

Влияние энергии дефекта упаковки на закономерности развития механического двойникования в высокомарганцевых аустенитных сталях Fe-Mn-Al-C при кручении под давлением

Астафурова Е.Г.^{1,†}, Тукеева М.С.¹, Майер Г.Г.¹, Мельников Е.В.¹, Кошовкина В.С.^{1,2}, Козлова Т.А.^{1,2}

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

²Томский политехнический университет, пр. Ленина 30, 634050 Томск

[†]elena.g.astafurova@gmail.com

The effect of stacking-fault energy on the peculiarities of mechanical twinning development in high-manganese austenitic steels Fe-Mn-Al-C under high-pressure torsion

E.G. Astafurova¹, M.S. Tukeeva¹, G.G. Maier¹, E.V. Melnikov¹, V.S. Koshovkina^{1,2}, T.A. Kozlova^{1,2}

¹Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Akademicheskyy Pr. 2/4, 634021 Tomsk

²Tomsk Polytechnic University, Lenina Pr. 30, 634050 Tomsk

Методами оптической металлографии, просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа изучены закономерности измельчения структуры высокомарганцевых сталей Fe-13Mn-1.3C, Fe-13Mn-2.7Al-1.3C, Fe-28Mn-2.7Al-1.3C (мас. %) в условиях деформации кручением под квазигидростатическим давлением (комнатная температура, 5-6 ГПа, 1 оборот). Установлено влияние энергии дефекта упаковки на закономерности развития механического двойникования в исследуемых сталях, которое является одним из факторов, определяющих степень однородности структуры по диаметру дисков и механические характеристики сталей (микротвердость) после кручения.

Ключевые слова: аустенитные стали, двойникование, энергия дефекта упаковки, кручение под квазигидростатическим давлением.

Optical metallography, transmission electron microscopy and X-ray diffraction were used to study the peculiarities of structure refinement in high-manganese steels Fe-13Mn-1.3C, Fe-13Mn-2.7Al-1.3C, Fe-28Mn-2.7Al-1.3C (in wt.%) under high-pressure torsion (room temperature, 5-6 GPa, 1 revolution). The effect of stacking fault energy on the peculiarities of twinning development in the studied steels was found out, which is one of the factors that determine the degree of uniformity of the structure through the disk diameter and mechanical characteristics (microhardness) of the steels after torsion.

Keywords: austenitic steels, twinning, stacking-fault energy, high-pressure torsion.

1. Введение

Интерес к изучению механизмов упрочнения и, в частности, двойникования в аустенитных сталях достаточно высок. Двойникование наблюдали в ОЦК- и ГПУ-сплавах и минералах, обладающих низкой симметрией, в настоящее время оно обнаружено во многих ГЦК-металлах и сплавах, упорядоченных структурах, интерметаллидах, полупроводниках, неметаллических структурах и полимерах [1, 2].

В последние десятилетия в физике прочности и пластичности развиваются методы и подходы, связанные с

достижением высокопрочного состояния в металлах за счет измельчения их структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [3, 4]. Прогресс в этой области науки связан не только с созданием новых схем деформирования, но также с модификацией и комбинацией уже известных схем, с оптимизацией состава и структуры сплавов до ИПД и «зернограничным дизайном».

Механическое двойникование может способствовать формированию ультрамелкозернистой структуры с высокоугловыми низкоэнергетическими специальными границами Σ3ⁿ при ИПД, но для ГЦК-материалов двой-

никование является низкотемпературным механизмом деформации и наблюдается достаточно редко. Поэтому в настоящее время активно идет поиск сплавов, склонных к высокотемпературному двойникованию, и всесторонняя аттестация особенностей проявления этого механизма открывает перспективу создания высокопрочных наноструктурных материалов с низкоэнергетическими высокоугловыми разориентировками между элементами структуры.

