пучковая модификация в режиме плавления приводит к формированию на поверхности слоя толщиной 3 – 5 мкм с зеркальным блеском; структура поверхностного слоя плавно переходит в столбчатую структуру исходного состояния. Наблюдается структура кристаллизации модифицированного слоя (размеры кристаллитов 2 – 4 мкм); нанокристаллическая субструктура (размеры кристаллитов 20 – 40 нм) сформирована в виде наностолбиков высокоскоростной кристаллизации. Наноструктуризация поверхностного слоя покрытия способствует увеличению его микротвердости до полутора раз по сравнению с микротвердостью покрытия в исходном состоянии.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Hocking M.G., Vasantasree V., Sidky P.S. Metallic and Ceramic Coatings. Production, High Temperature Properties

УДК 669.14.018.29:539.4.016

and Applications. – New York: Longman Group UK Limited, 1989. – 518 p.

- Perry A., Matossian J., Bull S. et al. // Metallurgical and materials transactions A. 1999. Vol. 30A. P. 2931 – 2939.
- Ivanov Yu.F., Rotshtein V.P., Proskurovsky D.I. et al. // Surface and coating technology. 2000. Vol. 125. P. 255 – 256.
- Devyatkov V.N., Koval N.N., Schanin P.M. et al. // Laser and Particle Beams. 2003. Vol. 21. P. 243 – 248.
- Devyatkov V.N., Koval N.N., Schanin P.M. et al.. Installation for Treatment of Metal Surfaces by Low Energy Electron Beam. – In book: Proc. 7th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk. 2004. P. 43 – 46.
- 6. Scott N.G. // J. Mater. Sci. 1975. Vol. 10. P. 1527 1535.

© 2013 г. Ю.Ф. Иванов, Ю.А. Денисова, О.С. Толкачев, А.Д. Тересов, Е.А. Петрикова Поступила 17 декабря 2012 г.

### А.М. Иванов, П.П. Петров, А.А. Платонов, Е.С. Лукин, Н.Д. Петрова

#### Институт физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова СО РАН (г. Якутск)

# ДЕФЕКТНАЯ СТРУКТУРА И УДАРНАЯ ВЯЗКОСТЬ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, ПОДВЕРГНУТОЙ РАВНОКАНАЛЬНОМУ УГЛОВОМУ ПРЕССОВАНИЮ И ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ПРОКАТКЕ

Аннотация. Рассматриваются вопросы исследования микроструктуры и дефектной структуры низкоуглеродистой стали ВСт3сп после комбинированного воздействия равноканальным угловым прессованием и электропластической прокаткой. Показано влияние комбинирования методов обработки на микротвердость и ударную вязкость стали.

*Ключевые слова*: сталь, микроструктура, дефектная структура, микротвердость, ударная вязкость, равноканальное угловое прессование, электропластическая прокатка, металлография, рентгеноструктурный анализ, рентгеновская дифракция, плотность дислокаций.

## DEFECT STRUCTURE AND TOUGHNESS OF LOW-CARBON STEEL SUBJECTED TO EQUAL-CHANNEL ANGULAR PRESSING AND ELECTROPLASTIC ROLLING

Abstract. The questions of microstructure and defect structure of lowcarbon BCr3cn (Russian grade) steel after combined impact of equal-channel angular pressing and electroplastic rolling are considered. Shown is the effect of combination of treatment methods on micro-hardness and toughness of steel.

*Keywords*: steel, microstructure, defect structure, micro-hardness, toughness, equal-channel angular pressing, electroplastic rolling, metallography, X-ray analysis, X-ray diffraction, dislocation density.

Обработка металлов давлением является неотъемлемой частью различных отраслей промышленности. Решение задач ОМД связано с необходимостью повышения технологичности производства, качества изделий, экономии металла, потребностью улучшения эксплуатационных характеристик (прочности, износостойкости, хладостойкости и др.). Теоретические аспекты обработки металлов давлением, основы которой были заложены М.В. Ломоносовым, Д.К. Черновым и Н.С. Курнаковым, нашли свое развитие в работах других исследователей.

