

# Влияние промежуточного отжига на микроструктуру и микротвёрдость сплава Х20Н80 после интенсивной пластической деформации

Зубаиров Л.Р.<sup>†</sup>, Попов В.А., Даниленко В.Н.<sup>‡</sup>.

<sup>†</sup>linar@imsp.ru, <sup>‡</sup>vdan@anrb.ru

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, 450001 Уфа

## Effect of intermediate annealing on microstructure and micro-hardness of the H20N80 alloy after severe plastic deformation

L.R. Zubairov, V.A. Popov, V.N. Danilenko

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Исследовано влияние промежуточного отжига в процессе интенсивной пластической деформации (ИПД) кручением на формирование нанокристаллической (НК) микроструктуры и микротвёрдость нихрома. Показано, что микротвёрдость выходит на насыщение начиная с 10 оборотов. Промежуточный отжиг увеличивает микротвёрдость выше значения насыщения. Этот результат, вероятно, связан с увеличением протяженности равновесных границ зёрен нихрома после отжига, которые способствуют дефектообразованию при последующей деформации.

**Ключевые слова:** интенсивная пластическая деформация, микротвёрдость, границы зёрен.

The effect of intermediate annealing during severe plastic deformation on the nanocrystalline structure evolution and microhardness of Ni-Cr alloy is studied. It is shown that the microhardness saturates at the strain level corresponding to ten revolutions. Intermediate annealing leads to the increase of microhardness above the saturation level. This result is apparently due to the increase in the length of equilibrium grain boundaries after annealing and they contribute to formation of defects during subsequent deformation.

**Keywords:** severe plastic deformation, micro-hardness, grain boundaries.

### 1. Введение

Получение нанокристаллической (НК) структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД) в различных металлах и сплавах приводит к формированию высокопрочного состояния в них [1,2]. Обычно формирование структуры с помощью ИПД проводится в нескольких циклов продавливания в методе равнонапряжённого углового прессования (РКУП) или оборотах бойков в наковальне Бриджмена при заданном давлении [3]. Практически не исследован вопрос получения НК структуры с использованием промежуточного отжига, который проводится между циклами продавливания в методе РКУП или между оборотами пуансона в наковальне Бриджмена.

Целью данной работы является изучение влияния ИПД кручением под квазигидростатическим давлением в наковальнях Бриджмена с промежуточным отжи-

гом на формирование микроструктуры и механические свойства нихрома Х20Н80.

### 2. Материала и методы исследования

Образцы нихрома Х20Н80 с крупнокристаллической структурой подвергались ИПД кручением на 5, 10 и 15 оборотов в наковальне Бриджмена при давлении 5 ГПа, при этом, часть образцов деформировали по следующей схеме: деформация на 5 оборотов, затем отжиг при температуре 650 °С в течение 10 мин. и последующая деформация на 10 оборотов. Деформацию всех образцов осуществляли со скоростью 2 об/мин.

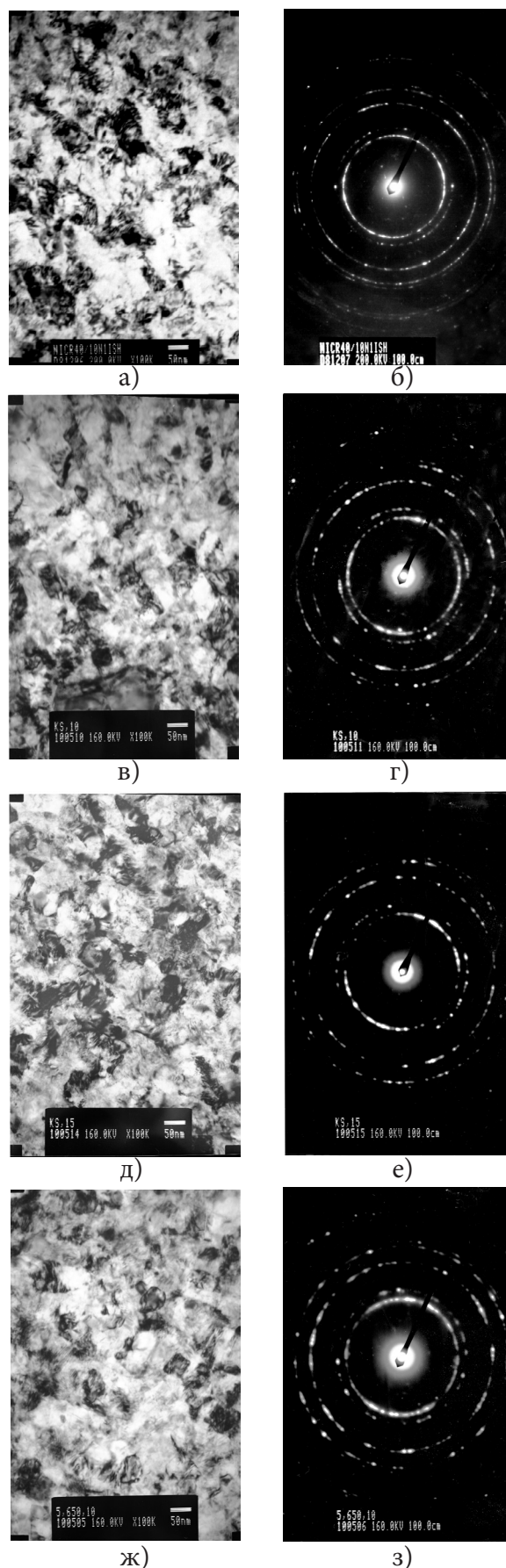
Электронно-микроскопические исследования в светлом и тёмном поле проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM 2000EX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Электронограммы получали дифракцией от избранной области фольги площадью