В качестве перспективных материалов для этих целей могут быть использованы высокомарганцевые аустенитные стали и сталь Гадфильда, склонные к двойникованию в широком интервале температур [5-8]. Исследований по влиянию методов ИПД, а именно, кручения под давлением, на структуру высокомарганцевых сталей с высокой концентрацией углерода и стали Гадфильда недостаточно для полного описания процессов их измельчения [9, 10].

В данной работе исследовали влияние энергии дефекта упаковки на закономерности развития механического двойникования в модельных материалах – монокристаллах высокомарганцевых сталей Fe-13Mn-1.3C, Fe-13Mn-2.7Al-1.3C, Fe-28Mn-2.7Al-1.3C – в условиях деформации кручением под квазигидростатическим давлением при комнатной температуре. Использование монокристаллов, как объектов исследования, позволило избежать вклада в упрочнение и фрагментацию структуры от исходных границ зерен и рассмотреть особенности развития двойникования в чистом виде.

2. Материал и методы исследования

Монокристаллы аустенитных сталей Fe-13Mn-1.3C (сталь Гадфильда), Fe-13Mn-2.7Al-1.3C, Fe-28Mn-2.7Al-1.3C (мас. %) были выращены методом Бриджмена в среде инертного газа. Затем все кристаллы были гомогенизированы в среде аргона при $T=1100\div1150^\circ\text{C}$ в течение 24 часов. Для получения аустенитной структуры образцы закаливали после выдержки 1 час при $T=1100^\circ\text{C}$ 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} для сталей Fe-13Mn-1.3C, Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и {111} для стали Fe-28Mn-2.7Al-1.3C. Деформацию кручением под квазигидростатическим давлением (КГД) проводили на наковальнях Бриджмена

под давлением $P=5-6$ ГПа и температуре $T=23^\circ\text{C}$. Образцы деформировали на 1 оборот, время одного оборота при КГД – 60 секунд.

Структуру стали изучали после переполитовки и травления поверхности деформированных дисков при помощи оптического микроскопа Olympus GX-71. Поврежденный слой удаляли механическим шлифованием и электролитической полировкой при напряжении $U=30$ В в растворе $25\text{ г CrO}_3 + 210\text{ мл H}_3\text{PO}_4$ при комнатной температуре. Химическое травление шлифов проводили в растворе $1\text{ мл HCl} + 99\text{ мл H}_2\text{O}$.

Микроструктуру стали изучали с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Philips CM 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для выявления двойников использовали стандартную методику темнопольного анализа электронно-микроскопических картин в рефлексах двойников [11]. 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 $0.15\div0.20$ мм, а затем струйной полировкой в растворе 400 мл ледяной уксусной кислоты и 80 гр HClO_4 . Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-6000 с использованием $\text{Cu K}\alpha$ излучения. Плотность дислокаций определяли на основе данных рентгеноструктурного анализа [12].

Микротвердость образцов до и после деформации измеряли при комнатной температуре на микротвердомере Duramin-5 с нагрузкой на индентор 200 г.

3. Результаты и их обсуждение

КГД приводит к измельчению структуры монокристаллов сталей Fe-13Mn-1.3C, Fe-13Mn-2.7Al-1.3C, Fe-28Mn-2.7Al-1.3C за счет скольжения, образования двойников и полос локализации деформации, которые выявляются методами оптической металлографии (ОМ) и при электронно-микроскопических исследованиях. Анализ поверхности кристаллов после переполитовки и травления показывает, что действуют несколько систем двойникования, двойники и полосы локализации оказываются внутренне сдвоенными (рис. 1).