В последнее время к изделиям и деталям машин предъявляются определенные требования по микроструктуре, а также одновременно необходимо обеспечить высокие прочность и пластичность. В этой связи весьма актуальными являются разработка и развитие комбинированных методов обработки металлов. Для выбора оптимальных режимов комбинированной обработки необходимо проведение исследований физико-механических свойств, в том числе прочностных, пластических свойств, хладостойкости, дефектной структуры металлов.

Методы обработки металлов давлением, основанные на их пластическом деформировании, широко применяются в машиностроительном производстве. В работах многих авторов нашло свое отражение развитие различных методов обработки: прокатки [1], ковки [2], прессования [3], штамповки [4] и др. Технология обра-



Рис. 1. Микроструктура стали ВСт3сп в состоянии поставки (*a*), после пластической прокатки без тока (*б*), после ЭПП (*в*), после закалки, РКУП и ЭПП (*г*), после закалки, РКУП, отжига и ЭПП (*д*)

ботки материалов давлением, основанная на электропластическом эффекте (ЭПЭ), эффективно используется для интенсификации процесса [5]. Одним из технологических применений ЭПЭ является электропластическая прокатка (ЭПП), которая позволяет прокатывать ленты и пластины без заметного нагрева материала [6].

В решении задач управления структурой и свойствами металлов весьма перспективными являются методы интенсивной пластической деформации, в частности, равноканальное угловое прессование (РКУП), в котором реализуется простой сдвиг [7, 8]. При продавливании металлической заготовки вдоль линии пересечения каналов развивается процесс интенсивной сдвиговой деформации, в результате которого происходит пластическая деформация и измельчение зерна металла.

Целью настоящей работы являются определение ударной вязкости и микротвердости, исследование микроструктуры и дефектной структуры низкоуглеродистой стали ВСт3сп после комбинированного воздействия равноканальным угловым прессованием и электропластической прокаткой.

В настоящей работе исследована конструкционная сталь ВСт3сп, содержащая 0,17 % С, 0,2 % Si, 0,54 % Mn, 0,14 % Cr, 0,14 % Ni и 0,25 % Cu, остальное железо (по массе). Химический анализ проведен на атомно-эмиссионном спектрометре «Foundry-Master» фирмы «Worldwide Analytical Systems AG (WAS AG)». Сталь ВСт3сп имеет феррито-перлитную структуру, средний размер зерен составляет приблизительно 17 мкм (рис. 1).

В технологической оснастке с углом пересечения каналов 120° выполняли РКУП заготовок с помощью гидравлического пресса «ПСУ-125» типа ЗИМ с максимальным усилием 1250 кН. Для снижения трения заготовки о стенки каналов использовали технологическую смазку «Росойл-Ангелина». Прокатку<sup>1</sup> осуществляли на портативных валках фирмы «Open Automation Machinery» (модель 0120Е6, Италия).

Сталь ВСт3сп обрабатывали по схемам, представленным в табл. 1. Прокатке (одинаковая степень деформации) были подвергнуты заготовки размером  $60 \times 40 \times 100$  мм. Параметры ЭПП: плотность тока j = 120 А/мм<sup>2</sup>, длительность импульса тока  $\tau = 120$  мкс, частота следования импульсов тока F = 825 Гц. Закалку заготовок в воде осуществляли от температуры 1153 К (время выдержки в печи 1 ч), а отжиг при температуре 673 К. Равноканальное угловое прессование в два прохода выполняли по маршруту «*C*» (поворот заготовки на угол 180°) при температуре 673 К.

