

# Особенности микроструктуры и механическое поведение стали 06МБФ после равноканального углового прессования

Астафурова Е.Г.<sup>1,†</sup>, Захарова Г.Г.<sup>1</sup>, Найденкин Е.В.<sup>1</sup>, Рааб Г.И.<sup>2</sup>,

Одесский П.Д.<sup>3</sup>, Добаткин С.В.<sup>4</sup>

<sup>†</sup>astafe@ispms.tsc.ru

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, 634021, Томск

<sup>2</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. К. Маркса, 12, 450000, Уфа

<sup>3</sup>ЦНИИ строительных конструкций, 2-я Институтская, 39, 109428, Москва

<sup>4</sup>Институт metallurgии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Ленинский пр., 49, 119991, Москва

## Structural peculiarities and mechanical behavior of Fe-Mo-V-Nb-C steel after equal channel angular pressing

E.G. Astafurova<sup>1</sup>, G.G. Zakharova<sup>1</sup>, E.V. Naydenkin<sup>1</sup>, G.I. Raab<sup>2</sup>,  
P.D. Odessky<sup>3</sup>, S.V. Dobatkin<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, pr. Akademicheskii, 2/4, Tomsk

<sup>2</sup> Ufa State Aviation Technical University, ul. K. Marks 12, 450000, Ufa

<sup>3</sup> Central Research Institute of Civil-Engineering Constructions, ul. 2<sup>nd</sup> Institutskaya, 6, 109428, Moscow

<sup>4</sup> A.A. Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, RAS, Leninskii pr. 49, 119991, Moscow

Равноканальным угловым прессованием (РКУП) в стали 06МБФ сформирована структура со средним размером (суб)зерен 325 нм и системой крупных (70 нм) и мелких (<5 нм) карбидов, высокими значениями микротвердости (3,3 ГПа) и предела текучести (815 МПа). Проанализированы размер, состав и распределение карбидов до и после РКУП, оценен их вклад в механические свойства стали. Проведена количественная оценка изменений предела текучести стали при РКУП с учетом возможных механизмов упрочнения.

**Ключевые слова:** феррит, низкоуглеродистая сталь, субмикрокристаллическая структура, карбиды, равноканальное угловое прессование

An ultrafine-grained low-carbon Fe-Mo-V-Nb-C steel with an average (sub)grain size of 325 nm, both coarse (70 nm) and fine (<5 nm) carbides, microhardness of 3.3 GPa and yield strength of 815 MPa was fabricated by equal channel angular pressing (ECAP). The composition of the carbides, their sizes and their distribution before and after ECAP was analyzed in order to understand their contribution to the mechanical properties of the steel. The changes in strength of steel were estimated taking into account the possible strengthening mechanisms under ECAP.

**Keywords:** ferrite, low-carbon steel, ultrafine-grained structure, carbides, equal channel angular pressing

## 1. Введение

Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) широко используются в современном материаловедении как эффективный способ изменения физических и механических свойств материалов [1-5]. Большое количество работ направлено на изучение субмикрокристаллической (СМК) и нанокристаллической (НК) структуры в чистых металлах Al, Cu, Ti и Ni [1-4] и армко-железе [6-9]. Выполненные к настоящему времени исследования [4,10-24] показывают также хорошую перспективу использования методов ИПД для измельчения структуры сталей.

Равноканальное угловое прессование (РКУП) является одним из эффективных методов деформирования сталей и позволяет получать объемные беспористые СМК заготовки, пригодные для испытаний на растяжение. Авторы работ [12-20] проводили РКУП по режимам А и С [1], но согласно данных [19-24] режим В<sub>c</sub> [1] позволяет формировать беспористые стальные заготовки с квазиравноосными фрагментами структуры и преимущественно большеугловыми разориентировками между ними.

