abc» методом і термічної обробки.

Нижчі значення твердості технічно чистого заліза після «abc» деформації і передрекристалізаційної термічної обробки порівняно з одновісною деформацією можна пояснити ще й додатковим впливом зернограничного проковзування. Автори роботи [11] вказують, що в шарах з розміром субзерен від 50 до 200 нм деформація здійснюється за участю змішаного

**Таблиця 1.** Твердість  $HV_5$  і розмір ОКР технічно чистого заліза, деформованого методом «abc» й одновісним пресуванням після передрекристалізаційної термічної обробки (дослід 1)

Метод деформації	Твердість, ГПа після		Розмір ОКР, нм після	
	Деформування	Деформування і термообробки	Деформування	Деформування і термообробки
«abc»	2,17	2,51	154	114
Одновісна деформація на 60%	2,05	3,10	131	78

**Таблиця 2.** Твердість  $HV_5$  і розмір ОКР технічно чистого заліза, деформованого методом «abc» й одновісним пресуванням після передрекристалізаційної термічної обробки (дослід 2)

Метод деформації	Твердість, ГПа після		Розмір ОКР, нм після	
	Деформування	Деформування і термообробки	Деформування	Деформування і термообробки
«abc»	2,96	3,29	149	72
Одновісна деформація на 60%	2,35	3,60	83	66



механізму. До звичайного дислокаційного механізму приєднується механізм зернограничного проковзування. При цьому деформація може реалізовуватися поворотом субзерен, який викликаний високим рівнем напружень у потрійних стиках, що характерно для «abc» деформації.

**ВИСНОВКИ.** Встановлено, що розмір ОКР технічно чистого заліза після тривісної деформації «abc» методом до величини дійсної деформації  $e = 3,4$  та передрекristалізаційної термічної обробки більший,

ніж після одновісного статичного деформування й передрекristалізаційної термічної обробки, що пояснюється більшою швидкістю росту субзерен при «abc» деформації. Значення твердості технічно чистого заліза значно вищі після статичного деформування та передрекristалізаційної термічної обробки, ніж після деформації «abc» методом і передрекristалізаційної термічної обробки, і складає для деформації 82% і  $e = 3,4$  відповідно 3,29 і 3,60 ГПа, що пов'язано з меншими розмірами ОКР.

## СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

- [1] **Валиев, Р. З.** Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства [Текст] / Р. З. Валиев, И. В. Александров. — М. : Академкнига, 2007. — 372 с.
- [2] **Горелик, С. С.** Рекристаллизация металлов и сплавов [Текст] / С. С. Горелик, С. В. Добаткин, Л. М. Капуткина. — М. : МИСИС, 2005. — 432 с.
- [3] **Дубовий, О. М.** Вплив деформації та легуючих елементів на твердість сталей і напилених покриттів після передрекristалізаційної термічної обробки [Текст] / О. М. Дубовий, С. Г. Кулік, О. О. Жданов, М. М. Бобров, О. І. Мирко // Зб. наук. праць НУК. — Миколаїв : НУК, 2011. — № 2. — С. 36–44.
- [4] **Дубовий, О. М.** Вплив передрекristалізаційної термічної обробки на субструктуру і твердість деформованих кольорових металів і сплавів та напилених покриттів [Текст] / О. М. Дубовий, О. В. Бондаренко, О. О. Жданов, О. В. Жижко, М. М. Бобров, Т. С. Галкіна // Обробка матеріалів у машинобудуванні. — Національний університет кораблебудування. — Миколаїв, 2012. — 7 с.
- [5] **Жданов, О. О.** Закономірності впливу передрекristалізаційної термічної обробки на фізико-механічні властивості деформованих сталей : автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. техн. наук : спец. 05.02.01 «Матеріалознавство» / Жданов Олександр Олександрович — Херсон, 2015. — 24 с.
- [6] **Кроха, В. А.** Кривые упрочнения металлов при холодной деформации / В. А. Кроха. — М. : «Машиностроение», 1968. — 131 с.
- [7] Пат. 95378 Україна МПК (2009) C21D8/00, C22F 1/00. Спосіб деформаційно-термічної обробки металів та сплавів [Текст] / О. М. Дубовий, Т. А. Янковець, Н. Ю. Лебедева, Ю. О. Казимиренко, О. О. Жданов, М. М. Бобров; заявник і патентовласник Національний університет кораблебудування імені адмірала Макарова. — № а 201120102248, заявл. 01.03.2010; опубл. 25.07.2011, бюл. № 14. — 6 с.
- [8] **Салищев, Г. А.** Механические свойства титанового сплава ВТ6 с микрокристаллической и субмикрокристаллической структурами [Текст] / Г. А. Салищев, Р. М. Галеев, С. В. Жеребцов // Металлы. — 1999. — № 6. — С. 84–87.
- [9] **Салищев, Г. А.** Формирование субмикрокристаллической структуры в титане при пластической деформации и ее влияние на механические свойства [Текст] / Г. А. Салищев, О. Р. Валиахметов, Р. М. Галеев // Металлы. — 1996. — № 4. — С. 81–91.
- [10] **Тихонова, М. С.** Рекристаллизационные процессы в аустенитной коррозионностойкой стали после больших пластических деформаций [Текст]: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня канд. фіз.-мат. наук : спец. 01.04.07 «Фізика конденсованого стану» / М. С. Тихонова. — Белгород, 2015. — 138 с.
- [11] **Юркова, А. И.** Механические свойства наноструктурного железа, полученного интенсивной пластической деформацией трением [Текст] / А. И. Юркова, А. В. Белоцкий, А. В. Бякова, Ю. В. Мильман // Наносистемы, наноматериали, нанотехнології. — 2009. — Т. 7. — № 2. — С. 619–632.
- [12] **Юркова, О. І.** Особливості формування нанокристалічної структури в  $\alpha$ -залізі при деформації тертям [Текст] / О. І. Юркова, Р. В. Карпов, Є. О. Клягін // Металознавство та обробка металів. — 2010. — № 1. — С. 12–16.
- [13] **Юркова, О. І.** Структурний стан і механічні властивості пластично деформованого заліза [Текст] / О. І. Юркова, А. В. Косянчук, М. Г. Гриценко // Металознавство та обробка металів. — 2011. — № 1. — С. 3–9.
- [14] **Valiev, R. Z.** On the origin of extremely high strength of ultrafine-grained all alloys produced by severe plastic deformation [Text] / R. Z. Valiev, N. A. Enikeev, M. Yu. Murashkin, V. U. Kazykhanov, X. Sauvage // Scripta Materialia, 2010, vol. 63, pp. 949–952.

© О. М. Дубовий, С. І. Шкурят, Т. О. Макруха

Надійшла до редколегії 27.01.2016

Статтю рекомендує до друку член редколегії ЗНП НУК д-р техн. наук, проф. О. О. Мочалов