Металлографические наблюдения проводили на инвертированном исследовательском металлографическом микроскопе «Axio Observer D1». Средний размер структурных элементов определяли методом секущих по оптическим снимкам усреднением результатов для более чем 20 зерен. Измерения микротвердости проводили по методу Виккерса на микротвердомере LM-700 при нагрузке 0,1 H и времени выдержки 15 с. Испытания образцов Менаже на ударную вязкость проводили на копре «Amsler RKP-450» при температуре 233 К.

Методом рентгеновской дифракции определены изменения плотности дислокаций в зависимости от способа обработки стальных образцов пластической и электропластической прокаткой. Исследовали образцы, которые до прокатки не обрабатывали (в состоянии поставки), а также образцы, подвергнутые предварительной термомеханической обработке (ТМО), включающей закалку и РКУП (табл. 1).

Рентгенографический метод определения плотности дислокаций ρ основан на анализе уширения дифракционных пиков β [9]. Инструментальное уширение

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Прокатка выполнена У.Х. Угурчиевым.

### Таблица 1

Состояние материала	<i>d</i> , мкм	НV, МПа	КСU·10 <sup>4</sup> , Дж/м <sup>2</sup>	
Состояние поставки	17,0	1369	96,6	
Пластическая прокатка без тока	4,0-5,0	2271	68,86	
ЭПП ( $j = 120 \text{ А/мм}^2$ , $\tau = 120 \text{ мкс}$ , $F = 825 \text{ Гц}$ )	4,0-5,0	2231	66,98	
Закалка в воде от 1153 К и РКУП «С» (673 К, n = 2)	-	-	59,96	
Закалка в воде от 1153 К, РКУП «С» (673 К, <i>n</i> = 2) и отжиг при 673 К	-	-	106,63	
Закалка в воде от 1153 К, РКУП «С» (673 К, <i>n</i> = 2), ЭПП ( <i>j</i> = 120 А/мм <sup>2</sup> , т = 120 мкс, <i>F</i> = 825 Гц)	1,7	3372	77,49	
Закалка в воде от 1153 К, РКУП « <i>C</i> » (673 К, <i>n</i> = 2), отжиг при 673 К, ЭПП ( <i>j</i> = 120 А/мм <sup>2</sup> , τ = 120 мкс, <i>F</i> = 825 Гц)	1,6	3695	81,54	
Применание $d_{-}$ средний размер зереи: $i_{-}$ плотость тока: $\tau_{-}$ длительность импульса тока: $E_{-}$ настота				

Микротвердость HV и ударная вязкость KCU стали ВСт3сп в различных состояниях

П р и м е ч а н и е. d – средний размер зерен; j – плотность тока;  $\tau$  – длительность импульса тока; F – частота следования импульсов тока; n – количество проходов.

регистрировали экспериментально с помощью съемки эталонного образца в тех же условиях, в которых физическое уширение близко к нулю (средний размер субзерен или блоков, характеризующих субструктуру образца из массивного материала [10], D > 0,15 мкм,  $\rho < 10^{12}$  м<sup>-2</sup>). Эталон был изготовлен из материала рабочих образцов путем рекристаллизационной обработки.

Исследования проводили с помощью высокоточного порошкового рентгеновского дифрактометра «Ultima IV» фирмы «Rigaku». Излучение кобальтовое,  $K_a = 1,790255$  Å. Съемку проводили по схеме Брегга-Брентано с сцинтилляционным детектором. Ширина щели, ограничивающей падающий пучок по горизонтали, равна 10 мм, по вертикали  $0,5^\circ$ ; ширина щели Соллера на падающем и дифрагированном пучке  $5^\circ$ ; ширина щели, ограничивающей дифрагированный пучок по вертикали перед приемной щелью,  $0,5^\circ$ . Рабочий режим: напряжение U = 40 кВ, сила тока I = 40 мА; скорость сканирования  $0,1^\circ$ /мин; шаг  $0,01^\circ$ ; ось сканирования  $2\theta/\theta$ . Дифракционный профиль рентгеновской линии получали от атомных плоскостей отражения (110) и (220).

