

# ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ, СФОРМИРОВАННОЙ МЕТОДОМ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ В НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЯХ С РАЗЛИЧНЫМ ФАЗОВЫМ СОСТАВОМ\*

*Г.Г. МАЙЕР, младший научный сотрудник  
 Е.Г. АСТАФУРОВА, канд. физ.-мат. наук  
 Е.В. НАЙДЕНКИН, канд. физ.-мат. наук  
 (ИФПМ СО РАН, г. Томск)  
 С.В. ДОБАТКИН, доктор техн. наук  
 (ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова, г. Москва)  
 В.С. КОШОВКИНА, студентка  
 (ТПУ, г. Томск)  
 А.Ю. ЧУМАЧЕНКО, аспирант  
 Н.С. БЕЛОУСОВА, доцент  
 (НГТУ, г. Новосибирск)*

Статья поступила 13 декабря 2012 года

**Майер Г.Г.** – 634021, г. Томск, пр. Академический 2/4,  
 Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, e-mail: galinazg@yandex.ru

Проведены исследования по влиянию отжига на микроструктуру и фазовый состав низкоуглеродистых сталей 10Г2ФТ и 06МБФ с субмикроструктурной структурой, сформированной из различных исходных состояний (феррит-перлит, мартенсит, феррит) методом равноканального углового прессования. Субмикроструктурная структура в исследуемых сталях обладает высокой стабильностью к нагреву (до 500 °С). Изучена кинетика роста зерна и проведена оценка энергии активации собирательной рекристаллизации (303...420 кДж/моль) полученных субмикроструктурных состояний в сталях при отжигах выше границы термической стабильности.

**Ключевые слова:** низкоуглеродистая сталь, субмикроструктурная структура, равноканальное угловое прессование, термическая стабильность, карбиды.

## Введение

Актуальной задачей современного материаловедения является поиск путей повышения термической стабильности субмикроструктурных (СМК) и нанокристаллических (НК) структурных состояний, сформированных методами интенсивной пластической деформации (ИПД) в металлических материалах, так как они обладают большой запасенной энергией и при нагреве могут переходить в крупнокристаллическое состояние, теряя свойства, обусловленные малым размером зерна.

Изучение структуры и термической стабильности НК- и СМК-материалов в большинстве случаев проводили на чистых металлах (в том числе  $\alpha$ -Fe) и показали, что рост зерен начинается при  $T/T_{пл} \leq 0,4$  [1–3]. Эволюция микроструктуры СМК- и НК-состояний в таком важном классе конструкционных материалов, как низкоуглеродистые стали при отжигах, изучена недостаточно подробно [4–6]. В работах, посвященных ИПД низкоуглеродистых сталей, авторы ограничивались в основном исходным ферритно-перлитным состоянием [5, 6]. Систематических сравнительных исследо-

\* Работа выполнена в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы, соглашение № 14.В37.21.2065.

ваний и анализа структурно-фазовых состояний при ИПД и последующих термических воздействиях сталей с различной исходной структурой проведено не было. В этой связи исследования термической стабильности структуры и кинетики роста зерна при отжигах СМК-сталей в зависимости от их исходного структурно-фазового состояния являются актуальными, так как они позволяют обоснованно подходить в выборе исходной структуры сталей для достижения высокой термической стабильности структур, сформированных при ИПД.

### Методика проведения исследований

В качестве объекта исследования были выбраны низкоуглеродистые стали 10Г2ФТ (Fe-1,1Mn-0,1Cr-0,1Ni-0,1Al-0,2Si-0,1P-0,1Ti-0,1V-0,1C) и 06МБФ (Fe-0,1Mo-0,6Mn-0,8Cr-0,2Ni-0,3Si-0,2Cu-0,03Nb-0,06V-0,09C). Для получения ферритно-перлитного состояния сталь 10Г2ФТ после горячейковки (температура концаковки ~1000 °С, охлаждение на воздухе) подвергали нормализации 30 мин при 950 °С. Мартенситное состояние в стали 10Г2ФТ получали закалкой от 1180 °С (выдержка 30 мин) в воду. Сталь 06МБФ закаливали от 920 °С (30 мин), затем проводили высокий отпуск (улучшение) при  $T = 670$  °С (1 ч). В результате такой обработки в стали 06МБФ получали ферритную структуру.

