УДК 669.14:539.4

ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЕМ НА ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ГАДФИЛЬДА ПРИ КРУЧЕНИИ ПОД ДАВЛЕНИЕМ*

Е.Г. АСТАФУРОВА, канд. физ.-мат. наук
М.С. ТУКЕЕВА, аспирант
Е.В. МЕЛЬНИКОВ, аспирант
(*ИФПМ СО РАН, г. Томск*)
Ю.Л. КРЕТОВ, студент
(*ТПУ, г. Томск*)
А.А. НИКУЛИНА, канд. техн. наук
Е.Ю. ВЕЛИКОСЕЛЬСКАЯ, студентка
(*НГТУ, г. Новосибирск*)

Статья поступила 5 декабря 2012 года

Астафурова Е.Г. – 634021, г. Томск, пр. Академический 2/4,
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, e-mail: astafe@ispms.tsc.ru

Изучены закономерности измельчения структуры монокристаллов аустенитных сталей Fe-13Mn-1,3C и Fe-13Mn-2,7Al-1,3C (мас. %) после холодного кручения под квазигидростатическим давлением (КГД). Механическое двойникование способствует формированию при КГД высокопрочного состояния в исследуемых сталях, содержащего высокую плотность специальных (двойниковых) границ. Рост энергии дефекта упаковки при легировании алюминием способствует уменьшению вклада двойникования в упрочнение сталей за счет увеличения расстояния между двойниковыми границами. Обнаружено дополнительное увеличение плотности дислокаций в стали Fe-13Mn-1,3C по сравнению со сталью Fe-13Mn-2,7Al-1,3C, которое является следствием кручения в области температур развития динамического деформационного старения.

Ключевые слова: сталь Гадфильда, аустенит, двойникование, динамическое деформационное старение, кручение под квазигидростатическим давлением.

Введение

В последние годы большой интерес ученых-материаловедов привлекает подход к улучшению физико-механических характеристик металлических материалов за счет измельчения их структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1, 2]. Развитие деформационного двойникования в высоколегированных сплавах может способствовать быстрому формированию при ИПД ультрамелкозернистой структуры с высокоугловыми низкоэнергетическими специальными границами $\Sigma 3^n$, препятствовать деградации структуры за счет формирования полос локализованной деформации [3, 4].

В качестве перспективных материалов для развития методов ИПД могут быть использованы аустенитные стали с высокой концентрацией атомов внедрения, например, сталь Гадфильда. Двойникование в ней развивается при одноосном растяжении и сжатии при комнатной температуре деформации [5–9]. Как показали исследования механизмов деформации монокристаллов стали Гадфильда Fe-13Mn-1,3C (мас.%), в некоторых ориентациях механическое двойникование развивается с начала пластического течения [9]. Легирование монокристаллов стали Гадфильда алюминием Fe-13Mn-2,7Al-1,3C приводит к частичному подавлению механического двойникования, изме-

* *Работа выполнена в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы, соглашение № 14.B37.21.2065.*

няет его морфологию, сдвигает его к большим степеням деформации [9]. Следовательно, в условиях деформации кручением под высоким приложенным давлением двойникование будет вносить заметный вклад в упрочнение аустенитных сталей с высокой концентрацией атомов углерода. Использование в работе монокристаллов аустенитных сталей позволяет также избежать вклада в упрочнение от исходных границ зерен и изучить возможность перехода «моно-нано» в чистом виде.

Цель настоящей работы – исследование механизмов пластической деформации монокристаллов аустенитных высокомарганцевых сталей Fe-13Mn-1,3C и Fe-13Mn-2,7Al-1,3C при кручении под квазигидростатическим давлением и изучение влияния легирования алюминием на процессы измельчения аустенита при ИПД.

Методика проведения исследований

Монокристаллы сталей Fe-13Mn-1,3C, Fe-13Mn-2,7Al-1,3C (мас. %) были гомогенизированы в среде аргона при T = 1100...1150 ºС (24 ч). Для получения аустенитной структуры образцы закаливали после выдержки 1 ч при T = 1100 ºС в воду. Образцы для деформации кручением вырезали в форме дисков диаметром 10 мм и толщиной 0.6 мм. Плоская поверхность дисков совпадала с кристаллографической плоскостью {100}. Деформацию кручением под квазигидростатическим давлением (КГД) проводили на наковальнях Бриджмена под давлением P = 5–6 ГПа и температуре T = 23 ºС. Образцы деформировали на 1–5 оборотов. Величину истинной логарифмической деформации после КГД рассчитывали по формуле $e = \ln(2\pi RN/h)$, где R – расстояние от центра деформируемого диска; h – толщина диска; N – число оборотов [1].