В стали Fe-13Mn-1.3C с низкой ЭДУ (0.030 Дж/м^2 [13]) наблюдается формирование двойниковых пакетов и микрополос локализованной деформации (рис. 1 а). Методами ПЭМ наблюдали сетку двойников, ширина

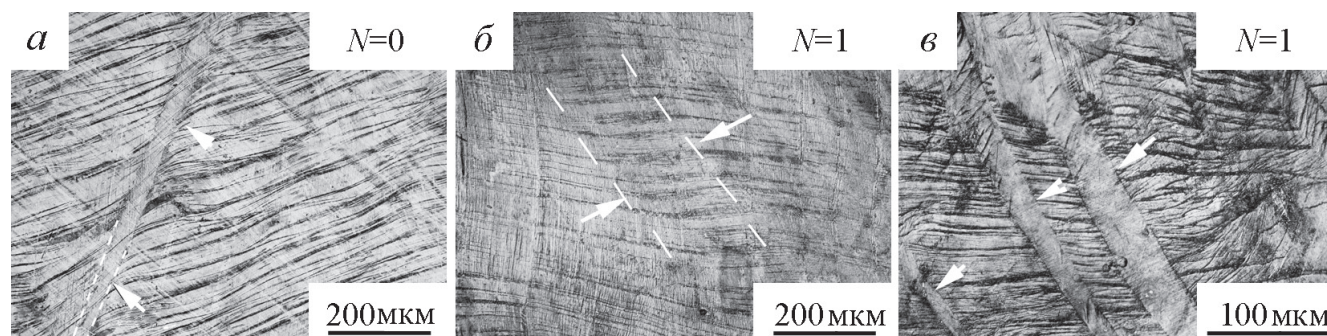


Рис. 1. Изображения поверхности деформированных методом КГД дисков (ОМ) после переполитовки и травления сталей Fe-13Mn-1.3C (а), Fe-13Mn-2.7Al-1.3C (б) и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C (в).

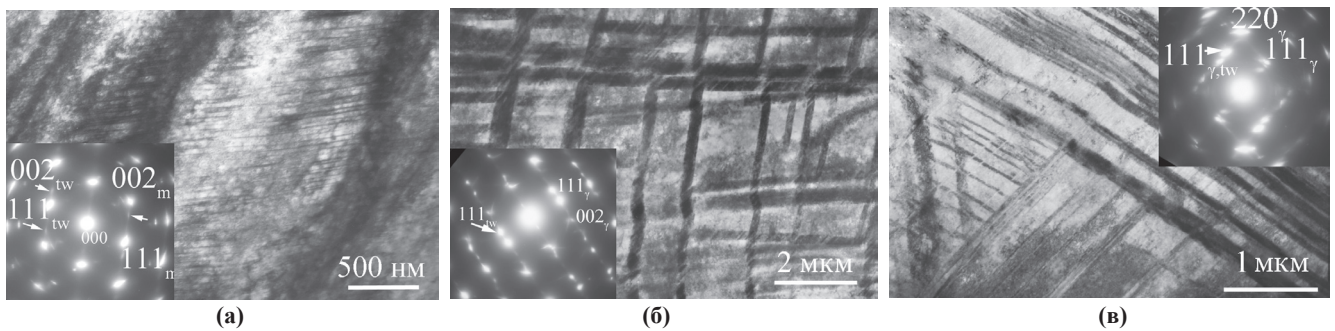


Рис. 2. ПЭМ-изображения структуры монокристаллов сталей Fe-13Mn-1.3C (а), Fe-13Mn-2.7Al-1.3C (б), Fe-28Mn-2.7Al-1.3C (в), подвергнутых КГД. На микродифракционных картинах указаны двойниковые рефлексы (tw). Микродифракционные картины сняты с площадей 0.5 (а) и 12.6 мкм² (б, в).

Таблица 1.

Влияние КГД на микротвердость (H_u), долю сдвойникового объема (f), толщину двойниковых ламелей (t) и расстояние между двойниками (e), плотность дислокаций (ρ) в исследуемых сталях.