СМК-структуру в сталях формировали методом равноканального углового прессования (РКУП) (режим  $B_C$ , угол сопряжения между каналами  $\Phi$  составлял 120°,  $N = 4$  прохода при  $T = 200$  °С для ферритно-перлитного состояния;  $N = 4$  при  $T = 400$  °С для мартенситного состояния;  $N = 6$  при  $T = 300$  °С для ферритного состояния). Эквивалентную деформацию, реализуемую при РКУП, рассчитывали по соотношению  $\varepsilon_N = (2N / \sqrt{3}) \text{ctg} (\Phi/2)$  [1], для стали 10Г2ФТ она составила 2,7, для 06МБФ – 4,0.

После РКУП образцы отжигали при температурах 300, 400, 500, 550, 600, 650 и 700 °С в среде инертного газа с последующей закалкой в воду. Продолжительность отжигов составляла 1–12 ч.

Анализ структуры выполняли с использованием просвечивающих элек-

тронных микроскопов (ПЭМ) Philips CM200, Philips CM30 при ускоряющем напряжении 200 и 300 кВ и растрового микроскопа Quanta 200 3D (с приставкой для анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов, EBSD-анализа). Рентгеновские исследования проводили на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 (с монохроматором) с использованием  $\text{Cu K}_\alpha$  излучения.

### Результаты исследования и обсуждение

Структура нормализованной стали 10Г2ФТ до РКУП состояла из смеси феррита (средний размер зерна 4,2 мкм) и пластинчатого перлита (<20 %). После закалки сталь 10Г2ФТ имела структуру пакетного мартенсита со средним размером бывшего аустенитного зерна 20 мкм и шириной мартенситных пластин 0,15 мкм. Закалка и улучшение стали 06МБФ привели к формированию ферритного состояния сложной морфологии: глобулярного феррита с размером зерна 2,4 мкм и пластинчатого феррита с толщиной пластин ~0,4 мкм. Во всех исходных состояниях наблюдали систему мелких  $\text{M}_3\text{C}$ ,  $\text{M}_3\text{C}_6$  (< 20 нм) и крупных карбидов  $\text{M}_3\text{C}$ ,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  (30...70 нм), расположенных на границах и в теле зерен.

После РКУП структура во всех исследуемых сталях представляет собой ферритокарбидную смесь различной морфологии. Независимо от исходного состояния РКУП привело к формированию СМК-структуры с размером элементов ~ 300 нм (см. таблицу) и высокой плотностью дислокаций  $\langle \rho \rangle = (3-8) \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$  (исходные значения  $\langle \rho \rangle = (1-7) \times 10^9 \text{ см}^{-2}$ ). Детальное описа-

### Влияние РКУП и последующих отжигов на размер структурных элементов в исследуемых сталях

Состояние	Ферритно-перлитное	Мартенситное	Ферритное
	$d$ , нм		
РКУП	260±90*	310±110	325±200
РКУП + 300 °С	320±160	280±140	–
РКУП + 400 °С	380±180	380±340	320±210
РКУП + 500 °С	410±270	390±320	325±220
РКУП + 600 °С	1600±1200	820±630	740±620
РКУП + 700 °С	2500±2300	2860±2300	3000±1400

\* После РКУП структура всех исследуемых сталей – ферритная с карбидами, а используемое в тексте и таблицах состояние стали указывает на различия в исходной структуре до РКУП.

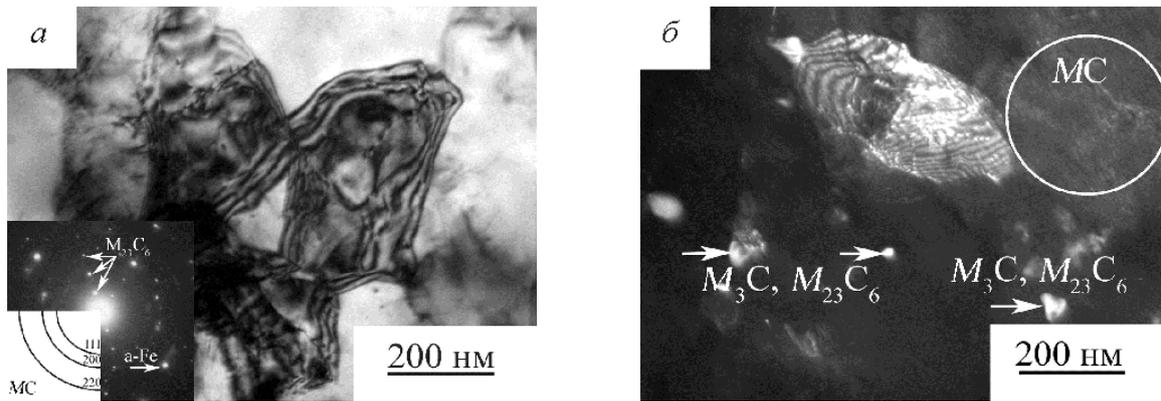


Рис. 1. ПЭМ-изображения структуры стали 10Г2ФТ после РКУП (исходное состояние – феррит-перлит) и отжига при 300 °С (а) и 400 °С (б):