Микроструктуру стали изучали методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Для выявления двойников использовали стандартную методику темнопольного анализа электронно-микроскопических картин в рефлексах двойников [10]. Фольги для электронно-микроскопических исследований вырезали из сечений, параллельных плоскости наковален, с центром в середине радиуса диска после КГД. Образцы утоняли сначала механической шлифовкой до 0.15...0.20 мм, а затем струйной полировкой в растворе 400 мл ледяной уксусной кислоты и 80 гр $HClO_4$. Рентгеноструктурный анализ проводили с помощью Cu K_α-излучения. Анализ параметров кристаллического строения (микродеформации кристаллической решетки и размеров областей когерентного рассеяния) проводили методом аппроксимации [11].

Микротвердость образцов измеряли при комнатной температуре с нагрузкой на индентор 200 гр. Ошибка в измерении микротвердости не превышала 5 %.

Результаты исследования и обсуждение

Холодная деформация кручением под давлением приводит к фрагментации монокристаллов исследуемых сталей преимущественно за счет образования двойников и полос локализации деформации, которые выявляются методами оптической металлографии и при ПЭМ-исследованиях.

В стали Fe-13Mn-1,3C при числе оборотов N = 1–2 наблюдается формирование двойниковых пакетов микронной ширины и микрополос локализованной деформации. Методами ПЭМ наблюдали сетку двойников, ширина фрагментов в которой составляет ~ 0,5 мкм, а толщина двойниковых пластин – десятки нанометров (рис. 1, *а*). Внутри фрагментов такой сетки наблюдается высокая плотность дислокаций скольжения $\sim 10^{-10}$ см$^{-2}$ и двойников деформации. Эффективная величина фрагментов структуры определяется расстоянием между двойниковыми границами (Σ3 границами специального типа) и составляет 5...15 нм.

С увеличением числа оборотов до N = 3, в стали Fe-13Mn-1,3C двойниковая сетка сохраняется, но на электронно-микроскопических изображениях отмечали ее деформацию и появление полос локализованного течения (рис. 1, *б*). «Ячейки», ограниченные сетками двойников, и полосы локализованной деформации заполнены двойниками деформации с толщиной 5...10 нм. При N = 5 двойниковая сетка в стали Fe-13Mn-1,3C заметно деградирует. Средний размер элементов структуры, определенный по темнопольным ПЭМ-изображениям, составляет 100 нм. Внутри таких элементов структуры

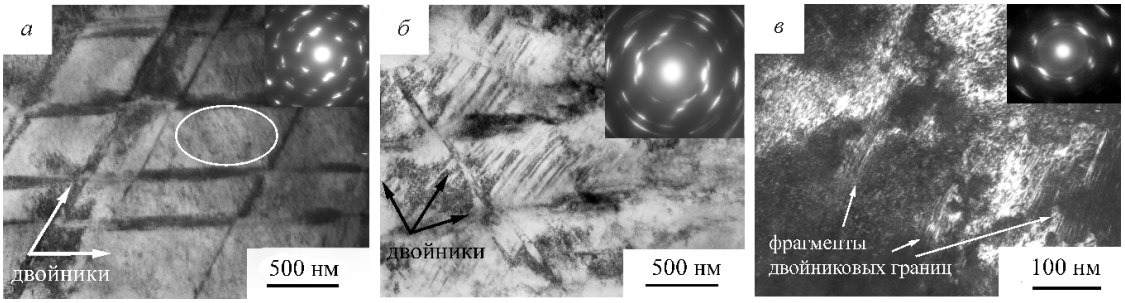


Рис. 1. Светлопольные (*а, б*) и темнопольное (*в*) ПЭМ-изображения структуры монокристаллов стали Fe-13Mn-1,3C после КГД (23 ºС):
а – $N = 2$; *б* – $N = 3$; *в* – $N = 5$; темнопольное изображение (*в*) получено в рефлексе $\gamma\text{-Fe}_{[111]}$

наблюдаются фрагменты двойниковых границ, а рефлексы на микродифракционных картинах имеют размытия, характерные для двойникования (рис. 1, *в*).