Состав стали	H_u , ГПа	f , % (ОМ)	f , % (ПЭМ)	t , нм	e , нм	ρ , см ⁻² (РСА)
Fe-13Mn-1.3C	7	~40	27	7	14	6×10^{10}
Fe-13Mn-2.7Al-1.3C	5	~40	21	194	700	4×10^{10}
Fe-28Mn-2.7Al-1.3C	5	~40	33	50	350	3×10^{10}

фрагментов в которой составляет ~0,5 мкм, а толщина двойниковых пластин - десятки нанометров. Внутри фрагментов такой сетки наблюдается высокая плотность дислокаций скольжения и тонких двойников деформации, толщиной в единицы нанометров (рис. 2 а). Эффективная величина фрагментов структуры определяется толщиной двойников деформации и расстоянием между двойниками и составляет 5÷15 нм. Измерение размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) дает близкие значения параметров структуры, после КГД значения ОКР составляют <20 нм. Следует акцентировать внимание на том, что структурные элементы ограничены, чаще всего, двойниковыми границами ($\Sigma 3$ границами специального типа), устойчивыми к деградации и «распаду» при деформации и отжигах [14].

Высокие приложенные давления при КГД (6 ГПа) приводят к развитию механического двойникового в монокристаллах сталей Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C со средней и высокой энергией дефекта упаковки (соответственно 0.045 и 0.060 Дж/м² [13]). Факт двойникового подтвержден как металлографически, так и при электронно-микроскопических исследованиях (рис. 1 б, в; рис. 2 б, в). Следовательно, за счет высоких сжимающих напряжений при КГД, в этих сталях при комнатной температуре достигаются критические скалывающие напряжения для двойникового, которые часто невозможно реализовать в экспериментах по статическому растяжению и сжатию.

Оценка доли сдвойникового объема, проведенная по изображениям поверхности монокристаллов после переполировки и травления и по ПЭМ-изображениям, показывает, что после КГД ($N=1$) она слабо изменяется в сталях Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C по сравнению со сталью Fe-13Mn-1.3C. Тем не менее, морфологические особенности двойников, локализация деформации и упрочнение отличаются от таковых в стали Гадфильда.

На светопольных и темнопольных ПЭМ-изображениях структуры сталей Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-

2.7Al-1.3C после КГД видно, что ширина двойниковых пластин в пакетах и размер «ячеек», ограниченных двойниковыми ламелями, больше, чем в стали Гадфильда (рис. 2, таб. 1). Следовательно, эффективное расстояние между двойниковыми границами в пакетах возрастает, уменьшается плотность двойниковых границ и, одновременно, снижаются эффективность упрочнения и устойчивость двойниковой сетки к деградации.

Склонность к локализации пластического течения возрастает с ростом энергии дефекта упаковки (рис. 1). 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. В монокристаллах стали Fe-28Mn-2.7Al-1.3C полосы локализованного сдвига образовались до или одновременно с развитием деформации двойникованием (рис. 1 в). Общий анализ ПЭМ и оптических изображений структуры кристаллов указывает на тот факт, что в сталях Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C процессы ротационной пластичности проявляются в большей мере, чем в стали Fe-13Mn-1.3C. Это является следствием различий в энергии дефекта упаковки сталей и морфологии двойникового, описанной выше.

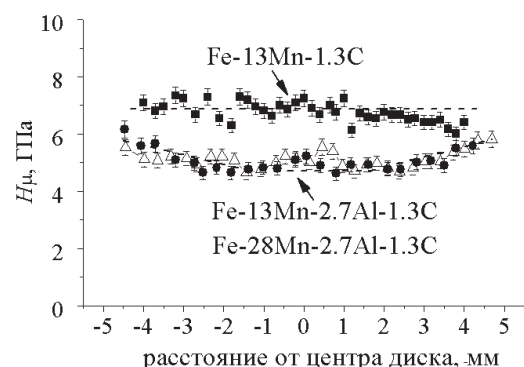


Рис. 3. Распределение микротвердости по диаметру дисков после КГД исследуемых сталей.

Таким образом, процессы аккомодации сдвига и диссипации энергии проявляются в большей степени с увеличением энергии дефекта упаковки высокоуглеродистых сталей. Из трех изучаемых сталей, в монокристаллах Fe-13Mn-1.3C с ростом числа оборотов наблюдается максимальный рост микродеформации кристаллической решетки и плотности дислокаций, а в стали Fe-28Mn-2.7Al-1.3C размеры ОКР изменяются заметно медленнее с деформацией и плотность дислокаций в них ниже в 2 раза (таб. 1). Дополнительным фактором упрочнения в стали Fe-13Mn-1.3C является эффект динамического деформационного старения, который также способствует накоплению высокой плотности дислокаций в стали Гадфильда.