Наличие в составе сталей легирующих элементов, таких как Mo, V, Ti, Nb, являющихся сильными карбидо-

образователями, способствует их дисперсионному твердению и препятствует миграции границ зерен во время отжигов. Соответственно, повышение дисперсности и плотности карбидов и более однородное их распределение в объеме материала позволяют повысить прочностные свойства и термическую стабильность структур, полученных методами ИПД. Такой эффект может быть достигнут не только в результате ИПД, но и за счет оптимизации исходного состояния стали до РКУП. Например, высокий отпуск закаленной стали приводит к формированию более однородной структуры феррита с карбидами, в сравнении с феррито-перлитной сталью. При этом ферритная сталь легче деформируется в ходе ИПД в сравнении с закаленной на мартенсит.

В работе исследовали влияние РКУП на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали 06МБФ в исходно ферритном состоянии.

## 2. Методика эксперимента

Сталь 06МБФ (0,09 С; 0,32 Si; 0,63 Mn; 0,007 Р; 0,004 S; 0,79 Cr; 0,2 Ni; 0,16 Cu; 0,08 Mo; 0,032 Al; 0,026 Ti; 0,03 Nb; 0,06 V; 0,01 N, мас.% [25]) в состоянии после закалки от 920 °С-30 мин. в воду и отпуска при 670 °С-1ч подвергали проходам РКУП по режиму ВС при 300 °С и угле сопряжения между каналами 120° (величина эквивалентной деформации составляла 4,0 [1]). Для РКУП использовали цилиндрические заготовки диаметром 10 мм. Образцы для механических испытаний на растяжение вырезали в продольном сечении заготовок после РКУП в форме двойных лопаток с рабочей частью 2,6×0,5×10 мм<sup>3</sup>. Ось растяжения совпадала с продольной осью заготовки. После механической шлифовки образцы электролитически полировали при напряжении 30 В в растворе 25 мл CrO<sub>3</sub> + 210 мл H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Испытания образцов проводили на установке Instron 3369 при 24 °С со скоростью 3,5×10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup>. Микротвердость измеряли на приборе Duramin-5 при нагрузке 200 гр. Размер зерна (субзерна), размер и объемную долю карбидов оценивали при помощи просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Philips CM200 и системы с электронным и сфокусированным ионным пучками Quanta 200 3D (методом построения картин дифракции обратно рассеянных электронов с шагом 0,15 мкм). Скалярную плотность дислокаций по ПЭМ изображениям

измеряли методом, описанным в [26]. Среднеквадратичные отклонения размера (суб)зерна приведены в таблице. Рентгеновские исследования выполняли на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 (с монохроматором). Измерение плотности дислокаций проводили на основе анализа профилей Брегговских максимумов [27].

## 3. Результаты исследований

### 3.1. Микроструктура стали до и после РКУП

Структура стали после закалки и высокотемпературного отпуска (улучшения) имеет сложную морфологию (рис. 1а). Отпуск стали привел к распаду мартенсита, образованного после закалки, формированию глобулярного феррита с размером зерна 2,4 мкм и феррита, унаследовавшего морфологию пакетного мартенсита, с толщиной пластин ~ 0,4 мкм (рис. 1а). Скалярная плотность дислокаций, определенная по ПЭМ изображениям в пластинах, выше, чем в глобулярном феррите ( $3,7 \times 10^{10}$  см<sup>-2</sup> в пластинах и до  $1,4 \times 10^{10}$  см<sup>-2</sup> в глобулах), часто наблюдаются округлые зерна свободные от дислокаций.

Согласно данных рентгенографического анализа, основная составляющая исходной структуры стали  $\alpha$ -фаза с параметром решетки ( $a=0,2869$  нм), близким к значению для безуглеродистого ОЦК-железа. Следовательно, углерод находится, в основном, в карбидах.

После РКУП в стали сформирована субмикрокристаллическая структура со средним размером фрагментов 325 нм (рис. 1б, в). В ходе деформации происходит измельчение глобулярного и пластинчатого феррита путем образования мало- и большеугловых границ, наблюдается возрастание плотности дислокаций до  $9,6 \times 10^{10}$  см<sup>-2</sup> (табл. 1). После РКУП структура существенно неравновесная, границы элементов структуры размыты, наблюдается большое количество контуров экстинкции, значительные азимутальные размытия рефлексов на электронограммах. Все это свидетельствует о высоком уровне внутренних напряжений в зернах. Электронограммы для данных структур носят квазикольцевой характер (рис. 1б, вклейка). На кольцах хорошо различимы отдельные рефлексы, их распределение по кольцу свидетельствует о наличии высокоугловых разориентировок между фрагментами.