а – светлопольное изображение структуры феррита, стрелками на электроннограмме указаны рефлексы крупных карбидов  $M_{23}C_6$  и дифракционные кольца от мелкодисперсных карбидов МС; б – темнопольное изображение структуры стали после отжига 400 °С, полученное в матричном рефлексе  $\alpha$ -Fe. Микродифракционная картина к а снята с площади 0,5  $\mu\text{м}^2$

ние влияния РКУП на структуру сталей 10Г2ФТ и 06МБФ приведено в [7, 8].

Отжиги при температуре 300...500 °С (1 ч) приводят к незначительному изменению размеров элементов зеренно-субзеренной структуры и карбидов для СМК-состояний в исследуемых сталях (рис. 1). Методом рентгеноструктурного анализа обнаружено уменьшение плотности дислокаций до  $\sim 10^9 \text{ см}^{-2}$  и спад микронапряжений кристаллической решетки, что свидетельствует о развитии процессов возврата, обусловленных перераспределением и аннигиляцией дефектов на границах и в теле зерна. Карбидная подсистема исследуемых сталей после РКУП и отжигов при температуре 300...500 °С состоит из крупных карбидов  $M_{23}C_6$ ,  $M_3C$  с размерами 20...100 нм и мелкодисперсных сферических карбидов МС,  $M_3C$  ( $< 5 \text{ нм}$ ) (рис. 1, а). Таким образом, исследуемые СМК-состояния в сталях стабильны до температуры отжига 500 °С, это выше, чем для СМК чистого железа с размером зерна  $\sim 200 \text{ нм}$  (стабильно до 250 °С) [9]. Высокая термостабильность исследуемых сталей по сравнению с чистым железом обусловлена стабилизацией сформированных состояний легирующими элементами и карбидами.

Отжиги при температурах выше 550 °С (1 ч) вызывают рост структурных элементов в исследуемых СМК-состояниях (см. таблицу) по механизму собирательной рекристаллизации. Наблюдается увеличение размеров крупных (до 100...300 нм) и мелких (до 10...20 нм) карбидов после отжига при температуре 600 °С. Несмо-

тря на это, в СМК-структуре стали, сформированной из ферритного состояния, после отжига при  $T = 600 \text{ °С}$  обнаружены частицы  $M_3C$  с размером  $\sim 5 \text{ нм}$ . После отжига при  $T = 700 \text{ °С}$  размер карбидов достигает 300...600 нм во всех исследуемых состояниях сталей. Отжиги способствуют релаксации структуры исследуемых сталей, уменьшению величины уширения рентгеновских линий, спаду значений микродеформации решетки, росту ОКР.

При близком размере структурных элементов после РКУП стали стабильны до температуры отжига 500 °С, т. е. устойчивость СМК-структуры в них не зависит от структурно-фазового состояния до РКУП. При этом наблюдается различная динамика роста зерна при отжигах выше границы термической стабильности (см. таблицу). После отжига при температуре 600 °С в структуре стали 10Г2ФТ, которая до РКУП имела ферритно-перлитную структуру, начинают активно действовать процессы собирательной рекристаллизации, структура трансформируется в мелкокристаллическую с размером зерна 1,6 мкм, границы зерен (ГЗ) преимущественно большеугловые. Их доля после отжига при  $T = 600 \text{ °С}$  достигает  $\sim 90 \%$  от общей доли ГЗ, а после отжига при 700 °С  $\sim 95 \%$  (рис. 2, а, б).