размером 0.5 мкм. Фольги для исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) получали методом струйной электрополировки на установке Tenipol-5 в растворе 100мл  $\text{HClO}_4$  + 900 мл бутанола, при напряжении 30 В. Электрополировку проводили при комнатной температуре. Фольги промывали в дистиллированной воде. Рентгеноструктурный анализ проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН 4-07, используя  $\text{CuK}\alpha$  излучение с фокусировкой по Брегу-Брентано со щелями Солера на первичном и дифрагированном пучках и графитовым кристалл-монохроматором на дифрагированном пучке. Анализ областей когерентного рассеяния проводили с помощью метода Вильямсона-Холла. Для оценки изменения механических свойств исследуемых образцов определяли микротвёрдость на приборе для измерения микротвёрдости ПМТ-3. Статическая нагрузка, приложенная к алмазному индентору в течение 10 секунд, составляла 150 г. Измерения проводили на середине радиуса образца.

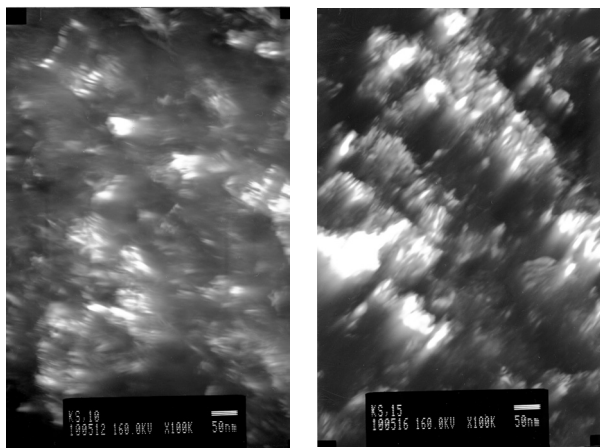
### 3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 приведена микроструктура исследованных образцов нихрома после деформации в наковальне Бриджмена в режиме светлого поля, полученная в ПЭМ. Во всех образцах получена сильно фрагментированная структура, что не позволяет точно оценить размер фрагментов (зёрен) в ней. В образце, деформированном на 5 оборотов, различаются отдельные фрагменты (зёрна) размер которых составляет ~50 нм. Подобный результат был получен в [4, 5]. В образцах после деформации на 10 и 15 оборотов и в образце, деформированном с промежуточным отжигом, размер таких фрагментов (зёрен) уменьшается. На рис. 2 приведены темнопольные изображения микроструктуры исследованных образцов, полученные в рефлексах (111). Так как электронограммы от исследованных образцов являются кольцевыми (рис. 1), то получить режим темного поля в одном рефлексе не удастся, что также не позволяет точно определить размер фрагментов (зёрен). Анализ микроструктур в режиме светлого и тёмного поля позволяет уверенно утверждать, что размер фрагментов (зёрен) составляет меньше 50 нм и он уменьшается в процессе деформации. Это показывает, что в сильно фрагментированной микроструктуре с размером фрагментов (зёрен) меньше 50 нм методами ПЭМ их размер можно оценить только качественно. На рис. 3 приведена микроструктура образца деформированного на 5 оборотов и отожженного при температуре 650 °C в течение 10 мин. Микроструктура образца стала более равновесной: зерна практически свободны от дислокаций, средний размер зёрен увеличился до ~300 нм, границы зёрен имеют полосчатый контраст и появились зерна окруженные высокоугловыми специальными границами  $\Sigma 3$ . Увеличение размера зёрен сказалось и в изменении вида электронограммы, она стала точечной.