КГД в стали Fe-13Mn-1,3C приводит к уширению линий на рентгенограммах (рис. 2, *а*) и размытию рефлексов на электронограммах (рис. 1). Измерение размеров областей когерентного рассеяния дает близкие значения параметров структуры: после одного–трех оборотов при 23 ºС значения ОКР составляют <20 нм, после $N = 5$ оборотов – 10...15 нм (рис. 2, *г*).

Таким образом, холодная интенсивная пластическая деформация стали Fe-13Mn-1,3C связана с образованием высокой плотности границ специального типа – двойниковых. Развитие механического двойникования в монокристаллах стали Гадфильда при КГД находится в полном соответствии с данными, полученными при растяжении и сжатии монокристаллов этой стали и описанными в [9], где показано, что двойникование развивается во всех ориентациях монокристаллов с ранних степеней деформации, которые при КГД достигаются уже в процессе осадки.

Высокие приложенные давления при КГД (5...6 ГПа) приводят к развитию механического двойникования в монокристаллах стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C, несмотря на тот факт, что легирование стали Гадфильда алюминием повышает энергию дефекта упаковки (от 0,030 до

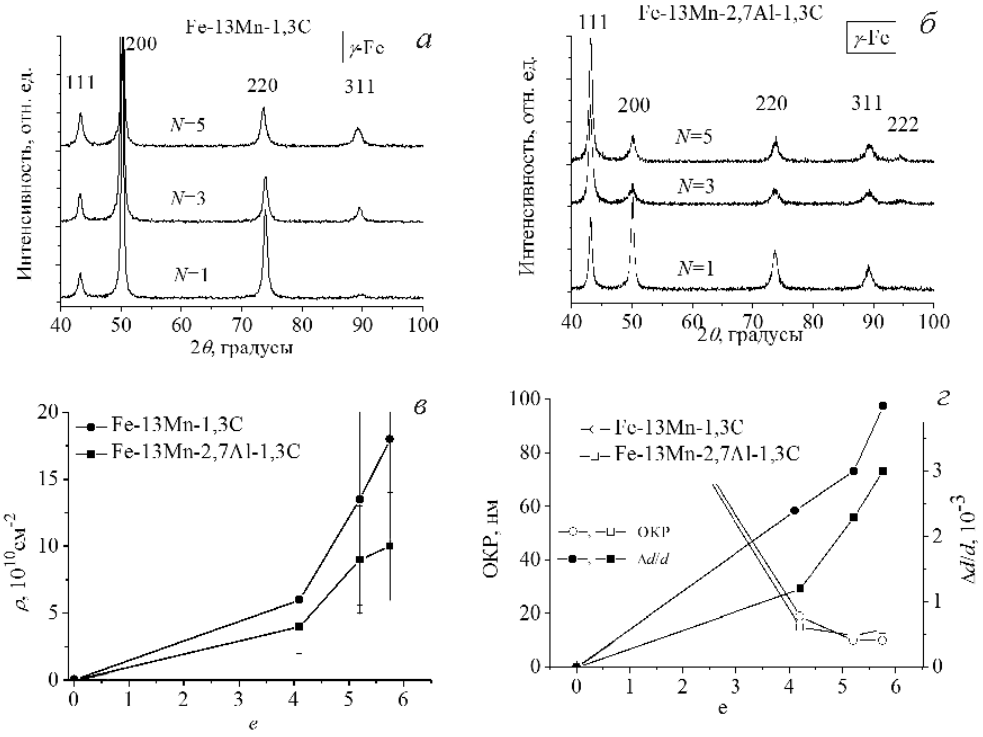


Рис. 2. Влияние степени деформации при КГД на рентгенограммы (*а, б*); плотность дислокаций (*в*); значения ОКР и микродеформации кристаллической решетки (*г*) в сталях Fe-13Mn-1,3C и Fe-13Mn-2,7Al-1,3C