Отжиги при  $T = 600$  и 700 °С по другому влияют на СМК-структуру сталей, которые до РКУП имели структуру мартенсита (рис. 2, в, г) и феррита (рис. 2, д, е). Они обладают схожей кинетикой роста зерна при заданных температурах отжига. После отжига при

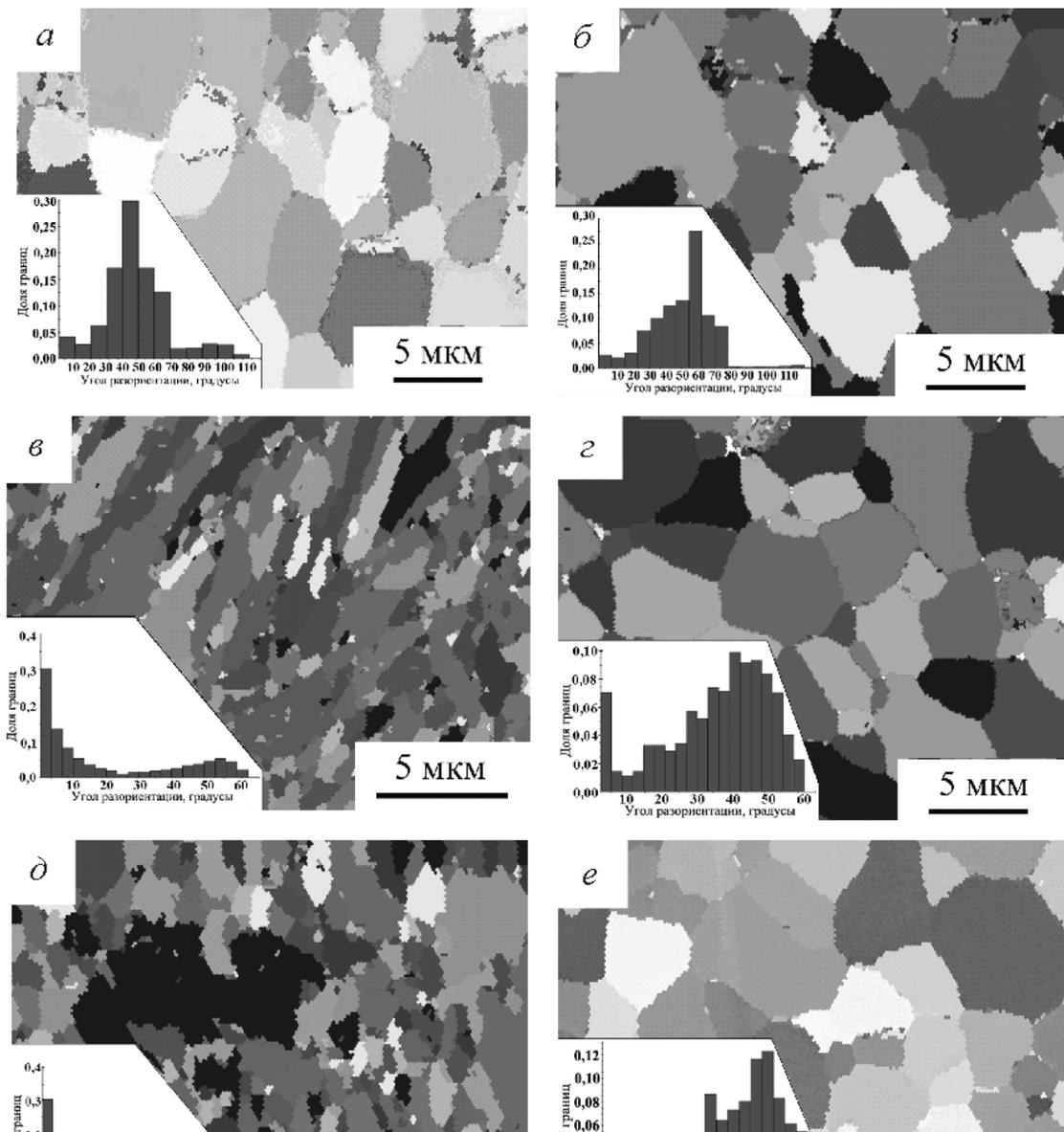


Рис. 2. EBSD-карты зеренной структуры и распределение доли границ зерен по углам в стали 10Г2ФТ и стали 06МБФ после РКУП и последующих отжигов при  $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$  (а, в, д) и  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  (б, з, е):

а, б – ферритно-перлитное состояние; в, з – мартенситное состояние; д, е – ферритное состояние

температуре  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  наблюдается рост элементов структуры до  $740\text{...}820\text{ нм}$  (см. таблицу), но в отличие от стали, полученной при РКУП в феррито-перлитном состоянии, они сохраняют СМК-характер. Только после отжига при температуре  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  их структура переходит в мелкокристаллическую с долей большеугловых границ  $\sim 90\%$  от общей доли ГЗ. Таким образом, при близком размере структурных элементов после РКУП СМК-сталь 10Г2ФТ, полученная при РКУП из ферритно-перлитного состояния, менее устойчива к нагреву по сравнению со сталями, полученными при РКУП мартенсита и феррита.