Для исключения влияния на результаты исследований структурных искажений, неизбежно возникающих в процессе изготовления, обработки и эксплуатации изделия, были использованы эталонные образцы (отжиг в вакуумной печи при 873 К в течение 1 ч с последующим остыванием в печи). Плотность дислокаций рассчитывали по уширению дифракционного профиля линии (220) согласно данным работ [10, 11]. Использование величины физического уширения рентгеновских профилей линий, которое обуславливается плотностью и характером распределения дислокаций в металле, обосновано в качестве объективной оценки дефектности кристаллической решетки [9, 10].

На рис. 1 представлена оптическая металлография образцов стали ВСт3сп при разных режимах обработки. Обработка пластической прокаткой без тока и ЭПП приводит к равномерному распределению перлита по всему объему образца и уменьшению размера зерен примерно до 4-5 мкм. Также формируется текстура структуры вдоль направления прокатки (рис. 1,  $\delta$ ,  $\epsilon$ ).

Структура стали, подвергнутой комбинированной обработке (закалке, РКУП и ЭПП), сопровождается образованием мелкодисперсного феррита, выделением цементита вдоль границ остаточного аустенита (рис. 1, *г*). Средний размер зерен феррито-перлитных составляющих – приблизительно 1,7 мкм. Обработка по режиму «закалка, РКУП, отжиг, ЭПП» приводит к уменьшению количества остаточного аустенита и преобладанию феррито-перлитной структуры (рис. 1, *д*) со средним размером зерен приблизительно 1,6 мкм. Такое изменение структуры стали ВСт3сп, по-видимому, является результатом совместного действия интенсивной пластической деформации и импульсного тока.

Получение таких видов структур приводит к росту микротвердости до 2,7 раза по сравнению с микротвердостью стали в исходном состоянии (табл. 1). Ранее в работе [12] было показано, что повышается прочность и снижается пластичность стали 09Г2С, подвергнутой комбинированному воздействию РКУП и ЭПП. Повышение микротвердости стали ВСт3сп связано как с дисперсионным, так и деформационным упрочнениями. Значения ударной вязкости КСU стали ВСт3сп при прокатке с использованием импульсного тока и без него практически не отличаются и на 30 % ниже, чем для стали в состоянии поставки (табл. 1).

Повышенное значение плотности дислокаций в стали ВСт3сп, подвергнутой пластической прокатке без тока в состоянии поставки, обусловлено исходной структурой материала и протеканием значительных пластических деформаций в поверхностном слое при прокатке (табл. 2).

Отжиг стали при температуре 673 К после закалки и РКУП значительно повышает ударную вязкость по срав-

### Таблица 2

### Данные рентгеноструктурного анализа стали ВСт3сп

Способ термомеханической обработки	β·10 <sup>-3</sup> , рад	ρ·10 <sup>14</sup> , м <sup>-2</sup>
Эталон	0,255	_
Состояние поставки → пластическая прокатка без тока	1,670	79,57
Состояние поставки — ЭПП	1,300	40,08
Закалка в воде от 1153 К, РКУП («С», 673 К, $n = 2$ ), ЭПП	1,400	47,57
Закалка в воде от 1153 К, РКУП (« <i>C</i> », (673 К, <i>n</i> = 2), отжиг при 673 К, ЭПП	1,420	52,26

П р и м е ч а н и е. β – физическое уширение профиля линий на рентгенограмме образца; ρ – относительная плотность дислокаций, вычисленная по уширению профиля рентгеновских линий.

нению с ударной вязкостью этой стали в исходном состоянии. Предварительное упрочнение (закалка и РКУП) обеспечивает значительный рост ударной вязкости стали после ЭПП. Но вместе с тем дополнительный отжиг перед ЭПП способствует большему росту ударной вязкости, чем без него. Рост микротвердости стали на 10 % при комбинированной обработке с промежуточным отжигом по сравнению с комбинированным режимом без отжига связан с уменьшением среднего размера зерен. Отжиг приводит к перераспределению дислокаций и снижению остаточных напряжений, что при комбинированной обработке способствует увеличению ударной вязкости.