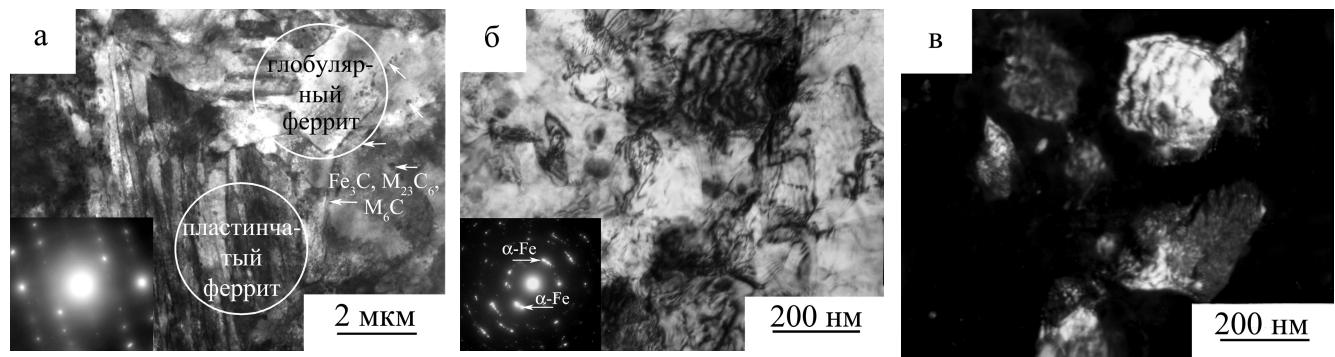


Рис. 1. ПЭМ изображения структуры стали 06МБФ до (а) и после РКУП (б, в). Микродифракционная картина к (б) получена с участка фольги площадью  $S=0,5$  мкм<sup>2</sup>. Темнопольное изображение (в) получено в рефлексе  $\alpha$ -Fe.

Таблица 1

Влияние РКУП на параметры структуры стали 06МБФ: параметр решетки  $a$ , ОКР, микродеформацию кристаллической решетки  $\Delta d/d$ , ширину рентгеновских линий  $\beta$ , размер (суб)зерна  $d$ , плотность дислокаций  $\rho$

	$a$ , нм	OKP, нм	$\Delta d/d$	$\beta_{(110)}/\beta_{(220)}$	$d$ , нм	$\rho$ , $\text{см}^{-2}$ (рентген)	$\rho$ , $\text{см}^{-2}$ (ПЭМ)
Исх. сост.	$0.2869 \pm 0.0002$	$>200$	$2 \times 10^{-4}$	$0.046/0.132$	$2400 \pm 1200$ (гл.ф.) $400 \pm 200$ (пл.ф.)	$4.7 \times 10^8$	$\leq 1.4 \times 10^{10}$ (гл.ф.) $3.7 \times 10^{10}$ (пл.ф.)
РКУП	$0.2867 \pm 0.0002$	36	$8 \times 10^{-4}$	$0.205/0.280$	$325 \pm 200$ (ф.)	$1.1 \times 10^{10}$	$9.6 \times 10^{10}$

РКУП вызывает снижение интенсивности и уширение рентгеновских линий стали. Данные о размере областей когерентного рассеяния (ОКР) и микродеформации кристаллической решетки ( $\Delta d/d$ ) до и после РКУП представлены в таблице 1. Значение  $\Delta d/d$  увеличивается на порядок, а ОКР уменьшается до 40 нм, что также свидетельствует в пользу измельчения кристаллитов и наличия высоких внутренних напряжений.