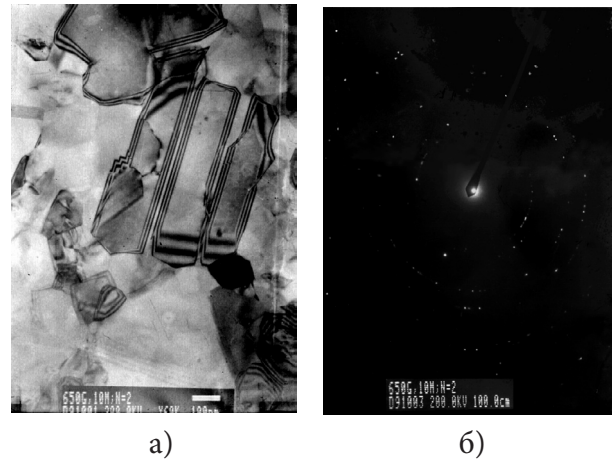
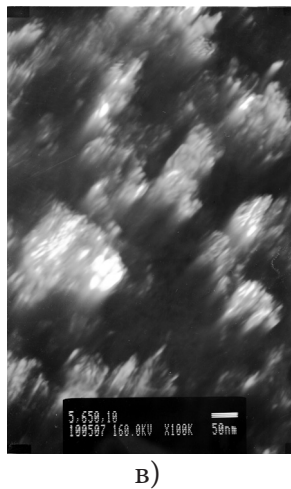
На рис. 4 приведены дифрактограммы исследованных образцов после ИПД. На рис. 5 приведен совмещенный участок дифрактограмм исследованных образцов в диапазоне углов 43.0-45.4°, где присутствуют дифрак-



**Рис. 1.** Микроструктуры и электронограммы сплава X20H80 после ИПД кручением на 5 об. (ИПД5) (а, б); после ИПД кручением на 10 об. (ИПД10) (в, г); после ИПД кручением на 15 об. (ИПД15) (ж, з); после после ИПД кручением на 5 об., последующего отжига при 650°C и ИПД кручением на 10 об. (ИПД5 + 650 °C +ИПД10) (ж, з)



**Рис. 2.** Темнопольные изображения микроструктуры исследованных образцов из сплава X20H80, полученные в рефлексах (111) после: а) ИПД10; б) ИПД15; в) ИПД5 + 650 °C + ИПД10.



**Рис. 3.** Микроструктура (а) и электронограмма (б) сплава X20H80 после ИПД кручением (5 об.) и последующего отжига при 650 °C (ИПД5 + 650 °C)

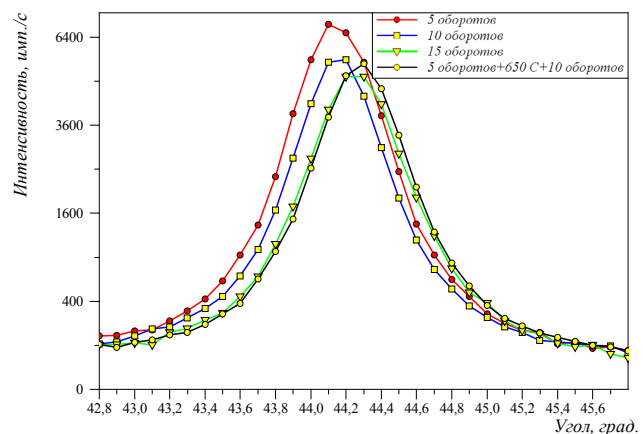
рассеяния уменьшается. Однако, профильный анализ дифракционных максимумов, когда учет влияния размеров ОКР и микронапряжений проводится простой линеаризацией, как в методе Вильямсона Холла, для образцов полученных кручением в наковальне Бриджмена не дает точного результата, поэтому ОКР, приведенные в таблице 1, следует рассматривать как оценку. Как видно из рис. 4 и таблицы 1 по мере увеличения степени деформации размер фрагментов (зёрен) уменьшается. Для образца после деформации на 15 оборотов и образца с промежуточным отжигом можно говорить о приблизительном совпадении размеров фрагментов (зёрен).

ционные максимумы от (111). Интегральная ширина дифракционной линии уменьшается, а максимум интенсивности дифракционной линии смещается в сторону увеличения угла дифракции, или уменьшая межплоскостное расстояние для (111). В таблице 1 приведены результаты анализа дифрактограмм исследуемых образцов методом Вильямсона Холла. Видно, что с увеличением количества оборотов размер областей когерентного

Таблица 1	
Влияние ИПД на размер ОКР	
Образец	ОКР, нм
5 оборотов	45
10 оборотов	20
15 оборотов	14
5 оборотов + 650 °C + 10 оборотов	14

Таблица 2		
Влияние ИПД и последующего отжига на микротвёрдость исследованных образцов		
Состояние	ИПД (Нв, ГПа)	ИПД + 650 °C (Нв, ГПа)
5 оборотов	5.8 ± 0,2	4.4 ± 0,1
10 оборотов	7.0 ± 0.2	5.6 ± 0.1
15 оборотов	7.2 ± 0.2	5.5 ± 0.2
5 оборотов + 650 °C + 10 оборотов	8.3 ± 0.4	6.5 ± 0.5