Различия в динамике роста зерна исследуемых сталей обусловлены различиями в морфологии структуры, в уровне внутренних напряжений, в составе, размерах и распределении карбидов в объеме материала.

Медленный рост зерна в стали с исходно мартенситной структурой в сравнении с ферритно-перлитной может быть связан с более равномерным распределением легирующих компонентов и карбидов в ней как до, так и после РКУП. А в стали 06МБФ более равновесное состояние после РКУП, по сравнению с другими сталями, а также наличие в ее структуре при температуре отжига  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  мелкодисперсных карбидов  $\sim 5\text{ нм}$ ,

также препятствуют миграции границ зерен при отжигах и способствуют стабилизации СМК-структуры.

В общем случае рост зерна можно описать с помощью выражения [10]

$$d^{1/N} - d_0^{1/N} = K_0 t^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right),$$

где  $d_0$  и  $d$  – размер зерна до и после отжига;  $N$  – экспоненциальный множитель роста зерна, константа;  $K_0$  – коэффициент роста зерна;  $T$  – температура;  $t$  – время;  $Q$  – энергия активации миграции границы зерна;  $R$  – универсальная газовая постоянная. Значения параметра  $N$  зависят от чистоты материала, для чистых материалов  $N$  близко к 0,5 [10]. На основе экспериментальных значений размера зерна исследуемых сталей при температуре отжига 550 °C ( $t = 2, 4, 12$  ч) определили коэффициент роста зерна  $N \sim 0,2$  для исследуемых сталей по наклону графика зависимости  $\ln d^{1/N}$  от  $\ln t$ , где  $t$  – время отжига, принимают, что  $d_0 \ll d$ . Аналогичный результат был получен в работе [5] по исследованию кинетики роста зерна в СМК ферритно-перлитной стали (Fe-0,15% C-Si-Mn).

Значение  $Q$  оценивали по наклону зависимости  $\ln(d^{1/N} - d_0^{1/N})$  от  $1/T$ , за  $d$  брали размеры элементов структуры с большеугловыми разориентировками после отжигов  $T > 500$  °C (1 ч) (рис. 3). В работах [5, 11] показано, что значения  $Q$  для СМК и НК чистого  $\alpha$ -Fe соответствуют энергии самодиффузии границ зерен в  $\alpha$ -Fe ( $Q = 164 \dots 174$  кДж/моль). Значения  $Q$  для ис-

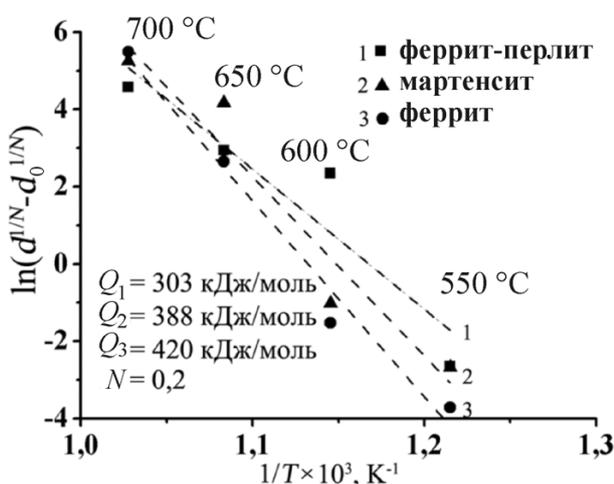


Рис. 3. Определение  $Q$  [кДж/моль] в исследуемых сталях. Надписи на рисунках указывают на различия в структуре стали до РКУП

следуемых сталей ( $Q = 303 \dots 420$  кДж/моль,  $N = 0,2$ ) превышают значения  $Q$  для СМК чистого  $\alpha$ -Fe [11] и для СМК ферритно-перлитной стали (Fe-0,15 % C-Si-Mn) ( $Q = 174 \dots 179$  кДж/моль,  $N = 0,2$ ) [5]. Это происходит из-за присутствия в сталях дисперсных фаз, которые препятствуют миграции границ зерен при отжигах.