В исходной структуре стали обнаружены карбиды округлой формы  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{M}_6\text{C}$  ( $\sim 90$  нм) (рис. 2а), расположенные преимущественно на границах, и карбиды  $\text{Fe}_3\text{C}$  ( $15 \div 20$  нм) внутри зерен глобулярного феррита (рис. 2б). После РКУП средний размер крупных и мелких карбидов уменьшился до  $\sim 70$  и  $\sim 2 \div 3$  нм, соответственно (рис. 2в, г), и их расположение стало более равномерным в сравнении с исходным состоянием. На электронограммах наблюдали диффузные кольца, свидетельствующие о появлении ультрадисперсной карбидной фазы. Интерпретация этих колец показала, что межплоскостные расстояния близки фазам  $\text{Fe}_3\text{C}$  и  $\text{V}_8\text{C}_7$ , но однозначно их идентифицировать не удается.

### 3.2. Механические свойства стали до и после РКУП

До РКУП сталь 06МБФ характеризовалась довольно низким пределом текучести  $\sigma_{0.2} = 480$  МПа и высокой пластичностью  $\delta \sim 13\%$  (рис. 3, кривая 1). На первой стадии деформация на плато, следующим за зубом текучести и отвечающим нижнему пределу текучести  $1\% < \varepsilon < 2\%$ , происходила путем зарождения и распространения полос Людерса-Чернова. Наличие зуба текучести связано с тем, что дислокации могли быть заблокированы примесями или карбидами. Затем следует стадия упрочнения с коэффициентом  $\theta = d\sigma/d\varepsilon = 1600$  МПа и стадия образования шейки при  $\varepsilon > 10\%$ .

РКУП приводит к существенному изменению вида кривой «напряжение-деформация» стали: исчезает площадка текучести, пределы текучести и прочности возрастают до 815 и 960 МПа, пластичность резко падает, деформация локализуется в полосах (рис. 3, кривая 2). РКУП также приводит к росту микротвердости стали от 2,1 до 3,3 ГПа.

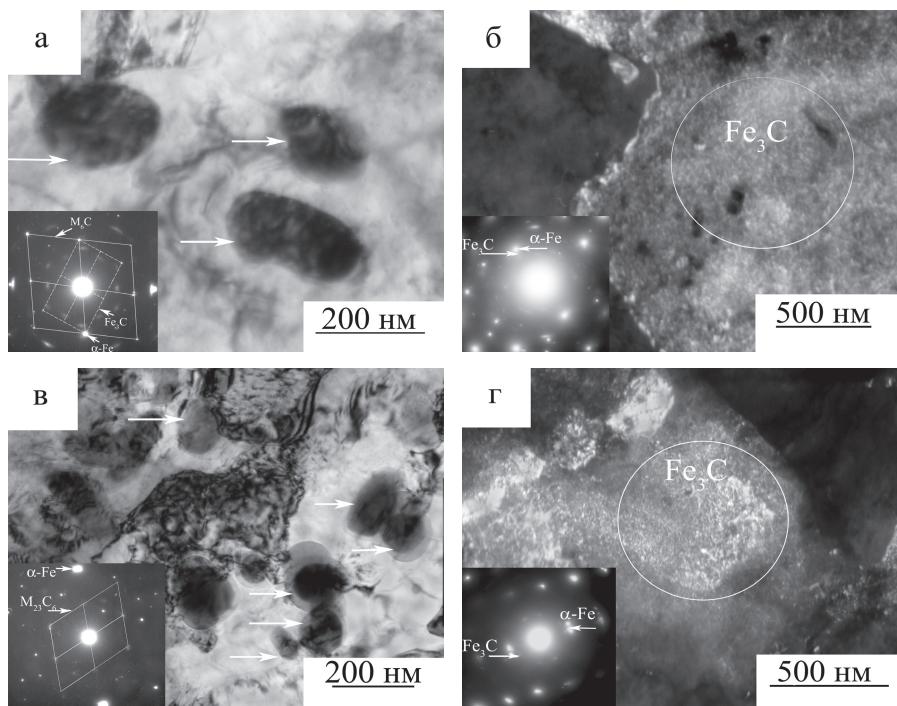


Рис. 2. ПЭМ изображения карбидов в ферритной стали 06МБФ в исходном состоянии (а, б) и после РКУП (в, г): светлопольные изображения карбидов  $\text{M}_6\text{C}$  и  $\text{Fe}_3\text{C}$  (а),  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  (в); темнопольные изображения, полученных в рефлексе  $\text{Fe}_3\text{C}$  (б, г)