Упрочнение в стали Fe-13Mn-1.3C выше, чем в сталях Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C, и за счет этого она обладает самыми высокими значениями микротвердости после кручения (таб. 1). Развитие «тонкого» механического двойникования обуславливает однородное распределение микротвердости по заготовке для стали Fe-13Mn-1.3C (рис. 3). Согласно данным [4] такое распределение обычно достигается при больших числе оборотов и приложенных давлениях при деформации кручением в наковальнях Бриджмена ГЦК-металлов и сплавов, не склонных к механическому двойникованию. Для сталей Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C это распределение квазиоднородно: с ростом энергии дефекта упаковки появляется тенденция к неоднородности распределения микротвердости по диаметру дисков, обусловленная зависимостью степени деформации (ϵ) от расстояния от центра диска (r) $\epsilon \sim r$ [4].

4. Заключение

При кручении под квазигидростатическим давлением монокристаллов аустенитных сталей Fe-13Mn-1.3C, Fe-13Mn-2.7Al-1.3C и Fe-28Mn-2.7Al-1.3C, независимо от энергии дефекта упаковки стали механическое двойникование определяет формирование высокопрочных наноструктурных состояний с границами специального типа (двойниковыми). Развитие механического двойникования способствует формированию квазиоднородной структуры уже после одного оборота КГД.

Увеличение энергии дефекта упаковки приводит к росту среднего расстояния между двойниковыми границами, уменьшению плотности двойников и искрив-

лению их габитусных плоскостей, что сопровождается уменьшением значений микротвердости и снижением степени однородности структуры по диаметру дисков.

Авторы статьи признательны профессору Ю.И. Чумлякову за предоставленные для исследования монокристаллы сталей.

Работа была выполнена при частичной финансовой поддержке ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (соглашение №8749 от 01.10.2012 г.).

Исследования выполнены с использованием оборудования Томского материаловедческого центра коллективного пользования.

Литература

1. J.W. Christian, S. Mahajan. Prog. Mater. Sci. **39**, 1 (1995).
2. N. Narita, J. Takamura. Dislocations in Solids. **9**, 135 (1992).
3. R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer JOM **58**(4), 33 (2006).
4. A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon. Prog. Mater. Sci. **53**, 893 (2008).
5. I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Gall, Y.I. Chumlyakov, H.J. Maier. Acta Mater. **48**, 1345 (2000).
6. E.G. Astafurova, I.V. Kireeva, Yu.I. Chumlyakov, H.J. Maier, H. Sehitoglu. Int. J. Mat. Res. **98**(2), 144 (2007).
7. K.S. Raghavan, A.S. Sastri, M.J. Marcinkowski. Trans. Metall. Soc. AIME. **245**, 1569 (1969).
8. P.H. Adler, G.B. Olson, W.S. Owen. Metall. Trans. A. **17**, 1725 (1986).
9. V.A. Teplov, L.G. Korshunov, V.A. Shabashov, R.I. Kuznetsov, V.P. Pilyugin, D.I. Tupitsa. The Physics of Metals and Metallography. **66**(3), 563 (1988)[in Russian].
10. E.G. Astafurova, M.S. Tukeeva, G.G. Zakharova, E.V. Melnikov, H.J. Maier. Materials Characterization. **62**, 588 (2011).
11. D.B. Williams, C.B. Carter. Transmission electron microscopy, USA, Springer (1996, 2009) 760.
12. G.K. Williamson, R.E. Smallman. Phil. Mag. (1), 34 (1956).
13. A. Saeed-Akbari, J. Imlau, U. Prahl, W. Bleck. Metall. Mater. Trans. A. **40**, 3076 (2009).
14. N.R. Tao, K. Lu. Scr. Mater. **60**, 1039 (2009).