**Рис. 4.** Дифрактограммы исследованных образцов после ИПД



**Рис. 5.** Совмещенный участок дифрактограмм исследованных образцов в рефлексе (111)



В таблице 2 приведены результаты измерения микротвёрдости на середине радиуса исследованных образцов. Для образцов, деформированных по обычной схеме без промежуточного отжига, начиная с 10 оборотов микротвёрдость выходит на насыщение. В случае деформации по схеме с промежуточным отжигом, наблюдается увеличение микротвёрдости. Дополнительный отжиг всех образцов при температуре 650 °С в течение 10 мин сохраняет картину изменения микротвёрдости. Рассмотрим возможные причины увеличения микротвёрдости в результате включения в процесс деформации промежуточного отжига.

В процессе формирования НК структуры методом ИПД происходит накопление дефектов: точечных, линейных и планарных. Сложный дифракционный контраст (рис. 1) на электронно-микроскопических снимках отражает наличие полей внутренних напряжений от накопленных дефектов. Если увеличение микротвёрдости связано с увеличением дефектности структуры, то введение промежуточного отжига в процесс формирования НК структуры должно привести к уменьшению микротвёрдости. В эксперименте мы наблюдаем обратную картину. Вероятно, промежуточный отжиг меняет кинетику накопления дефектов. Если сравнить образец после 10 оборотов и образец после промежуточного отжига с последующей деформацией на 10 оборотов, то основное различие между ними состоит в различном исходном до ИПД состоянии образцов. Известно, что разное исходное состояние образцов до ИПД влияет на структуру и свойства образцов после ИПД [3-5]. В данном случае, у первого образца исходным состоянием являлось крупнозернистое, то у второго ультрамелкозернистое (рис. 3), отличающееся меньшим размером зёрен или большей протяженностью границ зёрен. Возможно, большая протяженность границ зёрен в образце после промежуточного отжига меняет кинетику накопления дефектов и приводит к увеличению микротвёрдости в нём.

#### 4. Заключение

1. Показано, что в сплаве Х20Н80 в результате ИПД кручением в наковальне Бриджмена сформирована НК структура с размером фрагментов (зёрен) менее 50 нм.

2. Микротвёрдость исследованных образцов выходит на насыщение, начиная с 10 оборотов.

3. Включение промежуточного отжига в процесс ИПД кручением приводит к увеличению микротвёрдости выше значения насыщения. Промежуточный отжиг предварительно деформированного сплава приводит к увеличению протяженности равновесных границ зёрен, которые меняют кинетику накопления дефектов в процессе последующей деформации.

#### Литература

1. A.A.Nazarov, R.R.Mulyukov. Nanostructured Materials. In: Handbook of Nanoscience, Engineering, and Technology, ed. by Goddard W., Brenner D., Lyshevski S., Iafrate G., CRC Press (2003) Chapter 22, P. 1
2. Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. Bulk Nanostructured Metallic Materials, Moscow, IKC Akademkniga (2007) 397 (in Russian).
3. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Progress in Materials Science. **53** (2008), P. 893-979.
4. Danilenko V.N. Electron microscopic study of the spectra of grain boundaries in nichrome: PhD Thesis. Sci. Science. – Ufa. 1992. – P.17 (in Russian) [Даниленко В.Н. Электронномикроскопическое исследование спектров границ зёрен в нихроме: Автореферат канд. Физ.-мат. наук. – Уфа. 1992. – 17 с.]
5. Kaibyshev O.A., Dudova N.R., Valitov V.A. Influence of severe plastic deformation and subsequent annealing on the structure and properties of the alloy H20N80 / Phys. Met. And Metallography. **95**(5), 1 (2003) (in Russian) [Кайбышев О.А., Дудова Н.Р., Валитов В.А. ФММ. **95**(5), 1 (2003)].
6. Danilenko V.N. Influence on the formation of the original structure submikrocrystal state in nichrome. Perspektivnye materialy. **1**, 12(2004) (in Russian) [Даниленко В.Н. Перспективные материалы. **1**, 12 (2004)].
7. Dobatkin S.V et al. Metally **5**, 95 (2006). (in Russian) [Добаткин С.В., Шагалина С.В., Слепцов О.И., Красильников Н.А. Металлы. **5**, 95 (2006)].
8. Volkov A.Yu., Kazantsev V.A. Phys. Met. And Metallography. **113**(1), 66(2012) (in Russian) [Волков А.Ю., Казанцев В.А. Физика металлов и металловедение. **113**(1), 66 (2012)].