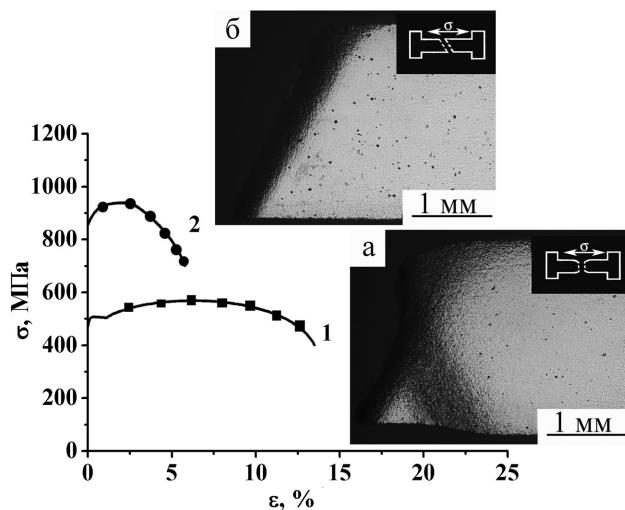


Рис. 3. Влияние РКУП на кривые течения и характер излома ферритной стали 06МБФ в исходном состоянии (кривая 1, а) и после РКУП (кривая 2, б)

#### 4. Обсуждение результатов

Основным механизмом упрочнения СМК и НК материалов является зерногранничное упрочнение, составляющее до 60÷70 % [1-4] и описываемое соотношением Холла-Петча [1,3,4]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}, \quad (1)$$

где  $\sigma_y$  – предел текучести материала,  $\sigma_0$  – сопротивление деформации в монокристаллах,  $d$  – размер зерна,  $k$  – коэффициент Холла-Петча. Значения коэффициента  $k$  для различных структурных состояний (типа зерногранничного ансамбля, дисперсионного и твердорастворного упрочнения, распределения по размерам зерен, их формы и пр.) низкоуглеродистых сталей варьируются в интервале от 13 до 19 ГПа·нм<sup>1/2</sup> [4,5,28,29]. В данной работе мы принимали  $k=16$  ГПа·нм<sup>1/2</sup>. В предположении, что все границы являются большеугловыми, измельчение зерна от 2400 до 325 нм после РКУП приведет к увеличению предела текучести на  $\Delta\sigma=560$  МПа. Однако, использование выражения (1) корректно только для случая «истинно» зеренной структуры. В нашем случае, такая структура наблюдалась в исходном состоянии. В состоянии после РКУП структура стали зеренно-субзеренная, то есть содержит как мало-, так и большеугловые границы, разделяющие фрагменты. В этом случае необходимо учитывать субструктурное упрочнение от блоков или ячеек [4,29]:

$$\sigma_y = k_1 D^{-1}, \quad (2)$$

где  $k_1$  – параметр междислокационного взаимодействия  $(0.13 \div 0.15) \cdot 10^6$  МПа·нм [4,30],  $D$  – размеры ячеек, блоков, фрагментов. В этом случае вклад субструктурного упрочнения при РКУП составляет  $\Delta\sigma=105$  МПа.

Вклад от дислокаций, распределенных в структуре сталей, определяется соотношением:

$$\sigma_\rho = \alpha M G b \rho^{1/2}, \quad (3)$$

где  $b$  – вектор Бюргерса,  $G=81$  ГПа – модуль сдвига [5],  $\rho$  – плотность дислокаций,  $M=2,75$  [5],  $\alpha=0,1 \div 0,3$  – константа, зависящая от характера распределения дислокаций. Используя экспериментальные значения по изменению плотности дислокаций при РКУП (таблица 1), приращение  $\Delta\sigma$  составляет 160 МПа.