При анализе рентгеноструктурных экспериментальных данных по плотности дислокаций для образцов в режиме «закалка, РКУП, ЭПП» наблюдается снижение плотности дислокаций, что характеризует стесненность протекания пластической деформации при такой термомеханической обработке (табл. 2). Незначительное увеличение плотности дислокаций в режиме «закалка, РКУП, отжиг, ЭПП» обусловлено сложными физикохимическими процессами, протекающими в дефектном строении материала. Анализ дифрактограмм выявил, что на всех образцах интенсивность линии α-Fe (220) уменьшилась в четыре раза, а интегральная полуширина линии увеличилась в шесть раз, смещение максимума дифракционной линии ( $\Delta 2\theta_{max}$ ) достигает 0,84° относительно линии эталонного образца, что можно объяснить возникновением текстуры (преимущественной ориентировки кристаллов-зерен) и протеканием значительных пластических деформаций (рис. 2).

**Выводы.** Различные виды комбинированной термомеханической обработки оказывают существенное влияние на упрочнение низкоуглеродистой стали, основным микромеханизмом которого является измельчение зерен (дисперсионное упрочнение и повышение плотности дислокаций). Режим обработки стали ВСт3сп,



Рис. 2. Дифрактограмма стали ВСтЗсп после ЭПП (*a*), после закалки, РКУП и ЭПП (*б*), а также дифрактограмма эталонного образца (*в*)

включающий закалку, РКУП и отжиг, обеспечивает более высокую ударную вязкость по сравнению с вязкостью стали в состоянии поставки. Ударная вязкость стали ВСтЗсп после комбинированного воздействия (закалка, РКУП, ЭПП) выше, чем просто после прокатки без тока и ЭПП. Но вместе с тем дополнительный отжиг перед ЭПП способствует получению более высокой ударной вязкости, чем без такого отжига.

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- 1. Грудев А.П. Теория прокатки. М.: Металлургия, 1988. 240 с.
- Теория ковки и штамповки: Учеб. пособие для студентов машиностроительных и металлургических специальностей вузов / Е.П. Унксов, У. Джонсон, В.Л. Колмогоров и др. Под общ. ред. Е.П. Унксова, А.Г. Овчинникова. – М.: Машиностроение, 1992. – 720 с.
- Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов. Справочник. – М.: Металлургия, 1983. – 352 с.
- Попов Е.А. Основы теории листовой штамповки. М.: Машиностроение, 1968. – 280 с.
- Физические основы и технологии обработки современных материалов (теория, технология, структура и свойства) / О.А. Троицкий, Ю.В. Баранов, Ю.С. Авраамов, А.Д. Шляпин. В 2-х т. Т. 1. – М. – Ижевск: изд. ин-та компьютерных исследований, 2004. – 590 с.
- Столяров В.В., Угурчиев У.Х., Гуртовая И.Б., Прокошкин С.Д. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. № 3. С. 40 – 43.
- Процессы пластического структурообразования металлов / В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов и др. – Минск: Наука и техника, 1994. – 231 с.

- Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. – М.: Академкнига, 2007. – 398 с.
- Кривоглаз М.А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. – М.: Наука, 1967. – 336 с.
- Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.Н. Иванов, Л.Н. Расторгуев. – М.: Металлургия, 1982. – 632 с.

УДК 669.295:54-116

 Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. – М.: изд. МИСиС, 2002. – 360 с.

 Иванов А.М., Угурчиев У.Х., Столяров В.В. и др. // Изв. вуз. Черная металлургия. 2012. № 6. С. 54 – 57.

> © 2013 г. А.М. Иванов, П.П. Петров, А.А. Платонов, Е.С. Лукин, Н.Д. Петрова Поступила 17 декабря 2012 г.