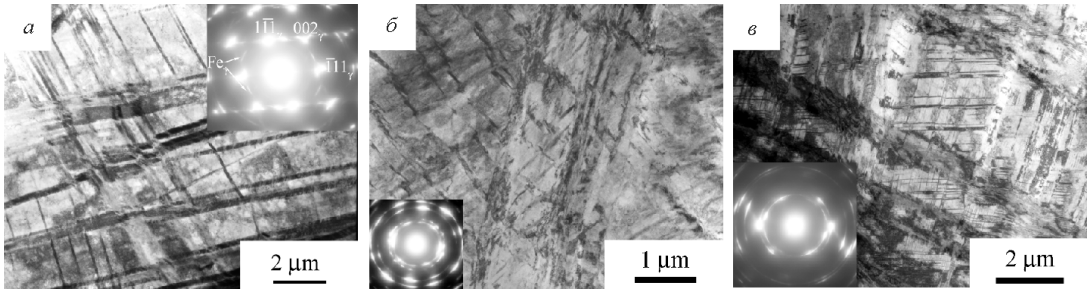


Рис. 3. Электронно-микроскопические светлопольные изображения структуры монокристаллов стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C после КГД при T = 23 °С:

а – N = 1; *б* – N = 3; *в* – N = 5

0,045 Дж/мм^2). Факт двойникования подтвержден при электронно-микроскопических исследованиях (рис. 3). Следовательно, за счет высоких сжимающих напряжений при КГД в этих сталях при комнатной температуре достигаются критические скалывающие напряжения для двойникования, которые часто невозможно реализовать в экспериментах по статическому растяжению и сжатию. После КГД стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C морфологические особенности двойников, локализация деформации, упрочнение отличаются от таковых в стали Гадфильда.

На светлопольных и темнопольных ПЭМ изображениях структуры стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C после КГД видно, что при N = 1...3 ширина двойниковых пластин в пакетах и размер «ячеек», ограниченных двойниковыми ламелями, больше, чем в стали Гадфильда: соответственно 5...15 и 350...500 нм в стали Fe-13Mn-1,3C; 100...320 и 450...700 нм в стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C. Следовательно, эффективное расстояние между двойниковыми границами в пакетах возрастает, и одновременно снижаются эффективность упрочнения и устойчивость двойниковой сетки к деградации. При N = 3...5 двойники фрагментированы, но двойниковые границы наблюдаются по всему объему образцов (рис. 3, *б, в*).

Склонность к локализации пластического течения возрастает с ростом энергии дефекта упаковки при легировании стали Гадфильда алюминием. В стали Fe-13Mn-1,3C процессы локализации подавлены, так как с самого начала деформации образуется сетка двойников с расстоянием между границами в несколько нанометров.

Общий анализ ПЭМ и оптических изображений структуры кристаллов указывает на тот факт, что в стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C процессы макроскопической ротационной пластичности проявляются в большей мере, чем в стали Fe-13Mn-1,3C. Рефлексы на микродифракционных картинах для стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C существенным образом размыты (рис. 3), но не замыкаются в кольцо, как это часто наблюдается при деформации кручением.

В монокристаллах Fe-13Mn-1,3C с ростом числа оборотов наблюдается максимальный рост микродеформации кристаллической решетки и плотности дислокаций, а в стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C размеры ОКР изменяются с деформацией аналогичным образом, но микродеформация кристаллической решетки и плотность дислокаций в ней заметно ниже (рис. 2, *в, г*). Это подтверждается и при исследовании упрочнения исследуемых сталей при КГД: деформационное упрочнение в стали Fe-13Mn-1,3C выше, чем в стали Fe-13Mn-2,7Al-1,3C, и за счет этого она обладает самыми высокими значениями микротвердости после кручения (соответственно 7,8 и 6,3 ГПа при N = 5). Одним из факторов, способствующих накоплению дефектов в стали Fe-13Mn-1,3C, является эффект динамического деформационного старения, который также способствует накоплению высокой плотности дислокаций в стали Гадфильда [7]. С другой стороны, процессы аккомодации сдвига и диссипации энергии проявляются в виде локализации течения в большей степени с увеличением энергии дефекта упаковки стали Гадфильда при легировании алюминием. Макроскопическая неустойчивость пластического сдвига связана с процессами релаксации и аккомодации сдвига и/или коллективными модами деформации. Поворотные моды являются одним из основных механизмов деформации металлических материалов при больших и интенсивных пластических деформациях [1, 2]. Процессы локализо-

ванного течения свойственны всем материалам, подвергнутым интенсивному или глубокому деформированию. В зависимости от температуры деформации, энергии дефекта упаковки они проявляются в разной мере и активируются при существенно меньших напряжениях и деформациях, чем реализуемые при КГД.