В стали 06МБФ, согласно данным рентгеноструктурного анализа, параметр решеток во всех исследуемых состояниях близок к значению для  $\alpha$ -Fe. Атомы легирующих элементов находятся, в основном, в карбидах. Поэтому можно считать, что вклад от твердорастворного упрочнения пренебрежимо мал.

Принимая, что все частицы в структуре стали некогерентные, дисперсионное упрочнение можно оценить с помощью модифицированного для  $\alpha$ -Fe уравнения Орбана [31]:

$$\sigma_{\text{обр}} = 13 \times 10^3 \frac{f^{1/2}}{D_{\text{ср}}} \ln \left( 1.5 \frac{D_{\text{ср}}}{f^{1/2}} \right), \quad (4)$$

где  $f$  – объемная доля частиц;  $D_{\text{ср}}$  – их средний диаметр. В соответствии с экспериментальными данными, после РКУП размер мелких частиц уменьшается от 15-20 нм до 2-3 нм, обеспечивая вклад в упрочнение около 115 МПа. А крупные частицы оказывают упрочняющий эффект всего ~10-20 МПа.

Таким образом, приращение предела текучести при РКУП стали 06МБФ с учетом выражения (1) составляет ~840 МПа, а с учетом выражения (2) ~385 МПа, а экспериментальное значение составляет  $\Delta\sigma = (\sigma_{\text{РКУП}} - \sigma_{\text{исх}}) = 435$  МПа. Это свидетельствует в пользу того, что РКУП стали приводит к формированию развитой зеренно-субзеренной структуры.

Сопоставление расчетных и экспериментальных значений изменения предела текучести стали 06МБФ при РКУП показало, что они хорошо согласуются, однако являются только оценочными. Следует отметить, что приведенные расчеты необходимы не столько для количественной оценки предела текучести, сколько для выявления вклада каждого механизма упрочнения в общее упрочнение стали. Обобщение полученных результатов показывает, что наиболее весомый вклад в повышение предела текучести при РКУП достигается вследствие измельчения зерна, вклада от дислокаций и мелкоразмерной карбидной фазы в структуре исследуемых сталей.

#### 5. Заключение

Равноканальное угловое прессование приводит к формированию субмикрокристаллической структуры со средним размером структурных элементов  $d=325$  нм и системой крупных (~70 нм) и мелких карбидов (<5 нм).

После РКУП сталь 06МБФ обладает высокими прочностными свойствами: предел текучести  $\sigma_{0.2} = 815$  МПа, микротвердость  $H_\mu = 3,3$  ГПа.

На основе анализа экспериментально определенных параметров структуры стали 06МБФ (размера структурных элементов, объемной доли и размера частиц, плотности дислокаций) проведена оценка влияния РКУП на

значения предела текучести. Основной вклад в упрочнение вносят зернограничное упрочнение за счет измельчения зерна при РКУП, повышение плотности дислокаций и дисперсная карбидная фаза.

*Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Президента РФ (МК-43.2011.8) и РФФИ (№ 11-08-98019-р\_сибирь\_a).*