## Ю.П. Шаркеев, А.Ю. Ерошенко, С.В. Фортуна, А.И. Толмачев, Т.А. Финк

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск)

# МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЦИРКОНИЯ, ЛЕГИРОВАННОГО НИОБИЕМ, ПОСЛЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ<sup>\*</sup>

- Аннотация. Представлены результаты исследования эволюции микроструктуры, фазового состава и механических свойств циркония, легированного ниобием в количестве 1 % (по массе), после интенсивной пластической деформации методом *abc*-прессования. Предлагаемые в работе деформационные режимы *abc*-прессования с различной степенью деформации позволяют формировать в заготовках циркония ультрамелкозернистую структуру со средним размером элементов структуры в диапазоне 0,55 0,28 мкм. Дополнительная прокатка обеспечивает формирование ультрамелкозернистой структуры с характерным размером структурных элементов циркония 0,2 мкм и микротвердостью до 2800 МПа. Между микротвердостью и величиной *d*<sup>-1/2</sup> наблюдается линейная зависимость, свидетельствующая о выполнении соотношения Холла-Петча. Увеличение микротвердости циркония достигается за счет измельчения элементов структуры и формирования мелкодисперсной оксидной фазы.
- Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, *abc*-прессование, многоходовая прокатка, ультрамелкозернистый цирконий, микроструктура, микротвердость.

## STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF ULTRA-GRAINED ZIRCONIUM ALLOYED WITH NIOBIUM UNDER SEVERE PLASTIC DEFORMATION

*Abstract.* The results of comparative investigation of microstructure and mechanical properties are presented for zirconium alloyed with niobium (1 mass. % Nb). Zirconium was obtained by *abc*-pressing method. *ABC*-pressing method allows to produce ultrafine grained structure with the decreasing average size of the zirconium matrix elements in range from 0,55  $\mu$ m to 0,28  $\mu$ m. The rolling provides the formation of ultrafine-grained states with the zirconium structural elements size equal to 0,2  $\mu$ m and the microhardness is equaled to 2800 MPa. Between the microhardness and the value of  $d^{-1/2}$  (*d* is the average size of the structural elements) linear dependence was found. It indicates a Hall-Petch ratio. The increase of microhardness of ultrafine zirconium alloy is attained by reducing of structure elements and formation of ultra-grained oxides.

Keywords: severe plastic deformation, abc-pressing, multiple rolling, ultrafine-grained zirconium, microstructure, microhardness.

Интерес к цирконию и его сплавам насчитывает десятки лет. Сплавы циркония имеют различное применение, в том числе в атомной энергетике [1]. В настоящее время из циркония, легированного ниобием, наряду с титаном и титановыми сплавами изготавливают медицинские имплантаты и инструмент [2]. Цирконий и его сплавы (как титан и титановые сплавы) обладают высокой коррозионной стойкостью, прочностью и значительной биоинертностью [3]. Методы интенсивной пластической деформации, такие как равноканальное угловое прессование и его различные модификации, кручение под высоким давлением, всесторонняя ковка (*abc*-прессование), экструзия т.д. [4], – это специальные деформационные обработки, позволяющие получать заготовки и изделия со значительно более высокими механическими свойствами. Рост прежде всего механических свойств при интенсивной пластической деформации обусловлен формированием в объеме материала наноструктурированного или ультрамелкозернистого состояния. Как правило, наноструктурированного состояния в металлах и сплавах удается достичь за счет комбинированных методов интенсивной пластической деформации, например, таких, как равноканальное угловое прессование, *abc*-прессование и т.п. в сочетании с другими

<sup>&</sup>lt;sup>\*</sup> Исследование выполнено при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований Президиума РАН (проект 5ФНМ-45), программы фундаментальных исследований СО РАН на 2013 – 2016 гг. (проект № III.20), программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России (соглашение № 8036).