Наибольшими значениями энергии  $Q$  обладают СМК-структуры в сталях, полученных из мартенситного и ферритного состояний. Эти отличия связаны с различиями в долях большеугловых ГЗ, в распределении и размере ультрадисперсных карбидов, степени неравновесности структуры сталей после РКУП.

Следует выделить, что СМК-состояние в стали 06МБФ, полученное из ферритного состояния, обладает наибольшей  $Q$ , что, дополнительно к упомянутым выше фактам, может быть обусловлено присутствием в ее составе молибдена.

## Заключение

В работе проведены исследования по влиянию отжигов на микроструктуру и фазовый состав низкоуглеродистых сталей 10Г2ФТ и 06МБФ с субмикроструктурной структурой, сформированной из различных исходных состояний (феррит-перлит, мартенсит, феррит) методом РКУП.

При близком размере элементов зеренно-субзеренной структуры после РКУП (~300 нм) исследуемые стали стабильны до температуры отжига  $T = 500$  °C. Выше температуры отжига 500 °C обнаружена различная кинетика роста зерна в зависимости от исходного состояния стали. Показано, что исследуемые СМК-состояния обладают большей энергией активации собирательной рекристаллизации ( $Q = 303 \dots 420$  кДж/моль) в сравнении с СМК  $\alpha$ -Fe, что обусловлено наличием карбидов в сталях.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ № 12-03-31706\_мол\_a.

## Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. – М.: ИКЦ Академкнига, 2007. – 397 с.

2. Nanomaterials by severe plastic deformation, NanoSPD5 (ed. by J.T. Wang, R.B. Figueiredo, and T. Langdon) – Switz.: Trans Tech Publ. Ltd, 2011 – P. 1224.

3. Горелик С.С., Добаткин С.В., Кануткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов – М.: МИСиС, 2005. – С. 432.

4. Dobatkin S.V., Odessky P.D., Shagalina S.V. Ultrafine grained low carbon steels processed by severe plastic deformation // Mat. Sci. Forum. – 2008. – V. 584-586. – P. 623–630.

5. Park K.-T., Shin D. Annealing behavior of submicrometer grained ferrite in low carbon steel fabricated by severe plastic deformation // Mat. Sci. Eng. A. – V. 334. – 2002. – P. 79–86.

6. Park K.-T., Shin D.H., Lee J.G. et al Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel // Mat. Sci. Eng. A. – V. 293. – 2000. – P. 165–172.

7. Астафурова Е.Г., Захарова Г.Г., Найденкин Е.В. и др. Особенности микроструктуры и механическое поведение стали 06МБФ после равноканального углового прессования // Письма о материалах. – 2011. – Т. 1. – С. 198–202.

8. Астафурова Е.Г., Захарова Г.Г., Найденкин Е.В. и др. Влияние равноканального углового прессования на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали 10Г2ФТ // ФММ. – 2010. – Т. 110. – № 3. – С. 275–284.

9. Han B.Q., Lavernia E.J., Mohamed F.A. Mechanical properties of iron processed by severe plastic deformation // Metall. and Mat. Trans. A. – 2003. – V. 34. – P. 71–83.

10. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1967. – С. 403.

11. Malow T.R., Koch C.C. Grain growth in nanocrystalline iron prepared by mechanical attrition // Acta mater. – V. 45, N. 5. – P. 2177–2186.

### **Thermal stability of ultrafine-grained structure produced by equal channel angular pressing in Fe-Mn-V-Ti-0.1C and Fe-Mo-Nb-V-0.1C low-carbon steels with various phase composition**

G.G. Mayer, E.G. Astafurova, S.V. Dobatkin, E.V. Naydenkin, V.S. Koshoina, A.Yu. Chumachenko, N.S. Belousova

The influence of annealing at 300-700 °C on microstructure and phase composition of low-carbon steels with ultrafine-grained structure produced by equal channel angular pressing from various initial states (ferritic-pearlitic, martensite, ferrite) was investigated. The ultrafine-grained structure possesses a high thermal stability up to 500 °C. The kinetic of grain growth under annealing was studied and activation energy for grain growth (303÷420 kJ/mol) of steel investigated was estimated.

**Key words:** low-carbon steel, ultra-fine grained steel, equal channel angular pressing, thermal stability, carbides.