## Литература

1. R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov. Bulk Nanostructured Metallic Materials, Moscow, IKC Akademkniga (2007) 397 (in Russian).
2. M.J. Zehetbauer, R.Z. Valiev (Eds.). Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, Vienna, Austria, Wiley-VCH (2002) 850.
3. T.C. Lowe and R.Z. Valiev (Eds). Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation, Dordrecht, the Netherlands, Kluwer Academic Publishing (2000) 367.
4. Y. Weng. Ultra-Fine Grained Steels, Berlin, Metallurgical Industry Press, Beijing and Springer-Verlag GmbH (2009) 588.
5. K.T. Ramesh. Nanomaterials. Mechanics and Mechanisms, Berlin, Springer, (2009) 316.
6. S.V. Dobatkin, O.V. Vasil'eva, V.I. Kopylov, R. Pippan. Mater. Sci. Forum. **467-470**, 1277 (2004).
7. Q. Wei, L. Kecskes, T. Jiao, K. T. Hartwig, K. T. Ramesh. Acta Mater. **52**, 1859 (2004).
8. M. Sus-Ryszkowska, T. Wejrzanowski, Z. Pakiela, K. J. Kurzydlowski. Mater. Sci. Eng. A**369**, 151 (2004).
9. S.S. Hazra, A.A. Gazder, E.V. Pereloma. Mater. Sci. Eng. A**524**, 158 (2009).
10. S.V. Dobatkin, P.D. Odessky, S.V. Shagalina. Mater. Sci. Forum. **584-586**, 623 (2008).
11. S.V. Dobatkin, P.D. Odessky, R. Pippan, G.I. Raab, N.A. Krasilnikov, A.M. Arsenkin. Nanomaterials by severe plastic deformation, ed. by Zehetbauer M.J., Valiev R.Z., Vienna, Austria, Wiley-VCH, 804 (2002).
12. Sh.M.L. Sastry, S.V. Dobatkin, S.V. Sidorova. Russian metallurgy (Metally). **2**, 129 (2004).
13. D.H. Shin, K.-T. Park. Mater. Sci. Eng. A**410-411**, 299 (2005).
14. B. Hwang, S. Lee, Y.C. Kim, N.J. Kim, D.H. Shin. Mater. Sci. Eng. A**441**, 308 (2006).
15. D.H. Shin, I. Kim, J. KIM, K.-T. Park. Acta Mater. **49**, 1285 (2001).
16. K.-T. Park, Y.-S. Kim, J.G. Lee, D. H. Shin. Mater. Sci. Eng. A**293**, 165 (2000).
17. K.-T. Park, D.H. Shin. Mater. Sci. Eng. A**334**, 79 (2002).
18. J.T. Wang, C. Xub, Z.Z. Duc, G.Z. Qua, T.G. Langdon. Mater. Sci. Eng. A**410-411**, 312 (2005).
19. J. Kim, I. Kim, D.H. Shin. Scripta Mater. **45**, 421 (2001).
20. Y. Fukuda, K. Ohishi, Z. Horita, T.G. Langdon. Acta Mater. **50**, 1359 (2002).
21. K. Ohishi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T.G. Langdon. Metall. Mater. Trans. A**29**, 2011 (1998).
22. S. Komura, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. Mater. Sci. Eng. A**297**, 111 (2001).
23. G.G. Zakharova, E.G. Astafurova, E.V. Naydenkin, G.I. Raab, S.V. Dobatkin. Mater. Sci. Forum. **667-669**, 325 (2011).
24. E.G. Astafurova, G.G. Zakharova, E.V. Naydenkin, G.A. Raab, S.V. Dobatkin. Phys. Met. and Metallography. **111**, 62 (2011).
25. L.R. Botvina, M.R. Tyutin, V.P. Levin, Y.A. Demina, I.A. Panteleev, S.V. Dobatkin. Mater. Sci. Forum **584-586**, 281 (2008).
26. P. Hirsch, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley, M.J. Whelan. Electron Microscopy of Thin Crystals, Huntington, New York, Krieger (1977) 362.
27. G.K. Williamson, R.E. Smallman. Phil. Mag. **1**, 34 (1956).
28. R.Z. Valiev, Y.V. Ivanisenko, E.F. Rauch, B. Baudelet. Acta Mater. **44**, 4705 (1996).
29. G.G. Zakharova, E.G. Astafurova, M.S. Tukeeva, E.V. Naydenkin, S.V. Dobatkin, G.I. Raab. Russian Physics Journal. **4**, 416 (2011) (in Russian).
30. N.I. Noskova, R.R. Mulyukov. Submicrocrystalline and nanocrystalline metals and alloys. Ekaterinburg, UrO RAS (2003) 279 (in Russian).
31. M.I. Goldshtain, V.S. Litvinov, B.M. Bronfin. Metallophysics of high-strength alloys, Moscow, IKS Metallurgiya (1986) (in Russian).