Заключение

При кручении под квазигидростатическим давлением монокристаллов аустенитных сталей Fe-13Mn-1,3C и Fe-13Mn-2,7Al-1,3C механическое двойникование определяет формирование высокопрочных наноструктурных состояний с границами специального типа (двойниковыми). Увеличение энергии дефекта упаковки приводит к увеличению среднего расстояния между двойниковыми границами, искривлению их габитусных плоскостей. Особенности микроструктуры аустенитных сталей после деформации кручением под квазигидростатическим давлением заключаются в дополнительном увеличении плотности дислокаций в стали Fe-13Mn-1,3C по сравнению со сталью Fe-13Mn-2,7Al-1,3C при кручении в области температур развития динамического деформационного старения.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (ГК№ №14.132.21.1705 от 01.10.2012 г.). Авторы статьи благодарны профессору Ю.И. Чумлякову за предоставленные для исследования монокристаллы сталей.

Список литературы

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

2. *Носкова Н.И., Мулюков Р.Р*. Субмикрокристаллические и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 279 с.

3. *Randle V*. «Special' boundaries and grain boundary plane engineering // Scr. Mater. – 2006. – V. 54. – P. 1011–1015.

4. *Liu G.Z*. 316L Austenite stainless steels strengthened by means of nano-scale twins / G.Z. Liu, N.R. Tao, K. Lu // J. Mater. Sci. Technol. – 2010. – V. 26. – No. 4. – P. 289–292.

5. *Bouaziz O.* High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships / Bouaziz O., Allain S., Scott C.P. et al. // Current opinion in Solid State and Materials Science. – 2011. – No. 15. – P. 141–168.

6. *Dastur Y.N*. Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel / Dastur Y.N., Leslie W.C. // Met. Trans. A. – 1981. – V. 12A. – P. 749–759.

7. *Owen W.S*. Strain aging of austenitic Hadfield manganese steel / Owen W.S., Grujicic M. // Acta mater. – 1999. – V. 47. – No. 1. – P. 111–126.

8. *Adler P.H.* Strain hardening of Hadfield manganese steel / Adler P.H., Olson G.B., Owen W.S. // Met. Trans. A. – 1986. – V.17A. – P. 1725–1737.

9. *Astafurova E.G., Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Maier H.J., Sehitoglu H.* The influence of orientation and aluminium content on the deformation mechanisms of Hadfield steel single crystals // Int. J. Mat. Res. – 2007. – P. 144–149.

10. *Williams D.B*. Transmission electron microscopy / D.B. Williams, C. B. Carter. – Springer Science+Business Media, LLC, 1996, New York, USA, 2009. – 760 p.

11. *Горелик С.С.* Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСИС, 2002. – 431 с.

The effect of aluminum on the regularities of structure refinement in single crystals of Hadfield steel under high-pressure torsion

E.G. Astafurova, M.S. Tukeeva, E.V. Melnikov, Yu.L. Kretov, A.A. Nikulina, A.Yu. Velikosel'skaya

The regularities of structure refinement in single crystals of Fe-13Mn-1,3C, Fe-13Mn-2,7Al-1,3C (wt. %) austenitic steel were studied after cold high-pressure torsion. Mechanical twinning contributes to a high-strength structural state containing a high density of special (twin) boundaries in steels under HPT. Growth of the stacking fault energy by aluminum alloying reduces the contribution of twinning to the hardening of steel by increasing the distance between the twin boundaries. An additional increase in the dislocation density of Fe-13Mn-1,3C steel was found out in comparison with Fe-13Mn-2,7Al-1,3C steel, which is a consequence of torsion in the temperature range of dynamic strain aging.

Key words: Hadfield steel, austenite, twinning, dynamic strain aging, high-pressure torsion